

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

OBTENCIÓN DE YESO α EN AUTOCLAVE EN PRESENCIA DE SALES A PARTIR DE MATERIA PRIMA NACIONAL.

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por las Brs. Arias A. Teresita V.
Ricaurte R. Mariellys V.
Para optar al Título
de Ingeniero Químico.

Caracas, 2010

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

OBTENCIÓN DE YESO α EN AUTOCLAVE EN PRESENCIA DE SALES A PARTIR DE MATERIA PRIMA NACIONAL.

TUTOR ACADÉMICO: Dr. Arnaldo Millán
Prof. Francisco Yáñez

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por las Brs. Arias A. Teresita V.
Ricaurte R. Mariellys V.
Para optar al Título
de Ingeniero Químico.

Caracas, 2010

Caracas, Noviembre 2010

Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por la Bachiller Teresita V. Arias A. y la Bachiller Mariellys V. Ricaurte R., titulado:

**“OBTENCIÓN DE YESO α EN AUTOCLAVE EN RESENCIA DE SALES A
PARTIR DE MATERIA PRIMA NACIONAL”**

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Químico, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por el autor, lo declaran APROBADO.



Prof. Johnny Vásquez
Jurado



Profa. Adriana García
Jurado



Prof. Arnaldo Millán
Tutor Académico



Prof. Francisco Yáñez
Tutor Académico

DEDICATORIA

A mis PADRES: Adalys y Pablo Julian, por haberme guiado en todo momento hasta alcanzar esta meta. Ustedes me han enseñado que todo lo que uno se proponga lo puede lograr con esfuerzo y perseverancia. Jamas me alcanzarán las palabras para agradecerles todo lo que han hecho y siguen haciendo por mi. LOS AMO INFINITAMENTE.

Dedico también este trabajo a la memoria de una gran mujer: Mi abuela Encarnación, a quien quiero inmensamente. Sigue guiándome desde el cielo.

Mariellys Ricaurte

Este trabajo, meta alcanzada se lo dedico a

... Mis padres por guiarme con su luz y su amor

... Mis abuelos por inspirarme cada día en ser una mejor persona

Teresita Arias

AGRADECIMIENTOS

Teresita Arias

Agradezco a Dios y la Virgen de Betania por darme todo en la vida, y por bendecir mi meta alcanzada.

Agradezco a la ilustre Universidad Central de Venezuela por ser el hogar en el que construí mi vida, mi futuro como Ingeniera Química.

A mis padres y mis hermanos, por ayudarme y permitirme ser la persona que soy hoy en día; por su apoyo incondicional, por recibir mis alegrías y escuchar mis tristezas. Ustedes que con sus consejos y ejemplos de vida siempre me han indicado el camino correcto, su amor es mi luz en el camino. Éste éxito es suyo, y los que vendrán también.

A mi abuela María Antonia, su amor incondicional, puro e inmenso ha sido siempre la base que une esta familia, y ha inspirado muchas metas; y que no pararemos de contarlas.

A mis tías, tíos, primas y primos que siempre han estado pendientes de todos mis logros y, aún más importante, dispuestos sobre todo para ayudar y por estar siempre listos para reunirnos en familia.

A Jean Rivero, mi cielo, has sido un gran apoyo y como nos decimos mutuamente mi “válvula de alivio” en los momentos difíciles, tu gran paciencia, empeño y ganas de salir adelante siempre me han animado, por reconfortarme luego de un largo día de trabajo de ésta tesis, te agradezco esto y mucho mas. ¡¡Te Amo!!

A mi amiga y co-autora de éste trabajo Mariellys, por tu paciencia, ánimo, positivismo y empeño por salir adelante. Gracias por acompañarme no solamente en éste trabajo sino en gran parte de la carrera; ha sido maravilloso superar los obstáculos contando con tu amistad. E inigualablemente agradezco a Barby, por tu alegría y por estar siempre dispuesta a escucharme. Juntas disfrutamos, lloramos y sacamos adelante éste reto. Las adoro!!

A mis amigos de toda la vida, que más que amigos son mis hermanos, Jessy, Ada, Jona, María, Neysir, Calors, Hany, Jose; esta hermandad nació en el LUA y nos ha acompañado maravillosamente. Gracias por estar pendientes de mí, de una salida, de un cumpleaños, de un 21 en casa de Ada, todas, al fin, circunstancias para reunirnos y contarnos las historias de siempre.

A mis amigos que conocí en la Escuela, y con quienes compartí y viví la gran experiencia de convertirme en Ingeniera, Francisco, Andreina, Nathalie, Richard, Angela, Alejandro, Luis, Adriana, Ramón, Omaira, Fefa, Andru, Keino, Hussein; Gracias por todo y deseo que la vida nos siga uniendo para seguir disfrutando de nuestra amistad.

Al Prof. Francisco Yáñez, que como tutor siempre nos dio la luz para resolver cualquier problema, más que tutor te convertiste en padre para nosotras, nos acompañaste, nos aconsejaste y nos defendiste, creo que las gracias se quedan pequeñas.

A los Profesor Humberto Kum, Luís García, Johnny Vásquez y Trino Romero, que han sido, y deseo que lo sigan siendo, mis mentores e indiscutiblemente un modelo a seguir, con su compromiso, lealtad y respeto a la enseñanza. Muy orgullosamente puedo decir que se han convertido en mis amigos.

A todos los Profesor del IUT, Jesús Batista, Miguel Marín, Ronald, Pablo, Aura, Cristina; por su ayuda incondicional, su total disposición, y su simpatía que hicieron éste trabajo mucho más ligero.

De corazón, muchas Gracias.

Mariellys Ricaurte

Agradezco en primer lugar a Dios Todopoderoso por haber culminado este ciclo profesional con éxito.

A mi Alma Mater, la Ilustre Universidad Central de Venezuela por brindarme la oportunidad de instruirme como Ingeniero Químico y donde encontré una segunda familia. Esta es y será siempre mi segunda casa.

A mis hermanos Pablo Miguel “El gordo” y José Julián “El moro” por apoyarme en todo momento y darme ánimos en los momentos difíciles. Los adoro.

A mis abuelos Josefina y Aurelio por ser los pilares de mi familia y estar siempre presentes en todo momento.

A toda mi familia que son el mejor equipo de apoyo que cualquier persona pueda tener, siempre apoyándome con la alegría que los caracteriza, siempre con una sonrisa y una palabra de aliento en los momentos difíciles. En especial a mis tías: Nohellys, Maria, Cruz Dalia y Mi Madrina Victoria; estas extraordinarias mujeres que son mi ejemplo a seguir, jamás voy a poder expresarles lo mucho que las quiero y lo agradecida que estoy por todo lo que hacen y siguen haciendo por mí.

A mis amigas de toda la vida: Anabel Lucci, Gipsy Rodriguez, Jenireth Romero, Yeyderly Robayo Maria Teresa Cedeño y Yuretzky Vasquez, quienes me han apoyado incondicionalmente desde hace más de 10 años y a las que quiero como si fueran MIS HERMANAS. Niñas Lo Logré!!!

Agradezco en forma especial a mi compañera, co-autora de este trabajo y gran amiga Teresita Arias, por la paciencia y el apoyo en los momentos difíciles, siempre dándome ánimos y empujándome a dar lo mejor de mí en todo momento. No pude haber pedido una compañera mejor. Amiga al fin lo logramos!!!!

A la tercera integrante de este equipo Barbara Galindo, por ser una gran amiga, siempre ayudando y apoyando de manera desinteresada, dándome ánimos con esa fuerza de voluntad tan grande que la caracteriza, siempre diciendo “tranquila que Dios aprieta pero no ahorca”, jamás podré agradecerte tanto cariño y apoyo. Te adoro.

A mis amigos, compañeros y todas esas personas que conocí a lo largo de mi carrera y que siempre estuvieron allí en las buenas y en las malas, con los que crecí y que hicieron de mi paso por la universidad una experiencia inolvidable; esos cuyos nombres son: Francisco Landaeta, Jean C. Rivero, Richard Cabrera, Ramon Losada, Luis Cardier, Adriana Sevilla, Nathalie Bernal, Andreina Piñero, Estefania Lopez, Andru Moya, Jessica Sánchez, Frank Fajardo, Gabriela Bastardo, Alexis Cumana, Keino Gomez, Luis Orta, Mariangel Pesquera, Verónica Russian, Miguel Ardila, Alejandra Fuentes, Omaira Camacaro, Hussein Martin, Yesly Malaver, Alejandro Urdaneta y Angela Mujica. Gracias a todos, y también a todos aquellos que seguro se me pasaron por alto.

A mis queridos profesores Luis García, Humberto Kum, Johnny Vásquez, Johliny Casanova, Trino Romero, Adriana García y María Alejandra Rodriguez quienes además de contribuir en mi formación académica son grandes amigos, siempre con palabras de ánimo a lo largo de este camino. Son excelentes seres humanos y soy muy afortunada de haberlos tenido como docentes.

A mi tutor Francisco Yáñez: sin tu apoyo incondicional esto no hubiera sido posible, no existen palabras para agradecerte TODO lo que hiciste por nosotras a lo largo de este último año. Gracias de verdad.

A todos los Profesor del IUT, Jesús Batista, Miguel Marín, Ronald, Pablo, Aura, Cristina; por su ayuda incondicional, su total disposición, y su simpatía que hicieron éste trabajo mucho más ligero.

A todos Mil Gracias.

Teresita V. Arias A.; Mariellys V. Ricaurte R.
OBTENCIÓN DE YESO α EN AUTOCLAVE EN PRESENCIA DE SALES A
PARTIR DE MATERIA PRIMA NACIONAL

Tutor Académico: Prof. Arnaldo Millán, Prof. Francisco Yáñez. Tesis.

Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química. Año
2010. 168 Pág.

Palabras Claves: Gypse, Autoclaves, IUT Dr. Federico Rivero Palacios, Yeso Alfa.

Esta investigación se realizó en el Laboratorio de Reología del Instituto Universitario de Tecnología Dr. Federico Rivero Palacios, y tiene como objetivo principal evaluar la factibilidad de obtener yeso hemihidratado α en presencia de sales a altas presiones diseñando y empleando un autoclave, motivado a que en Venezuela no se produce este tipo de yeso.

Para el diseño del equipo, primero se determinó el ciclo térmico que permitiera la formación de cristales definidos; posteriormente se procedió a la obtención de los parámetros cinéticos para el sistema en estudio, obteniéndose un orden de reacción igual a 2. Adicionalmente, se realizaron pruebas con diferentes agitadores para la determinación del agitador que permitiera la obtención de partículas uniformes y, además, se realizaron pruebas de corrosión que permitieron decidir el material de construcción del equipo.

Entre los criterios de diseño se consideró una presión y una temperatura de diseño 10% mayor a la presión y temperatura máxima de operación respectivamente, obteniéndose 110 °C y 4,8 atmosferas. En cuanto al dimensionamiento del autoclave se obtuvo una capacidad de 0,005 m³.

Al evaluar un autoclave comercial realizando ensayos a diferentes presiones se obtuvo un producto con cristales de aproximadamente 30 μ m, un tiempo de fraguado de 400 segundos. Esto se obtuvo trabajando con una presión de 5 atmosferas, empleando aire comprimido para elevar la presión. Por otro lado, los difractogramas del yeso obtenido confirma la presencia de CaSO₄·½H₂O ó bassanita, no observándose la presencia de otras fases lo cual es un indicativo de que todo el CaSO₄·½H₂O se deshidrató para formar CaSO₄·½H₂O. Las micrografías tomadas con MEB de los cristales del yeso obtenido evidenciaron la forma característica de los cristales de hemihidrato α reportada por la bibliografía.

Por todo lo anteriormente expuesto queda evidenciada la factibilidad de obtención del yeso alfa empleando un autoclave bajo estas condiciones.

ÍNDICE GENERAL

	PÁG.
ÍNDICE DE FIGURAS.....	XIII
ÍNDICE DE TABLAS.....	XV
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I.....	3
FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN	3
I.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	3
I.2. OBJETIVOS.....	5
I.2.1 Objetivo general:	5
I.2.2 Objetivos específicos:.....	5
CAPÍTULO II	6
MARCO TEÓRICO.....	6
II.1. CONSIDERACIONES GENERALES.	6
II.2. APLICACIONES DEL YESO.....	7
II.3 EL MINERAL DE YESO	8
II.3.1 Tipos de mineral de yeso.....	9
II.3.2 Reservas de mineral de yeso en Venezuela	9
II.4. EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE EL SULFATO CALCIO NATURAL.....	11
II.4.1. Sulfato de calcio hemihidratado	13
II.5. PRODUCCIÓN INDUSTRIAL DEL YESO	16
II.5.1. Obtención del hemihidrato β	18
II.5.2. Obtención del hemihidrato α	18
II.6. YESOS PREPARADOS O DE TERCERA GENERACIÓN	21
II.7. PROPIEDADES DE LOS YESOS AGLOMERANTES O AGLUTINANTES.....	22
II.7.1. Velocidad de fraguado	23
II.7.2. Expansión durante el fraguado	31
II.7.3. Porosidad.....	32
II.8. MÉTODOS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES DE YESO MINERAL, HEMIHIDRATADO Y MASA FRAGUADA.	34
II.8.1. Caracterización química y mineralógica de los materiales de yeso.....	34
II.8.2. Caracterización física y mecánica del yeso mineral, el hemihidrato y la masa fraguada	35
II. 9. CONSIDERACIONES GENERALES SOBRE LA OBTENCIÓN DE YESO α	37
II.10. CONCEPTOS BÁSICOS SOBRE DISEÑO DE REACTORES.....	38
II.10.1. Reactor Químico	38
II.10.2. Tipos de Reactor	39

ÍNDICE GENERAL (CONT.)

II.10.3 Diseño del Reactor	40
II.10.4 Agitación	41
II.10.5 Diseño de la Estructura Interna de un Tanque Agitado.....	41
CAPÍTULO III.....	55
MARCO METODOLÓGICO.....	55
III.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA.....	55
III.2. SELECCIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA	55
III.3. SECUENCIA DE ETAPAS DEL PROCESO PARA OBTENER YESO α.....	57
III.4.OBTENCIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS DE FORMA EXPERIMENTAL ..	60
III.5. EVALUCIÓN DE LOS PARÁMETROS DE AGITACIÓN	61
III.6. DISEÑO Y EVALUACIÓN DEL AUTOCLAVE	63
III.7. CARÁCTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL PRODUCTO OBTENIDO	64
III.8 EQUIPOS A EMPLEAR.....	65
CAPÍTULO IV.....	68
PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	68
IV.1. SELECCIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA	68
IV.2. SECUENCIA DE ETAPAS DEL PROCESO PARA OBTENER YESO α.....	68
IV.3.OBTENCIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS DE FORMA EXPERIMENTAL .	70
IV.4. EVALUCIÓN DE LOS PARÁMETROS DE AGITACIÓN	71
IV.5. DISEÑO Y EVALUACIÓN DEL AUTOCLAVE.....	71
IV.6. CARÁCTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL PRODUCTO OBTENIDO	72
CAPÍTULO V	73
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	73
V.1 EVALUACIÓN DE LAS ETAPAS DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DE HEMIHIDRATO ALFA.....	73
V.2 IDENTIFICACIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS CORRESPONDIENTES A LA FORMACIÓN DEL HEMIHIDRATO α	81
V.3 EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE AGITACIÓN QUE GARANTICEN LA OBTENCIÓN DE LA FASE α CON LAS PROPIEDADES ADECUADAS.....	85
V.4 DISEÑO DEL AUTOCLAVE.....	86
V.4.1 Características de la materia prima	87
V.4.2 Especificaciones de los productos.....	87

ÍNDICE GENERAL (CONT.)

V.4.3 Sobrediseño del equipo	87
V.4.4 Material de construcción.....	88
V.4.5 Condiciones de agitación	89
V.4.6 Consideraciones para el dimensionamiento del autoclave	89
V.5 DESEMPEÑO DE AUTOCLAVE	90
V.5.1 Con granulometría $\phi = 5$ mm.....	90
V.5.2 Con granulometría $\phi < 90$ μm	94
CAPÍTULO VI.....	104
CONCLUSIONES	104
RECOMENDACIONES	105
BIBLIOGRAFÍA.....	106
ANEXOS.....	109
ANEXO A. CÁLCULOS TIPOS	109
DETERMINACIÓN DE DENSIDADES CORRESPONDIENTES A LAS ETAPAS DEL PROCESO	109
DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS DE LA DESHIDRATACIÓN DE YESO MINERAL.....	111
DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE TRANSFERENCIA DE CALOR PARA EL DISEÑO DEL REACTOR	112
CÁLCULO DEL TAMAÑO DE LOS CRISTALES	118
ANEXO B. TABLA DE DATOS OBTENIDOS.....	119
ANEXO C. IMÁGENES.....	121
ANEXO D..NORMAS APLICADA Y ESPECIFICACIONES COMERCIALES	130

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Yacimientos de yeso en venezuela.....	11
Figura 2. Efecto de la temperatura sobre el mineral de yeso.....	13
Figura 3. Cristales de sulfato de calcio hemihidratado.....	15
Figura 4. Diagrama de la producción industrial del yeso	17
Figura 5. Fotomicrografías de los cristales que forman el yeso hemihidratado α	20
Figura 6. Fraguado De Yeso.....	24
Figura 7. Consideraciones para el diseño de un agitador	43
Figura 8. Diagrama de límite de inversión de fase.	51
Figura 9. Tanque agitado con flujo axial.....	53
Figura 10. Tanque agitado con impulsor doble	54
Figura 11. Selección y preparación de la materia prima	56
Figura 12. Evaluación de las etapas del proceso	58
Figura 13. Montaje experimental para producir el yeso α -hemihidratado bajo las condiciones del tratamiento descrito en el trabajo previo	59
Figura 14. Obtención de los parámetros cinéticos de forma experimental.....	60
Figura 15. Evaluación de los parámetros de agitación	62
Figura 16. Tamices.....	65
Figura 17. Reómetro HAAKE MARS II.....	66
Figura 18. Solubilidad de las fases de sulfato cálcico en función de la temperatura.....	74
Figura 19. Tratamiento térmico N°1 (P1) realizado para la obtención de hemihidrato α a presión atmosférica.	75
Figura 20. Fotomicrografías a 92°C y distribución granulométrica para el tratamiento P1	76
Figura 21. Ciclos térmicos aplicados en la obtención de α -CaSO ₄ ½H ₂ O.....	77
Figura 22. Tratamiento térmico N°4 (P4)	77
Figura 23. Tratamiento térmico N°4 (P4), con fotomicrografías.....	78
Figura 24. Fotomicrografías y distribución granulométrica para el tratamiento P4.....	79
Figura 25. Tratamiento térmico N°9 (P9)	79
Figura 26. Tratamiento térmico N°9 (P9), con fotomicrografías.....	80
Figura 27. Fotomicrografías y distribución granulométrica para el tratamiento P1	81
Figura 28. Gráfico de comportamiento de la viscosidad en función de la temperatura	82
Figura 29. Fotomicrografía del hemihidrato α , tomada con microscopio óptico y con microscopias electrónica de barrido	83
Figura 30. Gráfico de la variación de la densidad en función de la temperatura	84

ÍNDICE DE FIGURAS (CONT.)

Figura 31. Fotomicrografía tomada con MO y distribución granulométrica para materiales obtenidos con diferentes agitadores.....	86
Figura 32. Micrografía de muestras de acero inoxidable, antes y después de ensayo de corrosión	88
Figura 33. Micrografías de ensayos realizados con $\phi=5\text{mm}$, en diferentes medios, obtenido en autoclave	91
Figura 34. Micrografía de las muestras realizadas con $\phi=5\text{mm}$, con CaCl_2 , a diferentes presiones, obtenido en autoclave	92
Figura 35. DRX del material con $\phi=5\text{mm}$, empleado como medio CaCl_2 , obtenido en autoclave	93
Figura 36. Micrografía de las muestras realizadas con $\phi<90\mu\text{m}$ a diferentes presiones, obtenido en autoclave, tomadas con MO	94
Figura 37. Micrografía de las muestras realizadas con $\phi<90\mu\text{m}$ a diferentes presiones, obtenido en autoclave, tomadas con MEB	95
Figura 38. DRX del material con $\phi<90\mu\text{m}$ a diferentes presiones, obtenido en autoclave, y de producto comercial	97
Figura 39. EDX de $\alpha\text{-CaSO}_4\cdot\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ obtenido en autoclave a diferentes presiones	98
Figura 40. Granulometría laser de yeso hemihidratado α obtenido en autoclave a diferentes presiones	99
Figura 41. Evolución de la temperatura de fraguado para diferentes mezcla preparadas	101
Figura 42. Hoja de Especificaciones de Reactor Diseñado	103
Figura 43. Curva de Calibración de Densidad	111
Figura 44. Distribución granulométrica de yeso comercial	121
Figura 45. Agitadores	121
Figura 46. Diagrama de Moody	122
Figura 47. Valores de tensión para diferentes materiales	123
Figura 48. Eficiencia conjunta	124
Figura 49. Materia prima, empleada para la realización de éste trabajo	125
Figura 50. Montaje experimental realizado para la obtención de yeso alfa	126
Figura 51 Equipos y materiales empleados para pulir muestras de Acero Inox. y Titanio	127
Figura 52. Evaporador empleado para prueba de corrosión a piezas de Acero Inox. y Titanio	128
Figura 53. Vistas del proceso de evaluación de la variación de la viscosidad en la deshidratación de gypsum, en reómetro	128
Figura 54 Perspectiva de muestra sometida a evaluación en reómetro	133
Figura 55. Montaje realizado para la evaluación de la producción de $\alpha\text{-CaSO}_4\cdot\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$	133

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla N° 1. Propiedades del sulfato de calcio hemihidratado según su forma de cristalización.....	166
Tabla N°2. Aditivos más utilizados en la producción de yesos.....	222
Tabla N°3. Efecto de la agitación sobre el tiempo de fraguado final	277
Tabla N°4. Efecto de la relación agua/polvo y el tiempo de agitación sobre la expansión durante el fraguado.....	31
Tabla N°5. Propiedades físicas del yeso, y sus efectos.	333
Tabla N°6. Ensayo a realizar para la caracterización de yeso mineral, hemihidratado y masa fraguada.	344
Tabla N°7. Técnicas aplicadas para la caracterización de yeso mineral, hemihidratado y masa fraguada.	377
Tabla N°8. Ensayos requeridos para caracterizar y evaluar el producto obtenido	64
Tabla N°9. Propiedades del gypsum proveniente de El Morrito, Edo. Guárico	87
Tabla N°10. Propiedades del sulfato de calcio hemihidratado α	87
Tabla N°11. Dimensiones y condiciones de diseño del autoclave	89
Tabal N°12. Parámetros de mezclado y caída de presión del autoclave	90
Tabla N°13. Pérdida de peso con granulometría $\phi=5\text{mm}$, a 2 atm	91
Tabla N°14. Densidad en función de la relación Yeso Mineral y Yeso Alfa Comercial	110
Tabla N°15. Velocidades de calentamientos de los ciclos térmicos	119
Tabla N°16. Densidades experimentales	119
Tabla N°17. Ciclo térmico aplicado a presión atmosférica que permite la formación mas controlada de cristales	120

INTRODUCCIÓN

El yeso natural o gypsum es un mineral que tiene importancia comercial como fuente de obtención del yeso hemihidratado. Este último es un aglomerante hidráulico que al ser mezclado con agua, forma una masa uniforme y semifluida que es capaz de endurecerse por la reacción de hidratación del compuesto químico que lo forma. Este producto tiene múltiples aplicaciones que dependen del tipo de hemihidrato, siendo una de las más importantes en el campo de la odontología, en donde se utiliza para la construcción de modelos de estudio de estructuras bucales y maxilofaciales. (Anusavice, 1998)

El yeso hemihidratado se obtiene mediante la deshidratación parcial del gypsum a temperaturas relativamente bajas, entre 100°C y 130°C. Sin embargo, dependiendo del proceso de producción se pueden obtener dos fases del hemihidrato: fase α (yeso piedra o de alta resistencia) y fase β (yeso de París o escayola). Si la preparación se realiza vía húmeda, se favorece la formación de yeso β -hemihidratado. Por el contrario, si la preparación se realiza vía seca, se obtiene yeso α -hemihidratado. Ambas fases presentan la misma estructura cristalina. No obstante, la forma, el tamaño y el arreglo de los cristales presentes en cada fase es diferente (O'Brien, 1980)

Aunque se conoce de la existencia y explotación del mineral de yeso en Venezuela, sólo existen industrias productoras del hemihidrato, siendo inexistente la producción de yeso α -hemihidratado. Por esta razón, durante esta investigación se plantea explorar la posibilidad de producir yeso α -hemihidratado o yeso de alta resistencia partiendo de materia prima nacional. Se aplicó el método de deshidratación en presencia de sales, en un autoclave a presiones hasta 4 atmósferas y con granulometrías de $\phi = 5$ mm y $\phi < 90$ μ m. Para ello, en principio se realizó la preparación de la materia prima a fin que se obtenga una distribución granulométrica que facilitara la obtención de la fase α . Posteriormente, el material fue sometido a la

técnica de producción en sales para obtener el hemihidrato a presión atmosférica para determinar el ciclo térmico y el tipo de agitador que permitan la obtención de cristales definidos, además de realizar pruebas de viscosidad y densidad para determinar la ecuación cinética para este sistema. Se procedió al diseño del autoclave conveniente para este proceso y se evaluará el desempeño del mismo. Por último, y con la finalidad de comparar los resultados, el producto obtenido fue caracterizado y se evaluarán su densidad y tiempo de fraguado, para ser comparado con los valores reportados en la bibliografía y con un producto comercial.

Como se puede observar, con el desarrollo de este proyecto se realizó el diseño y la evaluación del equipo apropiado que permita la obtención de yeso α -hemihidratado a partir de gypsum nacional. Adicionalmente, también se demostró la factibilidad de producir yeso de alta resistencia en el país a altas presiones, con miras a incentivar su elaboración, ya que todos los materiales de éste tipo son importados.

El presente trabajo especial de grado consta de 5 capítulos: Fundamentos de la investigación, Marco teórico, Marco metodológico, Procedimiento experimental y Análisis y discusión de resultados

CAPÍTULO I

FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN

I.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

El yeso natural o gypsum es un mineral de importancia comercial debido a que representa la fuente de obtención del yeso hemihidratado. Éste último es un aglomerante hidráulico que al mezclarse en proporciones adecuadas con agua, forma una masa uniforme y semifluida que se endurece por la reacción de hidratación de los compuestos que lo forman.

El yeso hemihidratado puede obtenerse, mediante la deshidratación parcial del gypsum a temperaturas alrededor de los 120°C. Este procedimiento se puede realizar por dos vías: vía seca ó vía húmeda. Si la deshidratación se realiza vía humedad se obtiene la fase alfa del hemihidrato (Yeso piedra o de alta resistencia); mientras que si se realiza vía seca se favorece la formación de la fase beta del hemihidrato (Yeso París o escayola). Ambas fases poseen la misma estructura cristalina, aunque la forma, tamaño y arreglo de los cristales son diferentes, lo cual afecta significativamente la resistencia mecánica del material luego del fraguado, entre otras variables.

Particularmente, el yeso alfa o de alta resistencia es empleado en áreas como Odontología, Arquitectura, Escultura y Medicina, siendo utilizado como material de construcción, para fijación, hacer obras de arte, etc. En el ámbito odontológico es empleado en la fabricación de modelos de prótesis dentales, y es un material con un alto valor agregado.

En Venezuela existen industrias productoras del yeso beta hemihidratado, siendo inexistente la producción del hemihidrato alfa. En consecuencia este material debe ser importado, lo que implica una fuerte erogación de divisas.

Por lo anteriormente expuesto, durante ésta investigación se propone explorar la posibilidad de producir hemihidrato alfa o yeso de alta resistencia en un autoclave

a escala de laboratorio, en presencia de sales a partir de una materia prima nacional proveniente de El Morrito, Edo. Guárico. Esto, con la finalidad evaluar la posibilidad de fabricación de este producto a escala industrial y promover el autoabastecimiento del mismo.

I.2. OBJETIVOS

En función de los aspectos planteados anteriormente, tanto el objetivo general como los objetivos específicos considerados en el presente trabajo de grado se exponen a continuación:

I.2.1 Objetivo general:

Estudiar las condiciones de obtención de yeso en autoclave para uso odontológico, en presencia de sales a partir de materia prima nacional.

I.2.2 Objetivos específicos:

1. Evaluar las etapas del proceso, con la finalidad de determinar la de mayor incidencia en la producción de yeso alfa hemihidratado.
2. Identificar experimentalmente los parámetros cinéticos de la reacción de formación de yeso alfa hemihidratado a partir de gypse.
3. Evaluar el tipo y los parámetros de agitación que garanticen la obtención de la fase α con las propiedades adecuadas.
4. Diseñar un autoclave a escala de laboratorio para éste proceso.
5. Evaluar el desempeño del autoclave mediante la producción de yeso en presencia de sales a partir de materia prima nacional proveniente de El Morrito Edo. Guárico.
6. Caracterizar el producto obtenido mediante ensayos de densidad, difracción de rayos X, granulometría láser, microscopia óptica y electrónica de barrido, ATD y ATG.
7. Evaluar las propiedades del producto obtenido mediante la determinación de tiempo de fraguado, temperatura de fraguado y resistencia a la flexión en 3 puntos, y compararlo con el obtenido en condiciones normales en presencia de sales.
8. Comparar el producto obtenido con el producto comercial de referencia.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

II.1. CONSIDERACIONES GENERALES.

El yeso o piedra de yeso es un producto mineral extraído de yacimientos dispersos en varias partes del mundo. También es un subproducto de algunos procesos químicos. Desde tiempos remotos se ha utilizado como un material útil en muchas profesiones como en la odontología, arquitectura, escultura, pintura y medicina; y muy utilizado como material de construcción, para fijación, hacer obras de arte, etc. (Mendez, 2004)

En la actualidad la industria manufacturera, la construcción y la agricultura son los tres grandes mercados de productos basados en yeso, fundamentalmente yeso tipo β ; mientras que el mercado de yeso tipo α restringido, pero de aplicaciones técnicas específicas. Debido a su extensa utilidad, los productos de yeso se encuentran clasificados tanto por el grado y tipo de cocción como por el empleo final de los mismos (Morín, 2004).

De acuerdo con el grado de cocción del yeso industrial, éste se puede dividir en tres categorías: sin calcinar, calcinado y anhídrido. El yeso calcinado es un aglomerante hidráulico que adicionalmente, en la actualidad se emplea en la fabricación de moldes para colado de piezas de yeso, alfarería y producción de piezas cerámicas sanitarias, de decoración, entre otros. Además es empleado para modelos de estructuras bucales, para lo cual en ocasiones se mezcla el yeso con sílice, este último es el llamado yeso α y se obtiene a partir de yeso natural de alta pureza (Stanley, 1975). La característica principal por la cual se emplea este yeso aglomerante para la fabricación de modelos odontológicos es su trabajabilidad, ya que al entrar en contacto con el agua forma una masa uniforme y semifluida que permite la reproducibilidad de modelos manteniendo sus finos detalles (Hung, 2008).

II.2. APLICACIONES DEL YESO

El principal uso del yeso en la antigüedad fue como material en la industria de la construcción. Se cree que los primeros escultores utilizaron una de las formas de yeso natural conocida como alabastro para realizar diferentes objetos decorativos. Sin embargo, el interés y estudio científico por este mineral se inició en el siglo XVIII con el trabajo presentado por Lavoisier (Morín, 2004).

También se tienen registros que señalan que Philip Pfaff en 1756 fue el primero en usar modelos de yeso preparados a partir de impresiones seccionales de la boca, pero no fue sino hasta 1853 cuando Chapin Harris presentó formalmente la técnica de impresiones utilizando yeso (Mendez, 2004).

El yeso es ampliamente utilizado en la elaboración de moldes de colado en la industria cerámica, en principio, por su gran capacidad de adsorción de la humedad de las pastas de arcilla y, a pesar de los avances en la manufactura de productos porosos, ningún material ha podido reemplazar por completo al yeso en los procesos de colado y prensado de pastas plásticas, debido a que no se ha podido disminuir sus costos de producción (Hung, 2008).

En la actualidad, tanto el yeso de París como el yeso piedra son utilizados para la toma de impresiones bucales, la confección de moldes, para el procesamiento de prótesis dentales y en los revestimientos para colados de aleaciones de oro y cromo-cobalto. En estos casos, las piezas de yeso deben presentar una gran resistencia y una expansión de fraguado relativamente baja (Hung, 2008).

En agronomía, algunos productos derivados del yeso se utilizan como fertilizante en terrenos alcalinos o arcillosos calcáreos ya que actúan como nutrientes y favorecen la fijación del amoníaco así como la disociación del potasio. Entre otros usos, también es utilizado en la fabricación de papel, tiza de uso escolar y vendas enyesadas, para la preparación de sales nutritivas para bovinos, en la conservación de frutas y en la desinfección y desodorización de fosas biológicas (Hung, 2008).

II.3 EL MINERAL DE YESO

El mineral de yeso recibe diferentes nombres: yeso natural, gypsum, gypse ó aljez. Estas denominaciones se refieren a un mineral de formación sedimentaria constituido principalmente por sulfato de calcio dihidratado ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Este mineral se encuentra en muchos lugares de la superficie terrestre, formando masas compactas, masas terrosas o rocas blandas; asociadas con calizas, areniscas, arcillas, pizarras y otras formas de depósitos salinos. Así mismo, puede encontrarse disuelto en aguas denominadas selenitosas. Por lo general, el mineral tiene una composición de 79% de sulfato de calcio y 21% de agua (Padrón, 2001). Su color es usualmente blanco o blanco amarillento, aunque también se puede presentar de color gris, rojo o café, debido a la orientación de las partículas, y a la presencia de sustancias extrañas como arcillas, materia orgánica y óxidos metálicos (Mendez, 2004).

Este mineral cristaliza en el sistema monoclinico: comúnmente es una combinación de un prisma vertical con un prisma oblicuo y un pinacoide. La variedad de yeso natural que se presenta en grandes cristales incoloros y transparentes recibe el nombre de selenita, el que se encuentra en forma de masa sacaroidea, translucida y cerosa recibe el nombre de alabastro yesoso o alabastrita y la variedad que se presenta en forma de masa fibra con brillo sérico recibe el nombre de yeso fibroso o sericolita. (Arzabe, 1987).

El yeso es soluble en ácido clorhídrico caliente, insoluble en alcohol, y precipita en cloruro de bario. Ciertas sales como los cloruros alcalinos y de magnesio, así como el tiosulfato de sodio, el ácido clorhídrico y el ácido nítrico aumentan la solubilidad del yeso en el agua debido a la formación de sales dobles más solubles. Así mismo, su solubilidad en el agua es parcial y depende de la temperatura (Morín, 2004).

Este material, entre otras características, presenta una densidad de $2,3 \text{ g/cm}^3$ y una dureza que va de 1,5 a 2 en la escala de Mohs (Peyton et al., 1964).

II.3.1 Tipos de mineral de yeso

En la naturaleza se encuentran presentes cinco tipos o variedades de yeso: roca natural, gipsita, alabastro, espato satinado, y selenita (Padrón, 2001).

Los tipos de yeso reconocibles a escala visual son los yesos seleníticos y los alabastros. Los yesos seleníticos usualmente se ordenan en cristales maclados que pueden alcanzar la longitud de varios metros, dando lugar a depósitos de alta pureza y bien estratificados. Por otra parte, los nódulos de yeso o alabastro son cuerpos aglomerados compactos, cuyas medidas pueden variar de unos centímetros a varios metros (Singh & Middendorf, 2007).

Estas variedades de yeso se presentan en grandes cantidades a nivel mundial, teniendo una producción total para el año 2008 aproximada a 140.400.000 toneladas, siendo los principales productores: España (15.000.000 ton.), Estados Unidos (12.700.000 ton.), China (35.000.000 ton.) e Irán (12.000.000 ton.). En Venezuela, para ese mismo año, se estimó una producción de 7.000 toneladas, registradas a lo largo de la extensión nacional, en cuatro principales yacimientos (Brown, 2010).

II.3.2 Reservas de mineral de yeso en Venezuela

En Venezuela se encuentran grandes yacimientos de minerales de yeso. Todas las secuencias de yeso están asociadas con unidades que van desde el Jurásico hasta el Cretáceo. Se han ubicado y delimitado cuatro fajas de minerales de yeso en el país:

a) Faja de yeso del estado Táchira: En las áreas de El Alto y Paramito, región de Pregonero, Distrito Uribante, se ubica una secuencia de yeso interestratificada con areniscas y lutitas de la Formación de Río Negro. Asimismo, existe un yacimiento de yeso de muy alta calidad en la localidad de San Pablo, cerca de Queniquea, Municipio Sucre, Distrito Cárdenas, en la parte central del estado Táchira, a unos 76 km de San Cristóbal (Rodríguez, 1986).

b) Faja de yeso del estado Yaracuy: Los depósitos de yeso se extienden desde Cocorote hasta Urachiche en la Formación de Nirgua de manera discontinua. Los yacimientos más conocidos se encuentran en las siguientes localidades: A 15 km al noreste de Guama se halla yeso tipo alabastro. Por otra parte, en la quebrada

Queruquero a 2 km al oeste de Campo Elías se encuentra un yacimiento que fue explotado y abandonado (Rodríguez, 1986). Así mismo, en la localidad próxima al Municipio Aroa en quebrada Seca existe otro depósito también en explotación a pequeña escala. Otro de los yacimientos de yeso está ubicado en la quebrada Pemute a 2 km al oeste de Campo Elías, Distrito Bruzual, Municipio Campo Elías (Novillo, 1965).

c) Faja de yeso del estado Guárico: Los depósitos de yeso en el estado Guárico se ubican en la zona de Macaira, constituyendo masas de evaporitas de alta calidad o alabastrita asociadas con el complejo Chacual (Rodríguez, 1986). Los yacimientos parcialmente explotados se ubican en Pintera 1, Pintera 2 y Mina de Yeso, que se encuentran entre los caseríos El Morrito y Morro Arriba al lado este de la carretera a San Francisco de Macaira (Corpollanos, 1985)

d) Faja de yeso del estado Sucre: Los depósitos de yeso del estado Sucre se ubican a lo largo del extremo oriental de la Península de Paria, Distrito Valdes, entre la ensenada de Cumaca y Macuro (Rodríguez, 1986). Tienen una longitud total de 17 km, pasando por las planicies de Carenero, Patao, Uquirito, Güinimita, Yacuas y Morrocoy. La zona entre Puerto de Hierro y Macuro es considerada como el distrito de yeso de mayor importancia del país, ya que cuenta con unas reservas probables de 60 millones de toneladas (Padrón, 2001).

En la Figura 1 se muestra la distribución territorial de éstas cuatro fajas de minerales de yeso a lo largo del país.

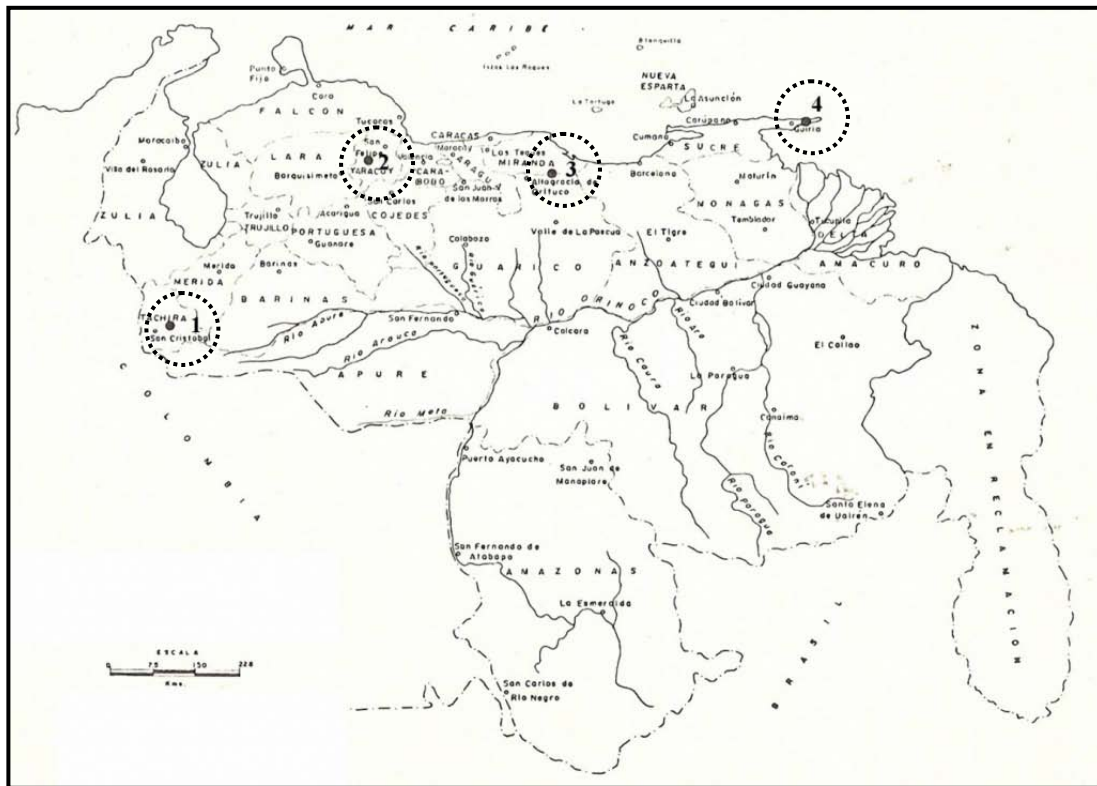


Figura 1. Yacimientos de yeso en Venezuela: 1) El Alto y Paramito, Edo. Táchira; 2) Faja de Urachiche - San Felipe, Edo. Yaracuy; 3) Faja de Macaira, Edo. Guárico; y 4) Faja de Paria, Edo. Sucre. (Rodríguez, 1986)

II.4. EFECTO DE LA TEMPERATURA SOBRE EL SULFATO DE CALCIO NATURAL

El yeso dihidratado en estado natural u obtenido de manera artificial sólo tiene aplicaciones como fertilizante en terrenos secos y alcalinos, como lecho en el pulido de planchas de vidrio y como base en pigmentos para pinturas. Para ser utilizado en otras actividades, se debe realizar un tratamiento térmico para obtener el yeso calcinado, también llamado hemihidrato (Morín, 2004).

Cuando el sulfato de calcio natural dihidratado es calentado pierde parte del agua de constitución. Según la variedad del yeso natural, a temperaturas superiores a 110°C se elimina una molécula y media de agua, dando lugar al sulfato de calcio hemihidratado, cuya fórmula química es $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. Sin embargo, dependiendo

del proceso de producción se pueden obtener dos fases o tipos del hemihidrato: α o β . (Singh & Middendorf, 2007).

En atmósfera libre a temperaturas entre 150°C y 300°C, tiene lugar la deshidratación del hemihidrato α para formar anhidrita α y la deshidratación del hemihidrato β para formar anhidrita β . Estas fases son denominadas **úomn** ente anhidrita III soluble o yeso de construcción, cuya fórmula química es CaSO_4 y su estructura cristalina es hexagonal. (Gomá, 1979).

Si la temperatura se incrementa sobre los 300°C, no se produce una modificación química pero ocurre una transformación alotrópica de la anhidrita III soluble a anhidrita II insoluble, de estructura cristalina ortorrómbica, también conocida como yeso muerto o extracocido (Gomá, 1979). Si continúa la calcinación hasta alcanzar temperaturas superiores a 1180°C, ocurre la descomposición parcial de la anhidrita II insoluble produciendo la liberación de aproximadamente 3% de cal viva (CaO) y la formación de sulfato de calcio básico o anhidrita I. Este producto recibe el nombre de yeso de fraguado largo, ya que posee la capacidad de fraguar en el aire al cabo de varias horas (Singh & Middendorf, 2007).

En el esquema que se presenta en la Figura 2, se muestra de forma secuencial el efecto de la temperatura sobre el yeso mineral:

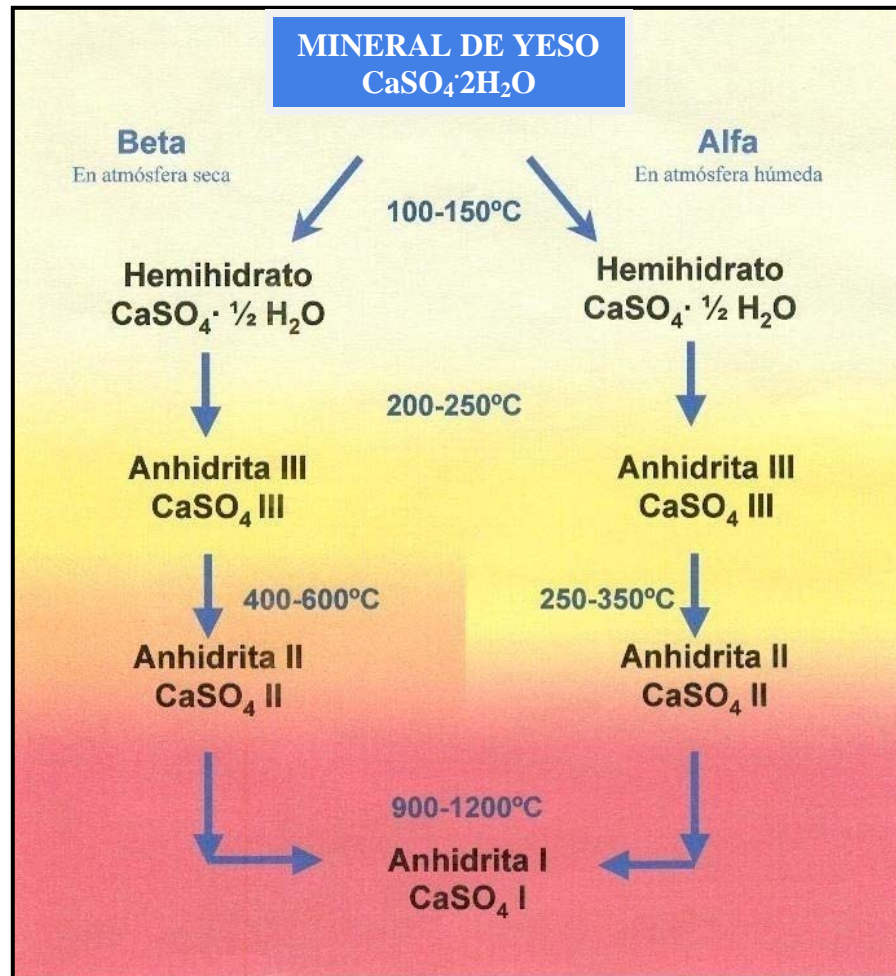
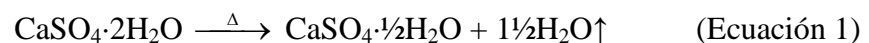


Figura 2. Efecto de la temperatura sobre el mineral de yeso (Gomis, 2010).

II.4.1. Sulfato de calcio hemihidratado

El sulfato de calcio hemihidratado es el producto de la deshidratación parcial del yeso dihidratado a temperaturas superiores a 110°C. Este posee un porcentaje de agua de constitución comprendido entre 5% y 7,5% siendo el valor teórico 6,21% (Gomá, 1979). El hemihidrato al ser combinado con agua, se hidrata nuevamente y fragua formando un agregado cristalino compacto (Peyton et al., 1964). La Ecuación 1 corresponde a la reacción de deshidratación del sulfato de calcio natural.



Esta reacción es válida para cualquiera de los dos tipos de hemihidratos que se pueden obtener: hemihidrato α y hemihidrato β . La obtención de uno u otro viene determinada por el método de deshidratación empleado. Si la preparación se realiza vía húmeda se favorece la formación de yeso α -hemihidratado, y si la preparación se realiza vía seca se obtiene yeso β -hemihidratado.

La diferencia entre el hemihidrato α y el hemihidrato β radica en el tamaño del cristal, la superficie y el grado de perfeccionamiento. La forma β posee un mayor contenido de energía y es más soluble que la forma α , pero esta última es más estable o menos reactiva que la β . En cuanto a la cristalografía el hemihidrato β es un agregado fibroso de cristales irregulares y planares mientras que el hemihidrato α consiste en finos cristales aciculares o en forma de prismas bien definidos. (Stanley, 1975).

La Figura 3 corresponde a fotomicrografías de los hemihidratos α y β , tomadas mediante el empleo de la microscopía electrónica de barrido (MEB). Se puede observar que el hemihidrato α consiste en cristales ideomorfos bien formados, con bordes agudos, mientras que el hemihidrato β consiste en partículas con forma de escamas compuestas por pequeños cristales (Singh & Middendorf, 2007).

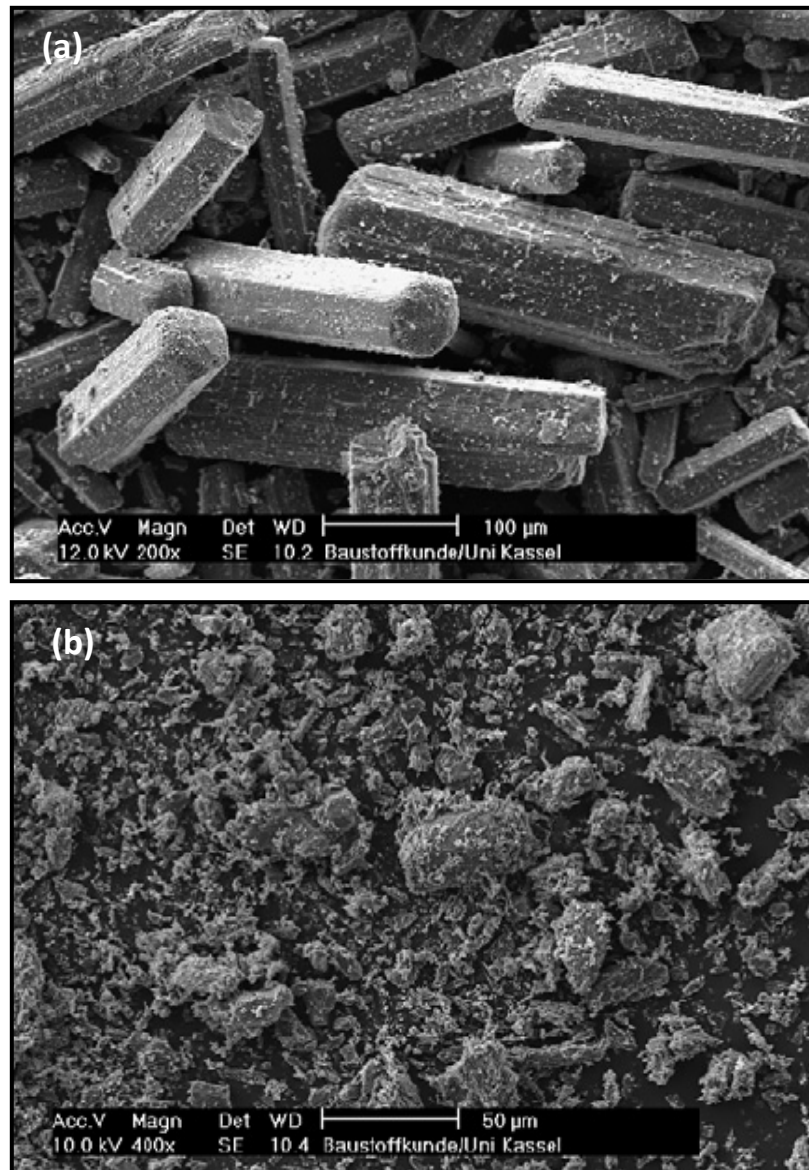


Figura 3. Cristales de sulfato de calcio hemihidratado: (a) Fotomicrografía del hemihidrato α tomada con MEB a 200X; y (b) Fotomicrografía del hemihidrato β tomada con MEB a 400X. (Singh & Middendorf, 2007).

Como el hemihidrato β posee una mayor superficie específica que el hemihidrato α , requiere más agua para obtener una mezcla de consistencia normal. En cuanto a la actividad hidráulica de las dos formas del hemihidrato, se ha demostrado que el período de inducción para la hidratación de la fase α es más corto que el requerido para la fase β . Sin embargo, el hemihidrato β se hidrata más rápidamente en

etapas posteriores debido a su alta superficie específica, lo cual proporciona más sitios de nucleación para la cristalización del dihidrato (Singh & Middendorf, 2007).

Además, existen diferencias en los cambios de temperatura durante el fraguado de ambas fases. Este fenómeno puede deberse a las diferencias en el grado de disolución de ambos hemihidratos. En este sentido, estudios recientes sugieren que el grado de disolución no parece depender únicamente de la superficie específica del material, sino que también puede relacionarse con la perfección de la red cristalina. Esto ocurre porque una red más ordenada ofrece una mayor cantidad de sitios preferenciales para la adsorción química del agua y en consecuencia una mayor tasa de disolución (Singh & Middendorf, 2007). Otras características de los dos hemihidratos se muestran en la Tabla N°1.

Tabla N° 1. Propiedades del sulfato de calcio hemihidratado según su forma de cristalización (Singh & Middendorf, 2007).

Propiedades	Hemihidrato α	Hemihidrato β
Peso molecular (gr/mol)	145,15	145,15
Calor de hidratación (Kcal/Kg)	23,81	26,72
Tiempo de Fraguado (min)	15-20	25-35
Expansión (%)	0,2	0,38
Agua de cristalización (% en peso)	6,21	6,21
Solubilidad en agua a 20°C (gramos de yeso/100g de solución)	0,67	0,88
Densidad (g/cm ³)	2,757	2,619-2,637
Índices de refracción: n_{α} , n_{β} , n_{γ}	1,559; 1,5595; 1,584	1,559; 1,5595; 1,584

II.5. PRODUCCIÓN INDUSTRIAL DEL YESO

Para llevar a cabo la producción comercial de yeso se deben cumplir cuatro etapas básicas, las cuales requieren de una serie de acciones mecánicas y térmicas asociadas; estas incluyen desde la incorporación de aditivos para lograr mejoras en el

producto hasta aplicación de grandes cantidades de calor para lograr la deshidratación del mineral. Las etapas básicas son: preparación previa del mineral, calcinación, formulación y manufactura.

En la Figura 4 se presenta un diagrama simplificado del proceso típico de fabricación del yeso a nivel industrial.

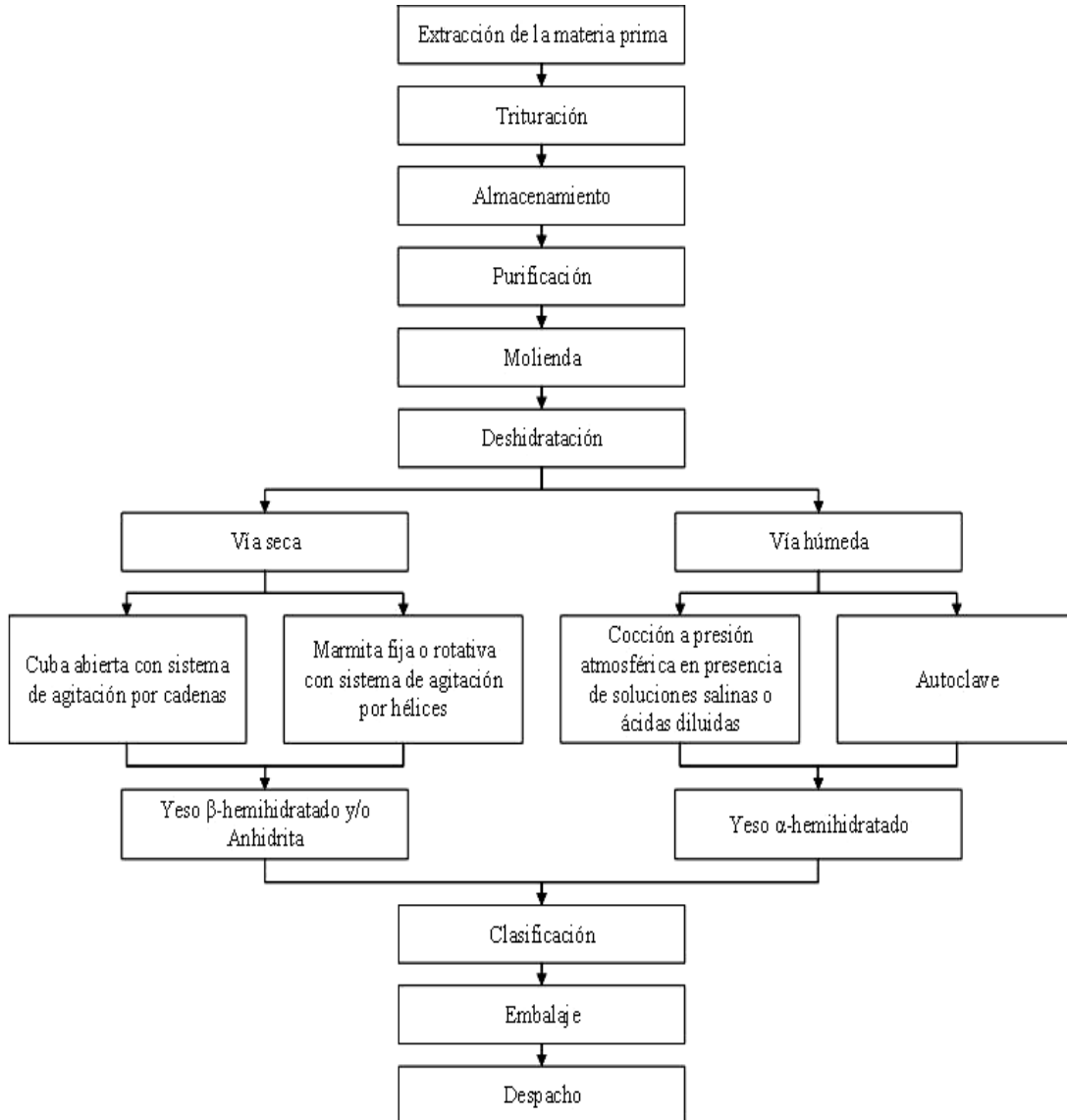


Figura 4. Diagrama de la producción industrial del yeso. (Hung, 2008)

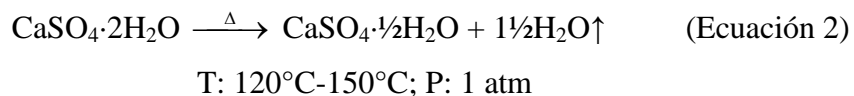
Para la producción de yeso aglomerante se requiere que la materia prima, ya sea alabastro, selenita o espato satinado, presente por lo menos una pureza cercana al 90%. Asimismo, si la materia prima contiene sulfato de calcio anhidro es necesario que la proporción de sulfato de calcio dihidratado sea de por lo menos 80%. (Gomá, 1979).

II.5.1. Obtención del hemihidrato β

El hemihidrato tipo β se obtiene por la deshidratación del sulfato de calcio dihidratado en un ambiente seco, por diferencias de presión de vapor de agua entre el yeso y el ambiente. Se realiza de manera directa en hornos rotatorios o de manera indirecta en calderas o marmitas. En la actualidad, se han desarrollado otras técnicas de producción más sofisticadas como atomización-secado ó ‘spray-drying’, con la cual se puede controlar la forma y el tamaño de las partículas.

Industrialmente se obtiene calentando el yeso natural a presión atmosférica y a temperaturas entre 120°C y 150°C. El producto obtenido es conocido como yeso de París o escayola y, por lo general, contiene trazas de sulfato de calcio dihidratado y de anhidrita III soluble ya que dentro del horno se pueden generar zonas subcalentadas o sobrecalentadas o pueden existir diferencias de temperatura sobre el mineral, que dependen de la granulometría (Peyton et al., 1964).

Este proceso de deshidratación puede realizarse en hornos estáticos o rotatorios, con diferentes variantes que permiten operar a fuego directo o indirecto y de manera continua o discontinua. (Morín, 2004). La Ecuación 2 corresponde a la reacción de deshidratación presentando las condiciones de temperatura y presión:



II.5.2. Obtención del hemihidrato α

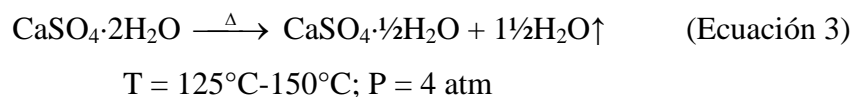
La etapa de cocción o deshidratación puede considerarse como la más importante, ya que dependiendo del método utilizado se puede obtener

mayoritariamente yeso hemihidratado α o yeso hemihidratado β . Si se realiza la deshidratación vía húmeda se obtiene el yeso hemihidratado α , si se realiza vía seca se favorece la obtención del yeso hemihidratado β .

La deshidratación vía húmeda puede realizarse bajo presión mediante la utilización de autoclaves ó a presión atmosférica en presencia de soluciones salinas o ácidas diluidas. Estos procedimientos son frecuentemente utilizados para la obtención de yeso α -hemihidratado, y son pocos los países que dominan la técnica y producen este material, entre los cuales se pueden mencionar: Estados Unidos, Alemania, España, Francia, Suecia, Brasil, México, entre otros. (Morín, 2004).

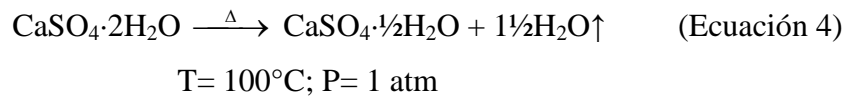
Las dos principales formas de obtención del hemihidrato se describen a continuación:

- **A altas presiones:** Este tratamiento se lleva a cabo en autoclaves a temperaturas que oscilan entre 125°C y 150°C, y presiones del orden de 4 atmósferas. Generalmente, se realiza en presencia de vapor de agua. Con la adición de pequeñas cantidades de sales de ácidos orgánicos (por ej., ácido maleico, ácido cítrico, etc.) o sales inorgánicas se puede favorecer la formación de cristales prismáticos bien desarrollados. A este tipo de material se le conoce como yeso piedra o hidrocal. En cerámica es utilizado para la elaboración de matrices y en odontología es empleado elaborar modelos sobre los cuales se van a construir prótesis dentales (Arzabe, 1987). La Ecuación 3 representa la reacción de deshidratación, indicando las condiciones de temperatura y presión:



- **A presión atmosférica y en presencia de sales:** Este tratamiento se realiza a presión atmosférica y temperaturas inferiores a 100°C. Se recurre al uso de soluciones salinas o ácidas diluidas que resulten químicamente inertes a la fase sulfática y que reduzcan la presión de vapor de la fase acuosa a valores inferiores a la del hemihidrato solo en el agua, es decir, la salida del agua del

mineral será más lenta y el cristal de hemihidrato formado es más definido y no reacciona. Para este proceso, por lo general, la materia prima debe presentar un tamaño de partícula inferior a 100 μ m. (Peyton et al., 1964). El proceso se desarrolla sometiendo el mineral a ebullición en una solución de cloruro de calcio (CaCl₂) al 30%. De esta manera, los cloruros eliminan el agua y permiten la deshidratación parcial del gypsum. En estas condiciones se puede obtener un cristal prismático más desarrollado que el obtenido mediante autoclave. También se ha propuesto el uso de cloruro de sodio (NaCl) o cloruro de magnesio (MgCl₂). A este tipo de yeso se le denomina yeso piedra mejorado o densita y es utilizado en odontología para la construcción de incrustaciones y coronas por el método indirecto (Pinault, 1972). La Ecuación 4 corresponde a la reacción de deshidratación presentando las condiciones de temperatura y presión:



Es importante resaltar que mediante el proceso húmedo se logran cristales más definidos, debido a que la extracción del agua es más controlada y prolongada, de manera que permite un mejor ordenamiento atómico. En la Figura 5 se presentan fotomicrografías obtenidas del hemihidrato α a presión atmosférica y en presencia de sales mediante microscopía electrónica de barrido (Hung, 2008):

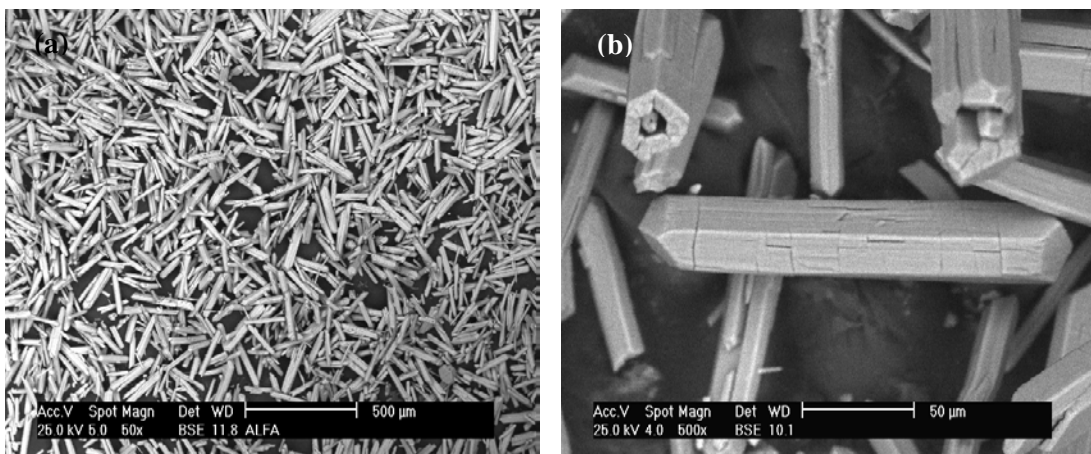


Figura 5. Fotomicrografías de los cristales que forman el yeso hemihidratado α : (a) 50X y (b) 500X (Hung, 2008).

II.5.2.1 Modificación del hemihidrato α

Para mejorar algunas de las propiedades del yeso hemihidratado α , se realizan ciertas modificaciones para obtener lo que se conoce como yeso piedra mejorado. Para ello el dihidrato es hervido con cloruro de calcio y cloruro de magnesio, esto ayuda a separar las partículas individuales que se aglomeran. Las partículas del hemihidrato α que se generan son más compactas y suaves que las del yeso piedra y son de forma cúbica o rectangular (Mendez, 2004).

II.6. YESOS PREPARADOS O DE TERCERA GENERACIÓN

Los yesos preparados son aquellos a los cuales se les han agregado aditivos para mejorar su trabajabilidad y permitir su proyección mecánica. Estos aditivos pueden afectar la reología de la mezcla durante la preparación para el vaciado así como su velocidad de fraguado. Adicionalmente pueden afectar las propiedades del producto final tales como densidad, porosidad, dureza y resistencia mecánica (Morín, 2004).

Los aditivos deben ser agregados en cantidades específicas dependiendo del efecto que se quiera lograr en el yeso.

Existe una gran cantidad de yesos aditivados y entre los más comunes se encuentran el yeso alumado, el yeso coloidal y el yeso plástico. En la Tabla N°2 se presentan algunos de los aditivos más utilizados en los yesos preparados y su efecto sobre algunas propiedades:

Tabla N°2. Aditivos más utilizados en la producción de yesos (Anusavice, 1998)

Aditivos	Cantidad recomendada	Efectos
Alcoholes, ácido cítrico, bórax y azúcar.	Concentraciones menores al 2% en peso.	Modifican la solubilidad y actúan como retardantes del fraguado.
Carbonato de sodio y acetato de calcio.	Concentraciones variables que dependen del tipo de yeso.	Modifican la estructura y actúan como retardantes del fraguado.
Sulfato de aluminio, sulfato de potasio, sulfato de zinc, leche, dextrina y aprestos.	Concentraciones menores al 4% en peso.	Modifican la resistencia mecánica y actúan como acelerantes del fraguado.
Cloruro de sodio.	Concentraciones menores al 2% en peso.	Actúa como acelerante del fraguado.
	Concentraciones superiores al 2% en peso.	Aumenta la expansión y actúa como retardante del fraguado.
Yeso fraguado o terra alba.	Concentraciones entre 0,5 y 1% en peso.	Actúa como acelerante del fraguado.

II.7. PROPIEDADES DE LOS YESOS AGLOMERANTES O AGLUTINANTES

Las propiedades principales de los yesos aglomerantes son: velocidad de fraguado, expansión durante el fraguado, porosidad y resistencia mecánica. Estas propiedades determinan la trabajabilidad de mezcla así como la calidad del yeso.

Además, permiten el control de la expansión durante el fraguado logrando alcanzar la exactitud dimensional requerida en ciertas aplicaciones, como en los moldes de colado utilizados por las industrias sanitarias y en las impresiones utilizadas en operaciones odontológicas (Morín, 2004).

II.7.1. Velocidad de fraguado

Esta característica determina las condiciones a las cuales debe adaptarse el operador para manipular la mezcla yeso/agua de forma adecuada. Una propiedad importante que se deriva de la velocidad de fraguado es el tiempo de fraguado, el cual indica el tiempo que el material necesita para completar las reacciones de hidratación del hemihidrato (Peyton et al., 1964).

La reacción química de hidratación se inicia en el momento en que el polvo entra en contacto con el agua. La masa recién mezclada tiene una consistencia semifluida y puede ser vaciada en moldes de diferentes formas o modelos. A medida que progresa la reacción, se producen más cristales de sulfato de calcio dihidratado que van creciendo y aumenta la viscosidad de la masa, reduciendo su fluidez dentro del molde. De esta manera, para realizar esta operación correctamente es necesario definir el tiempo de mezclado, el tiempo de trabajo o tiempo de fraguado inicial y el tiempo de fraguado final (Anusavice, 1998).

II.7.1.1. Tiempo de mezclado

Es el tiempo que transcurre desde la adición del polvo al agua hasta que se termina la mezcla. La mezcla mecánica del yeso se da en aproximadamente 30 segundos, y se requiere aproximadamente 1 minuto para lograr una buena mezcla cuando se realiza de forma manual.

II.7.1.2. Tiempo de fraguado inicial o tiempo de trabajo

Es el tiempo durante el cual se puede trabajar la mezcla con facilidad. Aunque la reacción química se inicia al momento en el que el polvo se mezcla con el agua, solo una pequeña porción del yeso hemihidratado en ese estado se convierte en dihidrato. Conforme la reacción avanza la viscosidad de la masa aumenta rápidamente y cuando este tiempo ha culminado, ocurre un ligero endurecimiento de la masa y deja de ser trabajable, aunque el material no haya fraguado completamente. Generalmente, un tiempo de trabajo adecuado para yesos odontológicos es de 3

minutos y para yesos empleado en moldes cerámicos es aproximadamente el doble ó triple del anterior.

II.7.1.3 Tiempo de fraguado final

Se define como el tiempo necesario para que el material fragüe completamente y pueda separarse del molde sin distorsión o fractura. En este momento, se considera que se ha completado la reacción química. Existen dos métodos para medir el tiempo de fraguado final: La aguja de Vicat y la aguja de Gillmore. Ambos métodos son una medición del proceso de cristalización. En la Figura 6 se puede observar la forma en que varía la temperatura y la dilatación de una mezcla de yeso β , durante el proceso de fraguado.

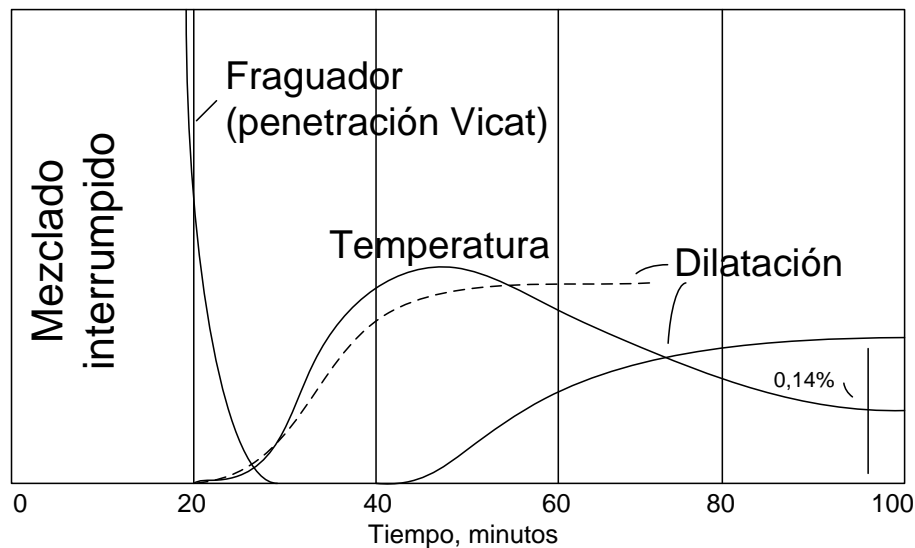


Figura 6. Fraguado de Yeso (Norton, 1975)

El fraguado se inicia a los 20 minutos y es completo a los 30 minutos, como demuestra la penetración de la aguja Vicat. La temperatura empieza a aumentar en el fraguado inicial y alcanza su máximo al cabo de 40 minutos. La dilatación máxima se retrasa aún más allá de este punto. Estos hechos indican un período de hidratación de unos 20 minutos, seguido de la aparición de una estructura coloidal que provocaría

el fraguado en los 10 minutos siguientes; finalmente habría una recristalización con desprendimiento de calor y dilatación durante otros 20 minutos (Norton, 1975).

En ocasiones, resulta interesante acortar o aumentar el tiempo de fraguado de un yeso según las exigencias de cada trabajo. La aceleración o retraso del tiempo de fraguado se puede efectuar teóricamente de tres maneras distintas:

- Es posible aumentar o disminuir la solubilidad del hemihidrato. Si se aumenta, la sobresaturación del sulfato de calcio será mayor e incrementará la velocidad de deposición cristalina
- Es posible aumentar o disminuir la cantidad de núcleos de cristalización. Cuanto mayor sea la cantidad de núcleos de cristalización, mayor será la velocidad de formación de los cristales de yeso y se producirá antes el endurecimiento de la masa debido al entrecruzamiento cristalino.
- Si se aumenta o disminuye la velocidad de crecimiento cristalino, la velocidad de fraguado se acelera o se retarda.

En la práctica, la modificación de la velocidad de fraguado se realiza mediante el uso de aditivos o por la influencia de ciertos factores físicos como temperatura, relación agua/polvo y la agitación. Estos efectos actúan de la siguiente manera:

a) Efecto de la temperatura

Tanto la temperatura del agua, como la temperatura del medio ambiente, tienen mayor influencia sobre el tiempo de fraguado que sobre otras propiedades del yeso (Morín, 2004). El aumento de temperatura de la mezcla ocasiona un aumento en la velocidad de disoluciones, lo que se traduce en un aumento de la solubilidad del hemihidrato que tarda más en saturar el agua y precipita como dihidrato, con lo que retarda la reacción. En definitiva, la velocidad de fraguado de la escayola no se ve afectada por los cambios de temperatura ya que ambos mecanismos se compensan. En la práctica estos fenómenos se sobreponen, pero se ha observado que entre 20 y 37°C la velocidad de fraguado aumenta ligeramente. Por encima de 37°C, el fraguado se hace más lento (Peyton et al., 1964).

b) Efecto de la relación agua/polvo (A/P)

La relación A/P que se emplea para el yeso va a estar en función del tipo de yeso con el que se desee trabajar y las características finales del cuerpo elaborado. Si bien la proporción teórica de agua que necesitan los distintos tipos de yeso para reaccionar es la misma, dependiendo de la forma y tamaño de las partículas que conforman el yeso se tiene una distinta relación A/P. Así, cuando las partículas de yeso sean regulares, de pequeño tamaño y poco porosas, se requerirá para mojarlas y disolverlas menor cantidad de agua, por tanto se manipulará suficientemente bien con menor cantidad de agua y esta, al evaporarse, dejará menos espacios entre los cristales con lo que el material resultante del fraguado será más resistente (Escayola dental, 2009).

De esta manera se tiene que:

- El yeso **París**, compuesto por partículas de hemihidrato beta, porosas, voluminosas e irregulares, necesita una relación A/P de del orden de 0.45, o lo que es lo mismo 45ml de agua por cada 100gr de yeso.
- El yeso **Piedra**, compuesto por partículas de hemihidrato alfa más pequeñas y compactas solo necesita para su manipulación una relación A/P de 0.30.

La relación A/P de cada yeso es muy importante ya que de la proporción de agua utilizada en la mezcla, solo el 0.18 reacciona con el polvo y el resto queda ocluida en el material y lo hace menos resistente. Si se reduce la relación A/P la masa se hace muy viscosa y no es posible su manipulación correcta, quedando burbujas de aire atrapadas en su interior, las cuales afectan las propiedades finales del material (Escayola dental, 2009).

c) Efecto de la agitación

Cuando el polvo de yeso se mezcla con agua es necesario agitar el sistema para obtener una masa uniforme. Generalmente, el polvo se adiciona a un recipiente en el cual se ha colocado previamente la cantidad de agua necesaria, procediendo a realizarse la agitación de forma manual o mecánica. Durante este proceso debe procurarse que la incorporación de aire sea mínima,

para ello se puede someter la mezcla al vacío durante o después de la agitación. La agitación continua origina que los cristales de dihidrato recién formados se dividan en cristales más pequeños, los cuales van a constituir nuevos centros de nucleación, sobre los cuales puede precipitar más sulfato de calcio dihidratado. De esta manera, se requiere menos tiempo para completar la transformación de hemihidrato a dihidrato. En la Tabla N°3 se muestra el efecto de la agitación sobre el tiempo de fraguado inicial para distintos tipos de yeso y relaciones A/P:

Tabla N°3. Efecto de la agitación sobre el tiempo de fraguado final (Peyton et al., 1964)

Tipo de yeso	Relación agua/polvo	Vueltas de mezclado (rpm)	Tiempo de fraguado final (min)
París	0,50	20	14
	0,50	200	8
Piedra	0,30	20	10
	0,30	100	8

II.7.1.4 Modificación de la velocidad de fraguado con aditivos

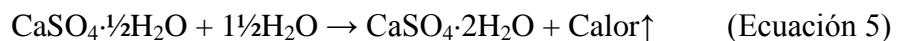
La mayoría de los fabricantes de productos de yeso consideran que el método más práctico y efectivo para el control de la velocidad y el tiempo de fraguado es la adición de ciertos modificadores químicos a la mezcla de yeso. Los dos grupos principales de aditivos son los aceleradores y retardadores.

- **Aceleradores:** Son sustancias que disminuyen el tiempo de fraguado aumentando la velocidad de disolución del hemihidrato e influenciando la solubilidad del dihidrato. Los compuestos más comúnmente utilizados son los sulfatos de potasio y zinc en una concentración no mayor al 3%. Las sales orgánicas con frecuencia también actúan como aceleradores, así como los cloruros, los bromuros y yoduros alcalinos y de amonio. Asimismo, la urea, el dicromato de potasio, el silicato sódico y los oxalatos pueden ser utilizados como aceleradores de la velocidad de fraguado del yeso (Morín, 2004).

- **Retardadores:** El efecto de los retardadores es mucho más delicado que el de los aceleradores, ya que tiene mayor efecto sobre las propiedades del producto final. Se cree que ciertos compuestos químicos pueden cubrir las partículas del hemihidrato, evitando que la disolución se desarrolle de manera normal. Los citratos, acetatos y boratos pueden retardar la reacción de hidratación. Estas sustancias pueden clasificarse por (Morín, 2004).
 - Sustancias orgánicas que actúan como coloide protector:** Tienen un elevado peso molecular, las más comunes son las colas, la caseína, las albúminas, las gelatinas y las proteínas hidrolizadas.
 - Sustancias que disminuyen la solubilidad del yeso:** Entre ellas se encuentran la glicerina, el alcohol, la acetona, el éter, el azúcar, el ácido cítrico, el ácido acético, el ácido fosfórico, el ácido láctico y sus respectivas sales.
 - Sustancias que modifican la estructura cristalina del yeso:** Son principalmente el acetato de sodio, el carbonato de calcio y el carbonato de magnesio.

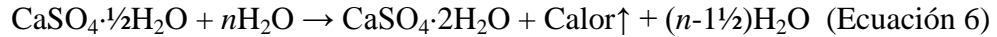
II.7.1.5 Teorías del fraguado del sulfato de calcio hemihidratado

Teóricamente, cuando el hemihidrato se mezcla con agua, éstos reaccionan para formar nuevamente el dihidrato de acuerdo a la reacción química (Ecuación. 5) (Peyton et al., 1964):



Por supuesto, la liberación de calor en la reacción exotérmica es aproximadamente equivalente al calor utilizado originalmente durante la deshidratación. Se ha determinado que por cada molécula de hemihidrato que reacciona con una molécula y media de agua se generan 3,9 kcal. Sin embargo, a esta reacción se le agrega un exceso de agua para darle trabajabilidad a la mezcla hemihidrato/agua. El agua en exceso puede variar según los requerimientos de la

aplicación que se le vaya a dar a la mezcla. De esta manera, la reacción anterior se convierte en la Ecuación 6 (Anusavice, 1998):



El mecanismo a través del cual se lleva a cabo esta reacción aún no ha sido comprendido en su totalidad. Aunque se siguen proponiendo teorías para explicar el mecanismo de fraguado del yeso hemihidratado, básicamente son reconocidas la teoría cristalina y la teoría coloidal del fraguado (Singh & Middendorf, 2007).

II.7.1.6. Teoría cristalina del fraguado

Esta teoría fue propuesta inicialmente por Lavoisier en 1765. Sin embargo, fue Le Chatelier quien realizó varios experimentos en el año 1887 para confirmar esta teoría, la cual recibió el apoyo del químico holandés Van't Hoff en 1907.

Según esta teoría la reacción de fraguado consiste en revertir el proceso de la calcinación del yeso añadiéndole agua, haciendo pasar el hemihidrato (HH) al dihidrato (DH) de nuevo, como se muestra en la Ecuación 7. Esta reacción devolverá la energía aportada por la calcinación y será por tanto una reacción exotérmica, presentada en la Ecuación 8.



Al mezclar el Hemihidrato con el agua, este se disuelve hasta que el agua queda saturada, permaneciendo parte del hemihidrato sin disolver. Se tiene por tanto en este momento dos fases, una sólida compuesta por Hemihidrato sin disolver y otra líquida formada por una solución acuosa saturada de Hemihidrato. En estas circunstancias el Hemihidrato absorbe agua y forma Dihidrato que al ser menos soluble que el Hemihidrato, precipita. Al haberse transformado el Hemihidrato en Dihidrato y precipitar, la solución acuosa ha dejado de estar saturada de Hemihidrato

y por tanto puede disolverse algo más de Hemihidrato del que estaba suspendido en ella en estado sólido, y así el ciclo vuelve a comenzar y se sigue precipitando Dihidrato hasta que termina con todo el Hemihidrato transformando.

El Dihidrato no precipita de forma aleatoria, sino que lo hace a partir de unos puntos denominados centros de cristalización por aposición de cristales aciculares de dihidrato. Estos núcleos o centros de cristalización son impurezas o partículas de dihidrato que el fabricante ha añadido a la escayola y es lo que se denomina Terra Alba.

Los cristales aciculares van creciendo de forma excéntrica a partir del centro de cristalización hasta que colisionan unos con otros, formando una trama cada vez más densa hasta terminar la reacción de fraguado, quedando atrapada entre ellos agua que no ha reaccionado. El agua usada en la mezcla tiene por tanto dos destinos, reaccionar con el HH para dar dihidrato y el resto queda atrapada entre los cristales. Es este agua la que, al evaporarse, deja en la masa fraguada una estructura porosa, que será más porosa cuanto más agua dejemos atrapada entre los cristales. (Escayola Dental, 2009).

II.7.1.7 Teoría coloidal del fraguado

La teoría coloidal o teoría del gel fue propuesta por Michaelis en el año 1893 y tuvo muchos seguidores entre 1910 y 1920. De acuerdo con esta teoría, el sulfato de calcio dihidratado existe inicialmente como fase dispersa de un gel coloidal a partir del cual crecen los cristales de dihidrato. Esta teoría contó con un gran apoyo debido a que algunas propiedades de la “suspensión de yeso” son similares a la del gel. Sin embargo, muchas características del comportamiento del yeso pueden ser explicadas mejor en base a la teoría cristalina y; por esta razón, esta última es la más aceptada. Por otra parte, científicos como Neville han propuesto que durante el fraguado inicial se produce la formación de un coloide y luego tiene lugar una cristalización (Norton, 1975).

II.7.2. Expansión durante el fraguado

Independientemente del tipo de yeso que se emplee, es posible notar una expansión de la masa durante el cambio de hemihidrato a dihidrato. Dependiendo de la composición de los productos de yeso, se puede observar una expansión entre 0,06% y 0,5%. Al comparar los volúmenes equivalente del hemihidrato, el agua y el dihidrato, se puede verificar que el volumen del dihidrato formado es menor que el volumen equivalente del hemihidrato más el agua (Peyton et al., 1964). Sin embargo, a pesar de que ocurre una contracción durante el fraguado lo que se observa en realidad es una expansión. Este fenómeno puede explicarse, en base al mecanismo de cristalización propuesto por Le Chatelier, como la acción de empuje entre los cristales de dihidrato debido a las tensiones generadas por el crecimiento de cristales adyacentes. Por otra parte, la teoría coloidal atribuye esta expansión al hinchamiento del gel por la imbibición de parte del agua utilizada en la mezcla (Anusavice, 1998).

En algunas aplicaciones, especialmente en operaciones odontológicas, es necesario que la expansión de fraguado sea baja para alcanzar la exactitud dimensional requerida. En consecuencia, se requiere controlar esta expansión variando la relación agua/polvo, el tiempo de agitación o mediante el uso de aditivos. En la Figura 6 se puede observar el comportamiento de la expansión de la masa en función del tiempo mientras que en la Tabla N°4 se muestra el efecto de la relación agua/polvo y del tiempo de agitación sobre la expansión durante el fraguado:

Tabla N°4. Efecto de la relación agua/polvo y el tiempo de agitación sobre la expansión durante el fraguado. (Anusavice, 1998)

Relación agua/polvo	Tiempo de agitación (s)	Expansión durante el fraguado (%)
0,45	36	0,41
	60	0,51
0,60	60	0,29
	120	0,41
0,80	60	0,24

Cuanto menor es la relación agua/polvo y mayor el tiempo de agitación, mayor será la expansión de fraguado. El efecto de la relación agua/polvo coincide con la teoría de Le Chatelier, ya que mientras mayor es este valor existe una menor cantidad de núcleos de cristalización y la interacción entre estos núcleos durante el crecimiento de los cristales de dihidrato es menor, con lo cual la fuerza de empuje disminuye y, por ende, la expansión durante el fraguado es menor (O'Brien, 1980).

Sin embargo, el método más eficaz para controlar la expansión durante el fraguado es la incorporación de aditivos. Generalmente, el uso de aceleradores reduce la expansión del fraguado. Por ejemplo, agregando 4% de sulfato de potasio se disminuye tanto la expansión como el tiempo de fraguado inicial, mientras que agregando una pequeña cantidad de cloruro de sodio aumenta la expansión de fraguado y al mismo tiempo se reduce el tiempo de fraguado inicial (Anusavice, 1998).

II.7.3. Porosidad

La estructura inmediatamente después del fraguado está compuesta por finos cristales entrelazados, entre los cuales hay microporos y poros que contienen el exceso de agua requerido para la mezcla. Como el producto de la reacción de fraguado del yeso presenta un volumen externo mayor pero un volumen cristalino menor, necesariamente el material fraguado debe ser poroso. Además, la trayectoria de los cristales de dihidrato durante su crecimiento así como su movimiento ocasiona la creación de microporos (Peyton et al., 1964). Fundamentalmente, existen dos tipos de porosidades:

- a) **La macroporosidad causada por el agua remanente que queda sin reaccionar dentro de la masa fraguada y por el aire incorporado a la mezcla:** estas cavidades son generalmente esféricas y se producen entre grupos de cristales de yeso. También pueden observarse poros esferoidales, que son producto del aire incorporado a la masa.

- b) **La microporosidad causada por la interacción de los cristales de dihidrato durante su crecimiento:** estas cavidades son de forma irregular y aparecen dentro grupos de cristales de yeso.

Ambos tipos de porosidades son afectados por la relación agua/polvo, pero en modos opuestos. Una baja relación agua/polvo reduce la cantidad de agua remanente que queda sin reaccionar, disminuyendo la macroporosidad (O'Brien, 1980). Sin embargo, existe una mayor interacción entre los cristales de dihidrato durante su crecimiento, favoreciendo la aparición de microporosidades. En cualquier caso, como el primer efecto es el predominante, la porosidad disminuirá a medida que disminuya la relación agua/polvo. (Morín, 2004).

En resumen, las propiedades más importantes que se deben considerar para el estudio de un yeso se refieren en la Tabla N°5:

Tabla N°5. Propiedades físicas del yeso y sus efectos. (Elaboración propia)

Parámetro	Definición	Efectos
Velocidad de fraguado	Velocidad a la cual el material se endurece para tomar su forma final.	Determina las condiciones a las cuales debe adaptarse el operador para manipular la mezcla yeso/agua de forma adecuada. Además deriva el tiempo de fraguado, el cual indica el tiempo que el material necesita para completar las reacciones de hidratación del hemihidrato.
Expansión durante el fraguado	El yeso se expande durante el cambio de hemihidratado a dihidratado, debido a una acción de empuje entre los cristales de dihidrato.	Es necesario que la expansión sea baja para lograr una exactitud dimensional.
Porosidad	Es una medida de la cantidad de poros y microporos presentes en un material después del fraguado.	Indica cuan frágil es la superficie del yeso, a mayor porosidad la superficie es más proclive a ceder y tiene menor resistencia mecánica, a la vez que afecta el índice de absorción.

II.8. MÉTODOS PARA LA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES DE YESO MINERAL, HEMIHIDRATADO Y MASA FRAGUADA.

Para poder realizar la correcta identificación de un yeso, se deben realizar una serie de ensayos que permitan determinar las propiedades químicas, físicas y mecánicas. Los ensayos que se considerarán para caracterizar cada tipo de yeso se pueden observar en la Tabla N°6.

Tabla N°6. Ensayo a realizar para la caracterización de yeso mineral, hemihidratado y masa fraguada. (Elaboración propia)

Ensayo	Yeso	Mineral	Hemihidrato	Masa Fraguada
DRX		X	X	
MEB		X	X	X
ATD		X	X*	
ATG		X	X*	
Granulometría			X	
Densidad		X	X	
Tiempo de fraguado			X	
Temperatura de fraguado			X	

*Solo en caso de ser necesarios, para completar información obtenida con otras técnicas.

II.8.1. Caracterización química y mineralógica de los materiales de yeso

La composición química del yeso calcinado depende principalmente del origen y del proceso de beneficio de la materia prima. El yeso aglomerante se compone básicamente de sulfato de calcio hemihidratado. Adicionalmente, estos pueden contener algunas trazas de anhidrita, sulfato de calcio dihidratado y otras impurezas como óxidos, carbonatos, sílice y materia orgánica (Morín, 2004).

Además del análisis químico, existen otros ensayos complementarios como la difracción de rayos X (DRX), la microscopía electrónica de barrido (MEB), el análisis térmico diferencial (ATD) y el análisis termogravimétrico (ATG); que permiten determinar las fases cristalinas así como el tamaño y la forma de los cristales, como también su comportamiento al someterlo a diferentes temperaturas. El alcance de cada técnica y su principio se describen en los párrafos a continuación:

- **Difracción de rayos X (DRX):** Esta técnica permite identificar las diferentes fases cristalinas presentes en un material, su grado de cristalinidad y el tamaño del cristalito. Cada red cristalina produce un espectro característico que está asociado a una distancia interplanar y ésta, a su vez, se haya relacionada con un parámetro de red, mediante el cual se puede realizar la identificación del material.
- **Microscopía electrónica de barrido (MEB):** Esta técnica de caracterización se fundamenta en las interacciones que experimenta el material con un haz de electrones que es acelerado hacia su superficie. De esta manera, se pueden tomar fotomicrografías a diferentes aumentos que revelan la microestructura del material y permiten establecer el tamaño y la morfología de las partículas presentes. Por otra parte, utilizando esta técnica también se puede determinar la composición química elemental del material o bien puntualmente.
- **Análisis térmico diferencial (ATD):** Es una técnica que registra las diferencias de temperatura entre la muestra en estudio y un material de referencia, generalmente alúmina calcinada, a medida que son sometidos a un ciclo térmico predefinido. Esta técnica es muy utilizada como método de identificación o complementaria en la caracterización de materiales.
- **Análisis termogravimétrico (ATG):** Esta técnica permite determinar las variaciones de peso que registra la muestra en función de la temperatura a la que se encuentra cuando es sometida a un ciclo térmico preestablecido, permitiendo la identificación del material (Morín, 2004).

II.8.2. Caracterización física y mecánica del yeso mineral, el hemihidrato y la masa fraguada

Las propiedades físicas y mecánicas de los materiales de yeso proporcionan información determinante al momento de establecer sus posibles aplicaciones; la caracterización física y mecánica fundamentalmente se realizan sobre el polvo de hemihidrato y no sobre el material fraguado. Estas propiedades pueden ser determinadas mediante la aplicación de los siguientes ensayos (Morín, 2004):

- **Granulometría:** La distribución granulométrica del polvo de yeso afecta el proceso de fraguado y su resistencia. Las partículas de hemihidrato de menor tamaño pueden aumentar la velocidad de fraguado y facilitar la hidratación, es importante destacar que esto implica un requerimiento de agua mayor. Se ve afectado por el mineral tratado, el beneficio que se le da a éste, la molienda y la rehidratación.
- **Densidad real y aparente:** El conocimiento de la relación masa/volumen permite la identificación y clasificación correcta del yeso mineral y del tipo de hemihidrato (α y β).
- **Tiempo de fraguado:** Esta propiedad puede determinarse mediante el ensayo de penetración con la aguja de Vicat. La determinación del tiempo de fraguado inicial y final permite establecer el intervalo de tiempo en el que la mezcla de yeso es trabajable.

Las técnicas aplicadas para la caracterización mineralógica, química, física y mecánica de los materiales de yeso se pueden apreciar de forma resumida en la Tabla N°7.

Tabla N°7. Técnicas aplicadas para la caracterización de yeso mineral, hemihidratado y masa fraguada (Elaboración propia).

Ensayo	Definición	Resultado
Difracción de rayos X (DRX)	Consiste en hacer pasar un haz de rayos x a través de un cristal de la sustancia sujeta a estudio.	Permite definir las distintas fases cristalinas presentes en un material, o bien su nivel de arreglo cristalino.
Microscopía electrónica de barrido (MEB)	Se fundamenta en las interacciones que experimenta el material con un haz de electrones que es acelerado hacia su superficie.	Permite observar la morfología, textura, distribución de fases, estructura y tamaño del material sometido a ensayo.
Análisis térmico diferencial (ATD)	La muestra junto a un material que es inerte se someten a un ciclo térmico.	Permite determinar las temperaturas a las cuales ocurren reacciones en el material de estudio, y en consecuencia su identificación.
Análisis termogravimétrico (ATG)	Se basa en la variación de la masa de una muestra cuando es sometida a un cambio de temperatura en una atmósfera controlada.	Permite observar las pérdidas de peso de una muestra, a medida que ésta es sometida a un ciclo térmico
Granulometría	Determina la distribución de los tamaños de las partículas de un agregado tal como se determina por análisis de tamices (norma ASTM C 136).	Permite determinar el tamaño de las partículas y la distribución granulométrica
Densidad real y aparente	Indica la relación masa/volumen del material de manera real, y con ello la noción de cuan cercano está de la densidad aparente.	Permite identificar el tipo de yeso y su calidad, de acuerdo a la relación entre ambas densidades.
Temperatura de fraguado	Se realiza la medición de la temperatura del yeso con un termómetro hasta determinar el punto donde se endurece.	Permite determinar la temperatura a la cual el yeso fragua

Como se puede apreciar en la tabla 7, con cada técnica se estudia uno o varios parámetros, que permiten identificar o caracterizar de forma precisa el material, y son complementarias. En la tabla N°6 (apartado II.8) se observan los ensayos que normalmente se deben realizar al yeso mineral, al hemihidratado y a la masa fraguada.

II. 9. CONSIDERACIONES GENERALES SOBRE LA OBTENCIÓN DE YESO α

El proceso de deshidratación del mineral de yeso, para producir yeso α -hemihidrato, se debe llevar a cabo bajo condiciones de estricta vigilancia, y debido a

que su modo de producción industrial no está muy difundido, es de gran interés estudiar este proceso a escala de laboratorio, con la finalidad de dominar la técnica que permita su escalamiento industrial. En estudios previos se ha logrado obtener yeso α en presencia de sales bajo condiciones ambientales; sin embargo en la bibliografía consultada se hace referencia al uso de autoclaves para realizar la deshidratación del sulfato de calcio dihidratado, lo cual permite la obtención de hemihidrato α de mayor calidad. En vista de que no se dispone de un reactor para tal fin, se define diseñar este equipo a escala de laboratorio para trabajar a temperatura y presión mayor a la ambiental.

II.10. CONCEPTOS BÁSICOS SOBRE DISEÑO DE REACTORES

Los reactores pueden ser recipientes como tanques, tubos vacíos, dispositivos de carcasa ó tubos con configuraciones sumamente especializadas con dispositivos de transferencia de calor y mezclado que permitan lograr las condiciones óptimas para lograr el producto deseado. En consecuencia, un conjunto de conceptos deben ser definidos antes de emprender el diseño (Walas, 1988).

II.10.1. Reactor Químico

Un reactor químico es una unidad procesadora, diseñada para que en su interior se lleve a cabo una o varias reacciones químicas. Dicha unidad procesadora está constituida por un recipiente cerrado, el cual cuenta con líneas de entrada y salida para las sustancias a tratar, y está gobernado por un algoritmo de control (Levenspiel, 1987). Los reactores químicos tienen como funciones principales:

- Asegurar el tipo de contacto o modo de fluir de los reactantes en el interior del recipiente, para conseguir la mezcla deseada con los materiales reactantes.
- Proporcionar el tiempo suficiente de contacto entre las sustancias y el catalizador, si está presente, para conseguir la extensión deseada de la reacción.

- Permitir condiciones de presión, temperatura y composición de modo que la reacción tenga lugar en el grado y a la velocidad deseada, atendiendo a los aspectos termodinámicos y cinéticos de la reacción (Levenspiel, 1987).

Para garantizar que las consideraciones anteriores se lleven a cabo de forma efectiva, se deben considerar para el diseño, en primer término aspectos ya mencionados tales como: tipo de reactor, diseño del mismo y tipo de agitación.

II.10.2. Tipos de Reactor

Los reactores se clasifican según el modo de operación (Levenspiel, 1987):

- Reactor discontinuo o Batch: es aquel en donde no entra ni sale material durante la reacción. Al inicio del proceso se introducen los materiales, se lleva a las condiciones de presión y temperatura requeridas, y se deja reaccionar por un tiempo preestablecido, luego se descargan los productos de la reacción y los reactantes no convertidos. El horno periódico para la producción industrial de Cal a partir de CaCO_3 , es un reactor de este tipo.
- Reactor continuo: mientras tiene lugar la reacción química al interior del reactor, éste se alimenta constantemente de material reactante, y al mismo tiempo se retira ininterrumpidamente los productos de la reacción; tal es el caso del horno cilíndrico para la producción de clínquer.
- Reactor semicontinuo: es aquel en el cual inicialmente se carga de material todo el reactor, y a medida que tiene lugar la reacción, se van retirando los productos, a la vez que se va incorporando más material cada cierto tiempo o de manera casi continua; tal y como se lleva a cabo en la copolimerización homogénea de monómeros.

También pueden clasificarse según el tipo de flujo:

- Reactores ideales: aquellos donde el flujo se considera ideal, se distinguen:
 - Reactor tubular ó cilíndrico: en general es cualquier reactor de operación continua, con movimiento constante de uno o todos los reactivos en una

dirección espacial seleccionada, y en el cual no se hace ningún intento por inducir al mezclado; los reactivos entran por un extremo y salen por el otro. Una aplicación típica de estos reactores es la descomposición de fosfina en fase gaseosa.

- Reactor de mezcla perfecta: en él su contenido está perfectamente agitado, y su composición en cada instante es la misma en todos los puntos del reactor, de manera que el efluente de producto tiene la misma composición que la del fluido contenido. El tiempo de mezcla tiene que ser muy corto en comparación con el tiempo de permanencia en el reactor. En la práctica se puede llevar a cabo siempre que la mezcla fluida sea poco viscosa y esté bien agitada.
- Reactores reales: aquellos donde el flujo no es ideal.

II.10.3 Diseño del Reactor

Para el diseño de un reactor se deben conocer las condiciones de operación más apropiadas para el fin propuesto, el tamaño y el tipo de reactor a diseñar. La integración de las condiciones de operación puede presentar dificultades dependiendo del comportamiento de la reacción. Por otra parte, las características geométricas del reactor determinan la trayectoria del fluido a través del mismo, y fija las condiciones de mezclado que permitan la redistribución del calor y de la materia. Por consiguiente, antes de poder predecir el funcionamiento de un reactor se deben tener en cuenta varios factores, constituyendo el principal problema del diseño, el conocimiento del modo más adecuado de tratar estos factores (Walas, 1988).

Debido a la diversidad de comportamiento de las reacciones químicas, existen algunas reglas que son generalmente aplicables para el diseño de reactores que permitan alcanzar un fin determinado (Walas, 1988).

Entre los parámetros generales que deben ser tomados en cuenta para el diseño de un reactor se encuentran (Walas, 1988):

- Estequiometría de las reacciones participantes,
- Propiedades térmicas y físicas,

- Los calores de reacción y datos de equilibrio,
- Tasa de reacción, preferentemente en forma de ecuación, relacionándolo a composición, temperatura, presión, impurezas, catalizadores etcétera;
- Actividad del catalizador como una función de tiempo, cuando está presente,
- Modo de reactivación de catalizador o reemplazo,
- Estabilidad y control del proceso,
- Las consideraciones especiales de calor y transferencia de masas,
- Tipo de material a emplear,
- Corrosión del material y peligros de seguridad y,
- Medio de Agitación.

Debido a que se debe asegurar un correcto contacto entre los reactivos y se debe promover la transferencia de masa de forma efectiva, el tipo de agitación a emplear en el reactor previsto para el caso particular de este trabajo de investigación se presenta como parámetro de considerable importancia.

II.10.4 Agitación

La agitación es el medio por el cual la mezcla de fases puede ser lograda, y las transferencias de masa y de calor pueden ser incrementadas. Las mezclas más comunes que requieren agitación son (Walas, 1988):

- a) gases con gases,
- b) gases en líquidos: dispersión,
- c) gases con partículas sólidas granulares: fluidización, transporte neumático,
- d) líquidos en gases: rociado y atomización,
- e) líquidos con líquidos: disolución, emulsificación, dispersión, y
- f) líquidos con partículas sólidas granulares: suspensión.

II.10.5 Diseño de la Estructura Interna de un Tanque Agitado

Las dimensiones del recipiente, y las dimensiones y disposición de los impulsores, deflectores y otros factores internos como las propiedades intrínsecas del

fluido y la transferencia de masa y calor, influyen en la cantidad de energía necesaria y en la calidad de la mezcla. El régimen interno de flujo dependerá de los objetivos de la operación, como son mantener la homogeneidad de una mezcla de reacción, mantener un sólido en suspensión o una dispersión de gases, o mejorar la transferencia de masa (Walas, 1988).

Debido a lo anteriormente expuesto, es necesario conocer los fundamentos de los factores más influyentes y de qué forma deben ser determinados.

II.10.5.1 El Recipiente

El recipiente es el ente que proporciona el espacio, para dar lugar a la reacción; su tamaño y disposición determinan la eficiencia de ésta. Si el recipiente posee un fondo cóncavo, requiere menos energía que si este es plano, ya que de ésta manera se evitan las acumulaciones o zonas muertas dentro del reactor. Cuando un solo impulsor se va a utilizar, se considera que un nivel de líquido igual al diámetro es óptimo, situando el rotor en el centro del sistema. (Walas, 1988)

Otro tipo de recipiente de interés para la presente investigación son los de forma cilíndrica que rotan sobre su propio eje, para proporcionar la agitación.

II.10.5.2 Deflectores o Baffles

Los deflectores o baffles son necesarios para prevenir vórtices o remolinos y mejorar la rotación de la masa líquida en su conjunto, logrando una mayor homogeneidad debido a la turbulencia creada. Las convenciones adoptadas para su diseño son: a) el espesor del deflector, este debe ser una doceava parte del diámetro del tanque y b) debe tener una longitud que se extienda desde el nivel de llenado o carga del líquido hasta una distancia, que equivale a la mitad del diámetro del impulsor ($D/2$), medida desde el inicio de la curvatura del fondo del tanque; como se muestra en la Figura 7. Cuando el eje del mezclador está situado fuera del centro (si está ubicado a una cuarta parte a la mitad del diámetro del tanque) el patrón de flujo resultante tiene menos remolino y puede prescindirse de los deflectores (Walas, 1988).

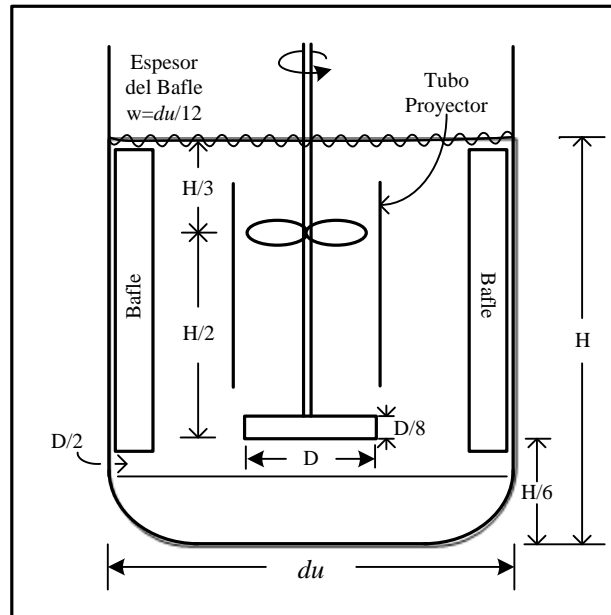


Figura 7. Consideraciones para el diseño de un agitador (Walas, 1988)

II.10.5.3 Parámetros necesarios para el dimensionamiento de Reactores Por Carga o tipo Batch.

Es importante destacar que todos los requerimientos físicos del recipiente dependen de igual manera de las propiedades de cada fluido que interviene en la reacción, como lo son la turbulencia, la energía requerida y disipada, entre otros, por lo que deben ser considerados detenidamente (Atherton & Carpenter, 1999).

Un fluido contenido en un tanque se encontrará bien mezclado, si se trabaja bajo condiciones de turbulencia, la cual es alcanzada cuando la fuerza de inercia supera la fuerza de viscosidad, la diferencia entre éstas fuerzas es conocida como el número de Reynolds (Re); a altos números de Reynolds ($Re > 3500$ en un tubo y $Re > 1000$ en un recipiente agitado) el flujo es turbulento, a valores bajos ($Re < 1000$ en un tubo y $Re < 10$ en un recipiente agitado) el flujo es laminar. En valores intermedios el flujo es transicional (Atherton & Carpenter, 1999).

El flujo laminar ocurre cuando la forma del fluido es bien definida, las líneas del fluido se mueven de forma paralela, sin ningún movimiento lateral; el flujo turbulento ocurre cuando se presentan movimientos al azar impuestos por la mayor dirección de flujo, con fluctuaciones del movimiento en todas las direcciones.

El número de Reynolds para fluidos en reactores tubulares se define según la Ecuación 9 y está basado en el diámetro de tubo (d_u) y la velocidad media (U), con las propiedades físicas del fluido como densidad (ρ) y viscosidad dinámica (μ);

$$Re = \frac{d_u \times U \times \rho}{\mu} \quad (\text{Ecuación 9})$$

Para tanques agitados el número de Reynolds impulsor está basado en el diámetro impulsor (D) y la velocidad de rotacional (N), expresado según la Ecuación 10:

$$Re = \frac{ND^2 \times \rho}{\mu} \quad (\text{Ecuación 10})$$

Esto define el flujo en las inmediaciones cercanas al agitador (Atherton & Carpenter, 1999).

La energía presente en el fluido es un parámetro importante. En un reactor tubular ésta es la presión, derivada de la caída de presión, la cual viene dada por la energía cinética perdida debido a la fricción con las paredes y la energía potencial, debida a la diferencia en el cabezal estático. De acuerdo a la Ecuación 11:

$$\Delta P = f \frac{L}{D} \rho \mu^2 + \rho g(z_1 - z_2) \quad (\text{Ecuación 11})$$

Donde f es el factor de fricción, el cual en flujos turbulentos depende de la rugosidad de la tubería. L es la longitud del reactor y $z_1 - z_2$ la diferencia entre la entrada y la salida. Para un agitador, la energía usada para crear el flujo se define según la Ecuación 12, y representa la potencia del agitador (P), el cual es calculado a partir del arrastre ejercido por el fluido sobre el agitador.

$$P = P_o N^3 D^5 \rho \quad (\text{Ecuación 12})$$

Donde P_o es el número de potencia o eficiencia. Los valores típicos de la eficiencia van desde 0,3 para turbinas que generan altos flujos con poca turbulencia local, hasta 6 para agitadores diseñados para entradas de altos niveles de turbulencia y bajos flujos.

Además de los parámetros presentados anteriormente, se deben tener en cuenta los tipos de mezclado que se pueden presentar dentro del reactor, lo cuales se

pueden clasificar según su intensidad en: macromezclado, micromezclado y mesomezclado (Atherton & Carpenter, 1999).

Macromezclado

El macromezclado se produce cuando las partículas a pesar de que se entremezclan no están en contacto individual, sino que forman agregados que mantienen su identidad a medida que pasan a través del proceso (Metcalf, 1984).

Se presenta en reacciones donde la selectividad es afectada por los gradientes de concentración a lo largo del equipo. Esto puede presentarse en equipos a escala de laboratorio de 10^{-3} m hasta 10m de escala real o completa. Es posible usar un reactor modelo a escala de laboratorio para predecir la selectividad en un reactor a mayor escala de una reacción dominada por macromezclado, usando el concepto de tiempo de mezclado (Atherton & Carpenter, 1999).

○ **Macromezclado en reactores tubulares.**

Para reactores tubulares con flujos turbulentos, existe una región de entrada donde el material alimentado es mezclado a un nivel de macro-escala, tanto de distribución como de dispersión, la cual es determinada por las condiciones de entrada y propiedades del flujo.

En orden a alcanzar un grado de conversión deseada, es necesario lograr un tiempo de residencia controlado, el cual se obtiene generando un perfil de velocidad “flujo tapón”, donde el fluido se desplaza con la misma velocidad a lo largo del diámetro del reactor, como un tapón sólido. Para asegurar un “flujo tapón”, totalmente turbulento es requerido, que la velocidad y el diámetro del reactor generen un Reynolds de al menos 3500; por lo que se requerirá una alta velocidad, de manera que, los reactores tubulares sólo pueden ser usados para reacciones rápidas y de producciones instantáneas (Atherton & Carpenter, 1999).

○ **Macromezclado en tanques agitados**

• **Flujo patrón y diseño de agitador**

El diseño de un agitador y un reactor adecuado, son importantes para lograr el nivel de mezclado requerido por la reacción. Para lograr obtener un macromezclado en tanques agitados con presencia de flujos verticales, se deben emplear los baffles o deflectores, los cuales son primordiales para una buena dispersión, especialmente en sistemas de dos fases.

- **Tiempo de mezclado**

Este se define comúnmente como el tiempo que toma en mezclarse un componente inerte en un líquido con propiedades físicas afines. El punto final, para tanques agitados es el tiempo en el cual la variación en la concentración medida sea una fracción definida de la concentración inicial. Para una variación del 5% de la concentración inicial, el tiempo debe ser t_{95} y esto indica que el reactor posee un 95% de mezclado. (Atherton & Carpenter, 1999).

El tiempo de mezclado es más bien un parámetro arbitrario, pero se define de tal manera que permite la comparación de un tanque con otro; de forma tal que reactores con el mismo tiempo de mezclado pueden tener el mismo comportamiento de macromezclado, a pesar de su tamaño (Atherton & Carpenter, 1999).

El número de Reynolds es un parámetro influyente en el tiempo de mezclado, el cual para efectos prácticos se define como el número de Reynolds crítico (Re_c), que puede ser calculado aplicando la Ecuación 13, la cual se basa en la potencia del agitador P_o , y la constante empírica (6370) medida para un conjunto de agitadores sobre un rango de escalas:

$$Re_c = \frac{6370}{P_o^{1/3}} \quad (\text{Ecuación 13})$$

$$P_o^{1/3} Re Fo = 5,2 \quad (\text{Ecuación 14})$$

En la Ecuación 14 se emplea el número de Fourier (Fo), el cual es un parámetro adimensional, definido por la Ecuación 15 como:

$$Fo = \frac{\mu t_{95}}{\rho d u^2} \quad (\text{Ecuación 15})$$

Esta correlación puede ser empleada para calcular el tiempo de mezclado para cualquier agitador. Para una similitud geométrica entre reactores de diferente escala, y donde Po y D/du sean constantes. Por consiguiente para un modelo de reactor similar geoméricamente; esto significa que mientras que $Re > Re_c$ y se mantenga la similitud geométrica estricta, entonces se obtendrá el mismo tiempo de mezclado o el desempeño de macromezclado con la misma velocidad rotacional del agitador, indiferentemente de la escala (Atherton & Carpenter, 1999).

Micromezclado

Este tipo de mezclado se presenta cuando las partículas que conforman el material a mezclar, se encuentran disueltas a tal nivel que pierden su identidad. En este tipo de mezclado se pueden presentar problemas que pueden ser causados por falta de homogeneidad local, en un volumen de la mezcla, lo cual es opuesto al macromezclado. (Atherton & Carpenter, 1999).

Un importante parámetro en la predicción de micromezclado en flujos turbulentos es la energía de disipación (ϵ); donde ésta es calculada para tanques agitados y reactores tubulares según las Ecuaciones 16 y 17 respectivamente. Este también es empleado para calcular la transferencia de masa en sistemas multifases.

Para tanques agitados:

$$\epsilon_{media} = \frac{P}{V\rho} \quad (\text{Ecuación 16})$$

Para un reactor tubular:

$$\epsilon_{media} = \frac{Q\Delta P}{V\rho} \quad (\text{Ecuación 17})$$

Donde Q es el caudal y V el volumen del reactor (Atherton & Carpenter, 1999). Para predecir el comportamiento de micromezclado se cuenta con la teoría de Baldyga y Bourne, la cual se considera de importancia para el desarrollo de la presente investigación, y puede aplicarse tanto para reactores tubulares como para tanques agitados.

Modelo de micromezclado de Baldyga y Bourne

Según esta teoría el análisis de la dinámica de fluido muestra que el tamaño de los remolinos debe ser $12\lambda_k$, donde λ_k es la microescala de Kolmogoroff, siendo este el menor tamaño de los remolinos donde el flujo es turbulento; de manera que en remolinos más pequeños que éste el flujo es laminar. La microescala Kolmogoroff puede ser calculada a partir de la Ecuación 18, basada en las propiedades físicas y la energía del fluido:

$$\lambda_k = \left(\frac{\nu^3}{\varepsilon}\right)^{1/4} \quad (\text{Ecuación 18})$$

Donde ε es la energía de disipación y ν es la viscosidad cinemática (μ/ρ). Adicionalmente, se debe considerar el tiempo de vida de un remolino, el cual es definido por τ_k según la Ecuación 19, y donde el índice de aumento del volumen de reacción V_r es definido por la Ecuación 20:

$$\tau_k = 12 \left(\frac{\nu}{\varepsilon}\right)^{1/2} \quad (\text{Ecuación 19})$$

$$\frac{dV_r}{dt} = EV_r \quad (\text{Ecuación 20})$$

Donde E es la tasa de sumergido y puede ser relacionada con las propiedades físicas y la energía del fluido según la Ecuación 21:

$$E = \frac{\ln 2}{\tau_k} = 0,05776 \left(\frac{\varepsilon}{\nu}\right)^{1/2} \quad (\text{Ecuación 21})$$

El balance de masa del reactivo añadido se presenta en la Ecuación 22:

$$\frac{d(V_r c_i)}{dt} = EV_r c_i + R_i V_r \quad (\text{Ecuación 22})$$

c_i y R_i representan la concentración y la velocidad de reacción de las especies i . Esta ecuación unida con la ecuación del índice de aumento del volumen de reacción V_r puede ser resuelta para predecir las concentraciones de los productos y la selectividad (Atherton & Carpenter, 1999).

Aún con el empleo de estas ecuaciones se pueden presentar situaciones experimentales y de diseño, que se pueden suprimir con el uso de la teoría básica, la

cual indica cuándo pueden surgir problemas, como diseñar, y establecer las condiciones de operación en diversos experimentos (Atherton & Carpenter, 1999).

Un problema puede surgir cuando la tasa de reacción es mucho más rápida que la tasa de sumergido; por lo que se debe definir un tiempo constante para el proceso de sumergido mediante la Ecuación 23 (Atherton & Carpenter, 1999):

$$\tau_E = \frac{1}{E} \quad (\text{Ecuación 23})$$

Mediante esta teoría y los parámetros involucrados, es posible aproximarse a altos niveles de eficacia en el micromezclado.

Mesomezclado

Este fenómeno se presenta cuando se alimenta de forma rápida y en grandes cantidades un componente altamente reactivo. Esto ocasiona una pobre dispersión y como resultado se presenta en un exceso local del mismo, produciéndose así el mesomezclado.

En una primera aproximación se puede predecir si un problema de mesomezclado puede ser solventado, para ello simplemente se debe asegurar que el tiempo de la reacción esté dentro de los tiempos de micro y macromezclado. Si este es el caso, y no es posible avanzar hacia la escala macro, por ejemplo, se debe realizar un análisis más a fondo.

Es importante resaltar que cuando se introduce un componente altamente reactivo en un recipiente agitado en modo semicontinuo, la selectividad puede ser determinada por el tipo de alimentación en lugar de depender solamente de la cinética. (Atherton & Carpenter, 1999).

Otro parámetro a considerar para el diseño del reactor es la dispersión de los reactantes dentro del mismo, lo cual está íntima y directamente relacionado con la transferencia de masa.

II.10.5.4. Dispersión Y Transferencia De Masa En Sistemas Multifase

La transferencia de masa es un fenómeno importante ya que gracias a ella la reacción puede proceder de forma significativamente más rápida. En orden en como procede la reacción, la transferencia de masa se da entre las distintas fases presentes. Es importante tener en cuenta el esfuerzo que es requerido para distribuir y promover dicha transferencia en una magnitud suficientemente alta para que la reacción pueda proceder a una velocidad razonable. (Atherton & Carpenter, 1999).

Uno de los parámetros de los cuales se debe tener conocimiento cuando están involucrados fenómenos de dispersión y transferencia de masa es la existencia de dos tipos de fases: continua y dispersa; y dependiendo de cómo se defina cada una de estas fases la mezcla puede tener un comportamiento diferente.

- Mezcla de dos líquidos inmiscibles

En un mezcla de dos líquidos inmiscibles es posible que algunos de ellos sea la fase continua y el otro la fase dispersa. No siempre se reconoce que una dispersión de dos líquidos puede comportarse de manera diferente dependiendo de cuál es la fase continua y cual la dispersa. Existen situaciones en que ésta decisión puede afectar seriamente la actuación del proceso; un ejemplo de esto es la medición del pH, el cual se mide en la fase continua. La medida del pH de una fase acuosa requerirá que un conjunto de gotas se unan y formen una fase continua alrededor de la sonda, por lo tanto es imposible medir el pH en la fase dispersa (Atherton & Carpenter, 1999).

Las reacciones con dos líquidos inmiscibles tienen otras complicaciones, como el efecto de *inversión de fase*, en donde la fase continua pasa a ser la fase dispersa, y viceversa. La reacción es rápida y altamente exotérmica, y el control de temperatura es logrado manteniendo un alto flujo de refrigerante o restringiendo la alimentación de reactivos. Es por esto que es de suma importancia identificar las fases y conocer su estabilidad.

- Diagramas de límite de fase en inversión de fase

Partiendo del interés de controlar cual será la fase dispersada en una mezcla, en cualquier punto del proceso, es necesario entender los efectos causados por

las variables. La más importante es la variación del volumen de reacción, que es generalmente trazada en un diagrama de límite de fases. Existen tres regiones, una donde la mezcla estará siempre en fase continua ligera (CL), otra donde será continua pesada (CP), y otra donde ambas fases pueden ser continuas dependiendo de cómo esté formada la dispersión; ésta es la región ambivalente, como se puede observar en la Figura 8, éste diagrama tiene como parámetros la fracción de volumen y la potencia del agitador.

Así como también en la Figura 8 se indica el paso de la fase continua ligera (punto A) hacia el límite de la fase continua pesada (punto B) de igual forma se puede observar el cambio de la fase continua pesada (punto C) hacia el límite de la fase continua ligera (punto D).

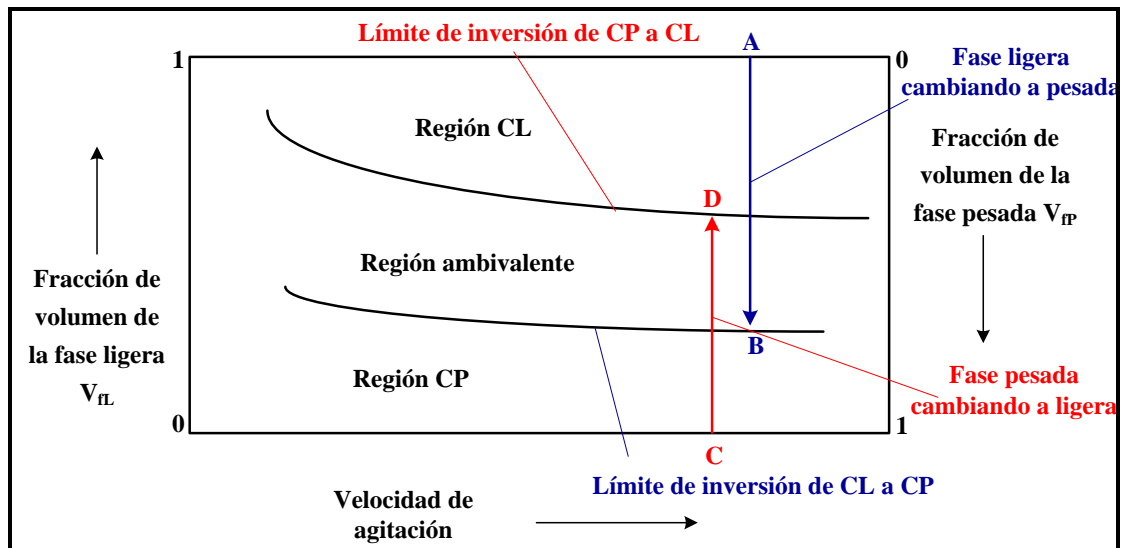


Figura 8. Diagrama de límite de inversión de fase. (Atherton & Carpenter, 1999).

- Estabilidad de la fase

Muchas de las propiedades de los sistemas pueden ser afectadas continuamente en los límites de las fases o en la región ambivalente. En las cercanías de estos límites, el sistema es más sensible a la fracción de volumen (V_{FL}) de la fase dispersa, que para efectos teóricos estarán

alrededor de 0 a 65 %, produciéndose una interacción en tiempos aceptables entre las superficies activas de los materiales (Atherton & Carpenter, 1999).

La sensibilidad del sistema en la región próxima a los límites de fases ha conducido al establecimiento de un conjunto de reglas sobre la estabilidad de la fase que deben ser consideradas (Atherton & Carpenter, 1999):

1. Las dispersiones no estables tendrán una región ambivalente alrededor de 60-65% de volumen de fase dispersa.
2. Incrementar la potencia del agitador, desestabilizará una fase continua pesada (dentro de los límites cercanos a la región ambivalente).
3. Disminuir la potencia del agitador, desestabilizará una fase continua liviana (dentro de los límites cercanos a la región ambivalente).
4. La presencia de burbujas de aire pueden provocar la inversión de un sistema.

○ Condiciones adecuadas para una dispersión estable

Es necesario determinar cuál de las fases tendrá a tiene un mejor desempeño como fase dispersa. De modo que se debe asegurar que en todo el volumen, la fase dispersa se distribuya a lo largo de la fase continua sin ningún tipo de separación entre ellas (interfase); ésta es la mínima condición para diseñar, y está íntimamente relacionada a un parámetro denominado “velocidad de dispersión justa” (N_{jD}).

En un tanque agitado, la elección del agitador es importante, ya que permite la dispersión de dos fases inmiscibles; vale destacar que esto se logra en combinación con los baffles y el tipo de turbina del agitador (Atherton & Carpenter, 1999).

○ Dispersión de partículas sólidas

Existen muchos casos de reacciones que involucran partículas sólidas. Estas partículas pueden ser más ligeras o más pesadas que la fase líquida presente. El caso más común es cuando las partículas sólidas son más pesadas que la fase

líquida, se asientan en la base del reactor y puede ocurrir que no proceda la reacción por no existir una correcta dispersión y mezcla de las mismas. A continuación se presentan las condiciones de agitación óptimas para lograr la dispersión apropiada en ambos casos.

Suspensión de partículas sólidas pesadas

Para un tanque agitado, hay una velocidad de agitación en la cual las partículas sólidas solo están en movimiento en el fondo del tanque. Es recomendable emplear un agitador de flujo axial, ubicado en el centro del reactor, de manera que se haga un barrido en la base hacia las paredes; como se muestra en la Figura 9 (Atherton & Carpenter, 1999).

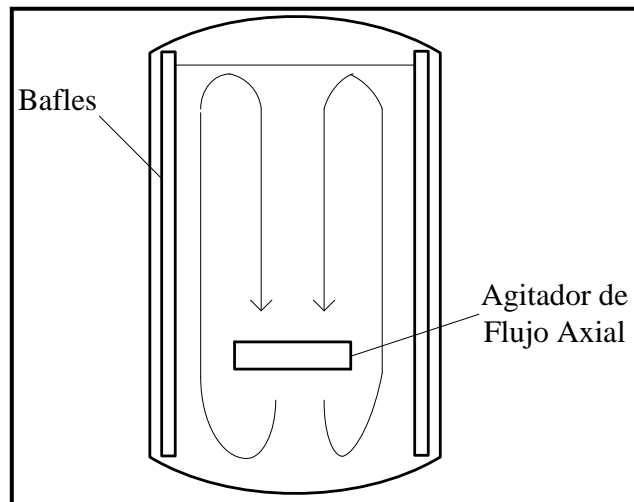


Figura 9. Tanque agitado con flujo axial (Atherton & Carpenter, 1999).

La velocidad requerida del agitador (N_{js}) puede ser determinada en un tanque agitado a escala de laboratorio, empleando materiales reales o materiales modelos, con propiedades físicas apropiadas ó conocidas. Según Atherton y Carpenter, la N_{js} puede ser determinada por la Ecuación 24.

$$N_{js} = \frac{Sv^{0,1}d_p^{0,2} \left(\frac{g\Delta\rho}{\rho_l} \right)^{0,45} X^{0,13}}{D^{0,85}} \quad (\text{Ecuación 24})$$

S es una constante que depende de la geometría del sistema; cuando se emplean turbinas como elementos agitadores, es común utilizar valores de 5,8, v es la

viscosidad cinemática; d_p es el diámetro de partículas promedio; D es el diámetro del agitador, que comúnmente es la mitad ó una tercera parte del diámetro del tanque; g es la aceleración de gravedad y X es la relación entre masa de sólido/masa de líquido*100 (Atherton & Carpenter, 1999).

A valores de N_{js} las partículas no se distribuyen uniformemente en todo el volumen de la masa reaccionante, pero si alrededor del agitador y en la región base, lo cual no se considera un buen desempeño (Atherton & Carpenter, 1999).

Suspensión de partículas sólidas, livianas ó ligeras.

En algunos casos las partículas sólidas son más ligeras que el líquido y por consiguiente éstas flotarán en la superficie. Para este tipo de problemas se debe emplear un impulsor doble sobre un mismo eje, con un impulsor superior ubicado cerca de la superficie y otro en el fondo del líquido, como se muestra en la Figura 10.

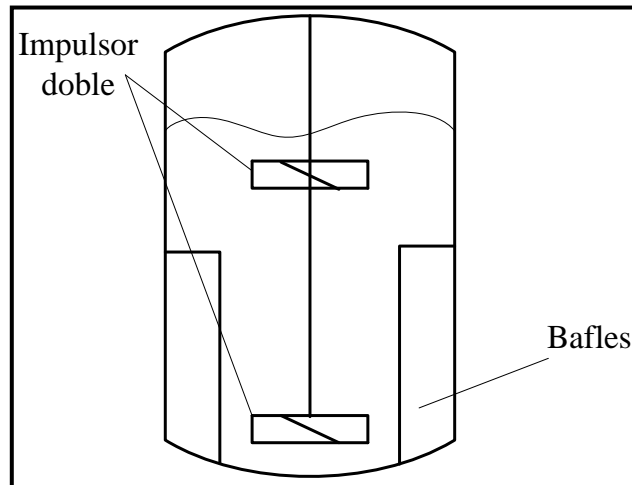


Figura 10. Tanque agitado con impulsor doble (Atherton & Carpenter, 1999).

CAPÍTULO III

MARCO METODOLÓGICO

En el presente capítulo se presenta la metodología a seguir para cumplir con el objetivo general y los objetivos específicos planteados en el presente Trabajo Especial de Grado.

III.1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

Es la etapa inicial que consiste en realizar una revisión bibliográfica detallada acerca del yeso α hemihidratado, sus propiedades ~~características~~, condiciones y métodos de obtención, así como el valor agregado del mismo. Además de revisar los resultados obtenidos en los trabajos previos empleados como antecedentes del trabajo a realizar.

III.2. SELECCIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA

Previo a cualquier ensayo se debe preparar la materia prima para llevarla a las condiciones requeridas por los distintos procedimientos experimentales. En la Figura 11 se puede observar un diagrama con las actividades que constituyen las etapas de selección y preparación de la materia prima.

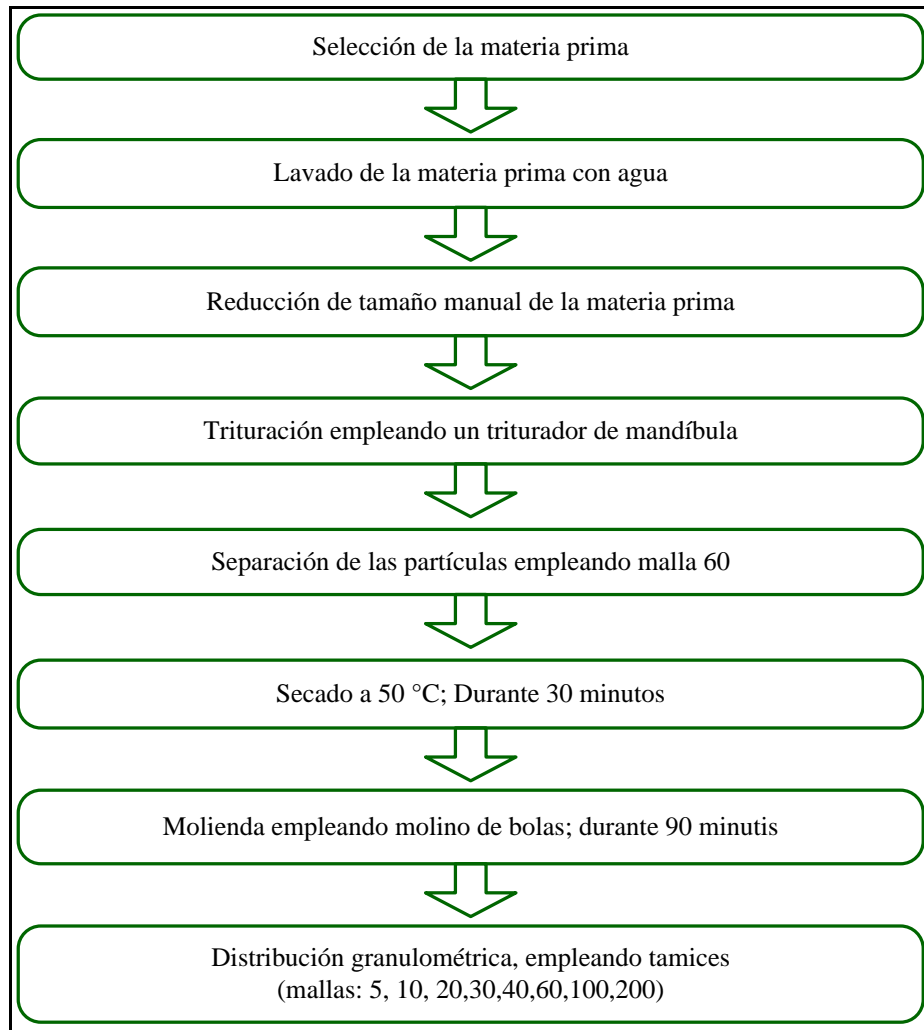


Figura 11. Selección y preparación de la materia prima (Elaboración propia)

La materia prima a procesar es la misma que se empleó en el trabajo previo (Producción de Yeso Alfa a partir de materia prima nacional, Hung 2008), donde se indica que el mineral de yeso proveniente de El Morrito, Edo. Guárico posee las características necesarias para la obtención del yeso hemihidratado. En principio, para evitar la presencia de impurezas terrosas, los trozos de materia prima deben ser lavados con agua. Seguidamente y debido al volumen de las rocas, una primera etapa debe consistir en reducir el tamaño manualmente hasta obtener fragmentos de mineral de 1½ pulg, los cuales se reducen a tamaños de aproximadamente 5 cm de diámetro promedio, para lo cual se puede emplear un triturador de mandíbulas, y secados

dentro de una estufa a 50°C por 30 minutos. A continuación, el material triturado es molido en molinos de bolas tipo jarra, de 10 litros de capacidad, utilizando una carga de cuerpos moledores de alúmina de 2 kg y una carga de género de 2 kg. La distribución de los cuerpos moledores es de 43,3% grandes; 33,3% medianos y 23,3% pequeños; la molienda se debe realizar durante 90 minutos y bajo las condiciones establecidas en el trabajo previo de referencia (Producción de yeso alpha a partir de materia prima nacional, Hung 2008).

Luego de la molienda determinó la distribución granulométrica; para ello una muestra de 100g del material se tamiza por las mallas 5, 10, 20, 30, 40, 60, 100 y 200, y la distribución granulométrica obtenida debe ser comparada con la distribución obtenida en el trabajo previo para corroborar la eficiencia de la molienda y reproducibilidad de resultados.

III.3. SECUENCIA DE ETAPAS DEL PROCESO PARA OBTENER YESO α

Para realizar la secuencia y evaluación de las etapas del proceso de formación del yeso α hemihidratado llevó a cabo el procedimiento descrito en trabajos previos, el cual se presenta en la Figura 12:

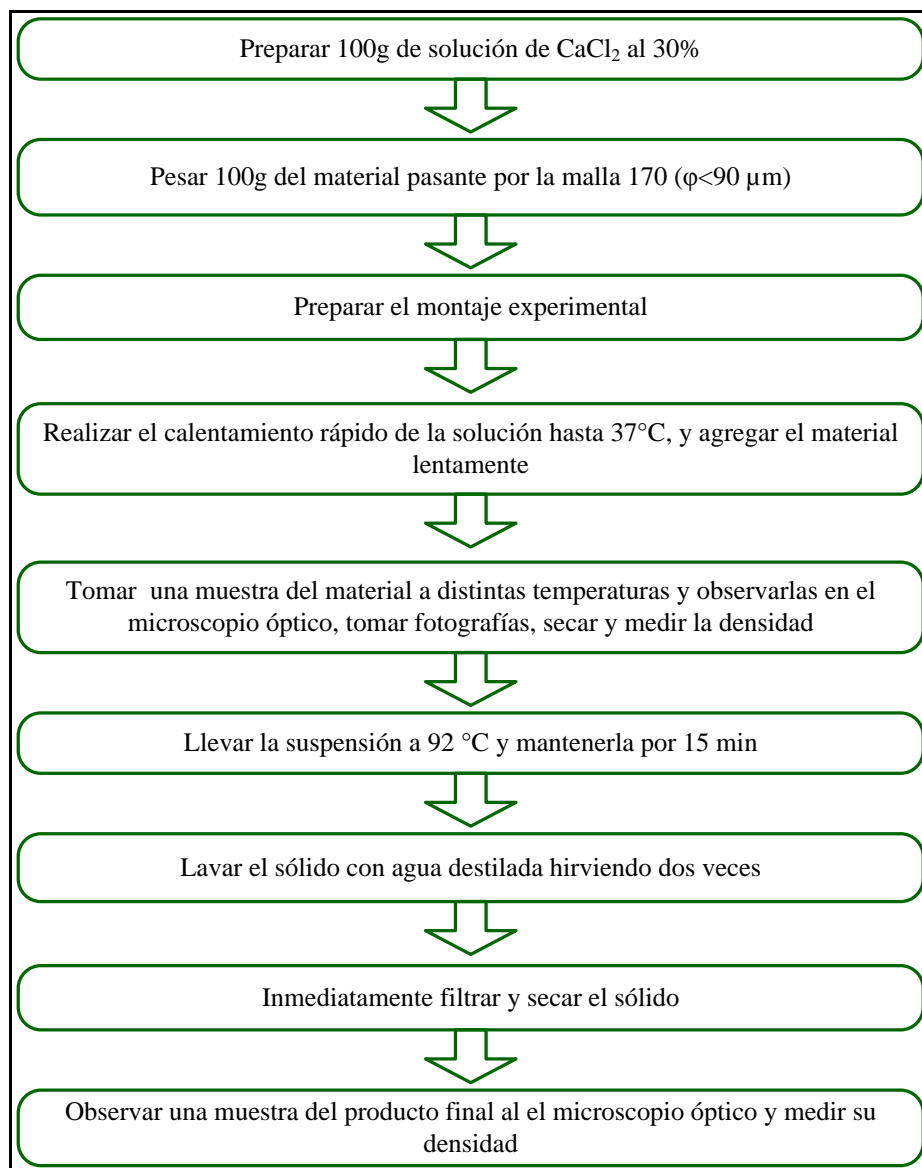


Figura 12. Evaluación de las etapas del proceso (Elaboración propia)

Inicialmente se preparó 100 g de una solución de cloruro de calcio (CaCl_2) al 30% p/p a partir del cloruro de calcio dihidratado sólido ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) con 97% de pureza. Para ello se pesan 46,35 g del sólido, y se le agregan 53,65 g de agua destilada. Se pesan 100 g del mineral medido pasante por la malla 170 y se prepara el montaje experimental, consistente de un vaso de precipitado colocado sobre una plancha de calentamiento y un agitador mecánico. En la Figura 13 se muestra el montaje descrito anteriormente:

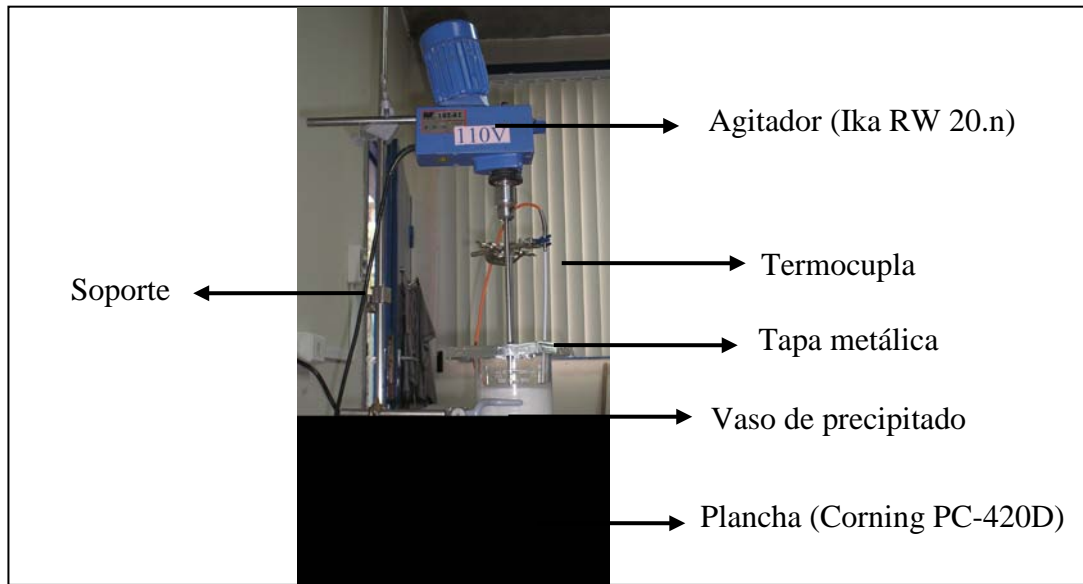


Figura 13. Montaje experimental para producir el yeso α -hemihidratado bajo las condiciones del tratamiento descrito en el trabajo previo (Hung, 2008)

En el vaso de precipitado se coloca la solución de cloruro de calcio, y se comienza el calentamiento con agitación de 90 rpm, adicionando de forma controlada la materia prima. Se realiza un calentamiento rápido hasta 37°C ($1,16^{\circ}\text{C}/\text{min}$), y se extrae una muestra del material para ser observada en el microscopio óptico y se toman fotografías del material para observar el nivel de transformación de los cristales del yeso hemihidratado α . Este procedimiento se realiza para calentamientos hasta: 50°C ($0,20^{\circ}\text{C}/\text{min}$), 80°C ($1,56^{\circ}\text{C}/\text{min}$) y 92°C ($0,08^{\circ}\text{C}/\text{min}$).

Se procede a mantener por 15 minutos la suspensión a una temperatura de 92°C , para lavarla con agua destilada hirviendo. Posteriormente se filtra y se seca el sólido; se toma una muestra del producto final y se lleva al microscopio óptico empleando etanol al 96% de pureza como medio para observar finalmente los cristales de yeso hemihidratado α totalmente formado.

III.4. OBTENCIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS DE FORMA EXPERIMENTAL

Para lograr obtener los parámetros cinéticos experimentales de la reacción de formación del yeso α hemihidratado se llevó a cabo el procedimiento descrito en la Figura 14:

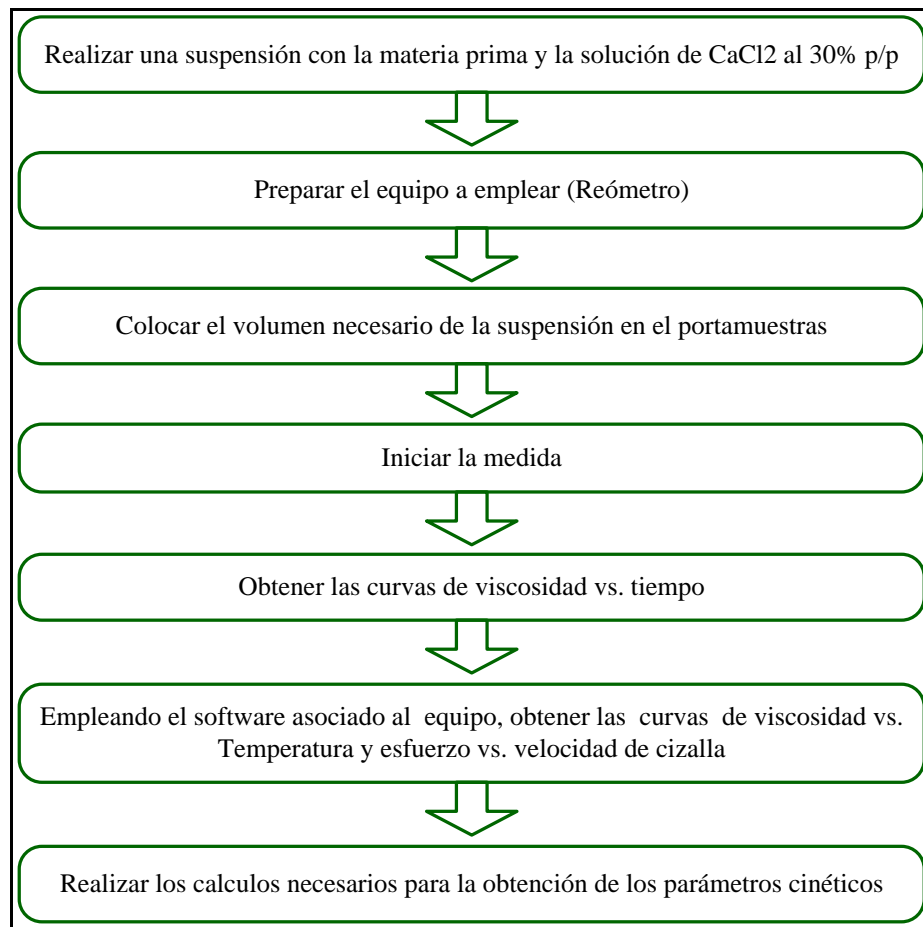


Figura 14. Obtención de los parámetros cinéticos de forma experimental (Elaboración propia)

Según el procedimiento descrito el primer paso es preparar una suspensión con 50g de material pasante por la malla 170 y una solución de cloruro de calcio (CaCl_2) al 30% p/p, la cantidad de solución agregada debe cubrir el polvo completamente y prácticamente quedar al ras de este. Seguidamente, se prepara el

reómetro para la medición: se debe encender el compresor, los controladores de temperatura y la computadora asociada al equipo, y se debe seleccionar el sensor adecuado para el tipo de suspensión con el que se está trabajando.

Se realizó la calibración del equipo, se coloca la muestra y se realiza la medición, para obtener las curvas de viscosidad vs. tiempo, viscosidad vs. temperatura y esfuerzo vs. temperatura. A partir de las curvas obtenidas se realizan los cálculos necesarios para obtener los parámetros cinéticos de la reacción, los cuales son necesarios para el diseño del autoclave. Este estudio se debe realizar puesto que la teoría no define estos parámetros para la reacción de formación del yeso hemihidratado α .

En caso de no poder emplearse el reómetro, se tomaron muestras del material a diferentes temperaturas y se realizarían los procedimientos necesarios para determinar la densidad de cada una, empleando un voluminómetro y etanol como medio.

III.5. EVALUCIÓN DE LOS PARÁMETROS DE AGITACIÓN

Para evaluar los parámetros de agitación y determinar el tipo de agitación conveniente para la formación homogénea de los cristales de yeso hemihidratado α se sigue el procedimiento descrito en la Figura 15:

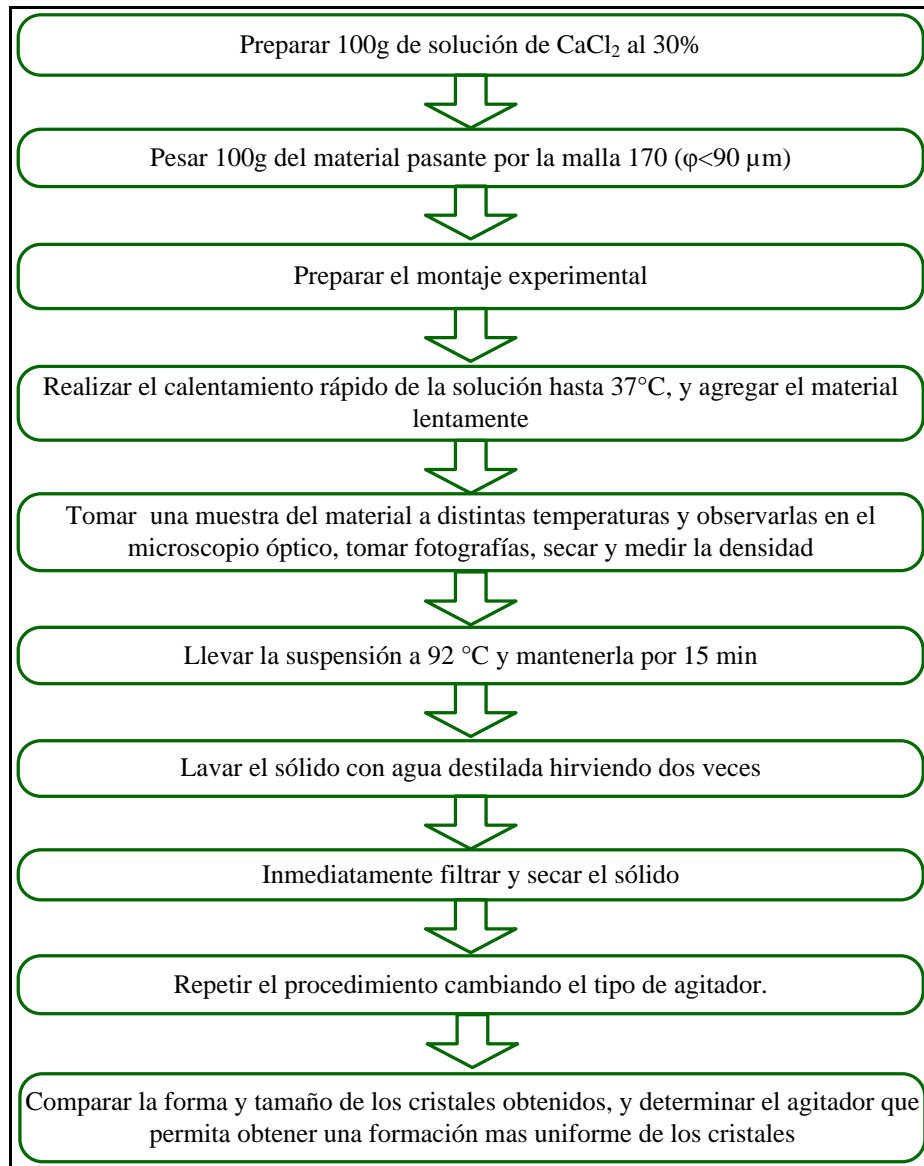


Figura 15. Evaluación de los parámetros de agitación (Elaboración Propia)

El procedimiento a seguir es básicamente el mismo que se realizó para la evaluación de las etapas del proceso, siendo que en este caso se modifica el tipo de agitador. El agitador debe permitir una formación uniforme de cristales sin crear vórtices, asegurar un mezclado eficiente y una transferencia de masa efectiva. Los tipos de agitadores a evaluar son: tipo pala, agitador para disolver y tipo hélice.

III.6. DISEÑO Y EVALUACIÓN DEL AUTOCLAVE

A partir de la información obtenida a través de los ensayos anteriormente mencionados se procede a la conceptualización y diseño del autoclave. Se elige diseñar un reactor por cargas (RPC) debido a que este tipo de reactor permite el estudio a escala de laboratorio de las condiciones para la obtención del yeso hemihidratado α . Además se prevé que el reactor sea de tipo tanque agitado, ya que con ésta disposición permite emplear agitación, y los dispositivos requeridos para controlar la presión y temperatura en el mismo.

Se evaluará el autoclave, empleando un Reactor Parr Serie 1370-HC2-T316-042090-7973, en donde se requiere que el volumen de reacción sea 2/3 del volumen del reactor, por lo cual se mantendrá la misma proporción equitativa entre materia prima y solución de CaCl_2 al 30% p/p.

La evaluación se dividirá en dos etapas:

- Obtención de yeso alfa a partir de yeso mineral con partículas de tamaño $\phi < 90\mu\text{m}$

Para este caso se agregará de 200g tanto de mineral como de CaCl_2 , manteniendo el ciclo térmico descrito en el primer punto de la metodología; y agitación de 90 rpm, además se le aplicará presión introduciéndole aire, a través de una de las válvulas del reactor, proporcionado por un compresor de aire. Destacando que se realizarán a presiones de 3, 4 y 5 atm.

- Obtención de yeso alfa a partir de yeso mineral con piedras de tamaño $\phi < 5\text{mm}$

En esta etapa no se aplicará agitación, y se agregará 50g de mineral y de solución de CaCl_2 en un vaso de precipitado dentro del reactor y le será aplicado el mismo ciclo térmico, en conjunto con la presión. De la misma manera se aplicarán presiones de 2, 3 y 4 atm. El ensayo se realizará empleando tres medios: CaCl_2 , Agua y Aire.

Para ambos casos se debe agregar tanto la materia prima como la solución de CaCl_2 , sellar el reactor, e iniciar calentamiento mediante un controlador de temperatura.

III.7. CARÁCTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL PRODUCTO OBTENIDO

Con la finalidad de verificar el grado de transformación logrado con este procedimiento, así como las características del material obtenido respecto al realizado en condiciones ambientales, se deben realizar los ensayos indicados en la Tabla N°8.

Tabla N°8. Ensayos requeridos para caracterizar y evaluar el producto obtenido (Elaboración propia)

Ensayo	Basamento
Densidad	Mediante la relación masa/volumen, que es característica de cada material, se puede identificar el tipo de yeso.
Difracción de rayos X (DRX)	Se hace incidir un haz de Rayos X sobre un cuerpo se pueden definir las distintas fases cristalinas presentes en un material, o bien su nivel de arreglo cristalino.
Granulometría láser	Permite determinar el tamaño de las partículas y la distribución granulométrica, bien sea de los partículas obtenidos o del polvo de yeso.
Microscopía electrónica de barrido (MEB)	Mediante esta técnica se puede observar la morfología, textura, distribución de fases, estructura y tamaño del material sometido a ensayo.
Temperatura de fraguado	Es el ensayo previsto para determinar la temperatura a la cual el yeso fragua, lo cual es característico de estos materiales.
Tiempo de fraguado	Es un parámetro importante en estos materiales, y permite establecer el intervalo de tiempo en el cual la mezcla de yeso es trabajable.
Análisis térmico diferencial (ATD)	Permite determinar las temperaturas a las cuales ocurren reacciones en el material de estudio, y en consecuencia puede ser utilizada para identificar y caracterizar un material cuando es sometido a un ciclo térmico determinado.
Análisis termogravimétrico (ATG)	Permite determinar las pérdidas de peso de una muestra, a medida que ésta es sometida a un ciclo térmico, y en consecuencia puede ser utilizada para identificar y caracterizar un material.

III.8 EQUIPOS A EMPLEAR

En el presente trabajo de grado se emplearon los siguientes equipos:

- **Tamices:** Instrumento provisto de una tela de hilos entrecruzados dejando huecos pequeños. Sirve para separar distintas fracciones granulométricas; mediante el empleo tamices de diferentes aberturas, por ejemplo: tamiz número 170, con una abertura de 90μ , entre otros (Tamiz N° 100, 60, 40). La Figura 16 presenta una imagen representativa de los tamices empleados:



Figura 16. Tamices (Tamices.cl, 2009)

- **Reómetro:** es un dispositivo de laboratorio usado para medir la manera como una sustancia fluye bajo la aplicación de una fuerza. Para el presente trabajo especial de grado se emplea un reómetro MARS II, marca HAAKE el cual es un equipo bastante versátil, y puede ser ajustado fácil y rápidamente para distintos requerimientos.

Este equipo requiere de poca masa para medir el momento de inercia, combinado con un rotor de titanio o acero inoxidable permite medir el desempeño en soluciones diluidas incluso a niveles de torque muy bajos. El motor se puede configurar para lograr la deformación de sólidos de manera precisa, permitiendo medidas reológicas a velocidad controlada (CR), tensión controlada (CS) y deformación controlada (CD), en rotación y oscilación, o

cualquier combinación. En la Figura 17 se muestra una imagen representativa del reómetro HAAKE MARS II (Thermo Fisher Scientific Inc., 2007).



Figura 17. Reómetro HAAKE MARS II (Thermo Fisher Scientific Inc., 2007).

Adicionalmente se puede acoplar un módulo (Reoscopio) para visualizar la muestra en tiempo real, con el cual se puede grabar simultáneamente los cambios en la estructura de la muestra a nivel microscópico; permitiendo obtener secuencias de microestructuras útiles para evaluar las propiedades mecánicas de los productos. El módulo comprende un microscopio óptico, cámara digital y una unidad de control de temperatura que es usada en combinación con la plataforma del reómetro.

Entre las muchas propiedades que se pueden medir con este instrumento, las que resultan de interés para este trabajo de grado son las curvas de viscosidad vs. tiempo, viscosidad vs. temperatura y esfuerzo vs. velocidad de cizalla; esto con la finalidad de poder estimar los parámetros cinéticos de la reacción de deshidratación parcial del yeso.

- **Agitador:** IKA RW20, tipo digital

- **Plancha de calentamiento:** de marca Corning PC-420D con agitación magnética
- **Triturador de mandíbula:** KHD Humbolt Wedag AG (modelo N°9-8516-8-1400).
- **Molino de bolas:** de tipo jarra, de 10 litros de capacidad.
- **Microscopio óptico:** de marca Nikon AFX-DX.
- **Otros:** Beackers, balones aforados, etc.

CAPÍTULO IV

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Seguidamente se presenta el procedimiento experimental

IV.1. SELECCIÓN Y ACONDICIONAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA

La materia prima a emplear en el presente trabajo es proveniente de El Morrito, Edo. Guárico. Con el fin de eliminar las impurezas terrosas se debe lavar esta con abundante agua, y luego llevarla a una estufa a 50 °C durante 30 minutos.

Debido al volumen de las rocas, se reduce su tamaño manualmente hasta obtener fragmentos de aproximadamente 1,5 pulg de diámetro, posteriormente el mineral de yeso se somete a una reducción de tamaño empleando un triturador de mandíbulas, hasta llevarlo a un tamaño aproximado de 5cm. El material triturado se muele empleando molino de bolas tipo jarra, de 10 litros de capacidad; con la siguiente distribución de cuerpos moledores de alúmina: 43,3% grandes; 33,3% medianos y 23,3% pequeños. La molienda se debe realizar durante 90 minutos, tiempo definido por el trabajo realizado por Hung en el 2008.

Con el fin de corroborar la eficiencia de la molienda se debe realizar una distribución granulométrica empleando tamices de malla 5, 10, 20, 30, 40, 60, 100 y 200; por los cuales se debe hacer pasar 100 g del material molido.

Finalmente se debe tamizar todo el material molido por una malla 170, donde el material pasante tiene un tamaño de partícula inferior a 90 μ m, para así emplearlo en la obtención de α -CaSO₄½H₂O.

IV.2. SECUENCIA DE ETAPAS DEL PROCESO PARA OBTENER YESO α

Se preparan 100 g de solución de Cloruro de Calcio (CaCl₂) al 34% p/p, para lo cual se requieren 46,35 g de Cloruro de Calcio dihidratado sólido (CaCl₂2H₂O) de 97% de pureza y 53,65g de agua, y debido a la impurezas del soluto se filtró la solución.

Se pesan 50 g del mineral de yeso pasante por la malla 170; para posteriormente realizar el montaje experimental, que consiste en un vaso de precipitado colocado sobre plancha de calentamiento y un agitador mecánico. Como se puede observar en la Figura 13 de la metodología.

En el vaso de precipitado se coloca la solución de cloruro de calcio, y se inicia la agitación a 90 rpm, se agrega de forma controlada la materia prima, para evitar aglomeraciones y procurar la homogenización de la mezcla.

Para obtener el material se debe aplicar un ciclo térmico que consiste en un calentamiento rápido hasta 37°C (0,7°C/min), luego variar las velocidades de calentamientos hasta: 50°C (0,20°C/min), 80°C(1,56°C/min) y 92°C(0,08°C/min); descrito en un trabajo previo y utilizado como referencia.

Al final de cada etapa de calentamiento se recoge una muestra para observarla en el microscopio óptico y se le toman microfotografías a 20X para observar el nivel de transformación del gypsum en hemihidrato α ; a la vez que se determina la densidad.

Luego de finalizar el tratamiento térmico, se lava inmediatamente con agua destilada hirviendo, para retirar la mayor cantidad posible de CaCl_2 , y evitar una posterior contaminación del producto; posteriormente se filtro y se secó en una plancha de calentamiento aproximadamente a 60 °C. Seguidamente se examina en el microscopio óptico y se le toman fotografías al producto final.

De acuerdo a la evolución observada durante la obtención de yeso alfa hemihidratado, se modificó el ciclo térmico hasta obtener la mejor y más controlada formación de cristales. En la Tabla 15 del Anexo B, se puede apreciar las velocidades de calentamiento de los ciclos térmicos aplicados. El ciclo térmico seleccionado se encuentra en el Anexo B. Tabla 17 del presente trabajo especial de grado; el cual consiste en un calentamiento rápido hasta 37°C(0,875°C/min), luego calentamientos hasta 50°C(0,3095°C/min), 60°C(0,500°C/min), y 80°C(0,250°C/min), para finalizar con calentamiento hasta 92°C(0,3077°C/min).

Mientras transcurre el ciclo térmico seleccionado se debe recolectar muestras a temperaturas de 40°C, 50°C, 60°C, 70°C, 80°C, 84°C, 88°C y 92°C. Con el

propósito de calcular su densidad, empleando la técnica de volumenómetro, donde primero se agrega solvente (etanol) hasta un volumen entre 0 y 2 ml, luego se adiciona la masa de la muestra hasta alcanzar a un volumen entre 18 y 20 ml; posteriormente se pesa la masa de la muestra no añadida.

Simultáneamente se realiza una curva de calibración para la densidad del yeso alfa, que consiste en preparar muestras sólidas, variando la relación entre yeso mineral y yeso comercial, con el fin de determinar una curva aproximada que semeja la variación de la densidad en el proceso de obtención de yeso alfa; donde éstas muestras se les fue calculada su densidad basándonos en la técnica del volumenómetro, descrita en el punto anterior.

IV.3.OBTENCIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS DE FORMA EXPERIMENTAL

En vista de que los sensores del reómetro son de acero inoxidable y/o titanio, que se debe trabajar a temperaturas superiores a la temperatura ambiental, y que no fue posible ubicar datos sobre los efectos corrosivos de CaCl_2 sobre éstos materiales; se realiza una prueba de corrosión a piezas de Acero Inoxidable 304 y Titanio, con el objetivo de garantizar que las moléculas presentes en la reacción no “ataca” éste equipo.

Para la prueba de corrosión, las piezas metálicas son pulidas aplicando la NORMA ASTM E301 (ANEXO D.1). Luego estas piezas se llevan a un evaporador de agua, donde se introducen fiolas con las muestras sumergidas en una solución de CaCl_2 al 34% p/p. Éstas muestras se dejan 24 horas dentro de este condensador a una temperatura de 95°C ; el ensayo se basa en la NORMA ASTM G48 (ANEXO D.3)

Luego de determinar que las piezas no fueron corroídas por la solución de CaCl_2 mediante un test de pérdida de peso (las piezas son pesadas antes y después del ensayo), en donde ésta pérdida de peso resultó nula; ésta deducción se confirma observando las piezas metálicas en un microscopio óptico antes y después del ensayo, en donde se observa que las piezas no fueron atacadas en su superficie; permitiendo de ésta manera realizar ensayos con el reómetro.

Se acondiciona el reómetro, primero se limpia e instala el plato DC 60/2, y se realiza la calibración requerida por éste, desde el software.

Se prepara una suspensión con 50g de mineral de yeso pasante por la malla 170 y una solución de cloruro de calcio (CaCl_2) al 34% p/p, y se coloca 5 ml de la suspensión en el sensor.

El equipo se programa para realizar el ciclo térmico considerado como el óptimo (P9), manteniendo la velocidad de cizalla constante, con la finalidad de simular las condiciones de trabajo en el vaso de precipitado a temperatura ambiente.

Al finalizar las mediciones, mediante del programa Rheowin Job se obtienen los datos de viscosidad, tiempo, temperatura y esfuerzo; posteriormente se realizan las curvas de viscosidad vs tiempo y viscosidad vs temperatura.

Con los datos de densidad correspondientes al ciclo térmico seleccionado, se realizan los cálculos necesarios para obtener los parámetros cinéticos de la reacción.

IV.4. EVALUCIÓN DE LOS PARÁMETROS DE AGITACIÓN

Para evaluar éstos parámetro se sigue el mismo procedimiento realizado para la evaluación de las etapas del proceso con el ciclo térmico óptimo, siendo que en éste caso se cambió el tipo de agitador. Se empleó una propela de pala plana, un agitador de ancla y un disco cawler. Estas imágenes pueden ser apreciadas en el Anexo C Figura 45.

IV.5. DISEÑO Y EVALUACIÓN DEL AUTOCLAVE

Obtenidos los parámetros cinéticos, se procede a la conceptualización del autoclave; lo cual consiste primeramente en el cálculo de los parámetros de transferencia de calor necesarios para asegurar un intercambio de calor eficiente y uniforme dentro de la mezcla, y los parámetros fundamentales para que se lleve a cabo un reacción en mesomezclado; lo que consecuentemente lleva a determinar las dimensiones del reactor.

Para la evaluación del el autoclave se emplea un Reactor Parr, serie 1370-HC2-T316-042090-7973, cuyas especificaciones pueden ser revisadas en el Anexo D.4.

Con el objetivo de comparar la producción de α -CaSO₄·1/2H₂O tanto en autoclave como a presión ambiental, la obtención de yeso alfa a partir de yeso mineral con partículas de tamaño $\phi < 90 \mu\text{m}$ se realiza agregando 200g tanto de mineral como de la solución de CaCl₂, sometiéndolo al ciclo térmico seleccionado, y con 90 rpm al igual que en el montaje a temperatura ambiente. En primer lugar se aplica una presión de 3 atm, introduciéndole aire, a través de una de las válvulas del reactor, proporcionado por un compresor de aire. El material se lava y se seca adecuadamente como se describe en la metodología. Se repite éste procedimiento, aplicando presiones de 4 y 5 atm, en ensayos diferentes.

Para la obtención de hemihidrato alfa a partir de yeso mineral con partículas de tamaño $\phi = 5 \text{mm}$, y con la finalidad de evaluar el efecto del medio sobre la reacción, se hacen ensayos con CaCl₂, Agua y sin medio; para ellos se agrega 50g de mineral y del medio a emplear en un vaso de precipitado, el cual se introdujo dentro del reactor, y que de igual manera se le aplica el ciclo térmico seleccionado, a una presión de 2 atm. El producto obtenido se lava y se secado de forma adecuada.

Posteriormente se realizan ensayos empleando como medio la solución de CaCl₂ a presiones de 3 y 4 atm.

IV.6. CARÁCTERIZACIÓN Y EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES DEL PRODUCTO OBTENIDO

Las muestras procesadas tanto en el autoclave como a presión ambiental, se caracterizan mediante ensayos de: Densidad, Difracción de rayos X (DRX), Granulometría láser, Microscopia electrónica de barrido (MEB), Temperatura de fraguado y Tiempo de fraguado.

CAPÍTULO V

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados de la evaluación de las etapas del proceso, así como de la identificación de los parámetros cinéticos correspondiente a la reacción de formación del yeso α hemihidratado. Adicionalmente se muestran los valores determinados para los parámetros de diseño y especificación del reactor, requerido para la producción del yeso hemihidratado α , como lo son: el tipo de agitación, espesor de la pared, volumen del tanque, entre otros. También, y con la finalidad de evaluar el material obtenido en autoclave empleando la granulometría $\phi < 90 \mu\text{m}$ y $\phi = 5\text{mm}$ a diferentes presiones y empleando diferentes medios, se presentan los resultados de los ensayos tanto físicos como estructurales practicados sobre los mismos.

V.1 EVALUACIÓN DE LAS ETAPAS DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN DEL HEMIHIDRATO ALFA A PRESION ATMOSFÉRICA

Para llevar a cabo la evaluación de las etapas del proceso de producción del hemihidrato alfa y poder determinar cuál de estas es la más influyente, se consideró el montaje experimental indicado en el Capítulo III (apartado III.3) del presente Trabajo Especial de Grado, pero en este caso fue necesario variar la concentración de la solución de cloruro de calcio debido a que se empleó $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ grado alimenticio con 97% de pureza, por lo cual se debió preparar la solución al 34% p/p, y manteniendo el mismo ciclo térmico empleado. Además se empleó un agitador diferente al utilizado en el trabajo previo.

El proceso de formación de yeso alfa contempla varias etapas secuenciales: disolución, sobresaturación, nucleación y crecimiento de los cristales. En la Figura 18 se puede apreciar como es la variación del porcentaje en solución del CaSO_4 en función de la temperatura, donde el punto máximo correspondiente al dihidrato, se presenta aproximadamente a los 43°C .

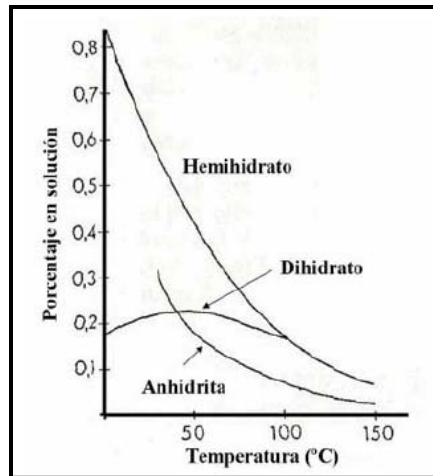


Figura 18. Solubilidad de las fases de sulfato cálcico en función de la temperatura (Gomá, 1979)

En la Figura 19 se puede observar micrografías tomadas a diferentes temperaturas durante el proceso de deshidratación parcial del gypsum

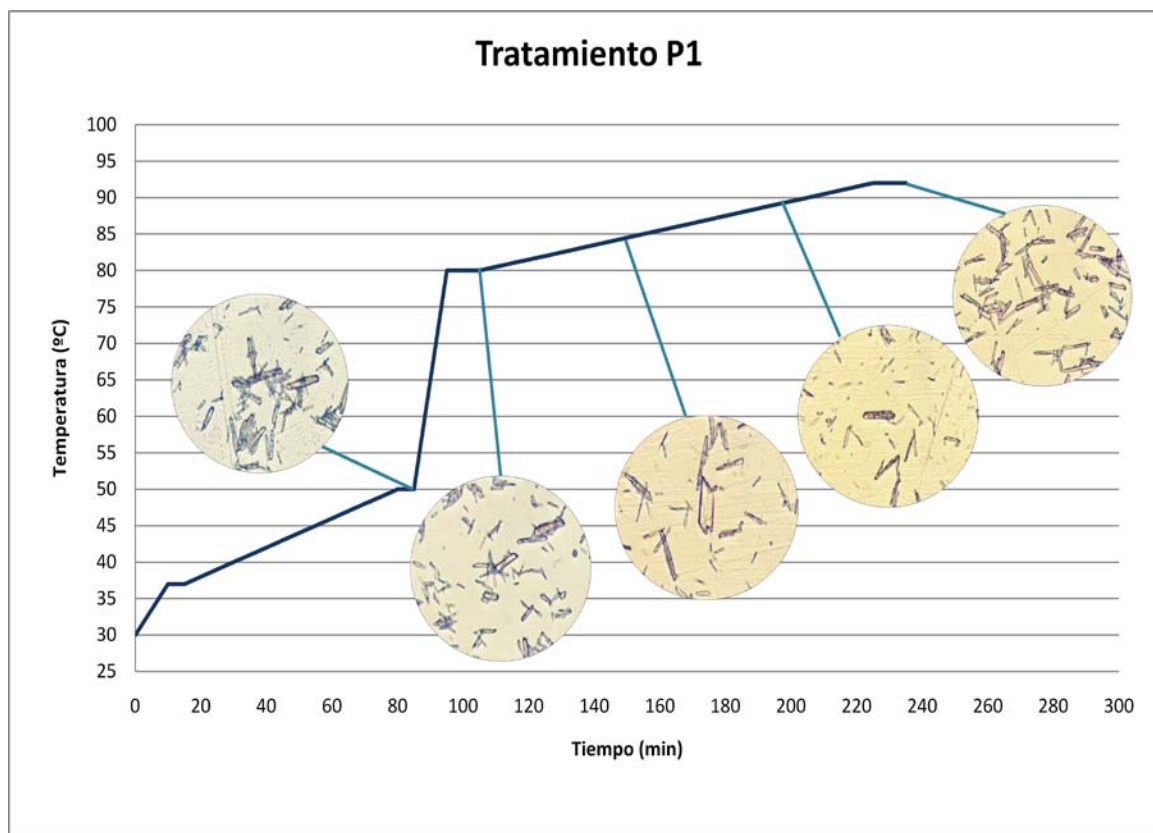


Figura 19. Tratamiento térmico N°1 (P1) realizado para la obtención de hemihidrato α a presión atmosférica. Todas las micrografías fueron tomadas a 200X

Se puede apreciar en la Figura 19, el cambio físico sufrido por el material al realizar el ciclo térmico. A los 50 °C se comienza a observar la disolución de la materia prima; en la medida que aumenta la temperatura hasta los 80°C se observa el inicio del proceso de formación de los cristales, el cual continua hasta los 92°C donde se visualiza la presencia de cristales definidos con poca presencia de material amorfo, evidenciándose la transformación de la materia prima. El tamaño aproximado de cristal obtenido al realizar este ciclo térmico, propuesto en el trabajo previo, es de 39,74 μm de largo y 2,77 μm de ancho (según lo observado en las microfotografías obtenidas con el microscopio óptico a una resolución de 200 X).

La Figura 20 corresponde a la distribución granulométrica obtenido mediante granulometría láser. La distribución para estas partículas es bimodal, centrada en 6 y 200 μm , con un tamaño de grano promedio de 23,534 μm . Al comparar con el tamaño promedio de partículas obtenidas en el trabajo previo (58,3 μm) se demuestra que se obtuvieron partículas de tamaño inferior a este, pero de la misma forma se evidencia que el porcentaje de partículas con un tamaño mayor a éste valor está por encima de 52% aproximadamente.

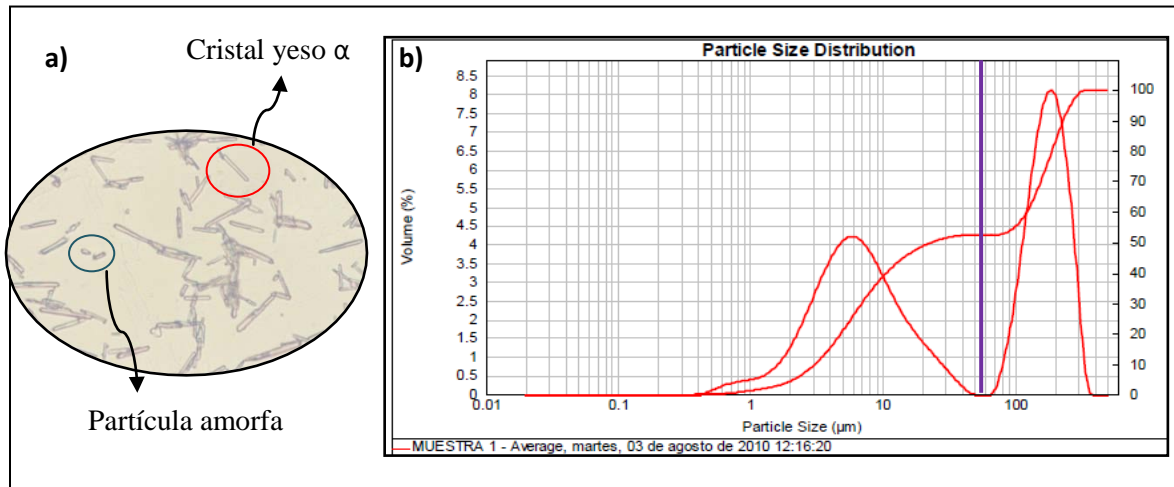


Figura 20. a) Fotomicrografía tomada con MO a 92°C y b) distribución granulométrica del polvo del tratamiento térmico P1 (Granulometría realizada en el IUT Región Capital)

Debido a que el proceso de nucleación y crecimiento de cristales dependen fundamentalmente del tiempo y la temperatura, se procedió a realizar variantes en el ciclo y observar la influencia de este en el tamaño de cristales obtenidos. Los distintos tratamientos térmicos realizados se pueden apreciar en la Figura 21.

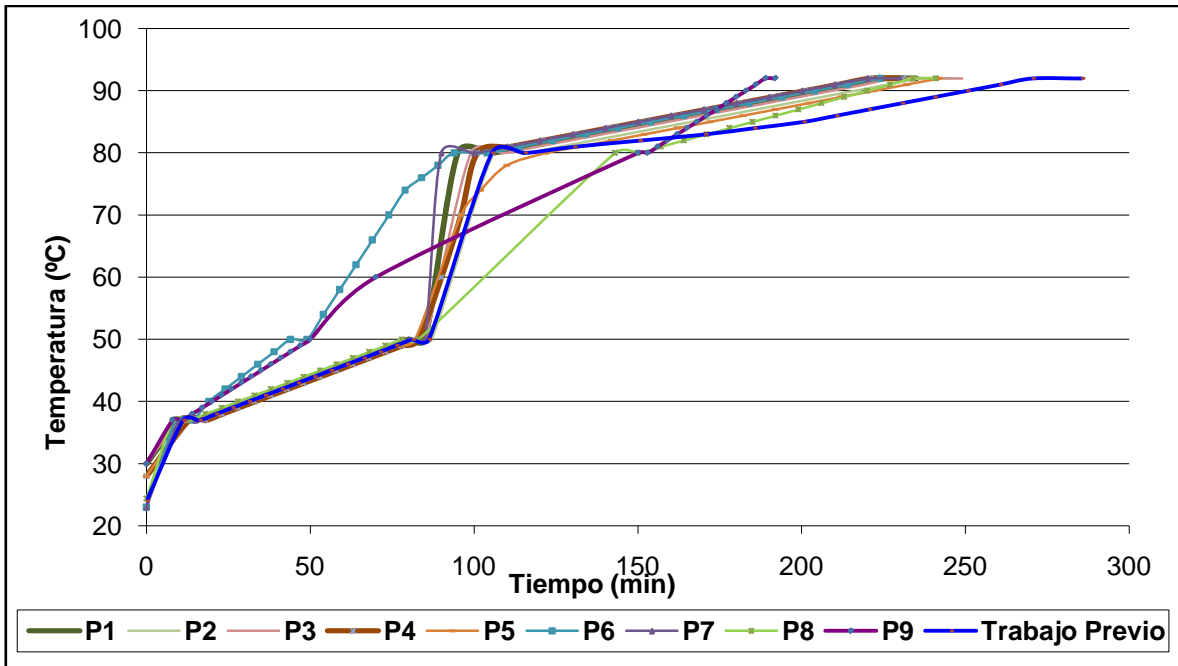


Figura 21. Ciclos térmicos aplicados en la obtención de α -CaSO₄·1/2H₂O

En la Figura 22 se observa el cuarto ciclo térmico aplicado N°4 (P4), en el cual se emplea una velocidad de calentamiento menor en la etapa de calentamiento correspondiente a 50°C-80°C (1,6667°C/min), siendo la velocidad de calentamiento en P1 de 2°C/min.

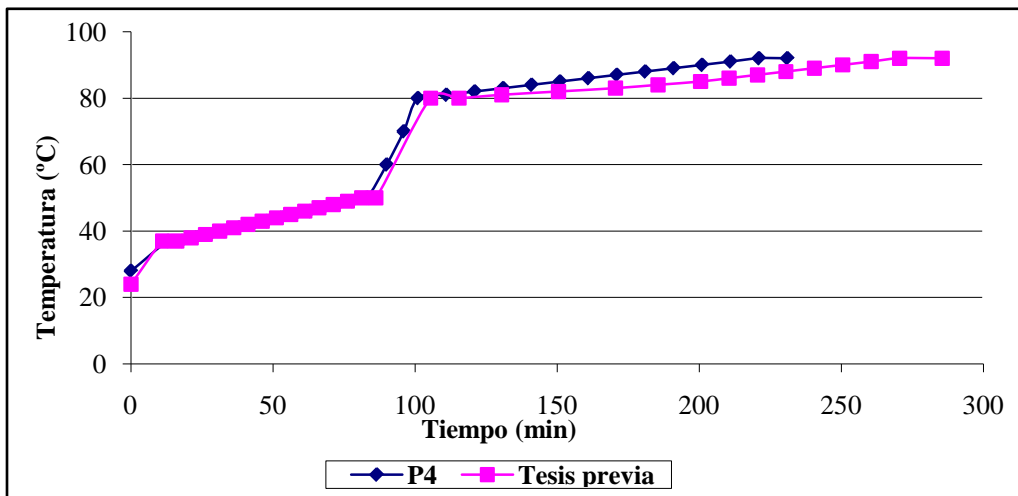


Figura 22. Tratamiento térmico N°4 (P4) realizado para la obtención de yeso hemihidratado α a presión atmosférica.

Al realizar esta modificación, se observa (Figura 23) la evolución del material a través del ciclo como se puede notar en las micrografías insertadas en la figura correspondientes a distintas temperaturas durante el proceso; donde se observa la presencia de partículas amorfas con poca o ninguna presencia de cristales a todas las temperaturas. Adicionalmente la evolución granulométrica del material obtenido que se aprecia en la Figura 24, muestra una distribución granulométrica bimodal, centrada en 4,2 y 150 μm , con un tamaño de grano promedio de 41 μm . inferior al presentado en el trabajo previo; sin embargo el volumen de partículas mayores a 58,3 μm está por encima de 60%.

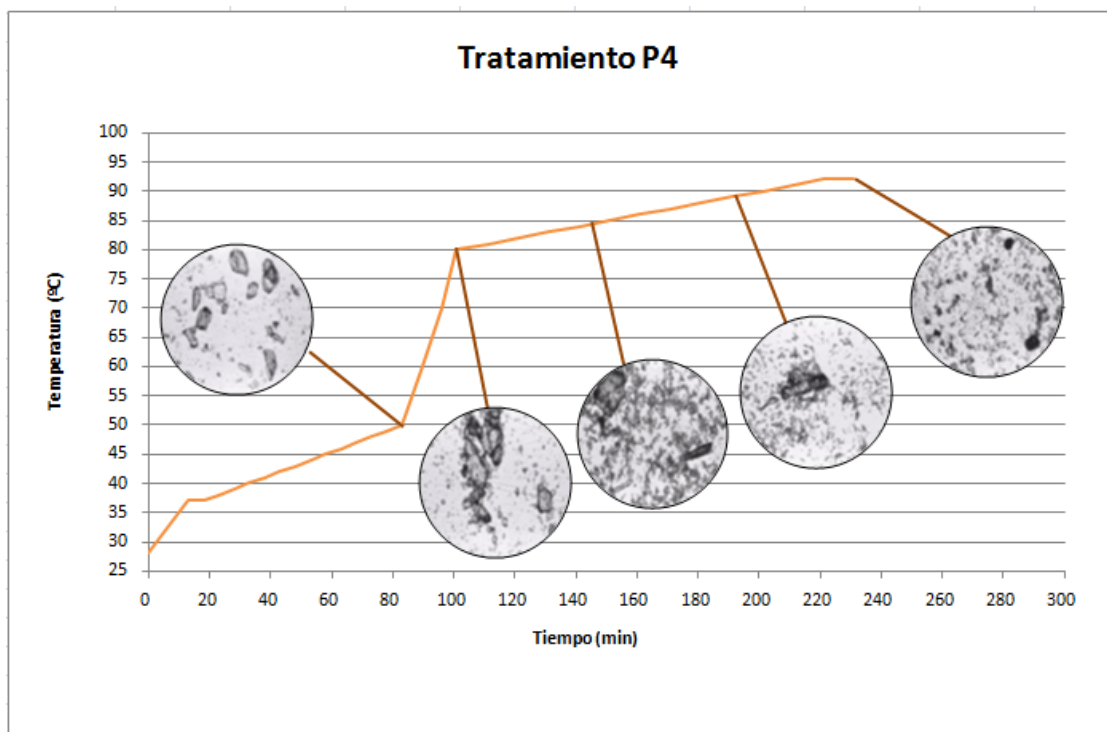


Figura 23. Tratamiento térmico N°4 (P4) realizado para la obtención de yeso hemihidrato α a presión atmosférica. Todas las micrografías fueron tomadas a 200X.

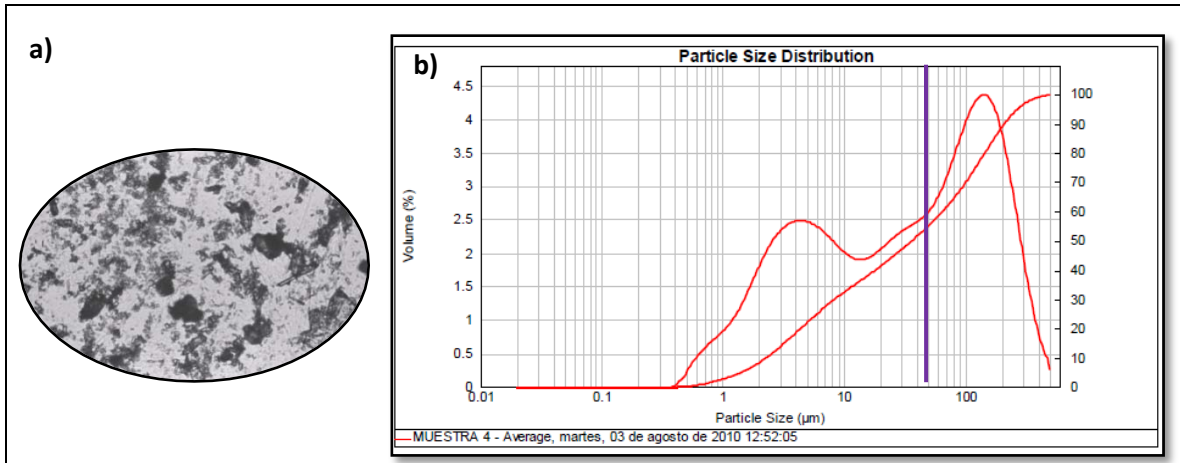


Figura 24. a) Fotomicrografía tomada con MO y b) distribución granulométrica del polvo del tratamiento térmico P4. (Granulometría realizada en el IUT Región Capital)

En función de lo observado en las micrografías y la distribución granulométrica del tratamiento P4 se procedió a realizar nuevas modificaciones en el ciclo térmico, hasta obtener el ciclo térmico que se presenta en la Figura 25, donde se aplicó una velocidad de calentamiento entre 50°C-80°C de 0,25°C/min.

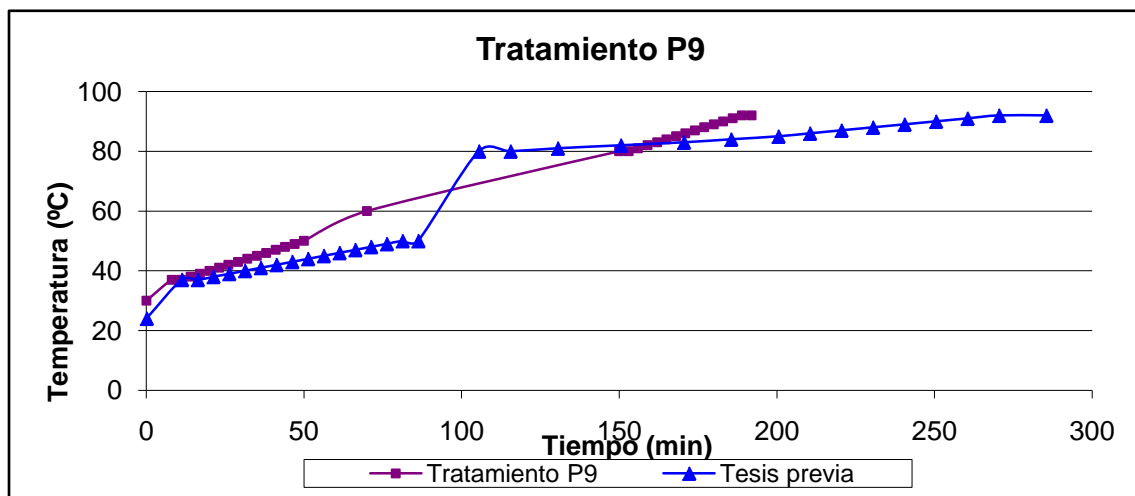


Figura 25. Tratamiento térmico N°9 (P9) realizado para la obtención de yeso hemihidrato α a presión atmosférica

Al realizar esta modificación, se puede observar en las micrografías de la Figura 26 la evolución del material a través del ciclo donde se presenta mayor cantidad de cristales aparentemente de mayor tamaño a los obtenidos con los tratamientos anteriores; y en la Figura 27 se observa la distribución granulométrica del polvo correspondiente a este tratamiento, esta distribución es bimodal centrada en 4 y 85 μm , con un grano promedio de 10 μm , inferior al tamaño promedio esperado. El volumen de partículas superior al tamaño promedio esperado a este tamaño es aproximadamente de 73%.

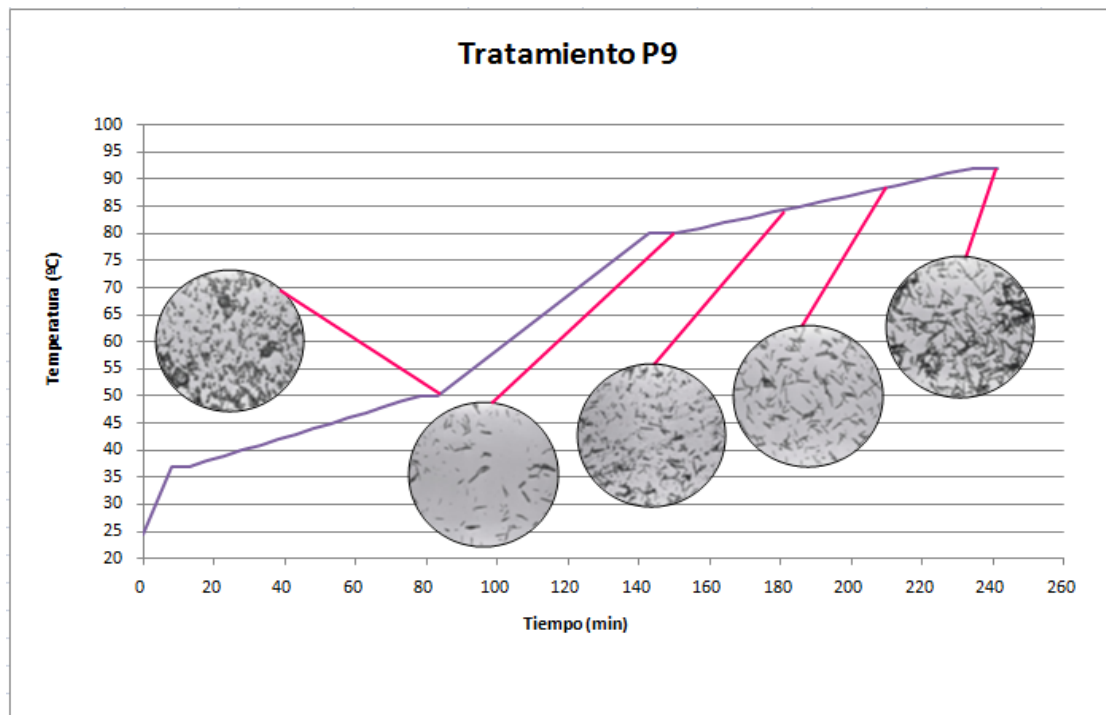


Figura 26. Tratamiento térmico N°9 (P9) realizado para la obtención de yeso hemihidratado α a presión atmosférica. Todas las micrografías fueron tomadas a 200X.

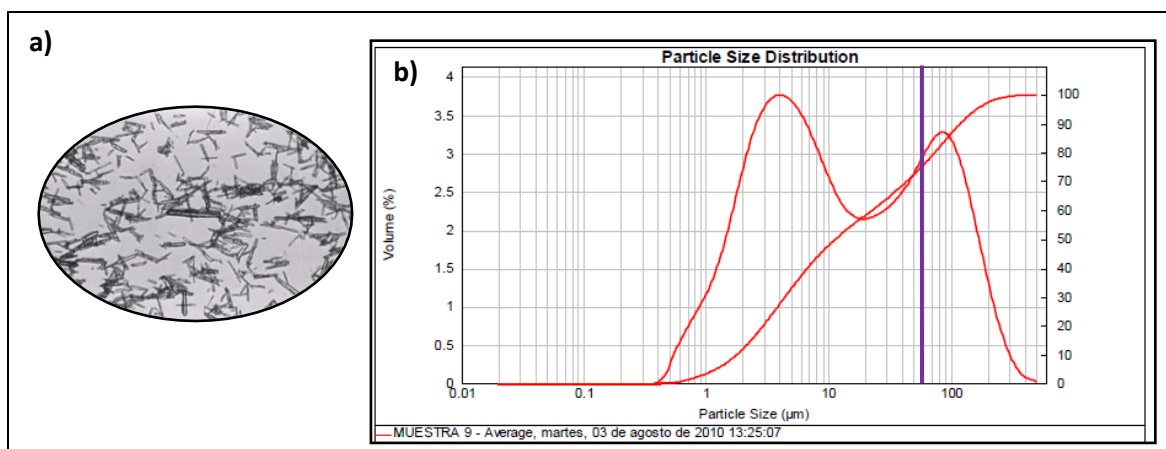


Figura 27. a) Fotomicrografía tomada con MO y b) distribución granulométrica del polvo del tratamiento térmico P9 (Granulometría realizada en el IUT Región Capital)

Este comportamiento, se debe a que se obtienen cristales relativamente grandes como resultado de una velocidad de calentamiento lenta, ya que la nucleación espontánea se reduce y el material se deposita sobre un número relativamente pequeño de núcleos, originando cristales de mayor tamaño. (Coulson, 2003)

El hecho de que los tamaños promedio de los cristales en la granulometría sean mayores para el ciclo P4 que para el ciclo P9 puede deberse a que existía aglomeramiento de las partículas al momento de la realización del ensayo de granulometría láser.

A partir de estos resultados se puede decir que la etapa de mayor incidencia en la producción de yeso hemihidratado α es la etapa de nucleación y crecimiento de los cristales, la cual debe ocurrir entre 50°C y 80°C; ésta variación en la velocidad de calentamiento afecta significativamente la formación de los cristales de hemihidrato α .

V.2 IDENTIFICACIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS

CORRESPONDIENTES A LA FORMACIÓN DEL HEMIHDRATO α

Determinado el ciclo térmico que permite la formación de cristales más definidos y de un tamaño aparentemente mayor (ciclo térmico correspondiente al tratamiento P9), se realizaron ensayos de viscosidad, con una velocidad de cizalla de 100 s⁻¹.

En la Figura 28 se puede observar que la viscosidad aumenta hasta aproximadamente los 79 °C, lo cual puede ser asociado al proceso de disolución del gypsum. Posteriormente, entre 80°C y 84°C se produce un fuerte incremento de la viscosidad probablemente debido a dos mecanismos: incremento en la velocidad de

evaporación del agua, lo cual no es compensado por el agua extraída de la deshidratación de gypsum, y por el crecimiento y proliferación de los cristales de hemihidrato alfa. Finalmente, después de 86 °C se observa una oscilación de la viscosidad, lo cual puede asociarse a un evidente proceso de separación de fases, en combinación con un proceso dinámico de formación de aglomerados y rotura de los mismos, así como el cambio de posición de los cristales, producto de la cizalla proporcionada por el sensor. Esto fenómenos indican el tope de la reacción, ya que a partir de este punto no se evidencia mayor transformación del material.

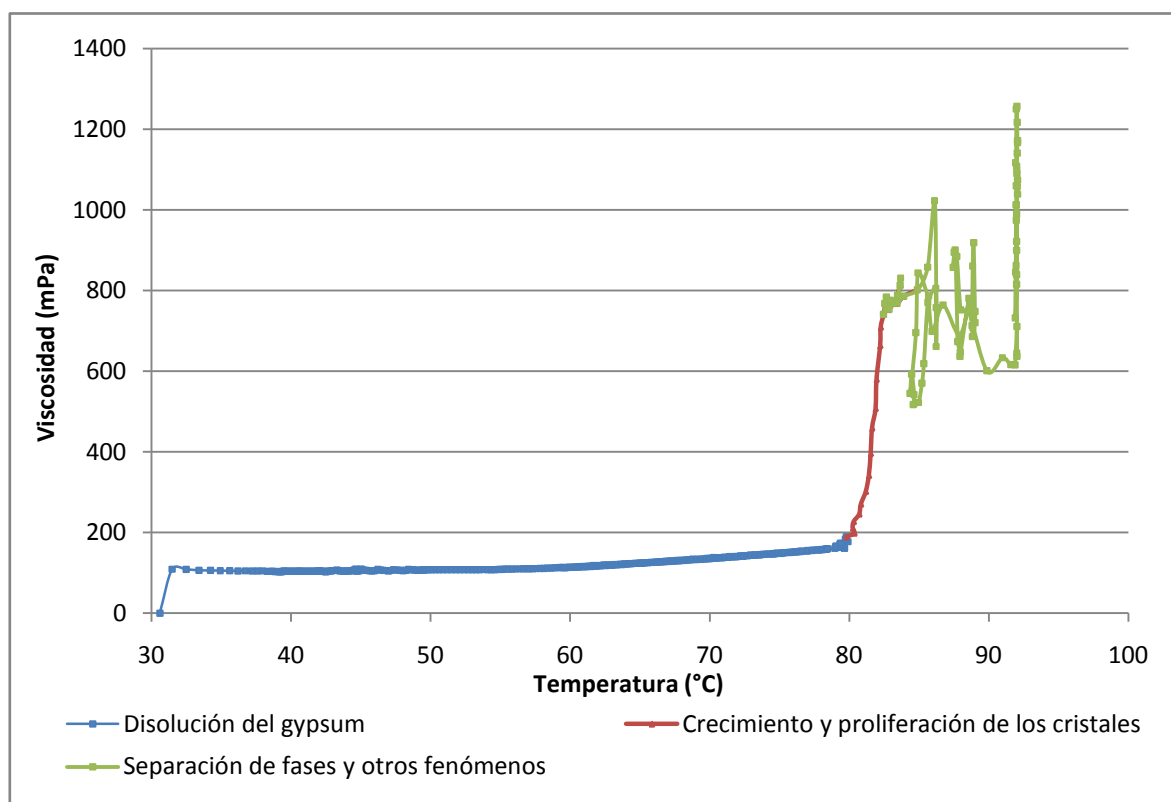


Figura 28. Gráfico de comportamiento de la viscosidad en función de la temperatura, para una suspensión de polvo de gypsum en solución de CaCl_2 al 34% p/p.

En la Figura 29 se observa la micrografía por MEB y la fotomicrografía del material obtenido en el reómetro luego de realizar el ensayo de viscosidad. Se pueden apreciar cristales de yeso hemihidratado α bien definidos, de tamaños comprendidos entre 5 μm y 30 μm , con poca existencia de material amorfo, evidenciando una transformación cercana al 100% de la materia prima.

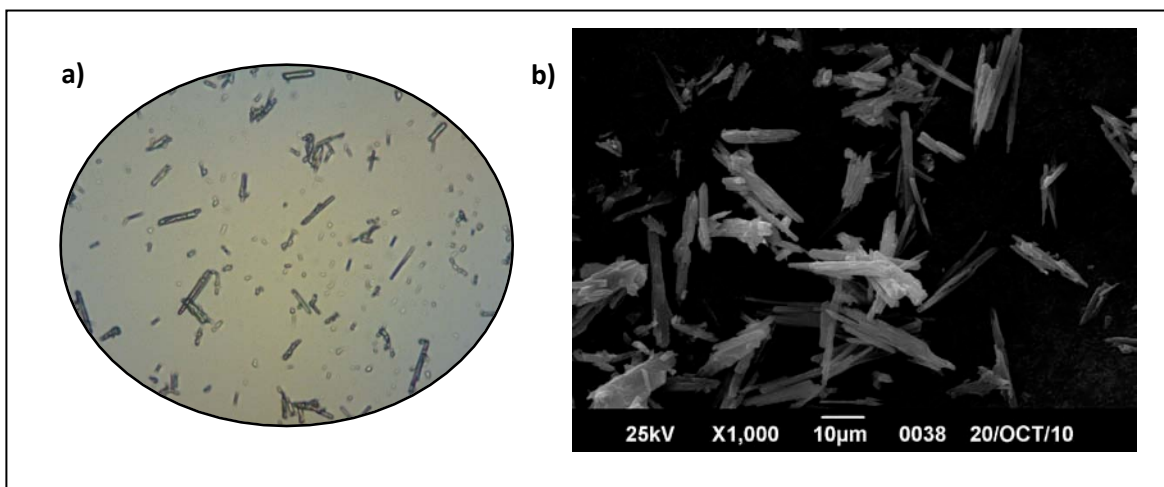


Figura 29. Fotomicrografía del hemihidrato α : (a) Tomada con Microscopio óptico a 200 x (realizada en el IUT Región Capital), (b) Tomada con MEB a 1000X (Realizada en el Laboratorio E de la USB).

Adicionalmente, se procedió a realizar la curva de densidad en función de la temperatura correspondiente al tratamiento térmico P9, debido a que este tratamiento permitió la obtención de cristales más definidos. En la Figura 30 se puede apreciar la variación de la densidad en función de la temperatura, la cual fue realizada mediante el método del voluminómetro, utilizando etanol como medio. El valor obtenido de la densidad para este tratamiento a 92°C es de $(2,508 \text{ g/cm}^3)$ y el valor reportado en la bibliografía para el hemihidrato α $(2,757 \text{ g/cm}^3)$. La densidad obtenida es ligeramente menor a la reportada en la bibliografía y la explicación de este fenómeno puede radicar en la forma de los cristales de hemihidrato y el grado de perfección de la red cristalina, los cuales dependen directamente de la proceso de obtención de la fase α . Otra causa puede ser la precisión del método de medición empleado.

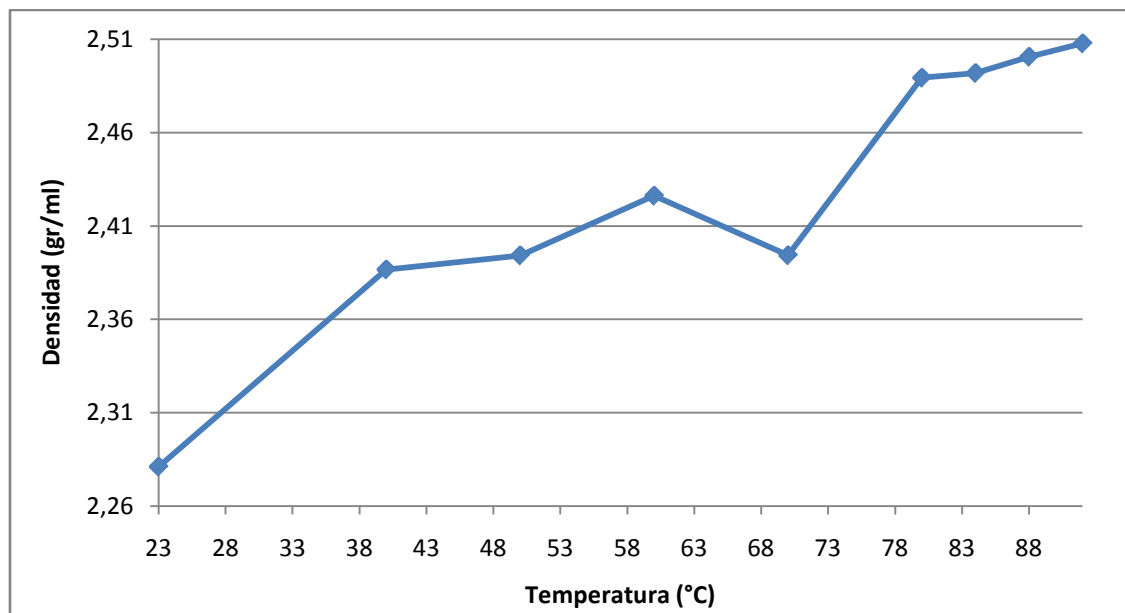


Figura 30. Variación de la densidad en función de la temperatura durante el ciclo térmico P9

Para definir la ecuación cinética correspondiente a este sistema el valor de la energía de activación se aproximará al valor de ΔH de reacción. Esta aproximación se realiza ya que la diferencia entre estas magnitudes es despreciable (en el orden de RT). (Levenspiel, 1987).

Considerando esta aproximación y empleando los datos de densidad presentados en el Anexo B Tabla N°16, se procede a realizar el cálculo del orden de reacción y la constante cinética (Ver Anexo A. Determinación de los parámetros cinéticos de la deshidratación de yeso mineral), y de esta manera, para este sistema se obtiene la siguiente ecuación cinética, Ecuaciones 25 y 26:

$$\frac{d\rho}{dt} = (-v_A) = k * \rho^n \quad (\text{Ecuación 25})$$

$$\frac{d\rho}{dt} = (-v_A) = 46,67 \frac{lt}{mol.h} \rho^2 \quad (\text{Ecuación 26})$$

V.3 EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE AGITACIÓN QUE GARANTICEN LA OBTENCIÓN DE LA FASE α CON LAS PROPIEDADES ADECUADAS.

Para evaluar el tipo de agitador que proporcione una formación de cristales sin crear vórtices, asegurar un mezclado eficiente y una transferencia de masa efectiva, se procedió a seguir el ciclo térmico que permitió la formación de cristales más uniformes empleando diversos agitadores. Los resultados obtenidos y presentados en la Figura 31(a) corresponden a la distribución granulométrica del material obtenido empleando el agitador tipo de pala, la cual está centrada en 3 μm y tiene un tamaño de partícula promedio de 3,704 μm ; la figura 31 (b) presenta la distribución granulométrica del material obtenido empleando un agitador tipo hélice, la cual es bimodal, centrada en 3 y 100 μm aproximadamente, con un tamaño promedio de 14,314 μm ; y la figura 31 (c) muestra la distribución granulométrica del material obtenido empleando un agitador tipo disco para disolver, centrada en 4, 40,70 y 110 μm , con un tamaño promedio de 7,07 μm . Al comparar el tamaño promedio obtenido con el tamaño promedio del yeso comercial (19,01 μm) se observa que se tienen tamaños promedio de partículas de tamaño menor a este en los tres casos.

Adicionalmente se observa que la que presenta una distribución granulométrica más uniforme es la realizada con el agitador tipo pala. Adicionalmente al realizar el ensayo con este agitador se observó que la mezcla se encontraba homogeneizada y no se presentan acumulaciones en el fondo del beacker o en las paredes del mismo. Esto supone que este tipo de agitador genera una distribución de cristales mas uniformes que los otros dos tipos evaluados, y por ende será el tomado en cuenta al momento del diseño de autoclave.

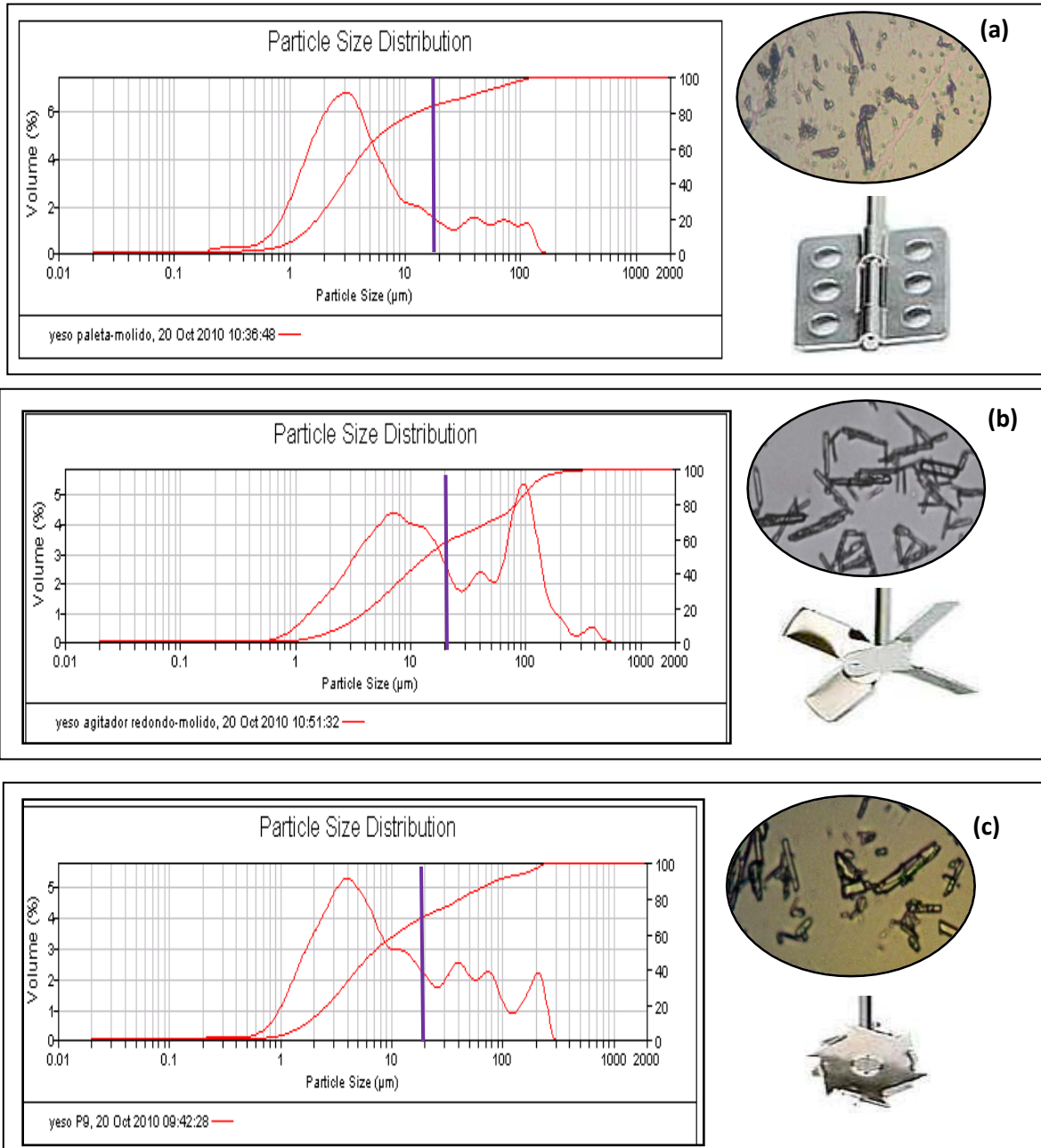


Figura 31. Fotomicrografía tomada con MO con resolución de 200X y distribución granulométrica del material obtenido (Granulometría realizada en la Universidad Central de Venezuela): (a) Con agitador tipo pala; (b) con agitador tipo hélice y (c) agitador tipo disco para disolver

V.4 DISEÑO DEL AUTOCLAVE

El diseño de este autoclave tiene como finalidad proporcionar las condiciones apropiadas para realizar la deshidratación parcial del gypse de forma controlada y a presiones

de hasta 4 atmosferas para la obtención del yeso hemihidratado α . Además permite obtener un producto de mayor calidad, con cristales mejor formados y de tamaño mayor.

Para el diseño de autoclave se consideran los siguientes factores: condiciones de la materia prima, especificación de los productos, sobrediseño del equipo, material de construcción, condiciones de agitación entre otros.

V.4.1 Características de la materia prima

La materia prima para la obtención del yeso α hemihidratado es el gypse proveniente de El Morrito Edo. Guárico, cuyas características se presentan en la Tabla N°9.

Tabla N° 9. Propiedades del gypsum proveniente de El Morrito, Edo.Guárico (Hung, 2008)

Color	Grisáceo
Dureza	2 (en escala de Mohs)
Tipo	Sacaroides
Constitución	Principalmente $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

V.4.2 Especificaciones de los productos

Se espera obtener un producto que presente las propiedades indicadas en la Tabla N° 10.

Tabla N° 10. Propiedades del sulfato de calcio hemihidratado α (Singh & Middendorf, 2007)

Propiedades	Hemihidrato α
Peso molecular (gr/mol)	145,15
Tiempo de Fraguado (min)	15-20
Agua de cristalización (% en peso)	6,21
Densidad (g/cm³)	2,757
Forma	Cristales prismáticos

V.4.3 Sobrediseño del equipo

Para el diseño de autoclave se empleó un factor de sobrediseño en un rango de 10% al 20% sobre la capacidad del equipo. En cuanto a la presión se consideró un valor para el diseño 10% mayor a la presión máxima de operación, mientras que la temperatura de

diseño estará 15°C por encima de la temperatura máxima de operación (Manual de diseño PDVSA,1998).

V.4.4 Material de construcción

En la selección de materiales de construcción para el equipo y accesorios del mismo se consideran dos aspectos: el primero de ellos es la naturaleza química de las sustancias corrosivas asociadas a las corrientes del proceso, y el segundo se refiere a las condiciones de operación (presión y temperatura) en las que operará el equipo.

Para el primer aspecto antes mencionado, se realizó un ensayo de corrosión a unas muestras de acero inoxidable 304 con una solución de cloruro de calcio al 34% p/p, bajo la NORMA ASTM E301 (Ver Anexo D.2), lo cual permitió determinar que no existió ataque al material, como demuestra la Figura 32.

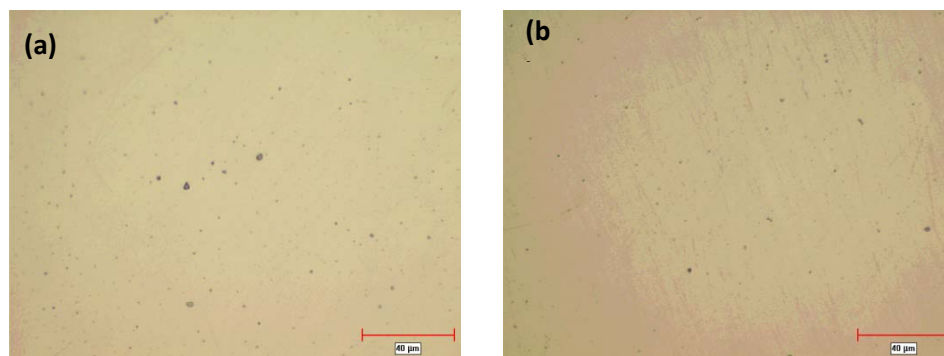


Figura 32. Micrografía de las muestras de acero inoxidable 304: (a) Antes del ensayo; (b) Después del ensayo

Este ensayo fue realizado inicialmente para determinar si podía existir algún tipo de reacción entre el material del sensor del reómetro y la muestra con la que se estaba trabajando; pero también permitió definir el material de construcción del autoclave.

Teniendo en cuenta lo anteriormente expuesto, y que la presión y la temperatura de operación del equipo son bajas, se considera como material de construcción el acero inoxidable 304.

V.4.5 Condiciones de agitación

Se considera el empleo del agitador tipo pala, debido a que fue el agitador que permite una formación uniforme de cristales y un mezclado uniforme, como se reportó en la sección V.3 del presente trabajo.

V.4.6 Consideraciones para el dimensionamiento del autoclave

Para el dimensionamiento del autoclave se fijaron los siguientes criterios de diseño:

- El reactor a diseñar es un reactor por cargas tipo tanque agitado.
- Las ecuaciones empleadas para este diseño fueron expuestas en el capítulo II del presente trabajo (Ec 9-23).
- La cinética empleada fue la obtenida mediante los ensayos realizados, considerando una reacción de segundo orden.
- Se emplea una relación diámetro/altura igual a 2.
- Temperatura máxima de operación 100°C, ya que esta es la temperatura máxima que se alcanza con el ciclo térmico.
- Presión máxima de operación de 4 atm, ya que esta es la máxima presión a la que se da la reacción de deshidratación parcial.
- Material de construcción acero inoxidable 304, debido a que no presenta corrosión en presencia de la solución de cloruro de calcio al 34% p/p.

Como se puede observar en la Tabla N°11, las temperaturas y presión de diseño son 10% mayores a la presión y temperatura de operación máxima; además se tiene un diámetro interno de 0,15 metros, una altura de 0,30 metros y una capacidad de 0,0053 m³. El resto de las especificaciones se pueden observar en la Figura 42.

Tabla N° 11. Dimensiones y condiciones de diseño del Autoclave

Diámetro Interno (m)	0,15
Altura (m)	0,30
Capacidad (m³)	0,0053
Presión de diseño (atm)	4,86
Temperatura de diseño (°C)	110
Espesor (mm)	0,02

Los parámetros que se aprecian en la Tabla N°12 aseguran que exista un mezclado perfecto dentro del sistema que se está diseñando, lo cual implica que en cualquier punto de la solución la concentración es la misma. Se observa que el número de Reynolds es superior a 1000, lo cual indica un régimen turbulento y se establece un régimen de mesomezclado.

Tabla N° 12. Parámetros de mezclado y caída de presión del autoclave

Reynolds	9090,790
Caída de presión (Pa)	1,473
Tiempo de mezclado (s)	0,286
Tiempo de remolino (s)	$4,5 \cdot 10^{-3}$
Tamaño de remolino (m)	$1,5 \cdot 10^{-3}$

Debido a no poseer recursos para la construcción del autoclave diseñado, se propone realizar el escalamiento a un modelo de reactor comercial que permita la producción de yeso hemihidratado α y se determinó que el reactor comercial apropiado posee el número de orden: 5112-G-SS-4B-115-VS.12-200 cuyas especificaciones pueden ser observadas en el Anexo D.4.

V.5 DESEMPEÑO DE AUTOCLAVE EN LA OBTENCIÓN DE YESO HEMIHDRATADO α

Al no disponerse del reactor con las características indicadas en el Anexo D.4, se procedió a realizar las pruebas para obtención del yeso hemihidratado α en otro reactor que se encontraba habilitado en el instituto, empleando las granulometrías descritas de $\phi = 5$ mm y $\phi < 90$ μ m. Las especificaciones de este reactor pueden ser observadas en el Anexo D.5

V.5.1 Evaluación con granulometría $\phi = 5$ mm

Inicialmente al realizar el ensayo con una presión de 2 atmósferas empleando el ciclo térmico P9, se observó el comienzo de formación de cristales tanto en las partículas colocadas con la solución de CaCl_2 como en las colocadas con agua; apreciándose además una mayor pérdida de humedad en las partículas colocadas con Cloruro de calcio al 34%

p/p como medio, como se evidencia en la Tabla N° 13. Se puede observar en la tabla que las partículas que fueron colocadas con agua como medio para la deshidratación fueron las que perdieron un menor porcentaje de peso.

Tabla N° 13. Pérdida de peso con granulometría $\phi=5\text{mm}$, a 2 atm.

Medio	Pérdida de peso (%)
Cloruro de Calcio al 34% p/p	15,00
Agua	7,76
Sin medio	10,66

En la Figura 33 se pueden observar las fotomicrografías obtenidas para los 3 ensayos, observándose cristales más definidos y aparentemente de mayor tamaño cuando se emplea como medio la solución de cloruro de calcio al 34% p/p.

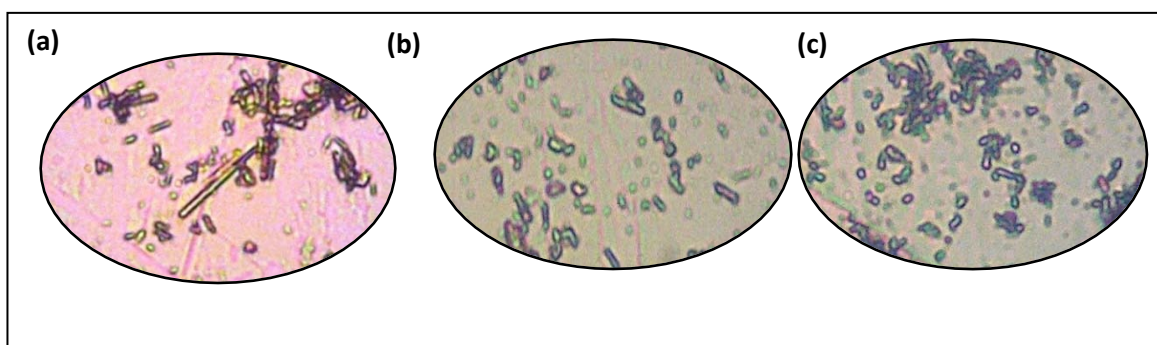


Figura 33. Micrografía de las ensayos realizados con $\phi = 5 \text{ mm}$ (Tomadas con microscopio óptico a 200X): (a) Con CaCl_2 al 34% p/p; (b) Con Agua; (c) Sin medio

En base a lo observado en las fotomicrografías se realizaron pruebas a diferentes presiones, con partículas de $\phi=5\text{mm}$, empleando como medio la solución de cloruro de calcio al 34%p/p, y se aprecia poca formación de cristales como se muestra en la Figura 34. Esto puede deberse al tipo de atmosfera empleada, ya que se empleó aire comprimido para elevar la presión en vez de vapor de agua, y a la ausencia de un agente que permita modificar la interacción de las partículas como el ácido oxálico, ya que, tal como se indica en la sección de II.5.2 del presente trabajo especial de grado, se deben agregar pequeñas cantidades de ácidos orgánicos cuando se realiza la obtención de yeso hemihidratado α a altas presiones.

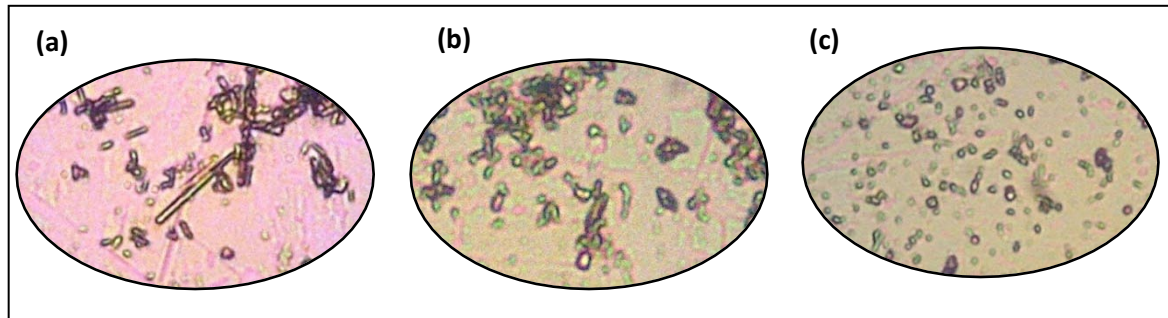


Figura 34. Micrografía de las muestras realizadas con $\phi = 5$ mm, empleando como medio solución CaCl_2 al 34% p/p (Tomadas con microscopio óptico a 20X): (a) 2 atm; (b) 3 atm; (c) 4 atm

Al realizar el ensayo de difracción de rayos X al material obtenido a una presión de 4 atmosferas empleando como medio solución CaCl_2 al 34% p/p, se observa la presencia tanto de yeso hemihidratado α como de gypsum, habiendo mayor presencia de materia prima lo que indica la poca transformación del material, como se observa en la Figura 35.

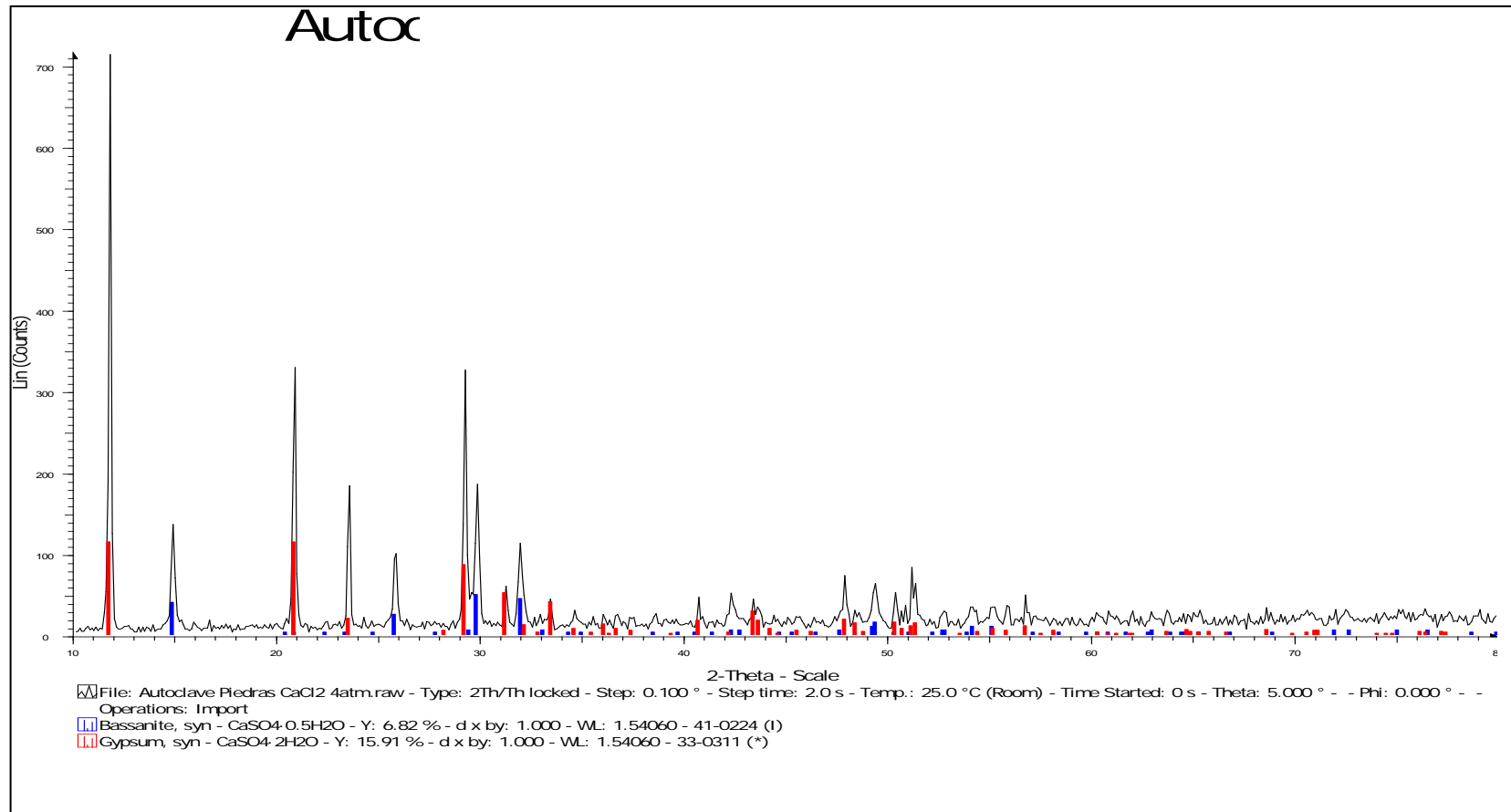


Figura 35. Difractograma de rayos X del material de $\phi = 5$ mm, empleando como medio la solución de CaCl_2 al 34% p/p a 4 atm

Para el este sistema en particular, se puede decir que no es apropiado el uso de partículas con una granulometría de $\phi = 5 \text{ mm}$ para la obtención de yeso hemihidratado α , puesto que no se genera el producto de interés en grandes proporciones, debido a que no existe una transformación sustancial de la materia prima.

V.5.2 Evaluación con granulometría $\phi < 90 \mu\text{m}$

Al realizar el ensayo con partículas con una granulometría de $\phi < 90 \mu\text{m}$, se puede observar una presencia significativa de cristales. Este ensayo se realizó a presiones de 3 atm y 4 atm siendo consistente con las presiones reportadas en la bibliografía, la cual indica que la presión máxima que se alcanza en el proceso de deshidratación parcial del gypsum de es de 4 atm. Además, se realizó un ensayo a 5 atm para verificar el comportamiento del sistema a una presión mayor a la reportada en la bibliografía y la variación que generaría esto en los cristales obtenidos.

En la Figura 36 se pueden observar las fotomicrografías del material obtenido a presiones de 3 atm, 4 atm y 5 atm. En principio se puede notar que los cristales obtenidos, aparentemente son muy similares entre sí.

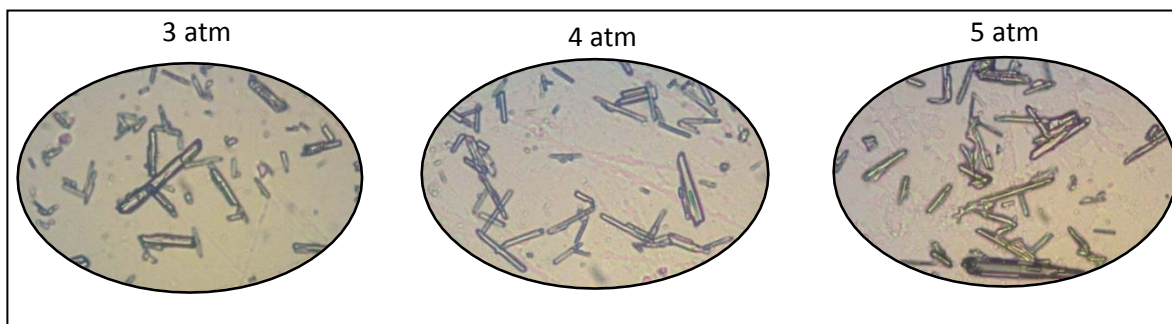


Figura 36. Micrografías tomadas con microscopio óptico a 200X de las muestras de realizadas con $\phi < 90 \mu\text{m}$, empleando como medio solución CaCl_2 al 34% p/p a diferentes presiones

A partir de estos resultados se procede a analizar las fotomicrografías obtenidas con la técnica de MEB, (Figura 37). En estas fotomicrografías se observan cristales representativos de la población intermedia existente en cada muestra obtenida en el autoclave a diferentes presiones. Se puede notar que el tamaño de los cristales de las muestras tratadas a de 3 atm y de 4 atm están en el orden de las $20 \mu\text{m}$ aproximadamente y los cristales de la muestra procesada a 5 atm son de hasta aproximadamente $30 \mu\text{m}$

aproximadamente. Esto nos indica que para este sistema a 5 atm, en particular, se obtienen cristales con una mayor longitud que a 4 atm y 3 atm. Al comparar los cristales obtenidos respecto al tamaño de los cristales reportados en la bibliografía, los cuales evaluados por esta misma técnica pueden ser del orden de los 300 μm (Hung, 2008), se tiene que el tamaño del cristal obtenido es 10 veces inferior.

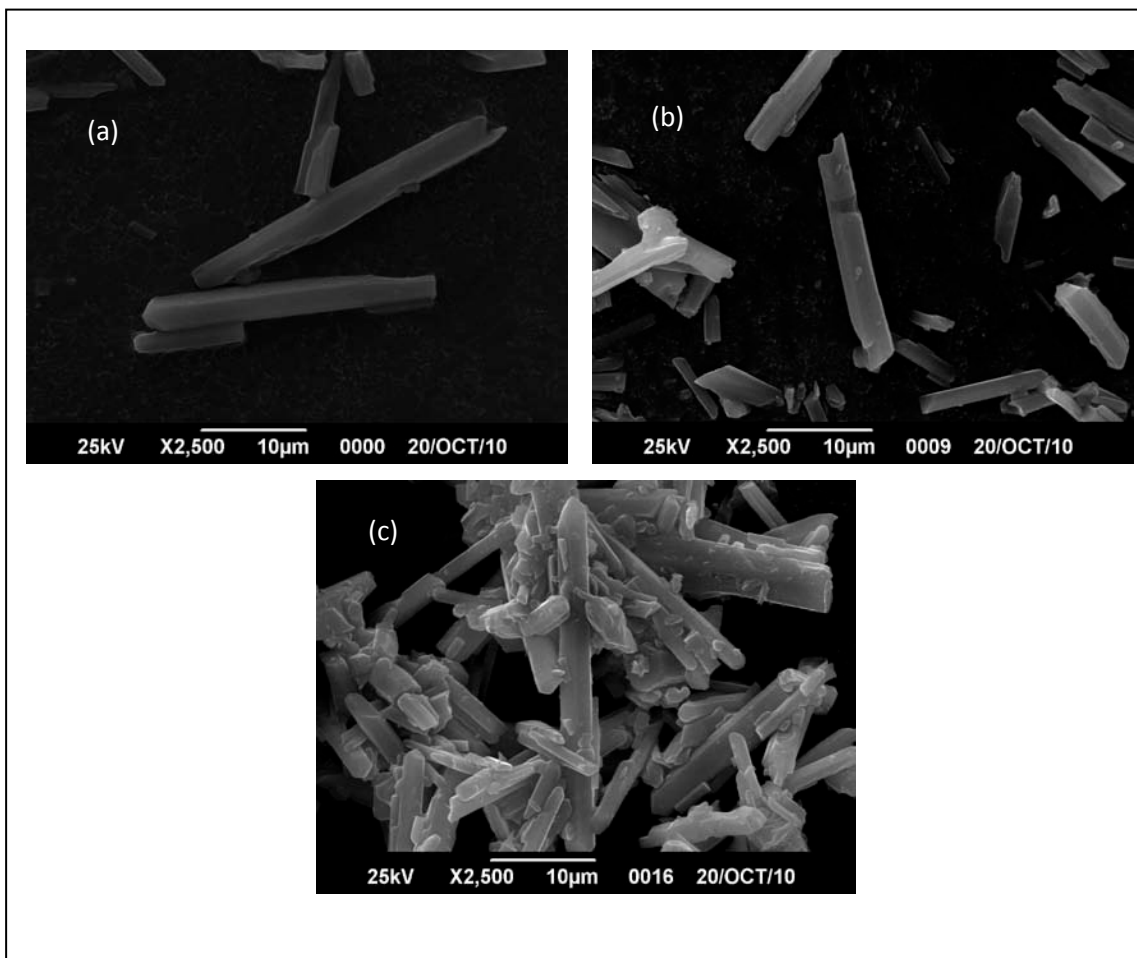


Figura 37. Micrografía de las muestras de realizadas con $\phi < 90 \mu\text{m}$, empleando como medio solución CaCl_2 al 34% p/p (Tomadas con MEB): (a) 3 atm; (b) 4 atm; (c) 5 atm

En la Figura 38 se pueden apreciar los resultados del ensayo de difracción de rayos x realizado a las tres muestras obtenidas en el autoclave a presiones de 3 atm, 4 atm y 5 atm, y a una muestra de yeso comercial. Inicialmente se puede observar que todo el contenido de la muestra es yeso hemihidratado α (basanita), y no revela la presencia de otras fases, lo cual es un indicativo de que todo el $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ se deshidrató parcialmente para formar $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$. Aunado a esto, se puede observar que la intensidad de picos en el DRX

correspondiente al ensayo a 5 atm es aparentemente mayor en relación a los correspondientes a los ensayos de 3 atm y 4 atm, indicando que en el ensayo realizado a 5 atm posiblemente existe mayor proporción de yeso hemhidratado α con respecto al gypsum.

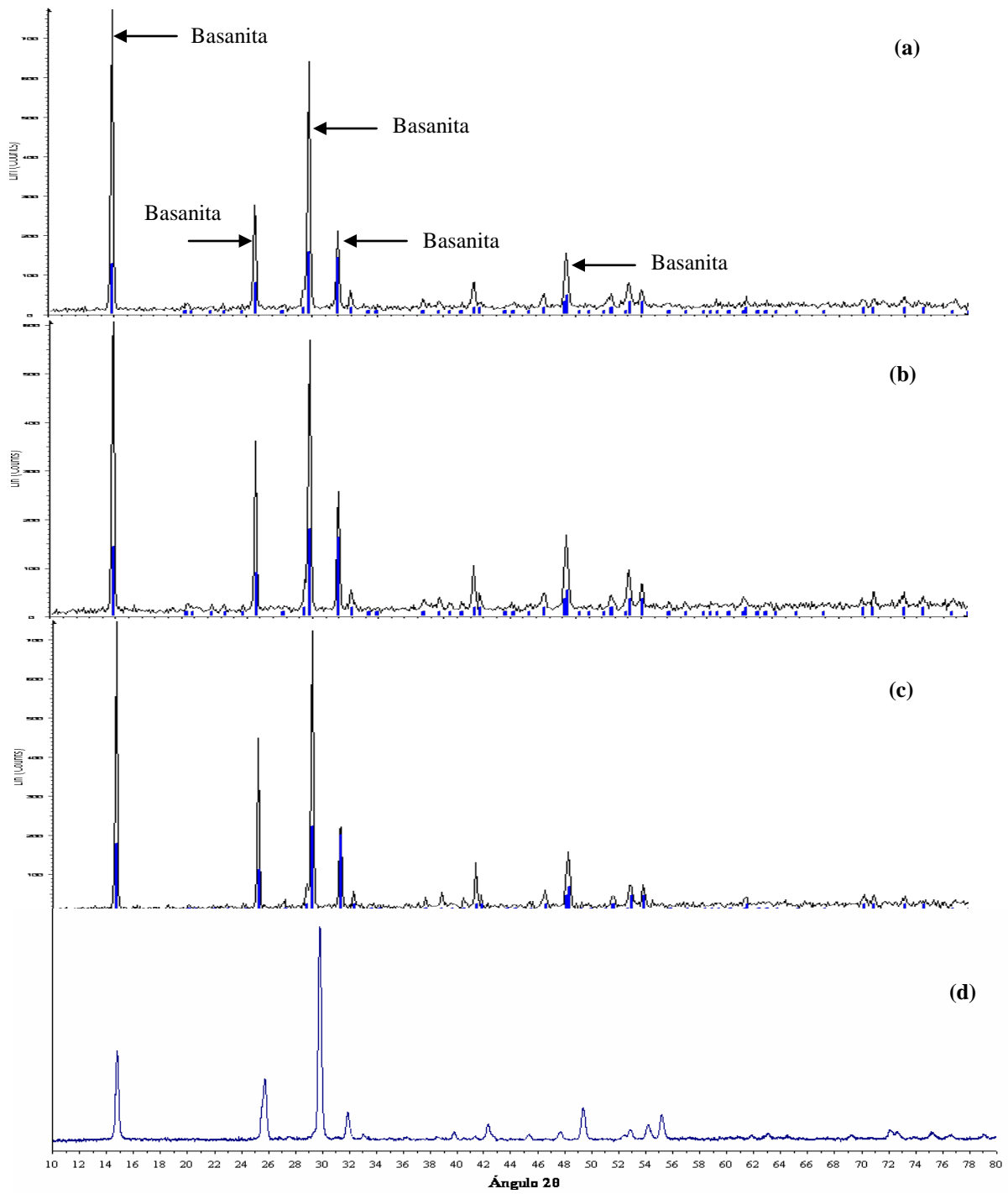


Figura 38. Difracción de rayos X del material de $\phi < 90 \mu\text{m}$, empleando como medio la solución de CaCl_2 al 34% p/p a: a) 3 atm, b) 4 atm y c) 5 atm. d) Difracción de rayos X de material odontológico (YM) (Hung, 2008)

En la Figura 39 se presentan los análisis químicos elementales realizados a las muestras obtenidas mediante EDX. Este análisis revela que estos cristales se encuentran formados principalmente por Ca, S y O. Se evidencian trazas de cloro en bajas proporciones en comparación con la presencia de los elementos fundamentales del hemihidrato alfa, proveniente del medio que fue empleado para realizar la deshidratación en los ensayos realizados a 4 atm y 5 atm. Estas trazas quedan luego de realizar el lavado del material obtenido

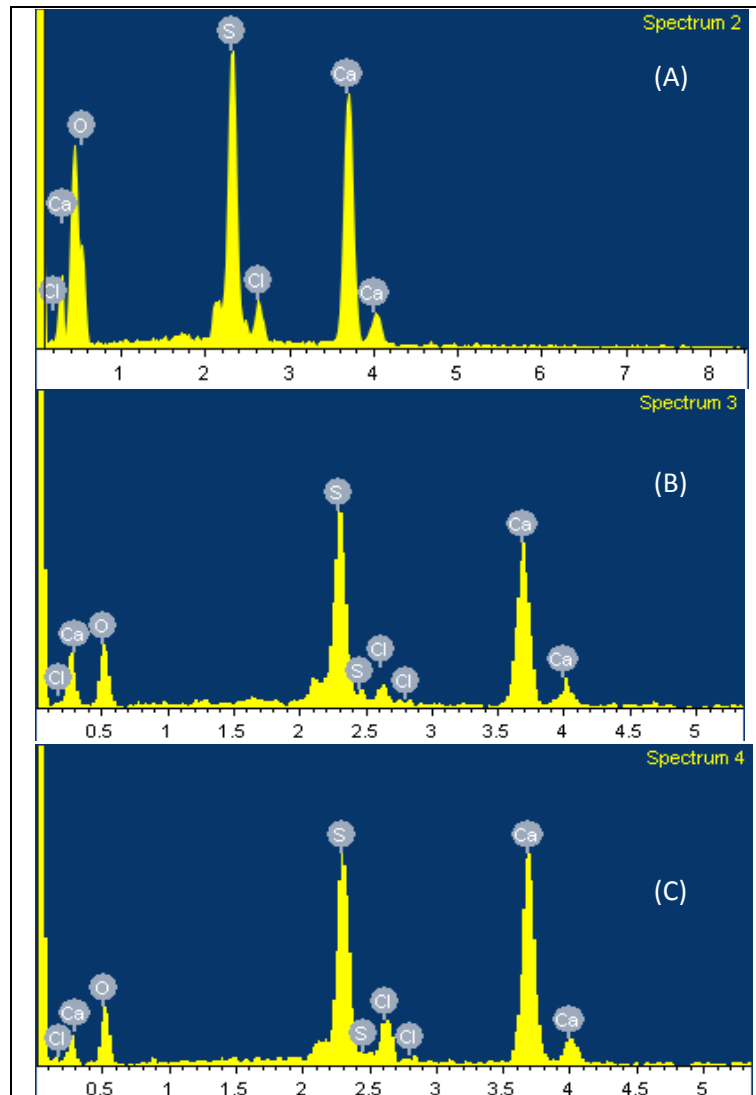


Figura 39. EDX de α -CaSO₄1/2H₂O obtenido en autoclave: (A) 3 atm, (B) 4atm; (C) 5 atm

En la Figura 40 se presentan las granulometrías realizadas al material obtenido a 3 atm, 4 atm y 5 atm. Se puede observar que el tamaño promedio de granos para el ensayo a 3 atm es 6 μm , para el ensayo a 4 atm 5 μm es y para el de 5 atm es 5 μm aproximadamente. Se puede observar que la distribución granulométrica del polvo obtenido en todos los casos es relativamente uniforme. Teniendo en cuenta que la granulometría promedio del yeso comercial es de 19 μm , para mayor detalle Ver Anexo C Figura 44, se observa que el porcentaje en volumen de este tamaño de partículas es de 2% para el ensayo de 4 atm y de 3% para el ensayo de 5 atm.

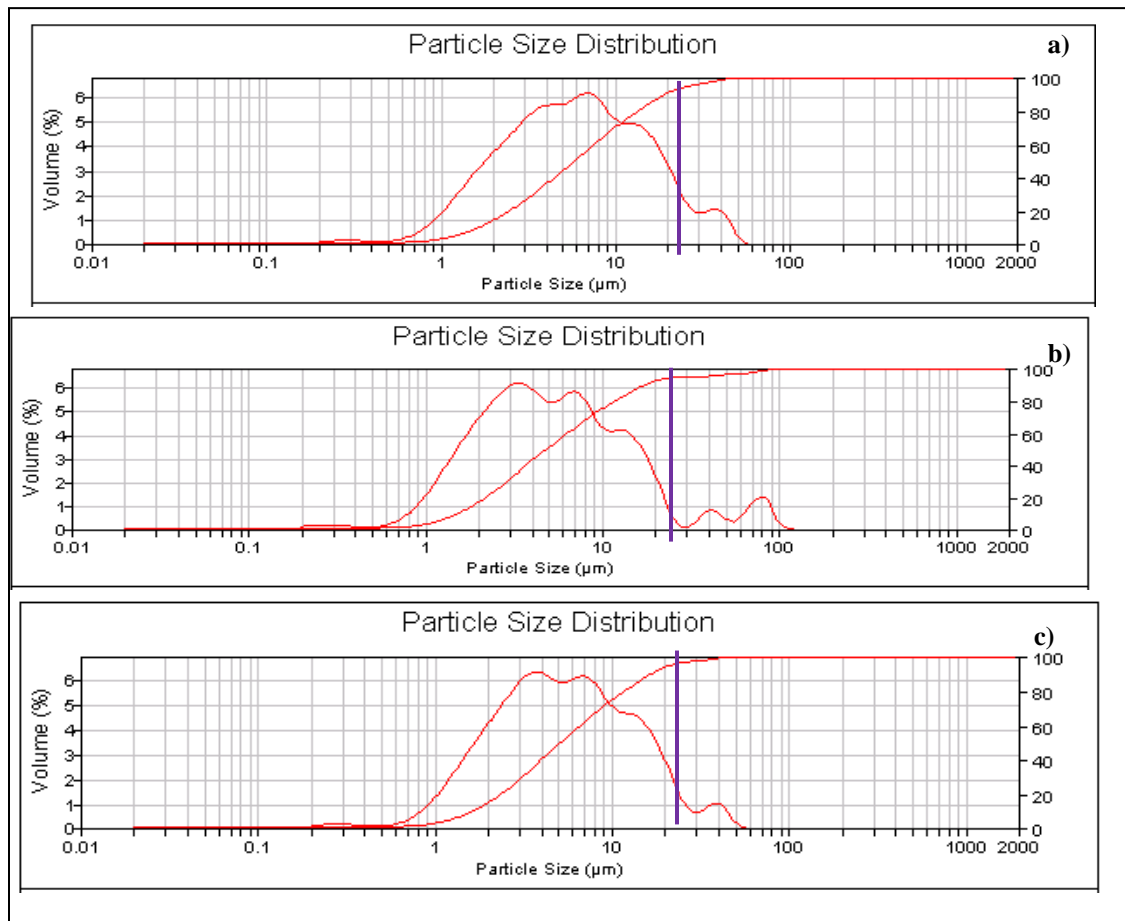


Figura 40. Granulometría laser de yeso hemihidratado α obtenido en autoclave a (Granulometría realizada en la Universidad Central de Venezuela): a) 3atm, b) 4atm y c) 5 atm.

Los resultados obtenidos mediante las técnicas de caracterización (Microscopía óptica, Microscopía electrónica de barrido, DRX, EDX, granulometría láser) permiten considerar que el yeso α -hemihidratado obtenido con una condición

de presión de 5 atm es aparentemente el mejor de los productos obtenidos empleando el autoclave. Sin embargo al comparar el tamaño de los cristales de este material con el reportado en la bibliografía, se observa que los cristales del material obtenido son de menor tamaño y esto puede deberse, entre otros factores, a que esta deshidratación se realizó en presencia de aire comprimido y no en presencia de vapor de agua, además no se le adicionó ninguna cantidad de ácidos orgánicos. (Arzabe, 1987).

Adicionalmente, en la Figura 41 se muestra la variación de temperatura en función del tiempo o temperatura de fraguado para las diferentes mezclas preparadas con los yesos obtenidos utilizando una relación yeso/agua de 70/30; proporción descrita en el trabajo de referencia. A partir de estos resultados, se puede observar que los yesos a 3 atm (38,5°C), 4 atm (35°C) y 5 atm (30°C) alcanzan su temperatura máxima a los 790, 240 y 230 segundos respectivamente.

Inicialmente, como todas las muestras fueron preparadas siguiendo ciclos de calentamiento similares; se puede presumir que las diferencias en los cambios de temperatura de fraguado de los yesos obtenidos se deben a las diferencias en el grado de disolución de los hemihidratos presentes (Hung, 2008). Esto puede estar relacionado directamente con la superficie específica del material y la perfección de la red cristalina, ya que una red más ordenada ofrece una mayor cantidad de sitios preferenciales para la absorción química del agua y en consecuencia una mayor tasa de disolución (Singh & Middendorf, 2007).

En este sentido, es importante señalar que los materiales utilizados para este ensayo fueron preparados en un molino de bolas por 15 min, obteniéndose las distribuciones granulométricas apreciadas en las Figura 40. Este tiempo se tomó como referencia del trabajo de (Producción de Yeso Alfa a partir de Materia Prima Nacional) puesto que en este trabajo se establece una molienda de 15 min para la obtención de una granulometría similar a la del yeso comercial de referencia.

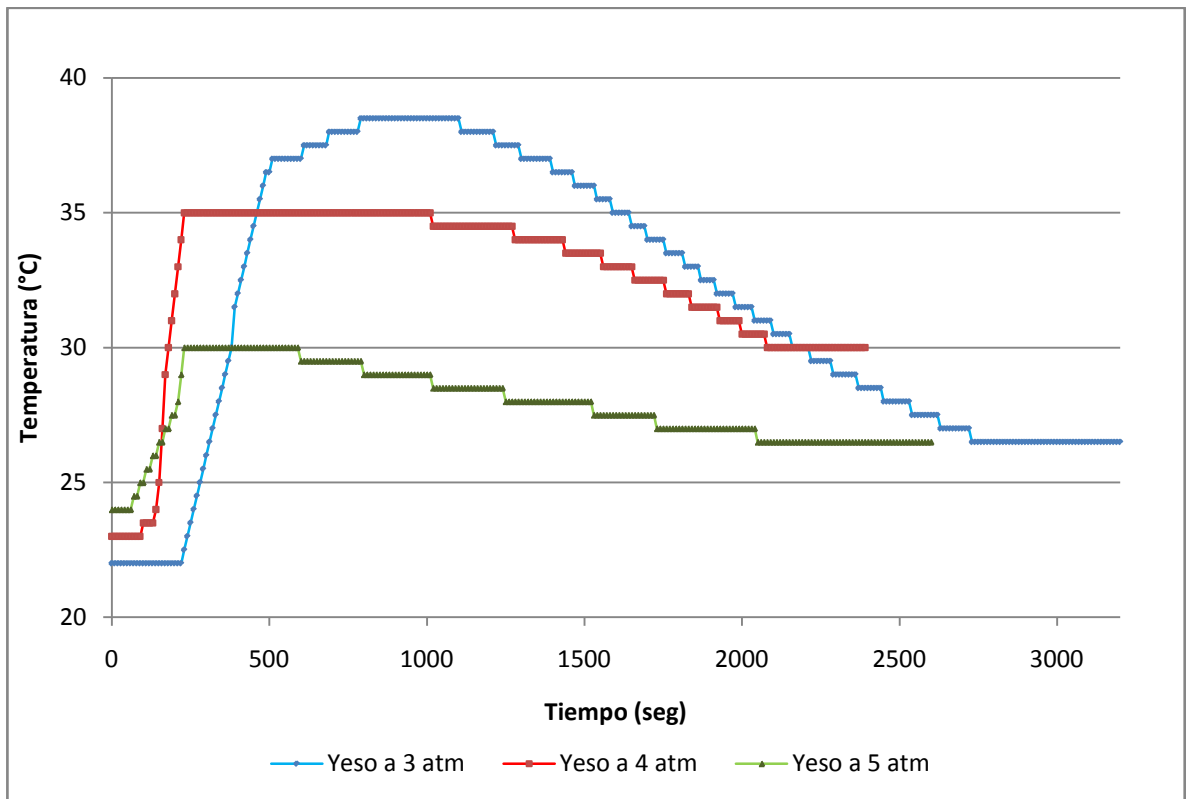


Figura 41. Evolución de la temperatura de fraguado para las diferentes mezclas de yeso preparadas con una relación yeso/agua de 70/30.

De los resultados obtenidos se desprende lo siguiente:

1. Respecto a la cinética: para este sistema en específico se obtuvo un orden de reacción igual a dos (2), con una constante de velocidad de reacción 44,66 lt/mol.h.
2. En cuanto a las condiciones de agitación: se toma como agitador para el diseño, el agitador tipo pal.
3. En cuanto al ciclo térmico: el ciclo térmico a emplear consiste en un calentamiento rápido hasta 37 °C (0,7 °C/min), y calentamientos hasta 50°C (0,3095 °C/min), 60°C (0,5°C/min), 80°C(0,25°C/min) y 92°C(0,3079°C/min).

4. Respecto a la presión: se obtuvo el material deseado empleando una presión de 5 atm.

Para estas condiciones el reactor a diseñar tiene la siguiente hoja de especificaciones (Figura 42)

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA FACULTAD DE INGENIERÍA ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA		ESPECIFICACIÓN DE REACTOR		PROYECTO: Obtención de yeso α en autoclave en presencia de sales a partir de materia prima nacional.	
IDENTIFICACIÓN:					
SERVICIO:					
DESCRIPCIÓN:					
DATOS DE OPERACIÓN / MECÁNICOS					
Temperatura de Operación, Máx./Nor./Mín. °C	100 / 56 / 23				
Presión de Operación, Máx./Nor./Mín. KPa	405 / 253 / 101				
Presión de Diseño . KPa	486,36				
Temperatura de Diseño. °C	110				
Material de construcción	Acero inoxidable 304				
Densidad líquido a cond. standard (0°C, 1 atm), gr/cm ³	-				
Densidad líquido a Temperatura de operación, Kg/m ³	2434,69				
Viscosidad líquido a Temperatura de operación, cSt	41,25				
Flujo de Gases, Kg/hr	-				
Peso molecular Gases	-				
Densidad gases a temperatura de operación, gr/cm ³	-				
Medio de Calentamiento	Resistencia				
Diámetro interno, mm	150,00				
Diámetro externo, mm	150,02				
Longitud T/T, mm	300				
Diámetro del agitador, mm	50				
Potencia del Agitador, W	3,85				
Tipo de Agitador	Pala				
Velocidad de Agitación, rpm	150				
BOQUILLAS (No Aplica)			MATERIALES		
IDENT	TAMAÑO	SERVICIO	FLUJOS, Kg/h	Carcaza: Acero inoxidable 304	Bridas: Acero inoxidable 304
A				Cabezales: Acero inoxidable 304	Empacaduras Plástico
B				Boquillas: Acero inoxidable 304	Soportes Acero inoxidable 304
C				Volumen Total del Recipiente, cm ³ : 5301,28	
D				Volumen máximo de líquido, cm ³ : 3975,96	
E				Rango volumen requerido control de nivel, cm ³ : -	
F				Tiempo de residencia, min: 180	
G				Válvulas de Alivio - Tipo / Tamaño Lineal / 1/2	
H				-Presión / Especificación, psi: -	
I				-Número requerido: 1	
J					
OBSERVACIONES / REVISIONES					
REV.	POR:	APROB.:	POR:	APROB.:	REV.
△	FECHA:	FECHA:	FECHA:	FECHA:	△
REV.	POR:	APROB.:	POR:	APROB.:	REV.
△	FECHA:	FECHA:	FECHA:	FECHA:	△

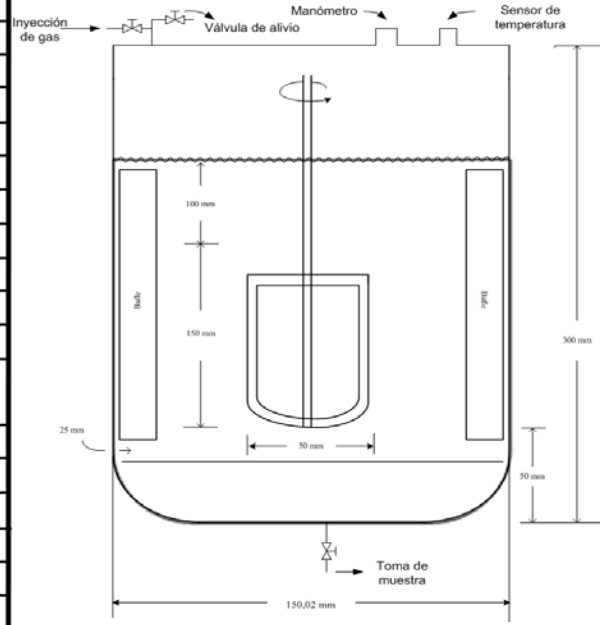


Figura 42. Hoja de Especificaciones de Reactor Diseñado

CAPÍTULO VI

CONCLUSIONES

En el presente capítulo se presentan las conclusiones obtenidas en este Trabajo Especial de Grado basadas en el análisis y discusión de resultados.

- La etapa determinante en la producción de yeso hemihidratado α es la etapa de nucleación y crecimiento de cristales, comprendida entre 50°C – 80°C ($0,2913^{\circ}\text{C}/\text{min}$) del ciclo térmico
- Se obtuvo para este sistema una ecuación cinética de segundo orden ($n=2$) con una constante cinética de $46,67 \text{ lt}/\text{mol.h}$.
- Para garantizar la obtención del yeso hemihidratado α con las propiedades adecuadas, se debe emplear un agitador tipo pala.
- Para el diseño del autoclave se consideró una relación altura/diámetro de 2, así como acero inoxidable 304 como material de construcción.
- El tiempo de residencia en el reactor es de 3 horas
- Al evaluar el desempeño de un autoclave con granulometrías $d_{90}=5 \text{ mm}$ y $\phi < 90 \mu\text{m}$, se determinó que esta última es la granulometría necesaria para la obtención del yeso hemihidratado.
- Al evaluar la obtención de $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ en autoclave con material de granulometría $\phi < 90 \mu\text{m}$ a diferentes presiones, se obtuvo el mejor producto a una presión de 5 atm.
- La temperatura máxima en el fraguado alcanzada por el material obtenido en autoclave a 5 atm es de 30°C , en un tiempo de 230 segundos.
- El tiempo de fraguado final del producto elaborado en autoclave a 5 atm se fue de 2050 segundos.

RECOMENDACIONES

En la búsqueda de realizar futuras mejoras en la aplicación del método de producción de yeso hemihidratado desarrollado en el presente Trabajo especial de Grado, se presentan las siguientes recomendaciones que pueden contribuir a ampliar el conocimiento en esta área.

- Realizar estudios a diferentes presiones con materia prima de $\phi = 5$ mm y $\phi < 90$ μ m, empleando vapor de agua como medio para aumentar la presión dentro del autoclave, y evaluar el efecto de esta variación en el tamaño de los cristales de yeso alfa.
- Estudiar la influencia del ácido oxálico, añadido en pequeñas cantidades, sobre el tamaño de los cristales.
- Estudiar a fondo la cinética asociada al proceso de deshidratación parcial del gypsum.
- Modificar la relación materia prima/solución de cloruro de calcio para evitar la evaporación del medio.
- Explorar la influencia, en el producto final, de emplear soluciones diferentes a la de cloruro de calcio como medio para la deshidratación parcial del gypsum.
- Estudiar la influencia del empleo de aditivos que permitan modificar el tiempo de fraguado y otras cualidades referentes a la resistencia del material.
- Evaluar presiones sobre 5 atm, con un gas inerte.

BIBLIOGRAFÍA

- Anusavice, K. (1998). **La ciencia de los materiales dentales de Phillips.** (10ma Ed., pp. 193-218). México: McGraw-Hill Interamericana.
- Arzabe, J. (1987). **Aplicaciones del yeso: planta piloto en Bolivia.** Bol. Soc. Esp. Cerám. Vidrio, 36 (6), 599-602.
- Atherton, J. & Carpenter, K. (1999). **Process Development: Physicochemical Concepts.** New York: Oxford University Press.
- Brown, T.J.(2010). **World Mineral Production 2004-08.** British Geological Survey, (1), 44-45.
- Buthod, P. (1995). **Pressure Vessel Handbook.** (10ma Ed.) Tulsa: Pressure Vessel Publishing.
- Corpollanos. (1985). **Localización y evaluación de los depósitos de yeso, caliza y mármol de la región de El Morrito, posibilidades de extracción, industrialización y uso.** Ingeniería E. C. M, 30-57.
- Coulson, J. & Richardson, J. (2003) **Ingeniería química operaciones básicas. Tomo II.** Barcelona: Reverté, S.A.
- De Villanueva, L. (2004). **Evolución histórica de la construcción con yeso Informes de la Construcción,** 56 (493) ,5-11.
- Facultad de Odontología, Universidad de Sevilla (2009). **Escayola Dental.** Materiales Odontológicos. <http://asignatura.us.es>. (Consultada el 5 de diciembre de 2009).
- Flores, M. **Propelas** [Imágen]. Agitadores. <http://www.cimi-sa.com.html>. (Consultada el 21 de octubre de 2010).
- Gomá, F. (1979). **El cemento Portland y otros aglomerantes.** (pp. 27-45)Barcelona: Técnicos Asociados S. A.
- Gomis, V. (2010). **Fases de Generación del Yeso** [Diagrama]. Alicante: Departamento de Ingeniería Química, Universidad de Alicante. <http://iq.ua.es/Yeso/propiedades.htm>. (Consultada el 8 de diciembre de 2009).

- Hung, Y. X. (2008). **Producción de Yeso Alfa a partir de materia prima nacional**. Informe final de cursos en cooperación, Universidad Simón Bolívar, Sartenejas.
- **Informe parcial sobre el estudio geológico minero y técnico-económico de los recursos minerales del estado Táchira**. (1978). Programa de Desarrollo Minero-Industrial del Táchira, 17-20.
- Levenspiel, O. (1987). **Ingeniería de la Reacciones Químicas**. (2da. Ed.) Barcelona: Reverté, S. A.
- **Manual de Ingeniería de Diseño**. (1998). PDVSA.
- Morín, G. (2004). **Estudio comparativo entre dos tipos de yeso utilizados para el conformado de piezas sanitarias**. Trabajo Especial de Grado, Facultad de Ingeniería, Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Mendez, S. M. (2004). **Uso del Microondas para acelerar el fraguado del yeso**. Universidad Francisco Marroquí, Guatemala.
- Metcalfe, J.C. (1984). **Ingeniería química- Tomo III**. (pp 109) Barcelona; Reverté S.A
- Norton, F. (1975). **Cerámica Fina: Tecnología y Aplicaciones**. (pp. 110-116). Barcelona : Omega, S. A.
- Novillo, V. (1965). **Informe sobre el inventario de los recursos mineros de la región centro-occidental de Venezuela (Estados Falcón, Lara y Yaracuy)**. Ministerio de Minas e Hidrocarburos, Caracas, 21.
- O'Brien, W. & Ryge, G. (1980). **Materiales dentales y su selección**, (1ra Ed). (pp. 55-64). Buenos Aires: Médica Panamericana.
- Simpson, J. & Weiner, E. (1989) **A New English Dictionary on Historical Principles**. (2da. Ed.), United Kingdom: Oxford University Press.
- Padrón, F. (2001). **Informe técnico económico del yeso**. Ministerio de Energía y Minas, Caracas. 2-16.
- Perry, R. & Green, D. (2001) **Manual del Ingeniero Químico**. (4ta. Ed, Vol.I) Mc Graw Hill: España.

- Peyton, F., Anthony, D., Asgar, K., Charbeneau, G., Craig, R., & Myers G. (1964). **Materiales dentales restauradores** (1ra Ed., pp. 183-216). Buenos Aires: Mundi.
- Pinault, R. (1972). **Le Plâtre. Matières premières, fabrication, caractéristiques.** L'Industrie Ceramique, (651), 341-349.
- Rodríguez, S. (1986). **Recursos minerales de Venezuela.** Boletín de Geología, XV (27), 207-214.
- Singh, N. & Middendorf, B. (2007). **Calcium sulphate hemihydrate hydration leading to gypsum crystallization.** Prog. Cryst. Growth Charact. Mater, 53 (1), 57-77.
- Stanley, J. (1975). **Industrial Minerals & Rocks.** American Institute of Mining, 4ta edición, 185-199.
- Tamices.cl (2009). **Tamices de Ensayo con malla metálica.** [Imagen]. Análisis de Partículas. <http://www.tamices.cl>. (Consultada el 10 de febrero de 2010).
- Tecnólogos en Control y Calidad de Alimentos (2009). **Agitadores de Pala.** [Imagen]. Manual de Operaciones. <http://eqyherramientas.blogspot.com> (Consultada el 21 de octubre de 2010).
- Thermo Fisher Scientific Inc. (2007). **HAAKE MARS II Rheometer** [Imagén].Material Characterization and Testing. <http://www.thermo.com>. (Consultada el 16 de febrero de 2010)
- Walas, S. M. (1988). **Chemical Process Equipment – Selection and Design.** Washington: Butterworth-Heinemann, 277-315; 583-612.

ANEXOS

En esta sección del Trabajo Especial de Grado se presentan los Anexos correspondientes a la materia prima, equipos y material utilizado, así como también cálculos tipos y los espectros infrarrojos adicionales.

ANEXO A. CÁLCULOS TIPOS

En cuanto a cálculos tipos, se presentan las ecuaciones empleadas en el desarrollo del Trabajo Especial de Grado.

DETERMINACIÓN DE DENSIDADES CORRESPONDIENTES A LAS ETAPAS DEL PROCESO

Para determinar las densidades de las etapas de la producción de yeso alfa, primeramente se debe realizar una curva de calibración de densidad.

$$\rho_1 = \frac{m}{v} = \frac{|m_{inicial} - m_{final}|}{|v_{inicial} - v_{final}|} = \frac{m_{agregada}}{v_{desplazado}} \quad (\text{Ecuación 27})$$

Donde:

ρ_1 : Densidad 1 (kg/m^3)

m: masa de sólido (kg)

$m_{inicial}$: masa de sólido inicial (kg)

m_{final} : masa de sólido final (kg)

$m_{agregada}$: masa de sólido agregada el voluminómetro (kg)

v: volumen de suspensión (m^3)

$v_{inicial}$: volumen de solvente inicial (m^3)

v_{final} : volumen de solvente final (m^3)

$v_{desplazado}$: volumen desplazado por la masa de sólido agregada (m^3)

$$\rho_1 = \frac{|0,1000\text{kg} - 0,0561\text{kg}|}{|0,0000\text{m}^3 - 1,94 \times 10^{-5}\text{m}^3|} = \frac{0,0439\text{kg}}{1,94 \times 10^{-5}\text{m}^3}$$

$$\rho_1 = 2262,8866\text{kg}/\text{m}^3$$

$$\bar{\rho} = \frac{\rho_1 + \rho_2}{2} \quad (\text{Ecuación 28})$$

Donde:

$\bar{\rho}$: Densidad promedio (kg/m^3)

ρ_1 : Densidad 2 (kg/m^3)

$$\bar{\rho} = \frac{2262,8866\text{kg/m}^3 + 2298,3871\text{kg/m}^3}{2} = 2280,6369\text{kg/m}^3$$

Tabla 14. Densidad en función de la relación Yeso Mineral y Yeso Alfa Comercial

Yeso Mineral (gr) [m±0,01]	Yeso α Comercial (gr) [m±0,01]	ρ Promedio (gr/ml)
100	0	2,281
95	5	2,304
85	15	2,328
75	25	2,361
65	35	2,432
55	45	2,463
45	55	2,488
35	65	2,520
25	75	2,605
15	85	2,620
5	95	2,636
0	100	2,646

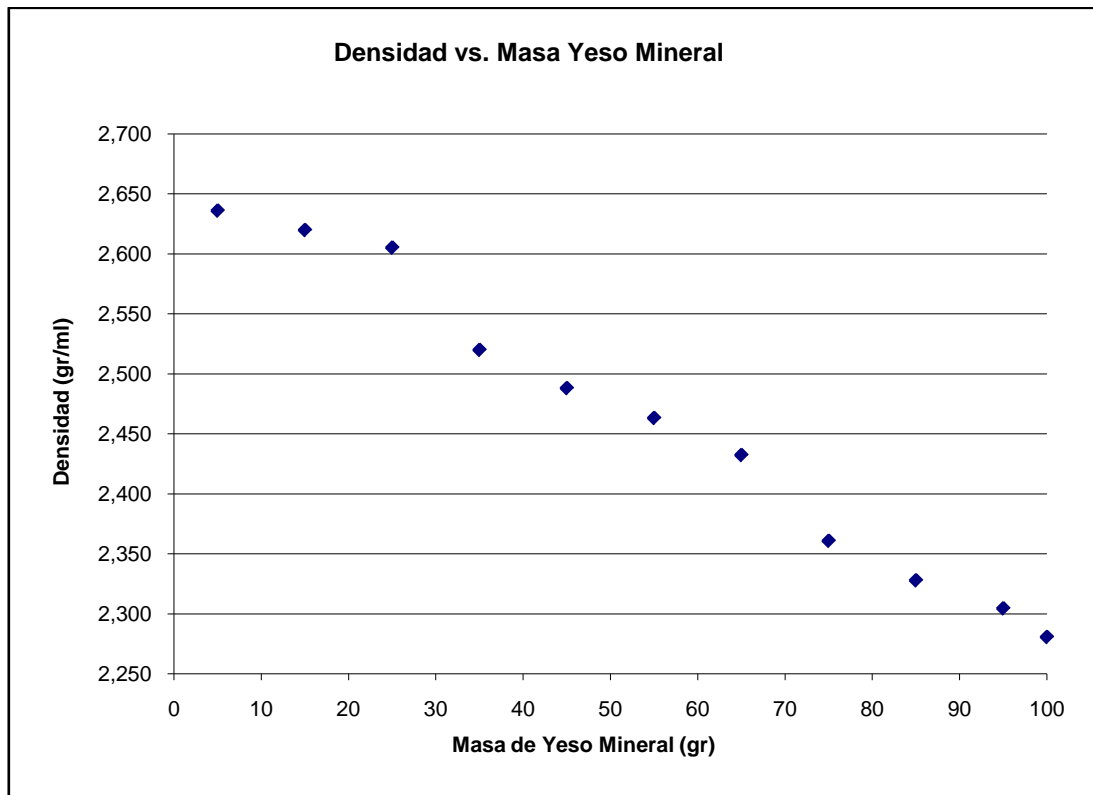


Figura 43. Curva de Calibración de Densidad

Determinación de densidad a diferentes temperaturas.

Para éste cálculo se emplea la Ecuación 27, el siguiente cálculo se presenta para una muestra tomada a 40°C

$$\rho_{40^{\circ}\text{C}} = \frac{|0,0537\text{kg} - 0,0091\text{kg}|}{|0,1100 \times 10^{-5}\text{m}^3 - 1,98 \times 10^{-5}\text{m}^3|} = \frac{0,0446\text{kg}}{1,87 \times 10^{-5}\text{m}^3}$$

$$\rho_{40^{\circ}\text{C}} = 2386,6310\text{ kg/m}^3$$

DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS CINÉTICOS DE LA DESHIDRATACIÓN DE YESO MINERAL

Los siguientes cálculos se presentan para una temperatura de 40°C.

Cálculo de la constante de velocidad cinética (Levenspiel, 1987)

$$k = \exp\left(\frac{1}{T^E}\right) \quad (\text{Ecuación 29})$$

k: constante de velocidad cinética (adim.)

T: temperatura de la muestra (K)

E: energía de activación (cal/mol)

$$E = \Delta H_r - RT \quad (\text{Ecuación 30})$$

Donde:

ΔH_r : entalpía de la reacción (cal/mol)

R: constante universal de los gases (1,9872 cal/mol.K)

Debido a que el aporte del producto RT es depreciable frente al valor de ΔH_r (3900 cal/mol), se asume que la Energía de activación es directamente proporcional a la entalpía de reacción.

$$E = \Delta H_r$$

$$k = \exp\left(\frac{1}{313,15K} \times 3900 \frac{\text{cal}}{\text{mol.K}}\right)$$

$$k = 256297,8392$$

$$k_{\text{promedio}} = 160763,3346 \frac{\text{lt}}{\text{mol.t}}$$

DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE TRANSFERENCIA DE CALOR PARA EL DISEÑO DEL REACTOR

Número de Reynolds (Atherton & Carpenter, 1999).

$$Re = \frac{ND^2 \times \rho}{\mu} \quad (\text{Ecuación 31})$$

Donde:

Re: número de Reynolds (adim.)

N: velocidad rotacional (rev/s)

D: diámetro del impulsor (m)

ρ : densidad de la solución promedio (kg/m³)

μ : viscosidad solución promedio (Pa.s)

$$Re = \frac{150 \text{ 1/s} \times (0,05\text{m})^2 \times 2434,690346 \text{ kg/m}^3}{0,100432283 \text{ Pa.s}}$$

$$Re = 9090,790811$$

$Re > 1000 \implies$ Régimen turbulento

Caída de Presión

$$\Delta P = f \frac{L}{D} \rho \mu^2 + \rho g(z_1 - z_2) \quad (\text{Ecuación 32})$$

Donde:

ΔP : Caída de presión (Pa)

f : Factor de fricción (adim.) Dato obtenido del Diagrama de Moody Anexo C. Figura 46.

L : longitud del reactor (m)

$z_1 - z_2$: diferencia entre la entrada y la salida (m). Debido a que es un reactor por cargas, esta diferencia es nula.

Tomando en cuenta los parámetros descritos en el punto XXX, el diámetro del reactor y la longitud de éste es:

$$du = 3 \times D \quad (\text{Ecuación 33})$$

$$L = 2 \times du \quad (\text{Ecuación 34})$$

Donde:

du : diámetro interno del reactor (m)

L : longitud interna del reactor (m)

$$du = 3 \times (0,05m) = 0,15m$$

$$L = 2 \times 0,15m = 0,3m$$

$$\Delta P = 0,01 \frac{0,3m}{0,5m} 2434,690346 \text{ kg/m}^3 (0,100432283 \text{ Pa} \cdot s)^2$$

$$\Delta P = 1,473471222 \text{ Pa}$$

Potencia del agitador

$$P = P_o N^3 D^5 \rho \quad (\text{Ecuación 35})$$

Donde:

P : potencia del agitador (W)

P_o : eficiencia

$$P = 1,5 \times (150 \text{ 1/s})^3 \times (0,05m)^5 \times 2434,690346 \text{ kg/m}^3$$

$$P = 3851,756211 \text{ W} = 5,1652821 \text{ HP}$$

Número de Reynolds crítico

$$Re_c = \frac{6370}{Po^{1/3}} \quad (\text{Ecuación 36})$$

Donde:

Re_c : Reynolds crítico (adim.)

$$Re_c = \frac{6370}{(1,5)^{1/3}}$$

$$Re_c = 5564,70756$$

Número de Fourier

$$Fo = \frac{5,2}{Po^{1/3} Re} \quad (\text{Ecuación 37})$$

Donde:

Fo : número de Fourier (adim.)

$$Fo = \frac{5,2}{(1,5)^{\frac{1}{3}} \times 9090,790811}$$

$$Fo = 0,000499695$$

Tiempo de mezclado

$$t_{95} = \frac{\rho du^2 Fo}{\mu} \quad (\text{Ecuación 38})$$

Donde:

t_{95} : 95% del tiempo de mezclado (s)

$$t_{95} = \frac{2434,690346 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} \times (0,15\text{m})^2 \times 0,000499695}{0,100432283 \text{ Pa}\cdot\text{s}}$$

$$t_{95} = 0,272557105 \text{ s}$$

$$t = \left(\frac{100\%}{95\%} \right) t_{95}$$

Donde:

t : tiempo de mezclado (s)

$$t = \left(\frac{100\%}{95\%} \right) \times 0,272557105 \text{ s}$$

$$t = 0,286902216 \text{ s}$$

Energía de Disipación

$$\varepsilon_{media} = \frac{P}{V\rho} \quad (\text{Ecuación 39})$$

Donde:

ε_{media} : energía de disipación (m^2/s^3)

V: volumen del reactor (m^3)

$$V = \pi \frac{du^2}{4} L \quad (\text{Ecuación 40})$$

$$V = \pi \times \frac{(0,15\text{m})^2}{4} \times 0,3\text{m} = 0,005301281\text{m}^3$$

$$\varepsilon_{media} = \frac{3851,756211 \text{ W}}{0,005301281\text{m}^3 \times 2434,690346 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}}$$

$$\varepsilon_{media} = 298,4243196 \text{ m}^2/\text{s}^3$$

Tamaño de los remolinos

$$\lambda_k = \left(\frac{\nu^3}{\varepsilon} \right)^{1/4} \quad (\text{Ecuación 41})$$

Donde:

λ_k : Microescala de Kolmogoroff (m)

ν : viscosidad cinemática (m^2/s)

ε : energía de disipación m^2/s^3

$$\nu = \frac{\mu}{\rho} \quad (\text{Ecuación 42})$$

$$\nu = \frac{0,100432283 \text{ Pa}\cdot\text{s}}{2434,690346 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}} = 4,12505\text{E} - 05 \text{ m}^2/\text{s}$$

$$\lambda_k = \left(\frac{\left(4,12505E - 05 \text{ m}^2/\text{s} \right)^3}{298,4243196 \text{ m}^2/\text{s}^3} \right)^{1/4}$$

$$\lambda_k = 0,000123841 \text{ m}$$

$$\text{Tamaño de remolinos} = 12\lambda_k = 0,001486089\text{m}$$

Tiempo de vida de los remolinos

$$\tau_k = 12 \left(\frac{\nu}{\varepsilon} \right)^{1/2} \quad (\text{Ecuación 43})$$

Donde:

τ_k : tiempo de vida de los remolinos

$$\tau_k = 12 \left(\frac{4,12505E - 05 \text{ m}^2/\text{s}}{298,4243196 \text{ m}^2/\text{s}^3} \right)^{1/2}$$

$$\tau_k = 0,00446148 \text{ s}$$

Variación del Volumen de reacción

$$\frac{dV_r}{dt} = EV_r \quad (\text{Ecuación 44})$$

Donde:

dV_r/dt : variación del volumen de reacción (m^3/s)

E: tasa de sumergido ($1/\text{s}$)

V_r : volumen de reacción (m^3)

$$E = \frac{\ln 2}{\tau_k} \quad (\text{Ecuación 45})$$

$$E = \frac{\ln 2}{0,00446148 \text{ s}} = 155,3626139 \text{ 1/s}$$

$$V_r = \frac{3}{4} V \quad (\text{Ecuación 46})$$

$$V_r = \frac{3}{4} \times 0,005301281\text{m}^3 = 0,003975961\text{m}^3$$

$$\frac{dV_r}{dt} = 155,3626139 \text{ 1/s} \times 0,003975961 \text{ m}^3$$

$$\frac{dV_r}{dt} = 0,617715684 \text{ m}^3/\text{s}$$

Tasa de sumergido

$$\tau_E = \frac{1}{E} \quad (\text{Ecuación 47})$$

Donde:

τ_E : Tasa de sumergido (s)

$$\tau_E = \frac{1}{155,3626139 \text{ 1/s}} = 0,006436555 \text{ s}$$

Velocidad requerida por el agitador

$$N_{js} = \frac{Sv^{0,1} d_p^{0,2} \left(\frac{g\Delta\rho}{\rho_l} \right)^{0,45} X^{0,13}}{D^{0,85}} \quad (\text{Ecuación 48})$$

Donde:

N_{js} : velocidad mínima del agitador (rps)

S: constante que depende de la geometría del sistema (5,8 cuando se emplean turbinas)

d_p : diámetro de partículas promedio (m)

g: gravedad (9,8 m/s²)

$\Delta\rho$: Variación de densidad (kg/m³)

ρ_l : densidad del líquido (kg/m³)

X: relación entre (masa de sólido/masa de líquido)*100 (adim.)

$$N_{js} = \frac{5,8 \times (4,12505 \text{E} - 05 \text{ m}^2/\text{s})^{0,1} \times (0,00009 \text{ m})^{0,2} \times \left(\frac{9,8 \text{ m/s}^2 \times 226,7380952 \text{ kg/m}^3}{1280 \text{ kg/m}^3} \right)^{0,45} 1^{0,13}}{(0,05 \text{ m})^{0,85}}$$

$$N_{js} = 9,76086311 \text{ rps} = 585,6517866 \text{ rpm}$$

Cálculo de espesor del reactor según las propiedades del material (Buthod, 1995)

$$e = (0,0254) \frac{P_D r u}{StE - 0,6P_D} \quad (\text{Ecuación 49})$$

Donde:

e : espesor (m)

P_D : presión de diseño (psi)

r_u : radio interno (pulg)

St : valor de tensión del material (psi). Dato característico del material, ver Anexo C. Figura 47

E : eficiencia conjunta (adim.). Dato característico del material, ver Anexo C. Figura 48.

$$e = (0,0254) \frac{70,5222psi \times 2,95275pulg}{18800psi \times 1 - 0,6 \times 70,5222psi}$$

$$e = 0,000281973m$$

Diámetro y longitud externa

$$de = du + 2e \quad (\text{Ecuación 50})$$

$$Le = L + e \quad (\text{Ecuación 51})$$

Donde:

de : diámetro externo del reactor (m)

Le : longitud externa del reactor (m)

$$de = 0,1500m + 2 \times 0,0003m = 0,1506m$$

$$Le = 0,30000m + 0,0003m = 0,3003m$$

CÁLCULO DEL TAMAÑO DE LOS CRISTALES

Los tamaños de los cristales observados en el microscopio se calcularon relacionando el tamaño del cristal medido desde el microscopio y la medida arrojada por Microsoft Word.

Largo: 35 μm equivale a 2,56 cm (0,0731429 cm/ μm)

Ancho: 3,5 μm equivale a 0,27 cm (0,0771429 cm/ μm)

$$\text{Escala promedio} = \frac{0,0731429cm/\mu m + 0,0771429cm/\mu m}{2}$$

$$= 0,0751429cm/\mu m$$

ANEXO B. TABLA DE DATOS OBTENIDOS

Tabla N°15. Velocidades de calentamientos de los ciclos térmicos

Prueba	Velocidades de Calentamiento (°C/min)				
	24 - 37	37 - 50	50 - *Siguiente	Anterior - 80	80 - 92
P1	0,70	0,20	-	1,56	0,08
P2	0,73	0,20	-	1,25	0,09
P3	0,70	0,19	-	2,14	0,08
P4	0,70	0,19	-	1,67	0,16
P5	0,75	0,19	1,43 (*70°C)	0,38	0,10
P6	1,56	0,32	0,80 (*70°C)	0,50	0,09
P7	1,40	0,19	-	3,00	0,09
P8	1,58	0,19	-	0,46	0,12
P9	0,70	0,31	0,50 (*60°C)	0,25	0,31

Tabla N° 16. Densidades experimentales

Temperatura (°C)	Volumen Inicial (ml) [V±0,1]	Volumen Final (ml) [V±0,1]	Volumen Desplazado (ml) [V±0,1]	Masa Inicial (gr) [m±0,01]	Masa Final (gr) [m±0,01]	Masa Agregada (gr) [m±0,01]	ρ (gr/ml)
23,000							2,281
40,000	1,100	19,800	18,700	53,730	9,100	44,630	2,387
50,000	1,200	18,400	17,200	46,520	5,340	41,180	2,394
60,000	1,000	18,200	17,200	75,290	33,560	41,730	2,426
70,000	1,100	18,500	17,400	62,730	21,070	41,660	2,394
80,000	1,200	18,100	16,900	72,470	30,400	42,070	2,489
84,000	1,000	18,200	17,200	75,840	32,980	42,860	2,492
88,000	1,200	18,000	16,800	42,640	0,630	42,010	2,501
92,000	1,200	18,000	16,800	66,940	24,810	42,130	2,508

Tabla 17. Ciclo Térmico aplicado a presión atmosférica que permite la formación mas controlada de cristales

Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Tiempo (hh:min:ss)
30	0	00:00:00
37	8	00:08:20
37	11	00:11:20
38	14	00:14:20
39	17	00:17:20
40	20	00:20:20
41	23	00:23:20
42	26	00:26:20
43	29	00:29:20
44	32	00:32:20
45	35	00:35:20
46	38	00:38:20
47	41	00:41:20
48	44	00:44:20
49	47	00:47:20
50	50	00:50:20
60	70	01:10:20
80	150	02:30:20
80	153	02:33:20
81	156	02:36:20
82	159	02:39:20
83	162	02:42:20
84	165	02:45:20
85	168	02:48:20
86	171	02:51:20
87	174	02:54:20
88	177	02:57:20
89	180	03:00:20
90	183	03:03:20
91	186	03:06:20
92	189	03:09:20
92	192	03:12:20

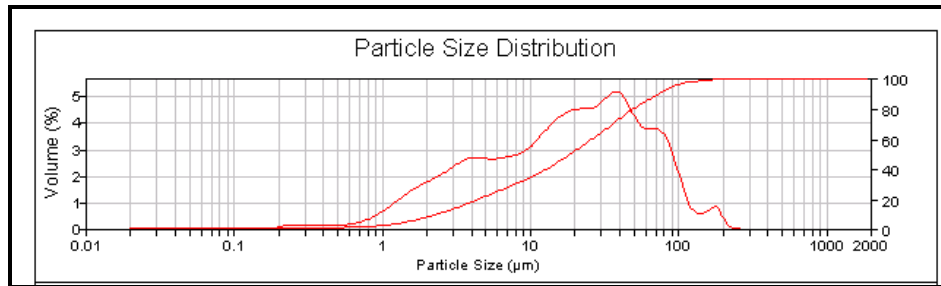
ANEXO C. IMÁGENES

Figura 44. Distribución granulométrica de yeso comercial (Granulometría realizada en la Universidad Central de Venezuela)

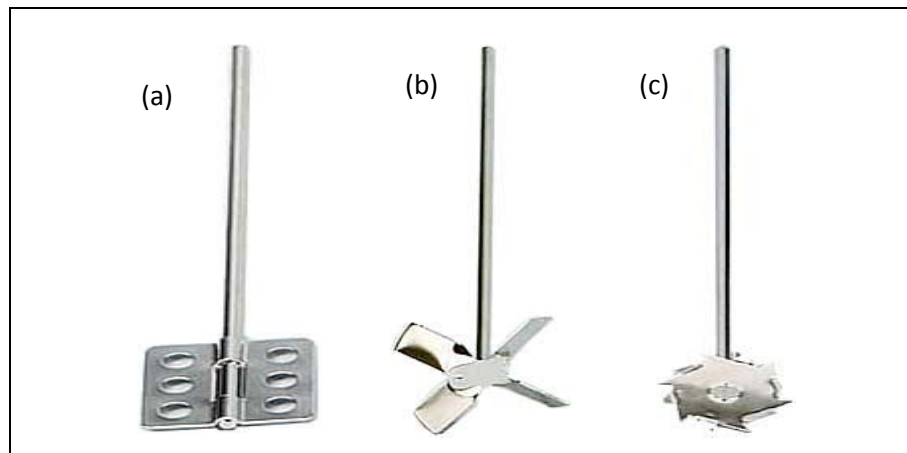


Figura 45. Agitadores. a) Agitador tipo pala. b) Agitador tipo hélice. (Flores, 2001) Agitador para disolver (Tecnólogos en Control y Calidad de Alimentos, 2009)

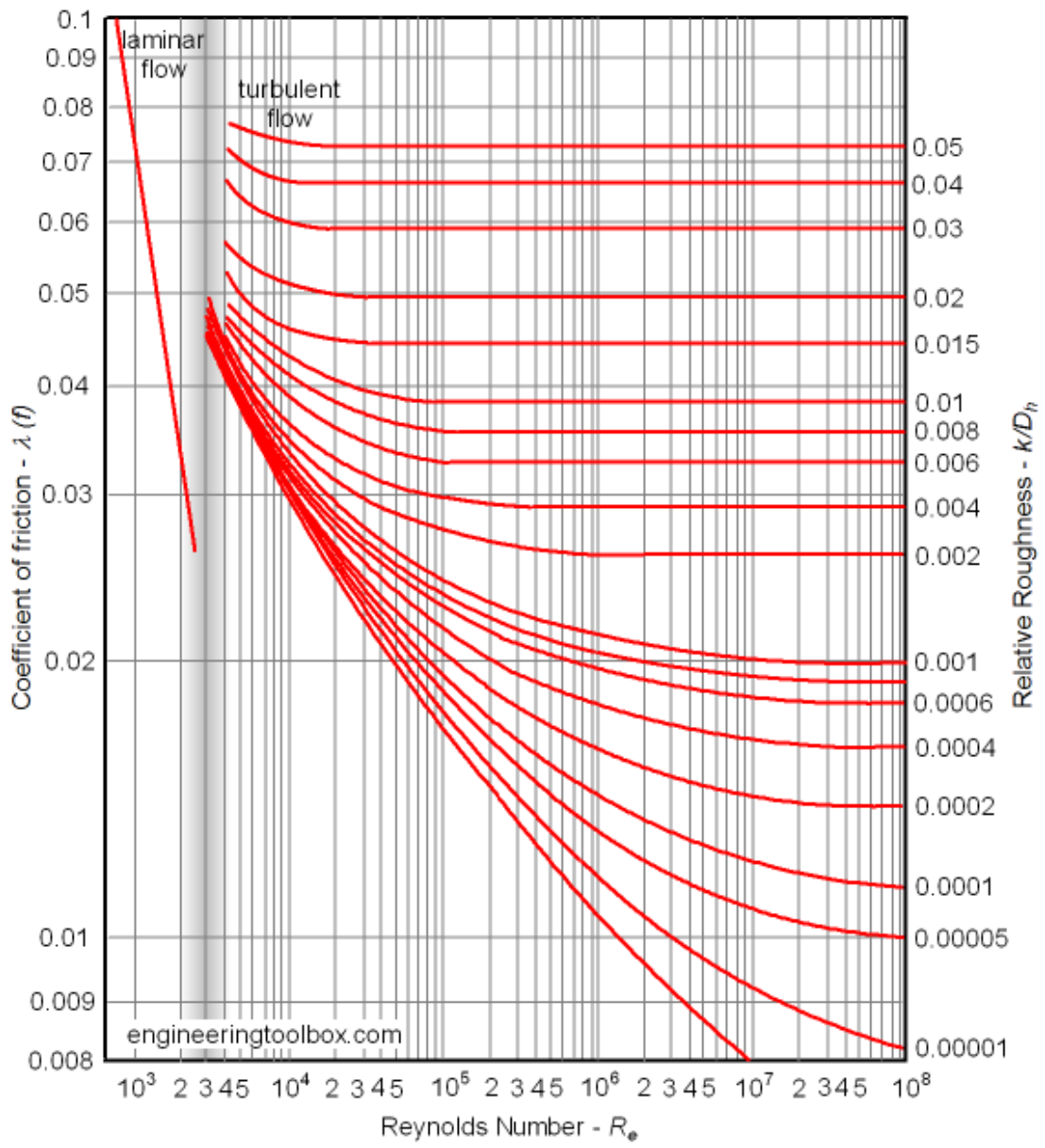


Figura 46. Diagrama de Moody (Perry, 2001).

PROPERTIES OF MATERIALS STAINLESS STEEL P. No.8 Group No. 1													
TABLE 1					TABLE 3								
NOMINAL COMPOSITION 18 Cr - 8 Ni Min. Yield, ksi 30.0 Min. Tensile ksi 75.0	Product	Spec. No.	Grade	Notes	NOMINAL COMPOSITION 16 Cr - 12 Ni - 2 Mo. Min. Yield, ksi 30.0 Min. Tensile, ksi 75.0	Product	Spec. No.	Grade	Notes				
	Plate	SA-240	304	2 3		Plate	SA-240	316	2 3				
	Smls. Tb.	SA-213	TP304	2		Plate	SA-240	317	2 3				
	Smls. Tb.	SA-213	TP304H	—		Smls. Tb.	SA-213	TP316	2				
	Smls. Pp.	SA-312	TP304	2		Smls. Tb.	SA-213	TP316H	—				
	Smls. Pp.	SA-312	TP304H	—		Smls. Pp.	SA-312	TP316	2				
	Smls. Pp.	SA-376	TP304	2		Smls. Pp.	SA-312	TP316H	—				
	Smls. Pp.	SA-376	TP304H	—		Smls. Pp.	SA-312	317	2				
	Cast. Pp.	SA-452	TP304H	—		Smls. Pp.	SA-376	TP316	2				
	Forg.	SA-182	F304	2		Smls. Pp.	SA-376	TP316H	—				
Forg.	SA-182	F304H	—	Cast Pp.	SA-452	TP316H	—						
Bar	SA-479	304	2 3 5	Forg.	SA-182	F316	2						
TABLE 2					TABLE 4								
Yield 25.0 Tens 70.0	Product	Spec. No.	Grade	Notes	Yield 25.0 Tens 70.0	Product	Spec. No.	Grade	Notes				
	Plate	SA-240	304L	—		Plate	SA-240	316L	—				
	Smls. Tb.	SA-213	TP304L	—		Smls. Tb.	SA-213	TP316L	—				
	Smls. Pp.	SA-312	TP304L	—		Smls. Pp.	SA-312	TP316L	—				
	Bar	SA-479	304L	5		Bar	SA-479	316L	5				
MAXIMUM ALLOWABLE STRESS VALUES, 1,000 psi.													
MATERIALS IN TABLE	FOR METAL TEMPERATURES NOT EXCEEDING DEG. °F.												
	-20 - 100	200	300	400	500	600	650	700	750	800	850	900	NOTES
1	18.8	17.8	16.6	16.2	15.9	15.9	15.9	15.9	15.6	15.2	14.9	14.7	1
	18.8	15.7	14.1	12.9	12.1	11.4	11.2	11.1	10.8	10.6	10.4	10.2	
2	16.7	16.5	15.3	14.7	14.4	14.0	13.7	13.5	13.3	13.0			1
	16.3	14.3	12.8	11.7	10.9	10.3	10.1	10.0	9.8	9.7			
3	18.8	18.8	18.4	18.1	18.0	17.0	16.7	16.3	16.1	15.9	15.7	15.6	1
	18.8	17.7	15.6	14.3	13.3	12.6	12.3	12.1	11.9	11.7	11.6	11.5	
4	16.7	16.7	16.0	15.6	14.8	14.0	13.8	13.5	13.2	13.0	12.7		1
	16.7	14.1	12.7	11.7	10.9	10.4	10.2	10.0	9.8	9.6	9.4		
MATERIALS IN TABLE	FOR METAL TEMPERATURES NOT EXCEEDING DEG. °F.												
	950	1000	1050	1100	1150	1200	1250	1300	1350	1400	1450	1500	
1	14.4	14.1	12.4	9.8	7.7	6.1	4.7	3.7	2.9	2.3	1.8	1.4	1
	10.0	9.8	9.5	8.9	7.7	6.1	4.7	3.7	2.9	2.3	1.8	1.4	
3	15.4	15.3	14.5	12.4	9.8	7.4	5.5	4.1	3.1	2.3	1.7	1.3	1
	11.4	11.3	11.2	11.0	9.8	7.4	5.5	4.1	3.1	2.3	1.7	1.3	
NOTES: 1. These higher stress values exceed 2/3 but do not exceed 90% of the yield strength at temperature. Use of these stress values may result in dimensional changes due to permanent strain. These stress values are not recommended for flanges or gasketed joints or other applications where slight amounts of distortion can cause leakage or malfunction. 2. At temperatures above 1000°F, these stress values apply only when the carbon is 0.04% or higher. 3. For temperatures above 1000°F, these stress values may be used only if the material is heat treated by heating it to a minimum temperature of 1900°F and quenching in water or rapidly cooling by other means. 4. Specified min. tensile, ksi 65.0. 5. Use of external pressure charts for material in the form of barstock is permitted for stiffening rings only.													

Figura 47. Valores de Tensión para diferentes materiales (Buthod, 1995).







TYPES OF WELDED JOINTS				
TYPES CODE UW-12		JOINT EFFICIENCY, E When the Joint:		
		a. Fully Radio- graphed	b. Spot Examined	c. Not Examined
1	 <p>Butt joints as attained by double-welding or by other means which will obtain the same quality of deposited weld metal on the inside and outside weld surface. Backing strip if used shall be removed after completion of weld.</p>	1.00	0.85	0.70
2	 <p>Single-welded butt joint with backing strip which remains in place after welding <small>For circumferential joint only</small></p>	0.90	0.80	0.65
3	 <p>Single-welded butt joint without use of backing strip</p>	—	—	0.60
4	 <p>Double-full fillet lap joint</p>	—	—	0.55
5	 <p>Single-full fillet lap joint with plug welds</p>	—	—	0.50
6	 <p>Single full fillet lap joint without plug welds</p>	—	—	0.45

Figura 48. Eficiencia Conjunta (Buthod, 1995).



Figura 49. Materia prima (trozos de roca de gypsum), empleada para la realización del presente trabajo.



Figura 50. Montaje experimental realizado para la obtención de yeso alfa, a presión ambiental.

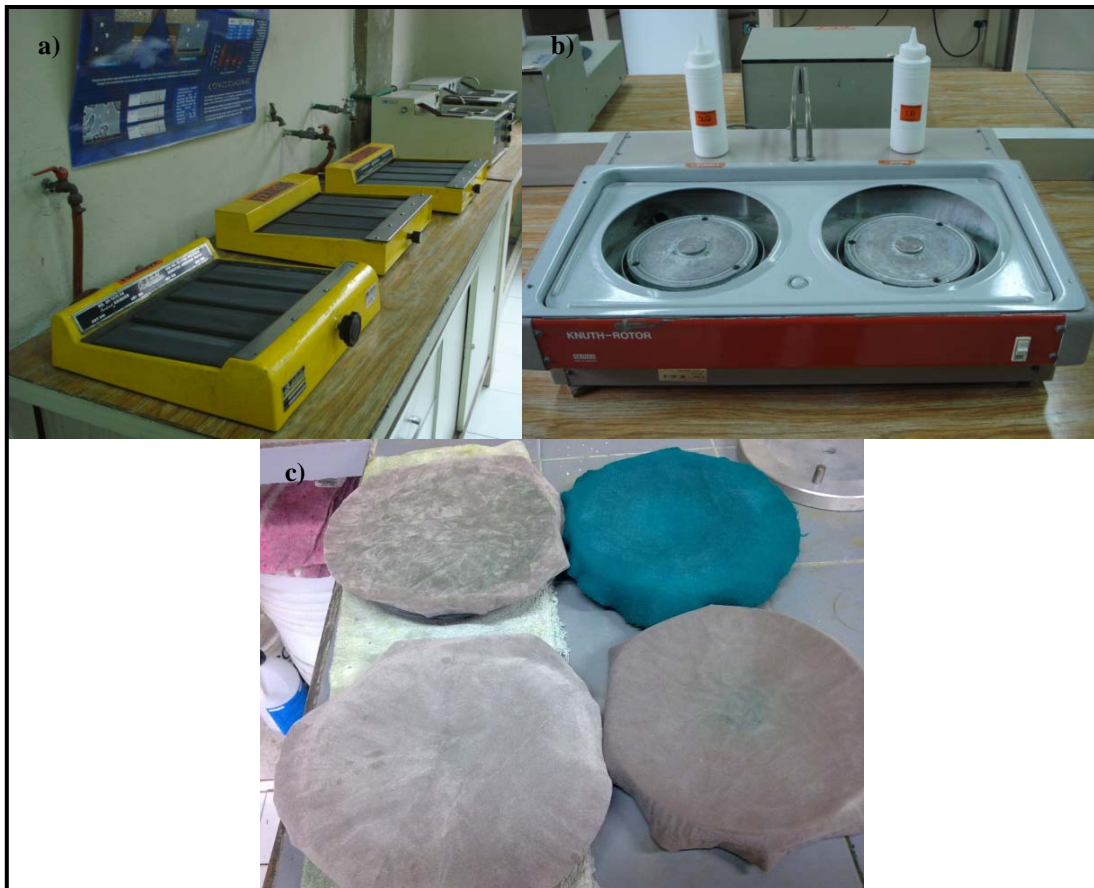


Figura 51. Equipos y materiales empleados para pulir las muestras de Acero Inoxidable 304 y Titanio. a) Lijadoras, b) Platos para la pulitura, c) Telas de diferente grado de pulitura.



Figura 52. Evaporador empleado para aplicar prueba de corrosión a piezas de Acero Inoxidable 304 y Titanio



Figura 53. Vistas del proceso de evaluación de la variación de la viscosidad en la deshidratación de gypsum, en el reómetro.



Figura 54. Perspectiva de muestra sometida a evaluación en el reómetro.



Figura 55. Autoclave y accesorios para la evaluación de la producción de $\alpha\text{-CaSO}_4\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$, en autoclave.

ANEXO D.

NORMAS APLICADA Y ESPECIFICACIONES COMERCIALES

D.1



Designation: E 3 – 01

Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens¹

This standard is issued under the fixed designation E 3; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 The primary objective of metallographic examinations is to reveal the constituents and structure of metals and their alloys by means of a light optical or scanning electron microscope. In special cases, the objective of the examination may require the development of less detail than in other cases but, under nearly all conditions, the proper selection and preparation of the specimen is of major importance. Because of the diversity in available equipment and the wide variety of problems encountered, the following text presents for the guidance of the metallographer only those practices which experience has shown are generally satisfactory; it cannot and does not describe the variations in technique required to solve individual specimen preparation problems.

NOTE 1—For a more extensive description of various metallographic techniques, refer to Samuels, L. E., *Metallographic Polishing by Mechanical Methods*, American Society for Metals (ASM) Metals Park, OH, 3rd Ed., 1982; Petzow, G., *Metallographic Etching*, ASM, 1978; and VanderVoort, G., *Metallography: Principles and Practice*, McGraw Hill, NY, 2nd Ed., 1999.

1.2 This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- A 90/A 90M Standard Test Method for Weight (Mass) of Coating on Iron and Steel with Zinc or Zinc-Alloy Coatings
- E 7 Terminology Relating to Metallography²
- E 45 Practice for Determining the Inclusion Content of Steel²
- E 340 Test Method for Macroetching Metals and Alloys²
- E 407 Test Methods for Microetching Metals and Alloys²
- E 768 Practice for Preparing and Evaluating Specimens for Automatic Inclusion Assessment of Steel²

¹ This guide is under the jurisdiction of ASTM Committee E04 on Metallography and is the direct responsibility of Subcommittee E04.01 on Sampling, Specimen Preparation, and Photography.

Current edition approved April 10, 2001. Published July 2001. Originally published as E 3 – 21 T. Last previous edition E 3 – 95.

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 03.01.

- E 1077 Test Method for Estimating the Depth of Decarburization of Steel Specimens²
- E 1122 Practice for Obtaining JK Inclusion Ratings Using Automatic Image Analysis²
- E 1245 Practice for Determining the Inclusion or Second-Phase Constituent Content of Metals by Automatic Image Analysis²
- E 1268 Practice for Assessing the Degree of Banding or Orientation of Microstructures²
- E 1558 Guide to Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens²
- E 1920 Guide for Metallographic Preparation of Thermal Sprayed Coatings²

3. Terminology

3.1 Definitions:

3.1.1 For definitions used in this practice, refer to Terminology E 7.

3.2 Definitions of Terms Specific to This Standard:

3.2.1 *castable mount*—a metallographic mount generally made from a two component castable plastic. One component is the resin and the other hardener. Both components can be liquid or one liquid and a powder. Castable mounts generally do not require heat and pressure to cure.

3.2.2 *compression mount*—a metallographic mount made using plastic that requires both heat and pressure for curing.

3.2.3 *planar grinding*—is the first grinding step in a preparation procedure used to bring all specimens into the same plane of polish. It is unique to semi or fully automatic preparation equipment that utilize specimen holders.

3.2.4 *rigid grinding disc*—a non-fabric support surface, such as a composite of metal/ceramic or metal/polymer charged with an abrasive (usually 6 to 15 μ m diamond particles), and used as the fine grinding operation in a metallographic preparation procedure.

4. Significance and Use

4.1 Microstructures have a strong influence on the properties and successful application of metals and alloys. Determination and control of microstructure requires the use of metallographic examination.

4.2 Many specifications contain a requirement regarding microstructure; hence, a major use for metallographic examination is inspection to ensure that the requirement is met. Other

E 3

major uses for metallographic examination are in failure analysis, and in research and development.

4.3 Proper choice of specimen location and orientation will minimize the number of specimens required and simplify their interpretation. It is easy to take too few specimens for study, but it is seldom that too many are studied.

5. Selection of Metallographic Specimens

5.1 The selection of test specimens for metallographic examination is extremely important because, if their interpretation is to be of value, the specimens must be representative of the material that is being studied. The intent or purpose of the metallographic examination will usually dictate the location of the specimens to be studied. With respect to purpose of study, metallographic examination may be divided into three classifications:

5.1.1 *General Studies or Routine Work*—Specimens should be chosen from locations most likely to reveal the maximum variations within the material under study. For example, specimens could be taken from a casting in the zones wherein maximum segregation might be expected to occur as well as specimens from sections where segregation could be at a minimum. In the examination of strip or wire, test specimens could be taken from each end of the coils.

5.1.2 *Study of Failures*—Test specimens should be taken as closely as possible to the fracture or to the initiation of the failure. Before taking the metallographic specimens, study of the fracture surface should be complete, or, at the very least, the fracture surface should be documented. In many cases, specimens should be taken from a sound area for a comparison of structures and properties.

5.1.3 *Research Studies*—The nature of the study will dictate specimen location, orientation, etc. Sampling will usually be more extensive than in routine examinations.

5.2 Having established the location of the metallographic samples to be studied, the type of section to be examined must be decided.

5.2.1 For a casting, a section cut perpendicular to the surface will show the variations in structure from the outside to the interior of the casting.

5.2.2 In hot-worked or cold-worked metals, both transverse and longitudinal sections should be studied. Special investigations may require specimens with surfaces prepared parallel to the original surface of the product.

5.2.3 In the case of wire and small rounds, a longitudinal section through the center of the specimen proves advantageous when studied in conjunction with the transverse section.

5.3 Transverse sections or cross sections taken perpendicular to the main axis of the material are often used for revealing the following information:

- 5.3.1 Variations in structure from center to surface,
- 5.3.2 Distribution of nonmetallic impurities across the section,
- 5.3.3 Decarburization at the surface of a ferrous material (see Test Method E 1077),
- 5.3.4 Depth of surface imperfections,
- 5.3.5 Depth of corrosion,
- 5.3.6 Thickness of protective coatings, and
- 5.3.7 Structure of protective coating.

5.4 Longitudinal sections taken parallel to the main axis of the material are often used for revealing the following information:

- 5.4.1 Inclusion content of steel (see Practices E 45, E 768, E 1122, and E 1245),
- 5.4.2 Degree of plastic deformation, as shown by grain distortion,
- 5.4.3 Presence or absence of banding in the structure (see Practice E 1268), and
- 5.4.4 The microstructure attained with any heat treatment.

5.5 The locations of surfaces examined should always be given in reporting results and in any illustrative micrographs. A suitable method of indicating surface locations is shown in Fig. 1.

6. Size of Metallographic Specimens

6.1 For convenience, specimens to be polished for metallographic examination are generally not more than about 12 to 25 mm (0.5 to 1.0 in.) square, or approximately 12 to 25 mm in diameter if the material is cylindrical. The height of the specimen should be no greater than necessary for convenient handling during polishing.

6.1.1 Larger specimens are generally more difficult to prepare.

6.1.2 Specimens that are, fragile, oddly shaped or too small to be handled readily during polishing should be mounted to ensure a surface satisfactory for microscopical study. There are, based on technique used, three fundamental methods of mounting specimens (see Section 9).

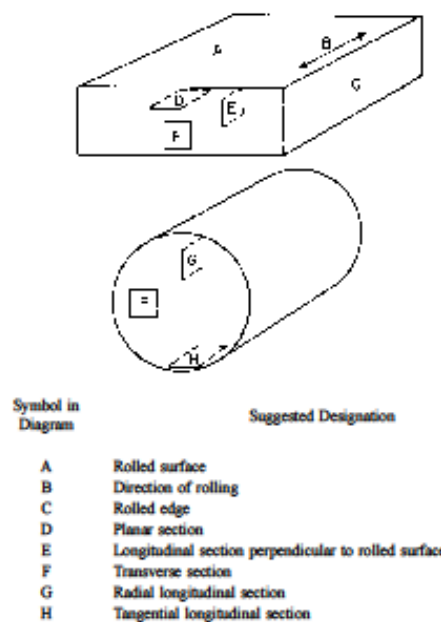


FIG. 1 Method of Designating Location of Area Shown in Photomicrograph.

E 3

7. Cutting of Metallographic Specimens

7.1 In cutting the metallographic specimen from the main body of the material, care must be exercised to minimize altering the structure of the metal. Three common types of sectioning are as follows:

7.1.1 Sawing, whether by hand or machine with lubrication, is easy, fast, and relatively cool. It can be used on all materials with hardnesses below approximately 350 HV. It does produce a rough surface containing extensive plastic flow that must be removed in subsequent preparation.

7.1.2 An abrasive cut-off blade will produce a smooth surface often ready for fine grinding. This method of sectioning is normally faster than sawing. The choice of cut-off blade, lubricant, cooling conditions, and the grade and hardness of metal being cut will influence the quality of the cut. A poor choice of cutting conditions can easily damage the specimen, producing an alteration of the microstructure. Generally, soft materials are cut with a hard bond blade and hard materials with a soft bond blade. Aluminum oxide abrasive blades are preferred for ferrous metals and silicon carbide blades are preferred for nonferrous alloys. Abrasive cut-off blades are essential for sectioning metals with hardness above about 350 HV. Extremely hard metallic materials and ceramics may be more effectively cut using diamond-impregnated cutting blades. Manufacturer's instructions should be followed as to the choice of blade. Table 1 lists the suggested cutoff blades for materials with various Vickers (HV) hardness values.

7.1.3 A shear is a type of cutting tool with which a material in the form of wire, sheet, plate or rod is cut between two opposing blades.

7.2 Other methods of sectioning are permitted provided they do not alter the microstructure at the plane of polishing. All cutting operations produce some depth of damage, which will have to be removed in subsequent preparation steps.

8. Cleanliness

8.1 Cleanliness (see Appendix X1) during specimen preparation is essential. All greases, oils, coolants and residue from cutoff blades on the specimen should be removed by some suitable organic solvent. Failure to clean thoroughly can prevent cold mounting resins from adhering to the specimen surface. Ultrasonic cleaning may be effective in removing the last traces of residues on a specimen surface.

8.2 Any coating metal that will interfere with the subsequent etching of the base metal should be removed before

polishing, if possible. If etching is required, when studying the underlying steel in a galvanized specimen, the zinc coating should be removed before mounting to prevent galvanic effects during etching. The coating can be removed by dissolving in cold nitric acid (HNO_3 , sp gr 1.42), in dilute sulfuric acid (H_2SO_4) or in dilute hydrochloric acid (HCl). The HNO_3 method requires care to prevent overheating, since large samples will generate considerable heat. By placing the cleaning container in cold water during the stripping of the zinc, attack on the underlying steel will be minimized. More information may be found in Test Method A 90/A 90M.

NOTE 2—Picral etchant produces little or no galvanic etching effects when used on galvanized steel.

NOTE 3—The addition of an inhibitor during the stripping of Zn from galvanized coatings will minimize the attack of the steel substrate. NEP (polyethylenepolyamine) or SbCl_3 are two useful inhibitors.

8.3 Oxidized or corroded surfaces may be cleaned as described in Appendix X1.

9. Mounting of Specimens

9.1 There are many instances where it will be advantageous to mount the specimen prior to grinding and polishing. Mounting of the specimen is usually performed on small, fragile, or oddly shaped specimens, fractures, or in instances where the specimen edges are to be examined.

9.2 Specimens may be either mechanically mounted, mounted in plastic, or a combination of the two.

9.3 Mechanical Mounting:

9.3.1 Strip and sheet specimens may be mounted by binding or clamping several specimens into a pack held together by two end pieces and two bolts.

9.3.2 The specimens should be tightly bound together to prevent absorption and subsequent exudation of polishing materials or etchants.

9.3.3 The use of filler sheets of a softer material alternated with the specimen may be used in order to minimize the seepage of polishing materials and etchants. Use of filler material is especially advantageous if the specimens have a high degree of surface irregularities.

9.3.4 Filler material *must* be chosen so as not to react electrolytically with the specimen during etching. Thin pieces of plastic, lead, or copper are typical materials that are used. Copper is especially good for steel specimens since the usual etchants for steels will not attack the copper.

9.3.5 Alternatively, the specimens may be coated with a layer of epoxy resin before being placed in the clamp in order to minimize the absorption of polishing materials or etchants.

9.3.6 The clamp material should be similar in composition to the specimen to avoid galvanic effects that would inhibit etching. The specimen will not etch if the clamp material is more readily attacked by the etchant.

9.3.7 The clamp should preferably be of similar hardness as the specimens to minimize the rounding of the edges of the specimens during grinding and polishing.

9.3.8 Exercise care in clamping the specimen. Excessive clamping pressure may damage soft specimen.

9.4 Plastic Mounting:

9.4.1 Specimens may be embedded in plastic to protect them from damage and to provide a uniform format for both

TABLE 1 Cutoff Blade Selection

Hardness HV	Materials	Abrasive	Bond	Bond Hardness
up to 300	non-ferrous (Al, Cu)	SiC	P or R	hard
up to 400	non-ferrous (Ti)	SiC	P or R	med. hard
up to 400	soft ferrous	Al_2O_3	P or R	hard
up to 500	medium soft ferrous	Al_2O_3	P or R	med. hard
up to 600	medium hard ferrous	Al_2O_3	P or R	medium
up to 700	hard ferrous	Al_2O_3	P or R&R	med. soft
up to 800	very hard ferrous	Al_2O_3	P or R&R	soft
> 800	extremely hard ferrous	CBN	P or M	hard
	more brittle ceramics	diamond	P or M	very hard
	tougher ceramics	diamond	M	ext. hard

P—phenolic

R—rubber

R&R—resin and rubber

M—metal

E 3

manual and automatic preparation. This is the most common method for mounting metallographic specimens. Mounting plastics may be divided into two classes—compression and castable.

9.4.2 The choice of a mounting compound will influence the extent of edge rounding observed during the grinding and polishing operations. There are several methods available that minimize rounding. The specimen may be surrounded by hard shot, small rivets, rings, etc., of approximately the same hardness or, when using a castable resin, a slurry of resin and alumina may be poured around the specimen. The specimen may also be plated before mounting (see Section 10). Many mounting procedures result in sharp edges on the mount corners. The corners should be beveled to remove any plastic mounting flash.

9.4.3 *Compression Mounting*—There are four types of compression mounting plastics used predominantly in the metallographic laboratory (see Table 2). These plastics require the use of a mounting press providing heat (140–180°C) and force (27–30 MPa). Thermosetting plastics can be ejected hot but the best results are obtained when the cured mount is cooled under pressure. Thermoplastic compounds do not harden until cooled and therefore should not be ejected while hot. Regardless of the resin used, the best results are obtained when (1) the specimen is clean and dry, and (2) the cured mount is cooled under full pressure to below 40°C before ejection from the press. This will ensure minimal shrinkage gap formation.

9.4.4 *Castable Plastics*—Castable mounts are usually prepared at room temperature. Some may require an external heat source or applied pressure in order to cure. These resins consist of two or more components which must be mixed just prior to use. There are four kinds of castable plastics in common use (see Table 3).

9.4.5 The molds for castable plastics are often simple cups that hold the resin until it cures. They may be reusable or not; the choice is a matter of convenience and cost. Handling castable resins requires care. They all can cause dermatitis. Manufacturers' recommendations for mixing and curing must be followed to obtain best results.

9.5 *Mounting Porous Specimen:*

9.5.1 Porous or intricate specimens may be vacuum impregnated in order to fill voids, prevent contamination and seepage, and prevent loss of friable or loose components. Impregnation is accomplished by placing the specimen in a mold in a vacuum chamber and then introducing the resin into the mold after the chamber has been evacuated. The introduction of the resin into the mold can be accomplished either by having a funnel or stopcock fitted to the vacuum chamber or by having a basin of the resin present inside the chamber. A low-viscosity resin will produce the best results. The pressure in the chamber must remain above the critical vapor pressure of the hardener to

avoid boiling away the hardener. After the pressure has equilibrated, the resin is introduced into the mold and the vacuum is released and air admitted to the chamber. Atmospheric pressure will force the resin into fine pores, cracks, and holes.

9.5.2 If a low-viscosity resin is used, the funnel and stopcock may be eliminated. The specimen and resin are placed in the mold prior to evacuation. The air in the specimen will bubble out through the resin. Exercise care to ensure the hardening agent is not evaporated during evacuation. Dipping the specimen in the resin prior to placing it in the mold may help in filling voids.

9.5.3 Vacuum impregnation is an effective method for ensuring optimal results for porous metallographic mounts. It is imperative that the specimens be completely dry prior to impregnation.

9.5.4 A more rapid technique but less effective method is to lacquer the specimens with one of the formulations used by the canning industry to line food containers. The formulations are highly penetrating and the cure is a short time at low temperatures. After lacquering, the specimens are mounted in the usual fashion.

10. *Plating of Specimens*

10.1 Specimens such as fractures or those where it is necessary to examine the edges, are often plated to obtain good edge retention. Plating can be done electrolytically or with electroless solutions. These specimens are invariably mounted prior to the grinding and polishing procedures. Electroless plating solutions can be purchased commercially.

10.2 Thoroughly clean the specimen surface prior to plating to ensure good adhesion of the plating. Avoid industrial cleaning treatments that are too harsh and may cause damage to the specimen surface. Milder cleaning treatments that involve detergents, solvents, mild alkaline, or acidic solutions are recommended.

10.3 Chromium, copper, iron, nickel, gold, silver, and zinc may be electrolytically deposited although copper and nickel are predominantly used in metallographic laboratories.

10.3.1 Ferrous metals are commonly plated electrolytically with nickel or copper. A flash coat in a copper or electroless nickel bath can be first applied for specimens that are difficult to electroplate.

10.3.2 Nonferrous metals may be plated with silver and the precious metals may be plated with nickel, gold, or silver.

10.4 The plating material should not react galvanically with the base metal of the specimen during plating, polishing, or etching.

10.5 Electroless plating is preferred to electrolytic plating

TABLE 2 Characteristics of Hot-Compression Mounting Compounds

Type of Compound	Characteristics
Acrylic	thermoplastic, cure time 10–15 min, optically clear, moderate shrinkage, low abrasion resistance, degraded by hot etchants
Diallyl phthalate ^a	thermosetting, cure time 5–10 min, opaque, minimal shrinkage, good resistance to etchants, moderate abrasion resistance
Epoxy ^a	thermosetting, cure time 5–10 min, opaque, very low shrinkage, good resistance to etchants, high abrasion resistance
Phenolic ^a (Bakelite)	thermosetting, cure time 5–10 min, opaque, moderate shrinkage, degraded by hot etchants, moderate abrasion resistance

^a These compounds may be filled with wood flour, glass fiber or mineral particulate.

E 3

TABLE 3 Characteristics of Castable Mounting Compounds

Type of Compound	Characteristics
Acrylic	Cure time 8-15 min, moderate shrinkage, peak curing temperature can reach 90-120°C during polymerization, low abrasion resistance, opaque to transparent
Polyester-acrylic (quartz-filled)	Cure time 8-15 min, very low shrinkage, peak curing temperature can reach 90-120°C during polymerization, high abrasion resistance, opaque
Polyester	Cure time 30-60 min, high shrinkage, peak curing temperature can reach 90-120°C during polymerization, moderate abrasion resistance, transparent
Epoxy	Cure time 1½-20 h, very low shrinkage, good adhesion, low heat generation during polymerization, moderate abrasion resistance, low viscosity (good for vacuum impregnation), transparent

for specimens with rough, porous, or irregular surfaces, because the electroless solution provides better surface coverage and penetration.

10.6 Active metals such as zinc and aluminum are difficult to plate. Sometimes a flash cyanide copper plate can be deposited, which then can be followed by normal plating from a sulfate bath. Evaporated coatings of copper, gold, or chromium may also be used as starter coatings.

10.7 It is recommended that the plating thickness be at least 5µm.

11. Grinding and Polishing

General Information

11.1 Many metals and alloys can be prepared using a similar sequence of grinding and polishing. Hard alloys may require greater pressure than soft alloys. The major differences will be in the final polishing. Some metals and alloys will require specific combinations of abrasive and support material, but a surprising number can be handled by the same procedure. Supplies and instructions for grinding, lapping, and polishing are readily obtainable from laboratory supply houses.

11.2 *Grinding*—Grinding can be done in a number of ways, ranging from rubbing the specimen on a stationary piece of abrasive paper to the use of automatic devices. The choice of method depends on the number and type of specimens to be done, financial considerations and requirements such as flatness and uniformity.

11.2.1 Abrasive grit size designations in this practice are expressed in the ANSI (American National Standards Institute) or CAMI (Coated Abrasives Manufacturers Institute) system units with the corresponding FEPA (European Federation of Abrasive Producers) numbers in parentheses. Table 4 provides a correlation between these two systems and the approximate median particle diameter for a given size in micrometres.

11.2.2 Grinding should start with the finest paper, platen or stone capable of flattening the specimen and removing the effects of prior operations, such as sectioning. The subsequent steps should remove the effects of previous ones in a short time. Grinding consists of two stages—planar (rough) and fine.

11.2.3 Planar or rough grinding [240 grit (P220) and coarser] may be performed on belts, rotating wheels or stones. In some methods, diamond abrasives are used on rigid platens. Planar grinding may be used to accomplish the following:

11.2.3.1 Flatten an irregular or damaged cut surface,

11.2.3.2 Remove sectioning damage, scale and other surface conditions prior to mounting,

11.2.3.3 Remove substantial amounts of specimen material to reach a desired plane for polishing,

TABLE 4 European/USA Grit Grade Comparison Guide

Grit Number	FEPA		ANSI/CAMI	
	Size (µm)	Grit Number	Size (µm)	Grit Number
P120	125.0	120	116.0	120
P150	100.0	180	78.0	180
P220	68.0	220	66.0	220
P240	58.5
P280	52.2	240	51.8	240
P320	46.2
P360	40.5	280	42.3	280
P400	35.0	320	34.3	320
P500	30.2
P600	25.8	360	27.3	360
P800	21.8	400	22.1	400
P1000	18.3	500	18.2	500
P1200	15.3	600	14.5	600
P1500	12.6	800	11.5	800
P2000	10.3	1000	9.5	1000
P2500	8.4	1500	8.0	1500
P4000 ^a	5.0

^a Not found in the FEPA grading system.

ANSI—American National Standards Institute
CAMI—Coated Abrasives Manufacturers Institute
FEPA—European Federation of Abrasive Producers

11.2.3.4 Level the mount surface.

11.2.4 In fine grinding, damage to the specimen incurred from the planar or rough grinding step must be removed. The specimen is either ground on successively finer abrasive papers (using water to wash away grinding debris and to act as a coolant) or on a rigid disc or cloth charged with a suitable abrasive.

11.2.5 After all grinding is done, the specimen must be cleaned thoroughly. Ultrasonic cleaning in a water/soap solution containing a corrosion inhibitor may prove beneficial.

11.3 *Polishing*—Polishing is usually distinguished from grinding by the use of loose abrasive ($\leq 6\mu\text{m}$) embedded in an appropriately lubricated supporting surface. The choice of abrasive, lubricant, and polishing surface support is often specific to the metal and the object of the investigation. Polishing can be divided into rough and fine (final) stages.

11.3.1 Rough polishing is often sufficient for routine evaluations like microindentation hardness and grain size.

11.3.2 When fine polishing is required, it may be performed with diamond or an oxide slurry step or both. The choice of final polishing abrasive type and size is dictated by the hardness of the specimen. For instance, a 1µm diamond final polish is often sufficient for many grades of steel, however, softer steels and non-ferrous materials often require an additional polishing step with an oxide slurry or suspension of SiO₂ or Al₂O₃. Final polishing cloths are generally softer and higher in nap than rough polishing cloths. Therefore, polishing time and force must be kept to a minimum to avoid artifacts such as

E 3

edge rounding and relief.

11.3.3 Careful cleaning of the specimen between stages is mandatory to prevent contamination by coarser abrasive. Ultrasonic cleaning may be effective.

11.3.4 The polishing operations may be conducted by manual or by automated methods (preferred).

Manual (Hand-held) Methods

11.4 When grinding manually, the specimen should be moved back and forth across the paper to allow for even wear. Between grinding steps, the specimen should be rotated 45–90°. At the end of grinding on each paper, the surface of the specimen and its mount, if any, should be flat with one set of unidirectional grinding scratches.

11.5 Manual polishing methods consist of holding the specimen by hand against an abrasive-charged rotating wheel and moving the specimen in a circular path around the wheel against the direction of rotation of the wheel. The specimen should be held firmly in contact with the wheel.

11.6 The amount of force applied along with the rate of movement of the specimen during grinding and polishing is a matter of personal preference and experience. In the preparation of difficult materials such as thermally sprayed coatings or composites, the operating parameters must be strictly controlled.

11.7 A traditional manual preparation sequence consists of a series of grinding and polishing steps and may be similar to those listed in Table 5.

Automated Methods

11.8 Many styles of automated specimen preparation machinery are available. Most units can perform grinding and polishing steps. Many use holders capable of accommodating multiple specimens. Major advantages of automated grinding and polishing procedures are the consistent quality of specimen preparation and the substantial decrease in time. Therefore, automated techniques are recommended over manual techniques.

11.9 Most of the devices for automated grinding and polishing move the specimen around a rotating wheel covered

with abrasive so that the specimen follows an epicycloid path. In some devices, the specimen rotates on its own axis as well. The resulting scratch pattern now consists of randomly oriented arcs. Deciding when the previous scratches have been removed is more difficult than with directional (manual) grinding. The specimen surface should show uniform scratches before proceeding to the next step. Cleaning between stages is required to prevent carryover of abrasives and contamination of subsequent preparation surfaces.

11.10 Table 5 illustrates a traditional automated preparation method. This method uses conventional SiC papers for grinding and is suitable for all but the hardest of materials. Tables 6 and 7 are preparation methods that utilize rigid grinding discs or cloths for fine grinding. The method in Table 6 has been shown to be effective for the preparation of materials harder than HRC45. The method in Table 7 may be used for the preparation of materials softer than HRC45. These procedures may produce excellent results outside of the recommended hardness ranges.

12. Special Procedures

12.1 Occasionally, the metallographer is faced with the preparation of unfamiliar specimens or with special situations. Anticipation of every possible situation is, of course, impossible but some guidance can be offered.

12.1.1 When used properly, electrolytic polishing can produce near deformation-free surfaces but works best on solid solution alloys. Once the operating parameters are set, specimens can be prepared quickly. See Guide E 1558.

12.1.2 Vibratory polishing produces excellent results on many materials. Although slow, a number of specimens can be prepared simultaneously. It is especially advantageous for soft materials.

12.2 *Porous Specimens*—Specimens with continuous or open pores can be vacuum-impregnated (see 9.5) with epoxy. Specimens with closed pores are mounted by a suitable method, ground through the fine grinding stage, cleaned, and dried thoroughly. The surface is then wiped with epoxy mounting compound, usually the same material used to mount the specimen, to seal the pores. After hardening, the last

TABLE 5 Preparation Method 1 (General Use)

Surface	Lubricant	Abrasive Type/Size ANSI (FEPA)	Time sec.	Force ^A N(lbf)	Platen RPM ^B	Rotation
Planar Grinding paperstone	water	120–320 (P120–400) grit SiC/Al ₂ O ₃	15–45	20–30 (5–8)	200–300 ^C	CO ^D
Fine Grinding paper	water	240 (P220) grit SiC	15–45	20–30 (5–8)	200–300	CO
paper	water	320 (P500) grit SiC	15–45	20–30 (5–8)	200–300	CO
paper	water	600 (P1200) grit SiC	15–45	20–30 (5–8)	200–300	CO
Rough Polishing low/nap cloth	compatible lubricant	6µm diamond	120–300	20–30 (5–8)	100–150	CO
Final Polishing med./high nap cloth	compatible lubricant	1µm diamond	60–120	10–20 (3–5)	100–150	CO
synthetic suede ^E	water	0.04µm colloidal silica or 0.05µm alumina	30–60	10–20 (3–5)	100–150	CONTRA ^F

^A Force per 30 mm (1¼ in.) diameter mount.

^B Power heads generally rotate between 25 and 150 rpm.

^C High-speed stone grinders generally rotate at greater than 1000 rpm.

^D Complimentary rotation, surface and specimen rotate in same direction.

^E Optional step.

^F Contra rotation, surface and specimen rotate in opposite directions.

E 3

TABLE 6 Preparation Method 2 for Harder Materials \geq HRC 45 (450 HV)

Surface	Lubricant	Abrasive Type/Size ANSI (FEPA)	Time sec.	Force ^A N(lbf)	Platen RPM ^B	Rotation
Planar Grinding paperstone	water	120–320 (P120–400) grit SiC/Al ₂ O ₃	15–45	20–30 (5–8)	200–300 ^C	CO ^D
Fine Grinding rigid disc	compatible lubricant	6–15 μ m diamond	180–300	20–30 (5–8)	100–150	CO
Rough Polishing low/no nap cloth	compatible lubricant	3–6 μ m diamond	120–300	20–30 (5–8)	100–150	CO
Final Polishing med./high nap cloth	compatible lubricant	1 μ m diamond	60–120	10–20 (3–5)	100–150	CO
synthetic suede ^E	water	0.04 μ m colloidal silica or 0.05 μ m alumina	30–60	10–20 (3–5)	100–150	CONTRA ^F

^A Force per 30 mm (1¼ in.) diameter mount.

^B Power heads generally rotate between 25 and 150 rpm.

^C High-speed stone grinders generally rotate at greater than 1000 rpm.

^D Complimentary rotation, surface and specimen rotate in same direction.

^E Optional step.

^F Contra rotation, surface and specimen rotate in opposite directions.

TABLE 7 Preparation Method 3 for Softer Materials \leq HRC 45 (450 HV)

Surface	Lubricant	Abrasive Type/Size ANSI (FEPA)	Time sec.	Force ^A N(lbf)	Platen RPM ^B	Rotation
Planar Grinding paperstone	water	120–320 (P120–400) grit SiC/Al ₂ O ₃	15–45	20–30 (5–8)	200–300 ^C	CO ^D
Fine Grinding heavy nylon cloth	compatible lubricant	6–15 μ m diamond	180–300	20–30 (5–8)	100–150	CO
Rough Polishing low/no nap cloth	compatible lubricant	3–6 μ m diamond	120–300	20–30 (5–8)	100–150	CO
Final Polishing med./high nap cloth	compatible lubricant	1 μ m diamond	60–120	10–20 (3–5)	100–150	CO
synthetic suede ^E	water	0.04 μ m colloidal silica or 0.05 μ m alumina	30–60	10–20 (3–5)	100–150	CONTRA ^F

^A Force per 30 mm (1¼ in.) diameter mount.

^B Power heads generally rotate between 25 and 150 rpm.

^C High-speed stone grinders generally rotate at greater than 1000 rpm.

^D Complimentary rotation, surface and specimen rotate in same direction.

^E Optional step.

^F Contra rotation, surface and specimen rotate in opposite directions.

fine-grinding stage is repeated to remove the excess material, and specimen preparation is continued as usual. The choice of epoxy for impregnation depends on the nature of the specimen. It should be inert toward the specimen.

12.3 *Composite Materials*—Composite materials, particularly hard fibers in a soft matrix or wires in a soft insulation, can be particularly difficult to prepare. The best approach is to first seal or impregnate pores or holes. Then grind carefully, using copious lubrication. The grinding surface must be kept flat and firm. In the polishing stages, the substrate should have no nap and should be fairly hard. Diamond abrasive is recommended. Both will minimize rounding of the hard components. Sometimes, a compromise will have to be made between accepting a few artifacts such as scratches or rounded edges.

12.4 *Coated Materials*:

12.4.1 Coated metals, such as galvanized steel, electroplated metal, enamel ware, and so forth, can be considered a variety of composite materials. They present problems of their own, such as flaking, chipping, and rounding. For example, some coatings are so thin as to be unresolvable on simple cross sections (tinsplate). Other problems are the presence of a soft coating on a harder substrate (galvanized steel) or a hard brittle coating on a soft substrate (porcelain enamel on aluminum).

12.4.1.1 The problem of thin coatings can be handled by using a taper mount. In this method, the specimen is mounted so that the plane of polish is at a small angle to the plane of the surface. For example, a tapered plug is inserted in the mounting press with the taper up. A blank tapered mount is prepared. Masking tape is wrapped around the circumference of the mount to make a well on the tapered end. A small amount of epoxy mounting compound is mixed. The specimen, cut to fit inside the well, is wetted with the epoxy and laid on the face of the tapered mount, coated side up. Using a probe, the specimen is pressed down firmly onto the tapered face. The balance of the epoxy compound is added and allowed to harden. The mounted specimen is ground and polished on the epoxy face in the conventional manner exercising care that the plane of polish is perpendicular to the cylindrical axis of the mount. This is easily done with most automatic grinding machines.

12.4.1.2 The problem of soft coatings can be solved by the use of a suitable backup. A piece of spring steel is useful to hold the backup in place, or the backup may be cemented to the specimen. The cement can act as an insulation to minimize galvanic effects. Caution: some cements will dissolve in epoxy mounting compounds. A particularly suitable backup is another piece of the same material, with the coating sandwiched in. Another solution is to add another coating, for example,

E 3

electroplate. However, this may introduce undesirable galvanic effects during etching. Galvanic problems may arise also from the interaction of the coating and its substrate. The mounting procedure used must result in excellent adhesion to the coated surface to minimize edge rounding. If edge rounding persists, the polishing time and applied force may have to be decreased.

12.4.1.3 Hard coatings on softer substrates can be mounted with a backup piece or a hard-filled mounting compound. Diamond abrasives on a napless cloth will minimize surface relief during polishing.

12.5 Fragile specimens should be mounted in one of the castable mounting formulations. Vacuum impregnation will ensure filling of holes and cavities (see 9.5). Thin walls can be reinforced by electroless nickel plating, which will alleviate the rounding problem.

12.6 Likewise, friable specimens can be bound together by impregnation with plastic or by electroless nickel plating, or both. Further guidance can be found in texts on preparation of mineralogical specimens.

13. Precision and Bias

13.1 Because use of this practice does not produce numerical results, no statement of precision or bias is possible.

14. Keywords

14.1 alloys; grinding; metallography; metals; mounting; polishing; sectioning; specimen preparation (metallographic)

APPENDIXES

(Nonmandatory Information)

X1. CLEANING SPECIMENS

X1.1 Metallographers frequently need to clean specimens. In some instances, the adherent debris, oxidation, or corrosion product must be collected for analysis, for example, by X-ray diffraction. In other cases, the adherent matter is of no interest, it merely needs to be removed. If the underlying surface is of no interest, the surface can be shot blasted, wire brushed, or ground. However, if the underlying surface is important, for example, a fracture surface, then the cleaning operation must do as little damage as possible. These different aims of the cleaning operation must be kept in mind before formulating the cleaning program.

X1.2 When the adherent material is to be analyzed, a variety of procedures may be applied depending upon whether or not the underlying surface can or cannot be damaged.

X1.2.1 In the case of debris or corrosion product on the surface of a part, a stylus, scalpel, or other sharp object can be used to scrape off or pry off enough material for analysis. This will do some damage to the surface, but it will be localized.

X1.2.2 As an alternative, use cellulose acetate replicating tape to remove surface debris by the extraction replica approach. A number of approaches have been developed and are described in STP 547³ as well as in many textbooks on electron microscopy. Generally, thick (0.127 mm or 0.005 in.) tape is employed. One surface is moistened with acetone and then pressed against the debris-coated surface. After it dries, strip off the tape in the same way as you would remove adhesive tape. The debris will adhere to the tape.

X1.3 When the surface is to be examined, but the adherent debris will not be analyzed, several approaches can be used. Always try the simplest, safest methods first. For example, use

a blast of compressed air to remove any loosely adherent material. A soft camel-hair brush or a soft toothbrush may also be useful for removing loosely adherent matter.

X1.3.1 If the techniques in X1.3 do not suffice, try aqueous solutions, organic solvents, or alcohol with an ultrasonic cleaner. Aqueous solutions (8 g of Alconox per litre of warm water) containing Alconox⁴, a detergent, have been found (1, 2) to be effective. Follow the Alconox bath with rinsing under running water, then dry. Organic solvents, such as acetone, ethyl methyl ketone, toluene, xylene, or alcohol (ethanol is preferable to methanol because of potential health problems with the latter) are also very effective. Before choosing one of these solutions, be sure that it will not adversely affect the material being cleaned. Avoid use of chlorinated organic solvents (such as trichlorethylene or carbon tetrachloride) due to their carcinogenic nature. Repeated replication, as described in X1.2.2, is an effective method for cleaning fractures (3, 4).

X1.3.2 When the procedures in X1.3 and X1.3.1 are unsuccessful, more drastic methods are required. Electrolytic cleaning solutions (Table X1.1), have been found to be quite useful. An inert material (stainless steel, graphite, or platinum, for example) is used as an anode, while the specimen is the cathode in the electrolytic cell. Some of these solutions can generate dangerous fumes, hence they should be used under a hood with care. Endox 214⁵ has been found (1) to be useful for cleaning heavily rusted steel fractures.

X1.3.3 Cathodic cleaning solutions or acid-inhibited baths have also been employed to clean fractures (3, 5). However, as the degree of corrosion or oxidation increases, fracture features will be destroyed to a greater extent and cleaning, while it can

³ "Manual Electron Metallography Techniques," 1973. Available from ASTM Headquarters. Request STP 547.

⁴ Alconox is available from Alconox, Inc., New York, NY 10003. An equivalent can be used.

⁵ Endox 214 is available from Enthone, Inc., West Haven, CT 06516. An equivalent can be used.

E 3

TABLE X1.1 Cleaning Solutions for Use When Standard Methods Are Inadequate

6N HCl plus 2 g/L Hexamethylene tetramine ^a	Immerse specimen in solution for 1 to 15 min. Good for steels. Cleaning action can be enhanced by light brushing or by brief (5 s) periods in an ultrasonic cleaner.
3 mL HCl 4 mL 2-Butyne-1, 4 diol inhibitor 50 mL water ^b	Use a fresh solution at room temperature. Use in an ultrasonic cleaner for about 30 s.
49 mL water 49 mL HCl 2 mL Rodine-50 Inhibitor ^c	Wash specimen in alcohol for 2 min in an ultrasonic cleaner before and after a 2-min ultrasonic cleaning period with the inhibited acid bath.
6 g sodium cyanide 6 g sodium sulphite 100 mL distilled water ^{d,e,f}	Electrolytic rust removal solution. Use under a hood with care. Use 100-mA/cm ² current density for up to 15 min.
10 g ammonium citrate 100 mL distilled water ^g	Use solution heated to 30°C (86°F).
70 mL orthophosphoric acid 32 g chromic acid 130 mL water ^h	Recommended for removing oxides from aluminum alloy fractures (some sources claim that only organic solvents should be used).
8 oz endox 214 powder 1000 mL cold water (add small amount of Photo-Flo) ^{i,j}	Use electrolytically at 250-mA/cm ² current density for 1 min with a Pt cathode to remove oxidation products. Wash in an ultrasonic cleaner with the solution for 1 min. Repeat this cycle several times if necessary. Use under a hood.

^a deLeiris, H., et al, "Techniques for Removing Rust from Fractures of Steel Parts that are to be Examined by Electron Microfractography," *Mem. Sci. Rev. Met.*, Vol 63, No. 5, May 1966, pp. 463-472.

^b Dahlberg, E. P., "Techniques for Cleaning Service Failures in Preparation for Scanning Electron Microscope and Microprobe Analysis," *Scanning Electron Microscopy*, 1974, Part IV, pp. 911-918.

^c Brooks, C. E., and Lundin, C. D., "Rust Removal from Steel Fractures—Effect on Fractographic Evaluation," *Microstructural Science*, Vol 3A, Elsevier, NY, 1975, pp. 21-33.

^d deLeiris, H., et al, "Techniques for Removing Rust from Fractures of Steel Parts That Are to be Estimated by Electron Microfractography," *Mem. Sci. Rev. Met.*, Vol 63, No. 5, May 1966, pp. 463-472.

^e Russ, J. C., and Miller, G. A., "Effect of Oxidization on the Electron Fractographic Interpretation of Fractures in Steel," *JISI*, December 1969, pp. 1635-1638.

^f Pickwick, K. M., and Smith, E., "The Effect of Surface Contamination in SEM Fractographic Investigations," *Micron*, Vol 3, No. 2, 1972, pp. 224-237.

^g Interrante, C. G., and Hicho, G. E., "Removal of Iron-Sulfide Deposits from Fracture Surfaces," *ASTM STP 610*, 1976, pp. 349-365.

^h Beachem, C. D., *The Interpretation of Electron Microscope Fractographs*, NRL Report 6360, U.S. Government Printing Office, Jan. 21, 1966.

ⁱ Yuzawich, P. M., and Hughes, C. W., "An Improved Technique for Removal of Oxide Scale from Fractured Surfaces of Ferrous Materials," *Prakt. Met.*, Vol 15, April 1978, pp. 184-195.

^j Goubau, B., and Werner, H., "Microfractographic Investigation of Fracture Surfaces Coated With Magnetite," *Prakt. Met.*, Vol 17, No. 5, May 1980, pp. 209-219.

remove the surface deposits, cannot restore damaged fracture features.

X1.3.4 A number of proprietary rust removal solutions have been developed. These are premixed and used directly out of the container. Two such products are described in Refs 6 and 7.

X1.3.5 Cleaning can also be accomplished by argon-ion

bombardment (6) or by use of a glow-discharge method (7, 8). These methods require specialized equipment.

X2. APPLIED LOAD CONVERSIONS

X2.1 Automated preparation machines commonly display force in either pound-force (lbf) or newtons (N). The ability to convert from one unit to the other may be necessary when trying to interpret a documented procedure.

X2.1.1 To convert from pound-force to newton multiply the pound-force value by 4.5.

X2.1.2 To convert from newton to pound-force multiply the newton value by 0.225.

X2.2 When multiple specimens of equal contact area are held in a holder, the applied force must be divided by the number of specimens in the holder to determine the load per specimen.

X2.2.1 Some automated machines apply force individually to each specimen. In this case it is necessary to divide the force by the contact area to determine the load per specimen.

X2.3 Caution should be taken when using automated machines that display pressure in pound-force per square inch (psi). Typically, the machine is displaying the air pressure within the loading cylinder and not the actual pressure applied to either the specimen holder or individual specimen.

X2.4 When converting from a force to a pressure, the surface area of the specimen(s) must be determined. The value of force is then divided by the contact area to determine the required pressure.

E 3

X3. PROCEDURE IMPROVEMENT

X3.1 To improve the preparation of a particular material, try one of the preparation methods described in Table 5, Table 6, or Table 7. Following are general guidelines that may help improve results.

X3.2 If a material is being prepared for the first time, the surface should be microscopically examined after every step.

X3.3 Before proceeding to the next step, be sure that all deformation and artifacts from the previous step, such as scratches, pull-outs or embedded grains, are completely removed. It is difficult to identify when an artifact was introduced if the specimen is not examined prior to the final step. You must know when the artifact was introduced in order to improve the method.

X3.4 Keep the preparation times as short as possible. Excessive preparation wastes consumables and may introduce artifacts such as relief and edge rounding.

X3.5 New consumables such as polishing cloths or diamond grinding products may need to be "broken in" for a short period prior to use.

X3.6 The following section lists common preparation artifacts and prevention measures.

X3.7 *Scratches*—Scratches are grooves in the surface of the specimen produced by the points of abrasive particles.

X3.7.1 Make sure that after planar grinding the surface of all of the specimens in the holder exhibit the same uniform scratch pattern over the entire specimen. Repeat the planar grinding step if necessary.

X3.7.2 Clean the specimens and holder carefully after each step to avoid contamination.

X3.7.3 If there are still scratches left over from the previous step after finishing the current step, increase the preparation time by 25 to 50 %. If this does not work then you should consider altering the method by inserting an intermediate step.

X3.8 *Deformation*—Deformation can be classified by two types, elastic and plastic. Elastic deformation disappears when the applied load is removed. Plastic deformation, often called cold work, can be induced during sectioning, mounting, grinding, lapping or polishing. Residual plastic deformation can first be seen after etching. Only deformation that was introduced during metallographic preparation can be eliminated with procedure modification. Deformation from manufacturing operations such as bending, drawing and stretching are not considered because they cannot be removed by altering the preparation method.

X3.8.1 If the deformation is visible in brightfield in the unetched condition, please see X3.7.3 Scratches, for tips on how to improve the preparation.

X3.8.2 If after etching, the deformation is restricted to single or a few grains then it is minimal and may be removed by repeating the previous step.

X3.8.3 If after etching, the deformation is well defined covering several grains or even the whole specimen, then it may have been recently introduced. Check and clean the polishing cloth for possible contamination. Replace the cloth if results do not improve (see section X.2.1.4). Repeat the previous step.

X3.8.4 If after etching, the deformation is in the form of long, blunt lines covering several grains (with possible interruptions) then it may have been introduced from an earlier stage. Repeat the procedure starting from the fine grinding stage.

X3.9 *Smearing*—Smearing is the flow of material at the surface of the specimen. It is the result of material being "pushed" across the surface instead of being cut.

X3.9.1 Check the amount of lubricant. Smearing most often occurs when lubrication levels are too low. Increase or change the lubricant to eliminate smearing.

X3.9.2 Check the applied load. Excessive loads can result in smearing. Reduce the load to eliminate smearing.

X3.9.3 Check the abrasive size. Abrasives grains that are too small may not be effective in material removal. Increase the abrasive grain size.

X3.10 *Edge Rounding*—Edge rounding results when the edge of the specimen abrades at a greater rate than the body of the specimen.

X3.10.1 Mount the specimen. Unmounted specimens always exhibit greater edge rounding than mounted specimens.

X3.10.2 Use the correct mounting compound. There should be minimal shrinkage of the mounting compound away from the specimen. Try to match the abrasion resistance of the mounting compound closely to that of the specimen. See Section 9.

X3.10.3 If the edge rounding first occurred during grinding, consider changing the grinding substrate to a less resilient form. Also consider changing the abrasive type. Diamond abrasive is often more effective than SiC at cutting hard materials.

X3.10.4 Reduce polishing times as much as possible. Long polishing procedures often result in excessive edge rounding.

X3.10.5 Reduce applied load. Normally lower loads result in less edge rounding.

X3.10.6 Change the polishing lubricant. Oil or water/oil type lubricants may help preserve edges.

X3.10.7 Change the polishing cloth. Less resilient cloths produce better edges.

X3.10.8 If the preceding steps are ineffective then consider plating the specimen. See Section 10.

X3.11 *Relief*—Relief results when material from different phases is removed at different rates due to varying hardness or wear rate of individual phases.

X3.11.1 Relief normally first occurs during polishing. However, if there are extreme differences in the hardness between phases it may occur during grinding. If this is the case then an

E 3

alternative grinding method should be considered. See Tables 5 and 6.

X3.11.2 Polishing time should be kept to a minimum.

X3.11.3 Polishing cloths that have less resiliency produce less relief (see Edge Rounding in X3.10).

X3.11.4 The polishing abrasive should be at least 2.5 times harder (on the Vickers scale) than the hardest phase being polished.

X3.12 *Pull-outs*—Pullouts are the cavities left in the surface after grains or particles are torn out during preparation.

X3.12.1 Avoid high loads during grinding and polishing.

X3.12.2 Do not use coarse abrasives for Planar or Fine grinding steps.

X3.12.3 Do not make large abrasive size jumps between preparation steps. Insert an intermediate step if necessary.

X3.12.4 Napless polishing cloths produce less pull-out than napped cloths.

X3.12.5 Every step has to remove the damage from the previous step, and has to introduce as little damage as possible.

X3.12.6 Check the specimen after every step in order to find out when the pull-out occurs.

X3.13 *Gaps*—Gaps are the voids between the mounting compound and the specimen. Gaps can result in a variety of preparation artifacts such as edge rounding, contamination and staining.

X3.13.1 Clean and dry the specimen thoroughly prior to mounting.

X3.13.2 Select a mounting compound with low shrinkage (see Section 9).

X3.13.3 For hot compression mounting, cool the specimen under pressure.

X3.13.4 For castable mounting compounds, avoid high curing temperatures. It may be necessary to cool the specimen during the curing.

X3.13.5 Specimen height should be kept as low as practical to minimize gaps when using hot compression mounting.

X3.14 *Contamination*—Contamination is material from a source other than the specimen itself which is deposited on the specimen surface during grinding or polishing.

X3.14.1 Thoroughly clean the specimen between preparation steps (see 11.2.5, 11.3.3).

X3.14.2 Store grinding and polishing discs in a clean, dust-free environment.

X3.14.3 Change grinding or polishing substrate/abrasive if necessary.

X3.15 *Embedded Abrasive*—Embedded abrasive results when loose grinding, lapping, or polishing abrasive sticks into the surface of the specimen.

X3.15.1 Embedded abrasive is most common with soft non-ferrous materials.

X3.15.2 Change to a more resilient grinding substrate.

X3.15.3 Use a block of paraffin or candle to "pick up" loose SiC particles on fine grit papers. This is done by lightly passing the paraffin block across the paper.

X3.15.4 Change to a more resilient polishing substrate when using diamond abrasives that are less than 3 μ m in diameter.

X3.15.5 Change to an oil or water/oil-based polishing lubricant.

X3.16 *Lapping Tracks*—Lapping tracks are indentations on the specimen surface made by abrasive particles moving freely (rolling) on a hard surface. Lapping tracks can be produced during both grinding and polishing.

X3.16.1 Change to a more resilient grinding or polishing substrate.

X3.16.2 Increase the applied load in 10 % increments until the lapping tracks disappear.

X3.16.3 Employ optimal dynamics.

REFERENCES

- (1) Yuzawich, P. M., and Hughes, C. W., "An Improved Technique for Removal of Oxide Scale from Fractured Surfaces of Ferrous Materials," *Practical Metallography*, Vol 15, April 1978, pp. 184-195.
- (2) Zipp, R. D., "Preservation and Cleaning of Fracture for Fractography," *Scanning Electron Microscopy*, Part I, 1979, pp. 355-362.
- (3) Russ, J. C., and Millar, G. A., "Effect of Oxidation on the Electron Fractographic Interpretation of Fractures in Steel," *Journal, Iron and Steel Institute*, Vol 207, December 1969, pp. 1635-1638.
- (4) Pickwick, K. M., and Smith, E., "The Effect of Surface Contamination in SEM Fractographic Investigations," *Micron*, Vol 3, No. 2, 1972, pp. 224-237.
- (5) Lane, G. S., and Ellis, J., "The Examination of Corroded Fracture Surfaces in the Scanning Electron Microscope," *Corrosion Science*, Vol 11, September 1971, pp. 661-663.
- (6) Macmillan, J. W., and Flewitt, P. E. J., "Assessment of Methods for Cleaning Oxide from Fracture Surfaces for Examination in a Scanning Electron Microscope," *Micron*, Vol 6, No. 3/4, 1975, pp. 141-146.
- (7) ASTM Task Group E24.02, "Clean Surfaces for Fractography," ASTM STP 600, ASTM, Philadelphia, PA, 1976, pp. 251-253.
- (8) Hajjicek, D. J., et al., "Development of a Cleaning Method for SEM Fractographic Analysis of Impulsively Loaded Cylinders," *Microstructural Science*, Vol 5, Elsevier, NY, 1977, pp. 413-421.



The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

D.2



Designation: G 48 – 00

Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution¹

This standard is issued under the fixed designation G 48; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

1. Scope

1.1 These test methods cover procedures for the determination of the resistance of stainless steels and related alloys to pitting and crevice corrosion (see Terminology G 15) when exposed to oxidizing chloride environments. Four procedures are described and identified as Methods A, B, C, and D.

- 1.1.1 *Method A*—Ferric chloride pitting test.
- 1.1.2 *Method B*—Ferric chloride crevice test.
- 1.1.3 *Method C*—Critical pitting temperature test.
- 1.1.4 *Method D*—Critical crevice temperature test.

1.2 Method A is designed to determine the relative pitting resistance of stainless steels and nickel-base, chromium-bearing alloys, whereas Method B can be used for determining both the pitting and crevice corrosion resistance of these alloys. Methods C and D allow for a ranking of alloys by minimum (critical) temperature to cause initiation of pitting corrosion and crevice corrosion, respectively, of stainless steels and nickel-base, chromium-bearing alloys in a standard ferric chloride solution.

1.3 These tests may be used to determine the effects of alloying additives, heat treatment, and surface finishes on pitting and crevice corrosion resistance.

1.4 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. Other units are given in parentheses for information only.

1.5 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

- A 262 Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels²
- D 1193 Specification for Reagent Water³

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee G01 on Corrosion of Metals, and are the direct responsibility of Subcommittee G01.05 on Laboratory Corrosion Tests.

Current edition approved May 10, 2000. Published June 2000. Originally published as G 48 – 76. Last previous edition G 48 – 99a.

² Annual Book of ASTM Standards, Vol 01.03.

³ Annual Book of ASTM Standards, Vol 11.01.

E 691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method⁴

E 1338 Guide for the Identification of Metals and Alloys in Computerized Material Property Databases⁵

G 1 Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens⁶

G 15 Terminology Relating to Corrosion and Corrosion Testing⁶

G 46 Guide for Examination and Evaluation of Pitting Corrosion⁶

G 107 Guide for Formats for Collection and Compilation of Corrosion Data for Metals for Computerized Database Input⁶

3. Terminology

3.1 Definition of Terms Specific to This Standard:

3.1.1 *critical crevice temperature, n*—the minimum temperature (°C) to produce crevice attack at least 0.025-mm (0.001-in.) deep on the bold surface of the specimen beneath the crevice washer, edge attack ignored.

3.1.2 *critical pitting temperature, n*—the minimum temperature (°C) to produce pitting attack at least 0.025-mm (0.001-in.) deep on the bold surface of the specimen, edge attack ignored.

3.2 The terminology used herein, if not specifically defined otherwise, shall be in accordance with Terminology G 15. Definitions provided herein and not given in Terminology G 15 are limited only to this standard.

4. Significance and Use

4.1 These test methods describe laboratory tests for comparing the resistance of stainless steels and related alloys to the initiation of pitting and crevice corrosion. The results may be used for ranking alloys in order of increasing resistance to pitting and crevice corrosion initiation under the specific conditions of these methods. Methods A and B are designed to cause the breakdown of Type 304 at room temperature.

4.2 The use of ferric chloride solutions is justified because it is related to, but not the same as, that within a pit or crevice site

⁴ Annual Book of ASTM Standards, Vol 14.02.

⁵ Annual Book of ASTM Standards, Vol 02.05.

⁶ Annual Book of ASTM Standards, Vol 03.02.

 G 48

on a ferrous alloy in chloride bearing environments (1, 2).⁷ The presence of an inert crevice former of consistent dimension on a surface is regarded as sufficient specification of crevice geometry to assess relative crevice corrosion susceptibility.

4.3 The relative performance of alloys in ferric chloride solution tests has been correlated to performance in certain real environments, such as natural seawater at ambient temperature (3) and strongly oxidizing, low pH, chloride containing environments (4), but several exceptions have been reported (4-7).

4.4 Methods A, B, C, and D can be used to rank the relative resistance of stainless steels and nickel base alloys to pitting and crevice corrosion in chloride-containing environments. No statement can be made about resistance of alloys in environments that do not contain chlorides.

4.4.1 Methods A, B, C, and D were designed to accelerate the time to initiate localized corrosion relative to most natural environments. Consequently, the degree of corrosion damage that occurs during testing will generally be greater than that in natural environments in any similar time period.

4.4.2 No statement regarding localized corrosion propagation can be made based on the results of Methods A, B, C, or D.

4.4.3 Surface preparation can significantly influence results. Therefore, grinding and pickling of the specimen will mean that the results may not be representative of the conditions of the actual piece from which the sample was taken.

NOTE 1—Grinding or pickling on stainless steel surfaces may destroy the passive layer. A 24-h air passivation after grinding or pickling is sufficient to minimize these differences (8).

4.4.4 The procedures in Methods C and D for measuring critical pitting corrosion temperature and critical crevice corrosion temperature have no bias because the values are defined only in terms of these test methods.

5. Apparatus

5.1 *Glassware*—Methods A, B, C, and D provide an option to use either wide mouth flasks or suitable sized test tubes. Condensers are required for elevated temperature testing when solution evaporation may occur. Glass cradles or hooks also may be required.

5.1.1 *Flask Requirements*, 1000-mL wide mouth. Tall form or Erlenmeyer flasks can be used. The mouth of the flask shall have a diameter of about 40 mm (1.6 in.) to allow passage of the test specimen and the support.

5.1.2 *Test Tube Requirements*, the diameter of the test tube shall also be about 40 mm (1.6 in.) in diameter. If testing requires use of a condenser (described below), the test tube length shall be about 300 mm (about 12 in.); otherwise, the length can be about 150 to 200 mm (about 6 in. to 8 in.).

5.1.3 *Condensers, Vents and Covers:*

5.1.3.1 A variety of condensers may be used in conjunction with the flasks described in 5.1.1. These include the cold finger-type (see, for example, Practices A 262, Practice C) or Allihn type condensers having straight tube ends or tapered ground joints. Straight end condensers can be inserted through

a bored rubber stopper. Likewise, a simple U tube condenser can be fashioned.

NOTE 2—The use of ground joint condensers requires that the mouth of the flask have a corresponding joint.

5.1.3.2 *U Tube Condensers*, fitted through holes in an appropriate size rubber stopper can be used in conjunction with the 300-mm test tube described in 5.1.2.

5.1.3.3 When evaporation is not a significant problem, flasks can be covered with a watch glass. Also, flasks as well as test tubes can be covered with loosely fitted stoppers or plastic or paraffin type wraps.

NOTE 3—Venting must always be considered due to the possible build up of gas pressure that may result from the corrosion process.

5.1.4 *Specimen Supports:*

5.1.4.1 One advantage of using test tubes is that specimen supports are not required. However, placement of the specimen does create the possible opportunity for crevice corrosion to occur along the edge.

NOTE 4—See 12.2 concerning edge attack.

5.1.4.2 When using flasks, specimens can be supported on cradles or hooks. Cradles, such as those shown in Fig. 1, eliminate the necessity for drilling a support hole in the test specimen. While the use of hooks requires that a specimen support hole be provided, the hooks, as contrasted to the cradle, are easier to fashion. Moreover, they create only one potential crevice site whereas multiple sites are possible with the cradle.

NOTE 5—A TFE-fluorocarbon cradle may be substituted for glass.

5.1.4.3 The use of supports for Methods B and D crevice corrosion specimens is optional.

5.2 *Water or Oil Bath*, constant temperature.

5.2.1 For Methods A and B, the recommended test temperatures are $22 \pm 2^\circ\text{C}$ or $50 \pm 2^\circ\text{C}$, or both.

5.2.2 For Methods C and D, the bath shall have the capability of providing constant temperature between 0°C and $85^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

5.3 *Crevice Formers—Method B:*

5.3.1 *Cylindrical TFE-fluorocarbon Blocks*, two for each test specimen. Each block shall be 12.7-mm (0.5 in.) in diameter and 12.7-mm high, with perpendicular grooves 1.6-mm (0.063 in.) wide and 1.6-mm deep cut in the top of each cylinder for retention of the O-ring or rubber bands. Blocks can be machined from bar or rod stock.

5.3.2 *Fluorinated Elastomers O-rings, or Rubber Bands*, (low sulfur (0.02 % max)), two for each test specimen.

NOTE 6—It is good practice to use all O-rings or all rubber bands in a given test program.

5.3.2.1 O-rings shall be 1.75 mm (0.070 in.) in cross section; one ring with an inside diameter of about 20 mm (0.8 in.) and one with an inside diameter of about 30 mm (1.1 in.). Rubber bands shall be one No. 12 (38-mm (1.5-in.) long) and one No. 14 (51-mm (2-in.) long).

NOTE 7—Rubber bands or O-rings can be boiled in water prior to use to ensure the removal of water-soluble ingredients that might affect corrosion.

5.4 *Crevice Formers—Method D:*

⁷ The boldface numbers in parentheses refer to the list of references at the end of this standard.

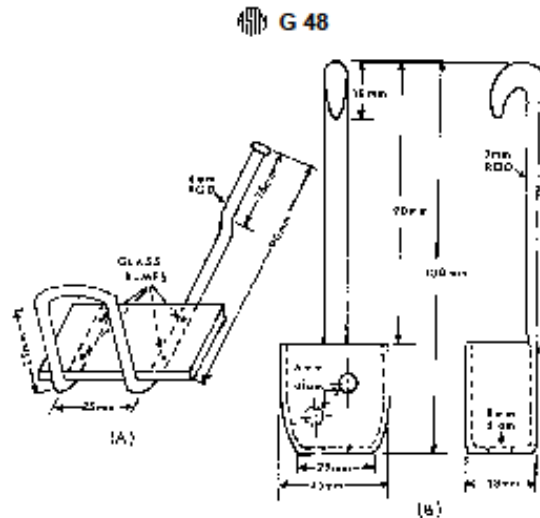


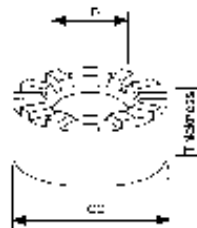
FIG. 1 Examples of Glass Cradles that Can Be Used to Support the Specimen

5.4.1 *A Multiple Crevice Assembly (MCA)*, consisting of two TFE-fluorocarbon segmented washers, each having a number of grooves and plateaus, shall be used. The crevice design shown in Fig. 2 is one of a number of variations of the multiple crevice assembly that is in use and commercially available.⁸

5.4.2 *Fasteners*, one alloy UNS N10276 (or similarly resistant alloy) fastener is required for each assembly. Each assembly comprises a threaded bolt and nut plus two washers. The bolt length shall be sized to allow passage through the mouth of the glassware described in 5.1.

5.5 *Tools and Instruments:*

⁸ The sole source of supply of the apparatus known to the committee at this time is Metal Samples Co., Inc., P.O. Box 8, Route 1 Box 152, Munford, AL 36268. If you are aware of alternative suppliers, please provide this information to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee,⁸ which you may attend.



Type	Crevice Width Dimensions				Thickness		Number of 25mm
	mm	in	mm	in	mm	in	
A	2.72	0.250	1.9	0.025	2.24	0.110	12
B	2.72	0.270	1.58	0.025	2.34	0.250	12
C	2.22	0.201	1.9	0.025	2.24	0.260	12

FIG. 2 TFE-fluorocarbon Crevice Washers

5.5.1 A 6.35-mm (1/4-in.) torque limiting nut driver is required for assembly of the Method D crevice test specimen.

5.5.2 *Low Power Microscope*, (for example, 20× magnification) for pit detection.

5.5.3 *Needle Point Dial Depth Indicator or Focusing Microscope*, to determine the depth of pitting or crevice corrosion, or both.

5.5.4 *Electronic Balance* (optional), to determine specimen mass to the nearest 0.0001 g.

5.5.5 *Camera* (optional), to photographically record the mode and extent of any localized corrosion.

6. **Ferric Chloride Test Solution**

6.1 For Methods A and B, dissolve 100 g of reagent grade ferric chloride, FeCl₃·6H₂O, in 900 mL of Type IV reagent water (Specification D 1193) (about 6% FeCl₃ by mass). Filter through glass wool or filter paper to remove insoluble particles if present.

6.2 For Methods C and D, dissolve 68.72 g of reagent grade ferric chloride, FeCl₃·6H₂O in 600 mL of reagent water and add 16 mL of reagent grade concentrated (36.5–38.0%) hydrochloric acid (HCl). This will produce a solution containing about 6% FeCl by mass and 1% HCl resulting in a pH controlled environment over the test temperatures (9).

7. **Test Specimens**

7.1 A test specimen 25 by 50 mm (1 by 2 in.) is recommended as a standard size, although various shapes and sizes can be tested by this method. All specimens in a test series should have the same dimensions when comparisons are to be made. Unless end-grain pitting is an integral part of the evaluation, the proportion of end-grain surface to specimen surface should be kept as small as possible given the limitations of specimen sizes because of the susceptibility of end-grain surfaces to pitting.

NOTE 8—The thickness of the specimen in Method B can influence the tightness of the crevice and the test results.

G 48

NOTE 9—End-grain attack in Methods C and D may not be as prevalent in a test in which low test temperatures are anticipated.

7.2 When specimens are cut by shearing, the deformed material should be removed by machining or grinding prior to testing unless the corrosion resistance of the sheared edges is being evaluated. It is good practice to remove deformed edges to the thickness of the material.

7.3 For Method D a sufficient hole should be drilled and chamfered in the center of the specimen to accommodate the bolt and insulating sleeve used to attach the crevice device.

7.4 All surfaces of the specimen should be polished to a uniform finish. A120-grit abrasive paper has been found to provide a satisfactory standard finish. Wet polishing is preferred, but if dry polishing is used, it should be done slowly to avoid overheating. The sharp edges of a specimen should be rounded to avoid cutting rubber bands or O-rings.

NOTE 10—While a polished surface is preferred for uniformity, the test may be varied at the discretion of the investigator to evaluate other surface finishes, such as a mill finish.

7.5 Measure the dimensions of the specimen, and calculate the total exposed area of interest.

7.6 Clean specimen surfaces with magnesium oxide paste or equivalent, rinse well with water, dip in acetone or methanol, and air-dry.

7.7 Weigh each specimen to the nearest 0.001 g or better and store in a desiccator until ready for use (see Practice G 1).

8. Method A—Ferric Chloride Pitting Test

8.1 Procedure:

8.1.1 Pour 600 mL of the ferric chloride test solution into the 1000-mL test beaker. If specimens larger than the standard are used, provide a solution volume of at least 5 mL/cm² (30 mL/in.²) of specimen surface area. Transfer the test beaker to a constant temperature bath and allow the test solution to come to the equilibrium temperature of interest. Suitable temperatures for evaluation are 22 ± 2°C and 50 ± 2°C.

8.1.2 Place the specimen in a glass cradle and immerse in the test solution after it has reached the desired temperature. Maintain test solution temperature throughout the test.

8.1.3 Cover the test vessel with a watch glass. A reasonable test period is 72 h, although variations may be used at the discretion of the investigator and depend on the materials being evaluated.

8.1.4 Remove the specimens, rinse with water and scrub with a nylon bristle brush under running water to remove corrosion products, dip in acetone or methanol, and air-dry. Ultrasonic cleaning may be used as a substitute method in cases in which it is difficult to remove corrosion products from deep pits.

8.1.5 Weigh each specimen to 0.001 g or better and reserve for examination (see Practice G 1).

9. Method B—Ferric Chloride Crevice Corrosion Test (10)

9.1 Procedure:

9.1.1 Add 150 mL of ferric chloride solution to each test tube, insert a rubber stopper, and place the tube in a thermostated bath until it comes to the equilibrium temperature of

interest. Suitable temperatures for evaluation are 22 ± 2°C and 50 ± 2°C.

9.1.2 Fasten two TFE-fluorocarbon blocks to the test specimen with O-rings or a double loop of each of two rubber bands as shown in Fig. 3. Use plastic gloves to avoid hand contact with metal surfaces during this operation. Use the small O-ring or the No. 12 rubber band for the 25-mm (1-in.) dimension and the large O-ring or the No. 14 rubber band for the 50-mm (2-in.) dimension.

9.1.3 After the test solution has reached the desired temperature, tilt the tube at a 45° angle and slide the test specimen to the bottom of the tube, replace the stopper, and return the tube to the bath.

9.1.4 A reasonable test period is 72 h, although variations may be used at the discretion of the investigator and depend on the materials being evaluated. Specimens may be inspected at intervals by decanting the test solution into a clean beaker and sliding the specimen from the test tube. Rinse the specimen in water and examine under the four points of contact for the O-rings or rubber bands and under both TFE-fluorocarbon blocks. If further exposure is required, the specimen and solution should be returned to the test tube before the specimen dries and the test tube should be immediately returned to the bath.

NOTE 11—The removal of specimens for inspection may affect the rate of corrosion, and caution should be observed when comparing these results with those obtained from constant immersion tests.

9.1.5 After the test has been completed, remove the test specimens, rinse with water, and scrub with a nylon bristle brush under running water to remove corrosion products, dip in acetone or methanol, and air-dry. Ultrasonic cleaning may be used in those cases in which it is difficult to remove corrosion products from deep pits or crevices.

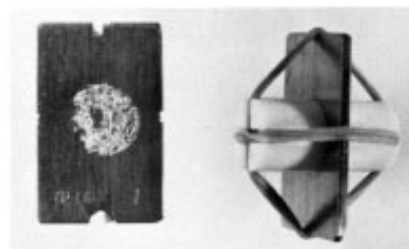
9.1.6 Weigh each specimen to the nearest 0.001 g or better and reserve for examination.

10. Method C—Critical Pitting Temperature Test:

NOTE 12—See Table 1.

10.1 Procedure:

10.1.1 Pour 600 mL of acidified ferric chloride test solution into the test container. If specimens larger than the standard are



(a) Specimen After Test with Attack at Four Crevices Under Rubber Bands and Under One Block
(b) Assembled Crevice Test Specimen

FIG. 3 Ferric Chloride Crevice Test Specimen

G 48

TABLE 1 Results of Interlaboratory Test Program

NOTE 1—Minimum temperature (°C) to produce attack at least 0.025-mm (0.001-in.) deep on bold surface of specimen. Edge attack ignored.

Alloy/Laboratory	Method C—CPT Critical Pitting Corrosion Temperature (°C)				Method D—CCT Critical Crevice Corrosion Temperature (°C)			
	UNS S31603	UNS N08367	UNS S44735	UNS N06022	UNS S31603	UNS N08367	UNS S44735	UNS N06022
1	20/20/20	75 ^A /75	85/85/85	>85/>85/>85	<0/<0/<0	30/30/30	42/35/42	50 ^A /50
2	20/20/20	70/70/70	80/80/80	>85/>85/>85	<0/<0/<0	25/25/25	35/35 ^A	50/55/55
3	20/20/20	85/85/85	75/85/85	>85/>85/>85	<0/<0/<0	25/30/30	35/40/40	55/60/60
4	19/19	75/80	81/81	>85/>85	<0/<0	34/34	40/40	67/67
5	20/20/20	75/75/75	70/70/75	>85/>85/>85	<0/<0/<0	20/20/20	45/45/45	
6	20/20	75/80	75/85	>85/>85	<0/<0	30/30	40/40	55/55

^ATest run but no attack observed.

used, provide a solution volume of at least 5 mL/cm² (30 mL/in.²) of surface area. Cover the container with a watch glass, transfer to a constant temperature bath, and allow to come to the equilibrium temperature of interest. Verify the temperature before starting the test.

10.1.2 If test tubes are used instead of a 1000-mL test container, 150 mL of test solution shall be added.

10.1.3 Place the specimen in a glass cradle and immerse in the test solution after it has reached the desired temperature. The starting temperature may be estimated by the following equation (11, 12).

$$CPT (°C) = (2.5 \times \% Cr) + (7.6 \times \% Mo) + (31.9 \times \% N) - 41.0 \quad (1)$$

Testing shall begin at the nearest increment of 5°C, estimated by the above equation. The minimum temperature of test is 0°C and the maximum temperature of test is 85°C. No more than one specimen shall be placed in a test container. Replace the watch glass on the container. Maintain the temperature (±1°C (±1.8°F)) throughout the test period. The standard test period is 72 h. This test period was evaluated by interlaboratory testing, 14.1.2, and is required to produce attack on some highly corrosion resistant nickel-based alloys. Shorter test periods may be adequate for some alloys but have not been evaluated by interlaboratory testing with this procedure. In any case, the test period must be reported as indicated in 13.1. Testing shall begin at the nearest increment of 5°C, estimated by the above equation. The minimum temperature of test is 0°C and the maximum temperature of test is 85°C.

NOTE 13—Critical pitting or crevice testing is likely to require three to five replicate samples to determine the critical temperature for each alloy/condition.

NOTE 14—While testing may be done at a higher temperature, 85°C was the maximum temperature of the test in the round robin.

10.1.4 At the end of the test period, remove the specimen, rinse with water, scrub with a nylon bristle brush under running water to remove corrosion products, dip in acetone or methanol, and dry.

10.1.5 Inspection is done in accordance with Section 12. Pitting corrosion is considered to be present if the local attack is 0.025 mm (0.001 in.) or greater in depth.

10.1.5.1 If minimum or greater pitting attack is observed, lower the bath temperature 5°C, and using a new specimen and fresh solution, repeat steps 10.1.1 to 10.1.5, or

10.1.5.2 If less than minimum pitting attack is observed, raise the bath temperature 10°C, and using a new specimen and fresh solution, repeat steps 10.1.1-10.1.5.

11. Method D—Critical Crevice Temperature Test (13) :

NOTE 15—See Table 1.

11.1 Procedure:

11.1.1 Apply the two crevice washers to the specimen. A TFE-fluorocarbon tubular sleeve (for electrical isolation), and a bolt, a nut, and flat washers of UNS N10276 may be used to fasten the crevice washers to the specimen, as illustrated in Fig. 4. Insulating sleeves shall be used around the bolt and the specimen shall be checked for electrical contact with the bolt. The torque on the bolt influences the tightness of the crevice and the test results. A torque of 0.28 Nm (40 in.-oz) shall be applied using a 6.35-mm (¼-in.) drive torque limiting nut-driver. The torque must be reported as indicated in 13.1.

NOTE 16—The torque of 0.28 Nm (40 in.-oz) was evaluated by inter-laboratory testing, 14.1.2. Higher torques may be adequate for some alloys, but have not been evaluated by inter-laboratory testing by this procedure (14).

NOTE 17—(a) Titanium bolts, nuts, and flat washers may also be used to attach the crevice washers to the specimen. (b) Different crevice devices may give different results for the same torque.

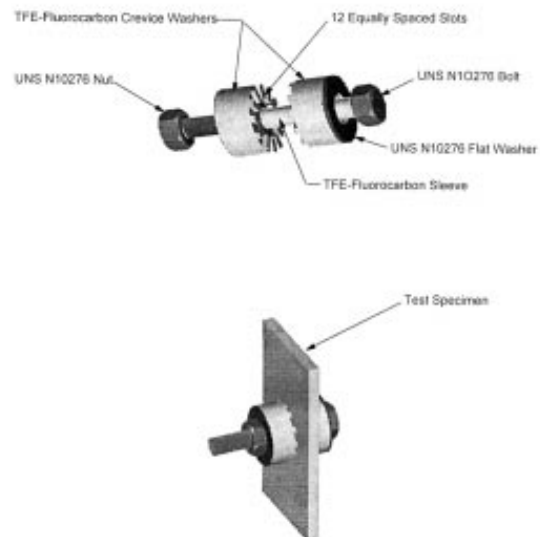


FIG. 4 Method D Crevice Assembly

 G 48

11.1.2 Pour 600 mL of acidified ferric chloride test solution into the 1000-mL test container. Cover the container with a watch glass, transfer to a constant temperature bath, and allow to come to equilibrium temperature of interest. Verify the temperature before starting the test.

11.1.3 If test tubes are used instead of a 1000-mL test container, 150 mL of test solution shall be added.

11.1.4 Immerse the specimen in the test solution after it has reached the desired temperature. The starting temperature may be estimated for nickel base alloys by the following equation (15):

$$\text{CCT } (^{\circ}\text{C}) = (1.5 \times \% \text{Cr}) + (1.9 \times \% \text{Mo}) + (4.9 \times \% \text{Nb}) + (8.6 \times \% \text{W}) - 36.2 \quad (2)$$

The starting temperature may be estimated for iron base alloys by the following equation (10, 16, 17):

$$\text{CCT } (^{\circ}\text{C}) = (3.2 \times \% \text{Cr}) + (7.6 \times \% \text{Mo}) + (10.5 \times \% \text{N}) - 81.0 \quad (3)$$

Testing shall begin at the nearest increment of 5°C, estimated by the above equations. The minimum temperature of test is 0°C and the maximum temperature of test is 85°C (see Note 15). No more than one specimen shall be placed in a test container. Replace the watch glass on the container and maintain the temperature ($\pm 1^{\circ}\text{C}$ ($\pm 1.8^{\circ}\text{F}$)) throughout the test period. The standard test period is 72 h. This test period was evaluated by interlaboratory testing, 14.1.2, and is required to produce attack on some highly corrosion resistant nickel-based alloys. Shorter test periods may be adequate for some alloys but have not been evaluated by inter-laboratory testing with this procedure (14). In any case the test period must be reported as indicated in 13.1. Testing shall begin at the nearest increment of 5°C, estimated by the above equations.

11.1.5 At the end of the test period, remove the specimen, rinse with water, and scrub with a nylon bristle brush under running water to remove corrosion products, dip in acetone or methanol, and dry.

11.1.6 Inspection is done in accordance with Section 12. Crevice corrosion is considered to be present if the local attack is 0.025 mm (0.001 in.) or greater in depth.

11.1.6.1 If minimum or greater crevice corrosion attack is observed, lower the bath temperature 5°C, and using a new specimen and fresh solution, repeat steps 11.1.1-11.1.6, or

11.1.6.2 If less than minimum crevice corrosion attack is observed, raise the bath temperature 10°C, and using a new specimen and fresh solution, repeat steps 11.1.1-11.1.6.

12. Examination and Evaluation

12.1 A visual examination (see 11.1.4) and photographic reproduction of specimen surfaces, along with specimen mass losses, are often sufficient to characterize the pitting and crevice resistance of different materials. A more detailed examination will include the measurement of maximum pit depth, average pit depth, pit density, and crevice depth. (See Guide G 46.) A test shall be discarded if a rubber band or O-ring breaks at anytime during the exposure period (Method B).

NOTE 18—Mass loss corrosion rates of greater than or equal to 0.0001 g/cm² may be indicative of pitting or crevice corrosion. Visual examination is required. Photographs of a sample with mass loss less than 0.0001

g/cm² are unnecessary since no sites of attack will be apparent at low magnification.

12.1.1 It is often desirable to probe pit sites on the metal surface with a needle to expose subsurface attack. Localized modes of corrosion often result in occluded pits.

12.2 Examine specimen faces for pits at low-magnification (for example, 20× magnification). Distinguish between pits on specimen edges and faces, recognizing that edge pits may affect pitting on specimen faces. Edge pits may be disregarded unless of specific interest; for example, in assessing susceptibility to end-grain attack.

12.3 Measure the deepest pits with an appropriate technique; for example, needle point micrometer gage or microscope with calibrated fine-focus knob or calibrated eyepiece. It may be necessary to probe some pits to ensure exposure of the cavity. Measure a significant number of pits to determine the deepest pit (Methods A and C) and the average of the ten deepest pits (Method A). Do not include the depth of pits that intersect the edges of the specimen in the calculated average.

12.4 Count the number of pits on the specimen faces under low-power magnification (for example, 20×) to determine pit density (Method A). A clear plastic grid, divided in centimeters, may be helpful, or the surface can be subdivided by scribing with light lines.

12.5 Visually identify crevice attack under O-rings or rubber bands and TFE-fluorocarbon blocks (Method B) or the multiple crevice assembly (Method D). Measure the greatest depth of attack at the points of contact of the O-rings or rubber bands (open notch), and under the TFE-fluorocarbon blocks or multiple crevice assembly.

13. Report

13.1 Record the test procedure used, specimen size and surface preparation, time of test, temperature, torque used to fasten the crevice assembly (Method D), and the means by which the presence of pits or crevices were assessed for all practices.

NOTE 19—It is important to record the means by which the presence of pits or crevices was assessed since, for example, small diameter pits (or pits in a region of crevice attack) that were not detected by a needle-point micrometer may be observed with a low-magnification microscope. The latter test would, therefore, be considered more severe than the former.

13.2 Record the maximum pit depth (Methods A and C) and the average of the ten deepest pits in micrometers and pit density in pits per square centimeter for both 25 by 50-mm (1 by 2-in.) faces of the specimen (Method A). Record the maximum pit depth on edges if end grain attack is of interest.

13.3 Record the number of attacked sites on each side of the specimen (Method D), the maximum depth of attack (Methods B and D), and the average depth of attack (Method B) in micrometers under the TFE-fluorocarbon blocks and at the point of contact for the O-rings or rubber bands.

13.4 Calculate the specimen mass loss and record in units of grams per square centimeter for Methods A and B.

NOTE 20—The depth and frequency of attack sites provide a more sensitive criterion than mass loss when assessing resistance to pitting and crevice corrosion (Method A and B). For example, little mass would be lost from a specimen that contained only a few small diameter pits that had penetrated the entire specimen cross section. When attack is significant,

G 48

mass loss per unit of surface area may provide a rapid means of evaluation.

13.5 Refer to Appendix X1 for a recommended standard format for the computerization of pitting and crevice corrosion data in ferric chloride solution as generated by this test method, Methods A and B.

14. Precision and Bias

14.1 *Precision*—Precision is the closeness of agreement between test results obtained under prescribed conditions. In the discussion below, two types of precision are described: repeatability and reproducibility. Repeatability is within laboratory variability when the same operator uses the same equipment on identical specimens in sequential runs. Reproducibility refers to the variability that occurs when identical specimens are tested under specified conditions at different laboratories.

14.1.1 The precision of Methods A and B for measuring the pitting and crevice corrosion resistance of stainless steels and related alloys using a ferric chloride solution is being determined.

14.1.2 The precision of Methods C and D for measuring pitting and crevice corrosion temperatures was determined in an interlaboratory test program with six laboratories running triplicate tests on four materials. The results of these tests are given in Table 1. An analysis of the data in the table in accordance with Practice E 691 showed that the results were consistent among laboratories and that there were no significant variations between the materials in either repeatability or reproducibility.

14.1.2.1 The pooled repeatability standard deviation, s_r , and 95 % confidence limit, r , for Methods C and D for the materials tested was:

$$\text{Method C: } s_r = 2C \quad r = 7C$$

$$\text{Method D: } s_r = 2C \quad r = 6C$$

14.1.2.2 The pooled reproducibility standard deviation, S_R , and the 95 % confidence limit for Methods C and D for the materials tested was:

$$\text{Method C: } S_R = 5C \quad R = 12C$$

$$\text{Method D: } S_R = 6C \quad R = 16C$$

NOTE 21—The procedure described above recommends that the temperature be changed in 5°C increments. The analysis procedure given in Practice E 691, however, assumes that the temperature results were continuously variable over the interval. Hence, this analysis produces results in terms of a continuously variable temperature. However, the results may be better interpreted as indicating the repeatability (within laboratory variability) is within one 5°C increment. The reproducibility is between two and three 5°C increments for Method C and three 5°C increments for Method D.

14.2 *Bias*—Because the resistance to pitting and crevice corrosion of stainless steels and related alloys in a ferric chloride solution is defined only in terms of this method, the resistance to pitting and crevice corrosion penetration and the critical pitting and crevice corrosion temperatures have no bias.

15. Keywords

15.1 crevice corrosion; ferric chloride test solution; localized corrosion; nickel-base alloys; pitting; stainless steels

APPENDIX

(Nonmandatory Information)

X1. RECOMMENDED STANDARD DATA FORMAT FOR COMPUTERIZATION OF DATA FROM ASTM STANDARD TEST METHOD G48-XX

X1.1 To encourage uniformity in building computerized corrosion databases and facilitate data comparison and data interchange, it is appropriate to provide recommended standard formats for the inclusion of specific types of test data in such databases. This also has the important effect of encouraging the builders of databases to include sufficiently complete information so that comparisons among individual sources may be made with assurance that the similarities or differences, or both, in the test procedures and conditions are covered therein.

X1.2 Table X1.1 is a recommended standard format for the computerization of pitting and crevice corrosion data in ferric chloride solution as generated by Test Method G 48. There are three columns of information in Table X1.1:

X1.2.1 *Field Number*—A reference number for ease of dealing with the individual fields within this format guideline. It has no permanent value and does not become part of the database itself—

X1.2.2 *Field Name and Description*—The complete name

of the field, descriptive of the element of information that would be included in this field of the database.—

X1.2.3 *Category Sets, Values or Units*—A listing of the types of information that would be included in the field or, in the case of properties or other numeric fields, the units in which the numbers are expressed. Category sets are closed (that is, complete) sets containing all possible (or acceptable) inputs to the field. Values are representative sets, listing sample (but not necessarily all acceptable) inputs to the field.

X1.3 The fields or elements of information included in this format are those recommended to provide sufficiently complete information that users may be confident of their ability to compare sets of data from individual databases and to make the database useful to a relatively broad range of users.

X1.4 It is recognized that many databases are prepared for very specific applications, and individual database builders may elect to omit certain pieces of information considered to be of no value for that specific application. However, there are

 G 48

TABLE X1.1 Recommended Standard Data Format for Computerization of Data from ASTM Standard Test Method G 48-XX

Field No. ^A	Field Name and Description	Category Sets, Values or Units	Field No. ^A	Field Name and Description	Category Sets, Values or Units
Test Identification			Specimen Information		
1 ^R	ASTM standard test method	ASTM G-48-XX, Method A, B, C, or D	25	Specimen identify	alphanumeric string
2	Type of test	Pitting, crevice corrosion	26	No. of duplicate specimens tested	numeric
3	Date test started	yyyymmdd	27	Specimen dimensions—thickness, width/diameter, length	cm, cm, cm
4	Internal laboratory reference number	alphanumeric string	28	Diameter of hole	cm
Test Environment			29	Welded specimen?	Y/N
5 ^R	Percent FeCl ₃ in solution, by weight	%7, %6	30	Weld details	alphanumeric string
6 ^R	Percent HCl in solution, by weight	%1	31	Weld condition	Ground Machined As deposited Glass bead blasted Other
7 ^R	Capacity of test container	mL			As-produced Scaled Machined/ground Chemically cleaned Sand/grit blasted Other
Exposure Conditions			32 ^R	Surface condition	Other As-produced Scaled Machined/ground Chemically cleaned Sand/grit blasted Other
8 ^R	Test temperature	°C ± x°C			None Nitrided Carburized Flated Clad Anodized Other
9	How was temperature maintained	alphanumeric string	33	Surface treatment	Other None Nitrided Carburized Flated Clad Anodized Other
10 ^R	Specimen support	Glass cradle (Method A or C)			As cut As sheared Ground Machined Other
11 ^R	Type of crevice device	Cylindrical TFE blocks (Method B) Fluorinated elastomer O-ring (Method B) Rubber bands (Method B) TFE washer Type X (Method D) Other	34 ^R	Condition of edges	As cut As sheared Ground Machined Other
12 ^R	Torque used, Method D	0.28 Nm Other			
13	Solution volume/specimen surface area	mL/cm ²	35	Sample orientation relative to working direction	Longitudinal Transverse Short transverse
Material Identification^C			Specimen Performance		
14	Material class	alphanumeric string	36 ^R	Mass loss/unit area	g/cm ²
15	Material family	alphanumeric string	37 ^R	Maximum pit depth on planar surfaces	micro-m
16	Family subclass	alphanumeric string	38 ^R	Average pit depth on planar surfaces	micro-m
17	Common name/trade name	alphanumeric string	39	Pit density	N/cm ²
18 ^R	Unified numbering system designation (UNS No.)	alphanumeric string	40	Maximum pit depth on edges of specimens	micro-m
19 ^R	Product shape	Pipe/tube Plate Sheet/strip Wire/rod/bar Other	41 ^R	Number of attacked sites on each side of the specimen, Method D	(for example) 3 + 5
20	Product production method	Extrusion Forging Casting Rolling Powder compaction Other	42 ^R	Maximum depth of crevice corrosion	micro-m
21	Final reduction step	Cold worked (with % reduction) Hot worked (Includes extrusion and forging)	43 ^R	Average depth of crevice corrosion	micro-m
22 ^R	Thermomechanical condition	Standard temper Annealed Normalized Sensitized As cold worked As hot worked Aged Other	44 ^R	Method used to measure pit and crevice depth	Needle point micrometer Microscope Other
23	Heat/lot identification	alphanumeric string	45 ^R	CPT/CCT temperature determined	°C
24	Heat/lot chemical analysis	alphanumeric string	Documentation		
			46	Technical committee report/file	alphanumeric string
			47	Other documentation	alphanumeric string

^AField numbers are for reference only. They do not imply a necessity to include all of these fields in any specific database nor imply a requirement that the fields be used in this particular order.

^RDenotes essential information for computerization of test results

^CRefer to Guide E 1338.

 G 48

a certain minimum number of fields considered essential to any database without which the user will not have sufficient information to reasonably interpret the data. In the recommended standard format, these fields are marked with asterisks.

X1.5 The presentation of this format does not represent a requirement that all of the elements of information included in the recommendation must be included in every database. Rather it is a guide as to those elements that are likely to be useful to at least some users of most databases. It is understood that not all of the elements of information recommended for inclusion will be available for all databases; that fact should not discourage database builders and users from proceeding so long as the minimum basic information is included (the items noted by the asterisks).

X1.6 It is recognized that in some individual cases, additional elements of information of value to users of a database may be available. In those cases, database builders are encouraged to include them as well as the elements in the recommended format. Guidelines for formats for additional elements are given in Guide G 107.

X1.7 This format is for pitting and crevice corrosion test data only generated by Test Method G 48. It does not include the recommended material descriptors or the presentation of other specific types of test data (such as mechanical property data). These items are covered in Guide E 1338 and by separate formats developed for reporting other material property data.

REFERENCES

- (1) A. Turnbull, "Solution Composition and Electrode Potential in Pits, Crevices and Cracks," *Corrosion Science*, Vol 23, No. 8, 1983, pp. 833-870.
- (2) B. K. Nash, and R. G. Kelly, "The Use of Ion Chromatography for the Study of Localized Corrosion," Abstract 157, 180th Meeting Electrochemical Society, Phoenix, AZ, Oct. 1991.
- (3) A. Garner, "Crevice Corrosion of Stainless Steels in Seawater: Correlation of Field and Laboratory Tests," *Corrosion*, Vol 37, No. 3, 1981, p. 178.
- (4) J. W. Oldfield, "Test Techniques for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Nickel-base Alloys in Chloride-Containing Environments," *International Materials Reviews*, Vol 32, No. 3, 1987, pp. 153-170.
- (5) Tsujikawa, S., et al., "A New Test for Predicting Pitting Corrosion Resistance of CRA's in Sour Environments," Paper No. 64, NACE CORROSION/88 Conference, March 21-25, St. Louis, MO, 1988.
- (6) A. Wensley, C. Reid, D. Brown, and D. Christie, "Corrosion of Stainless Alloys in a Chlorine Dioxide Bleached Pulp Washer," Proceedings 1991 Technical Association of the Pulp and Paper Industry Engineering Conference, TAPPI Press, Atlanta, GA, 1991, pp. 499-503.
- (7) J. R. Kearns, M. J. Johnson, and J. F. Grubb, "Accelerated Corrosion in Dissimilar Metal Crevices," Paper No. 228, NACE CORROSION/86 Conference, March 17-21, Houston, TX, 1988.
- (8) Bergquist, A., "Influence of Time Between Grinding and Testing, When Crevice Corrosion Testing is Performed," Avesta Sheffield AB, Avesta, Sweden, Report No. RK96089 of Oct. 16, 1996.
- (9) Corbett, R. A., "Problems Utilizing ASTM G48 to Evaluate High-Alloy Stainless Steels," Paper No. 298, NACE CORROSION/92 Conference, April 26-May 1, Nashville, TN, 1992.
- (10) Streicher, M. A., "Development of Pitting Resistant Fe-Cr-Mo Alloys," *Corrosion*, Vol 30, No. 3, 1974, p. 7.
- (11) Renner, M., Heuber, U., Rockel, M. B., and Wallis, D., "Temperature as a Pitting and Crevice Corrosion Criterion in the Ferric Chloride Test," *Werkstoffe und Korrosion*, Vol. 37, 1986, p. 183.
- (12) Brigham, R. J., and Tozer, E. W., "Effect of Alloying on Pitting Resistance of 18% Cr Austenitic Stainless Steels," *Corrosion*, Vol 30, No. 5, 1974, p. 161.
- (13) Trösedar, R. S., "Method MTI-2 for Laboratory Testing of Wrought Iron- and Nickel-Base Alloys for Relative Resistance to Crevice Corrosion in a Standard Ferric Chloride Solution," *MTI Manual No. 3*, The Materials Technology Institute of the Chemical Process Industries, Inc., 1980, pp. 16-27.
- (14) Bergquist, A., "Influence of Additions to the Ferric Chloride Solution, Torque and Exposure Time on the CCT," Avesta Sheffield AB, Avesta, Sweden, Report No. RK97071, Oct. 1, 1997.
- (15) Hibner, E. L., "Modification of Critical Crevice Temperature Test Procedures for Nickel Alloys in a Ferric Chloride Environment," *Materials Performance*, Vol 26, No. 3, 1987, p. 37.
- (16) Dundas, H. J., and Bond, A. J., "Corrosion Resistance of Stainless Steels in Seawater," Paper No. 206, NACE CORROSION/85 Conference, March 25-27, Boston, MA, 1985.
- (17) Brigham, R. J., "Temperature as a Crevice Corrosion Criterion," *Corrosion*, Vol 30, No. 11, 1974, p. 396.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

D.3. Especificaciones de Reactor Apropriado

Series 5100 Pressure Reactor System Specifications						
Shaded bar indicates specifications that change within series.						
Model Number	5101	5102	5103	5104	5111	5112
Sizes, mL	300	450	600	160	1000	1500
Maximum Pressure, Glass	150 psi (10 bar)					
Maximum Pressure, Metal	950 psi (65 bar)					
Maximum Temperature						
with FKM O-ring	225 °C					
Vessel Style	Fixed Head					
Reactor Mounting	Bench Top					
Closure (Cap Screws)	Split-Rings (6)					
Valve Connections	1/8" Male NPT					
Magnetic Stirrer, Model No.	A1120HC9					
Maximum Torque	16 Inch-Pounds					
Impeller(s), 4-blade	1	2	2	1	2	2
Pressure Gage, Size	3.5 Inches					
Range, Glass	0-200 psi (0-14 bar)					
Range, Metal	0-1000 psi (0-65 bar)					
Temperature Measurement	Fixed, Type J, Thermocouple					
Cooling Coil	Included		None		Included	
Style	Single Loop					
Heater Style	Mantle					
Heater Power Glass, Watts	510	590	780	400	400	550
Heater Power Metal, Watts	510	590	780	400	450	650
Stirrer Motor	1/8 hp Variable Speed					
Electrical Supply						
Volts, AC	115 or 230					
Maximum Load, amps, 115 / 230	8.5 / 5.2					
Vessel Dimensions						
Inside Diameter, Inches	2.5			4		4
Inside Depth, Inches	4.0	6.0	8.0	2.0	6.0	8.0
Weight of Cylinder, Glass, pounds	0.75	1.1	1.25	0.75	3	5
Weight of Cylinder, Metal, pounds	3	5	7	3	9	13
Reactor Dimensions						
Width, Inches w/o Controller	16.5			20.4		
Depth, Inches	23.5			26		
Height, Inches	29.6			32.6		
Weight, pounds	60	63	66	60	109	113
Spare Parts Kit	5109M			5119M		
Other options available. See Ordering Guide, visit www.parrinst.com , or call for more information.						

D.4. Especificaciones de Reactor empleado en la evaluación de la producción de hemihidrato alfa.

Series 4520 Pressure Reactor System Specifications				
Shaded bar indicates specifications that change within series.				
Model Number	4523	4524	4525	4526
Sizes, mL	1000	2000	1000	2000
Sizes for HP Models, mL	970	1900	970	1900
Maximum Pressure (MAWP)	1900 psi (131 bar)			
HP Maximum Pressure (MAWP)	2900 psi (200 bar)			
Maximum Temperature				
with FKM O-ring	225 °C			
with FFKM O-ring	275 °C			
with PTFE Flat Gasket	350 °C			
Vessel Style	Fixed Head		Moveable	
Reactor Mounting	Bench Top			
Closure	Split-Ring (6 Cap Screws)			
High Pressure Closure	Split-Ring (12 Cap Screws)			
Valve Connections	1/8" Male NPT			
Magnetic Stirrer, Model No.	A1120HC6			
Maximum Torque	16 Inch-Pounds			
Impeller(s), 6 blades	2 (2.28" dia.)			
Pressure Gage, Size	4.5 Inches			
Range	0-2000 psi (140 bar)			
Temperature Measurement	Thermowell			
Cooling Coil	Optional			
Style	Serpentine or Spiral			
Bottom Drain Valve (A465VB Series)	3/8" NPT	NA	3/8" NPT	NA
Heater Style	Carrod			
Heater Power, Watts	1000	1500	1000	1500
Stirrer Motor	1/8 hp variable speed			
Electrical Supply				
Volts, AC	115 or 230			
Maximum Load, amps, 115 / 230	14 / 7			
Vessel Dimensions				
Inside Diameter, Inches	4.00			
High Pressure Inside Diameter, Inches	3.75			
Inside Depth, Inches	5.4	10.5	5.4	10.5
Weight of Vessel, pounds	28	32	32	36
Reactor Dimensions				
Width, inches w/o Controller	16.5			
Depth, inches	23.5			
Height, inches	36	48	36	48
Weight, pounds	125	130	120	125
Spare Parts Kit	4509M			
Other options available. See Ordering Guide, visit www.parrinst.com , or call for more information.				



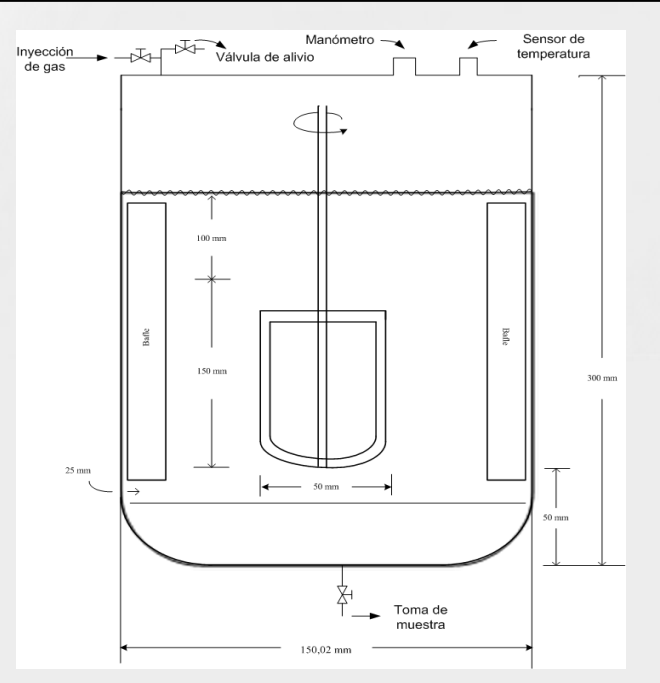
Hoja de especificaciones

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA FACULTAD DE INGENIERÍA ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA	ESPECIFICACIÓN DE REACTOR	PROYECTO: Obtención de yeso α en autoclave en presencia de sales a partir de materia prima nacional.
--	----------------------------------	---

IDENTIFICACIÓN:
SERVICIO:
DESCRIPCIÓN:

DATOS DE OPERACIÓN / MECÁNICOS

Temperatura de Operación, Máx./Nor./Mín. °C	100 / 56 / 23
Presión de Operación, Máx./Nor./Mín. KPa	405 / 253 / 101
Presión de Diseño . KPa	486,36
Temperatura de Diseño. °C	110
Material de construcción	Acero inoxidable 304
Densidad líquido a cond. standard (0°C, 1 atm), gr/cm ³	-
Densidad líquido a Temperatura de operación, Kg/m ³	2434,69
Viscosidad líquido a Temperatura de operación, cSt	41,25
Flujo de Gases, Kg/hr	-
Peso molecular Gases	-
Densidad gases a temperatura de operación, gr/cm ³	-
Medio de Calentamiento	Resistencia
Diámetro interno, mm	150,00
Diámetro externo, mm	150,02
Longitud T/T, mm	300
Diámetro del agitador, mm	50
Potencia del Agitador, W	3,85
Tipo de Agitador	Pala
Velocidad de Agitación, rpm	150



BOQUILLAS (No Aplica)	MATERIALES
------------------------------	-------------------

IDENT	TAMAÑO	SERVICIO	FLUJOS, Kg/h	MATERIALES	
A				Carcaza: Acero inoxidable 304	Bridas: Acero inoxidable 304
B				Cabezales: Acero inoxidable 304	Empacaduras Plástico
C				Boquillas: Acero inoxidable 304	Soportes Acero inoxidable 304
D				Volumen Total del Recipiente, cm ³ : 5301,28	
E				Volumen máximo de líquido, cm ³ : 3975,96	
F				Rango volumen requerido control de nivel, cm ³ : -	
G				Tiempo de residencia, min: 180	
H				Válvulas de Alivio - Tipo / Tamaño Lineal / 1/2	
I				-Presión / Especificación, psi:-	
J				-Número requerido: 1	

OBSERVACIONES / REVISIONES

REV.	POR: FECHA:	APROB.: FECHA:	REV.	POR: FECHA:	APROB.: FECHA:	REV.	POR: FECHA:	APROB.: FECHA:
------	-------------	----------------	------	-------------	----------------	------	-------------	----------------

REV.