



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
TRABAJO ESPECIAL DE GRADO II



# OBTENCIÓN DE YESO $\alpha$ EN AUTOCLAVE EN PRESENCIA DE SALES A PARTIR DE MATERIA PRIMA NACIONAL

**TUTORES ACADÉMICOS:**  
Dr. Arnaldo Millán  
Prof. Francisco Yáñez

Presentado por las Brs.:  
Arias A. Teresita V.  
Ricaurte R. Mariellys V.



# Contenido



- ❖ **Planteamiento del Problema**
- ❖ **Objetivos**
- ❖ **Metodología**
- ❖ **Análisis y discusión de resultados**
- ❖ **Conclusiones**
- ❖ **Recomendaciones**



# Contenido



- ❖ **Planteamiento del Problema**
- ❖ **Objetivos**
- ❖ **Metodología**
- ❖ **Análisis y discusión de resultados**
- ❖ **Conclusiones**
- ❖ **Recomendaciones**



# Planteamiento del Problema



Tabla N°1. Principales características del Yeso Hemihidratado  $\alpha$

❖ Beneficios de obtención de yeso $\alpha$ .	Hemihidrato $\alpha$
❖ Estructura del yeso $\alpha$ .	145,15
❖ Forma de obtención de yeso $\alpha$ .	23,81
Tiempo de Fraguado (min)	15-20
A altas presiones:	
A Presión atmosférica:	
Aguá de cristalización (% en peso)	6,21
$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} (s) \xrightarrow{\Delta} \text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} (s) + 1\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} (v) \uparrow \quad (2)$	
$\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} (s) \xrightarrow{\Delta} \text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} (s) + 1\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O} (v) \uparrow \quad (1)$	
$T = 125^\circ\text{C} - 150^\circ\text{C}; P = 4 \text{ atm}; \Delta H = 3900 \text{ cal/mol}$	
Solubilidad en agua a (gramos de yeso/100g de solución)	0,67
Densidad (g/cm <sup>3</sup> )	2,757



# Planteamiento del Problema



- ❖ Una de las aplicaciones de interés del yeso hemihidrato  $\alpha$  es en impresiones odontológicas.
- ❖ Para la producción del yeso  $\alpha$  se deben lograr condiciones óptimas de presión, temperatura y agitación.



# Planteamiento del Problema



- ❖ Un reactor químico es una unidad procesadora diseñada para que en su interior se lleve a cabo una o varias reacciones químicas.
- ❖ Debe asegurar el tipo de contacto o modo de fluir de los reactantes.



# Planteamiento del Problema



- ❖ Debe proporcionar el tiempo suficiente de contacto entre las sustancias.
- ❖ Debe permitir condiciones de presión, temperatura y composición de modo que la reacción tenga lugar en el grado y a la velocidad deseada.



# Contenido



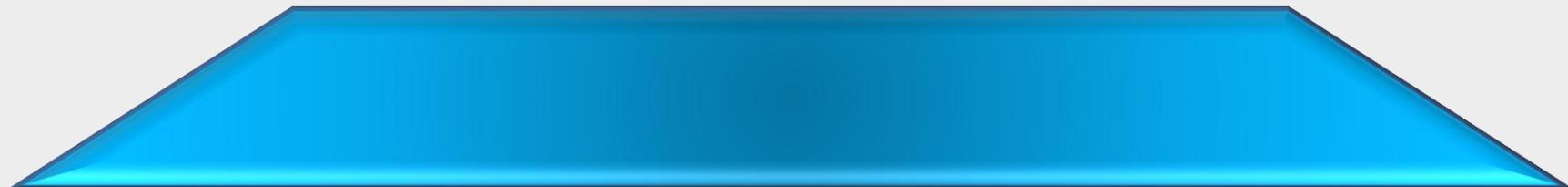
- ❖ Planteamiento del Problema
- ❖ **Objetivos**
- ❖ Metodología
- ❖ Análisis y discusión de resultados
- ❖ Conclusiones
- ❖ Recomendaciones



# Objetivo General



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





# Objetivos Específicos

- ❖ **Evaluar las etapas del proceso de producción de yeso alfa**, con la finalidad de determinar la de mayor incidencia en la producción de yeso alfa hemihidratado.
- ❖ **Identificar experimentalmente los parámetros cinéticos** de la reacción de formación de yeso alfa hemihidratado a partir de gypsum.
- ❖ **Evaluar el tipo y los parámetros de agitación** que garanticen la obtención de la fase  $\alpha$  con las propiedades adecuadas.



# Objetivos Específicos

- ❖ **Diseñar un autoclave a escala de laboratorio para este proceso.**
- ❖ **Evaluar el desempeño del autoclave mediante la producción de yeso  $\alpha$  en presencia de sales a partir de materia prima nacional proveniente de El Morrito Estado Guárico.**
- ❖ **Caracterizar el producto obtenido mediante ensayos de densidad, difracción de rayos X, granulometría láser, microscopia óptica y electrónica de barrido.**



# Objetivos Específicos

- ❖ **Evaluar las propiedades del producto obtenido mediante la determinación del tiempo de fraguado y temperatura de fraguado, y compararlo con el obtenido en condiciones normales en presencia de sales.**
- ❖ **Comparar el producto obtenido con el producto comercial de referencia.**



# Contenido



- ❖ Planteamiento del Problema
- ❖ Objetivos
- ❖ **Metodología**
- ❖ Análisis y discusión de resultados
- ❖ Conclusiones
- ❖ Recomendaciones



# Metodología





# Contenido



- ❖ Planteamiento del Problema
- ❖ Objetivos
- ❖ Metodología
- ❖ **Análisis y discusión de resultados**
- ❖ Conclusiones
- ❖ Recomendaciones



# Identificación de las Etapas del proceso



Tabla N° 2. Pruebas realizadas

Prueba	Velocidades de Calentamiento (°C/min)				
	24 - 37	37 - 50	50 - *Siguiete	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



# Identificación de las Etapas del proceso

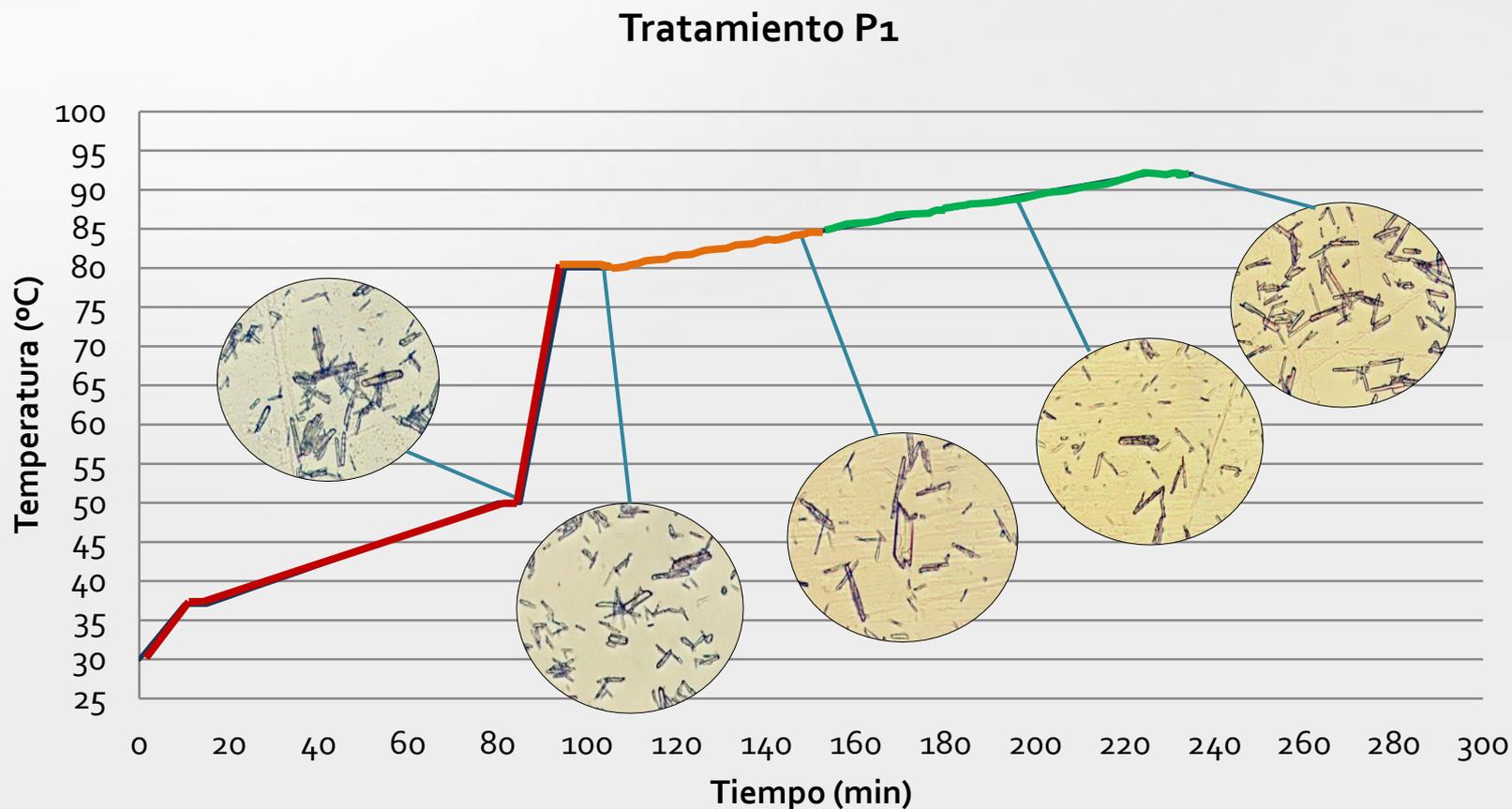
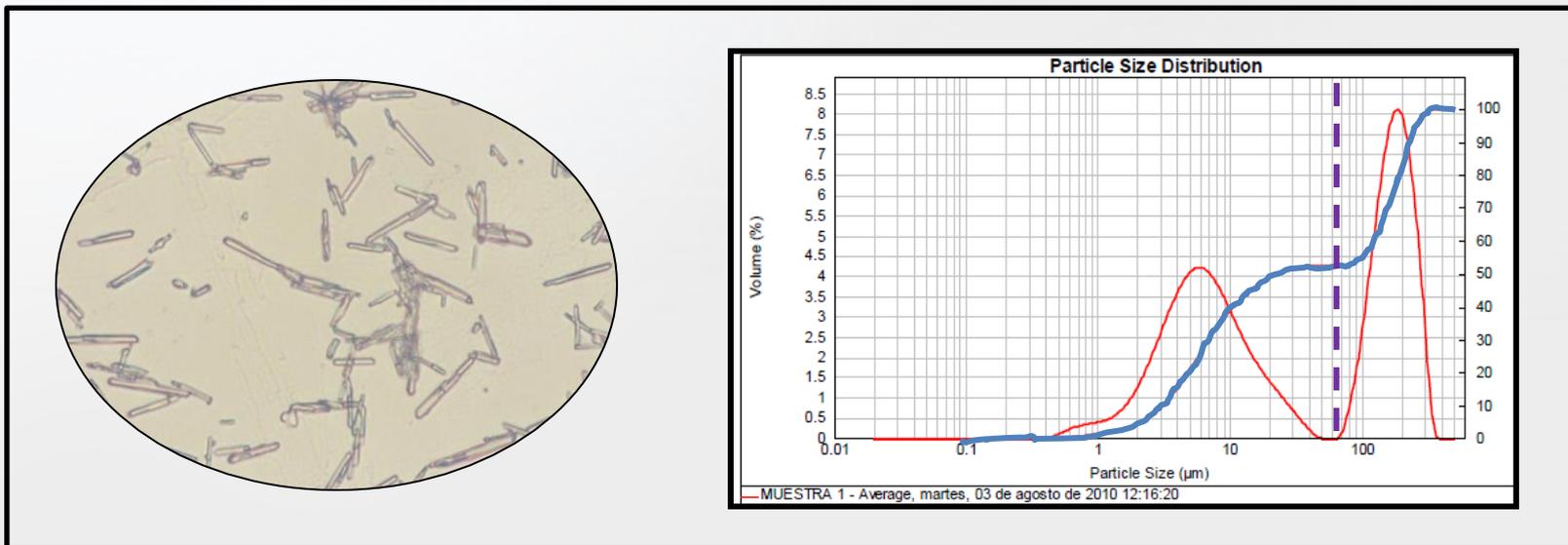


Figura 2. Tratamiento térmico N°1 (P1) realizado para la obtención de yeso hemihidratado a presión atmosférica. Todas las micrografías fueron tomadas a 20X



# Identificación de las Etapas del proceso



**Figura 3. Fotomicrografía tomada con MO y distribución granulométrica del polvo del tratamiento térmico P1**

(Granulometría realizada en el IUT Región Capital)

- Curva de tamaños promedios
- Curva de tamaños acumulada
- Sesgo ( $60\mu\text{m}$ )



# Identificación de las Etapas del proceso

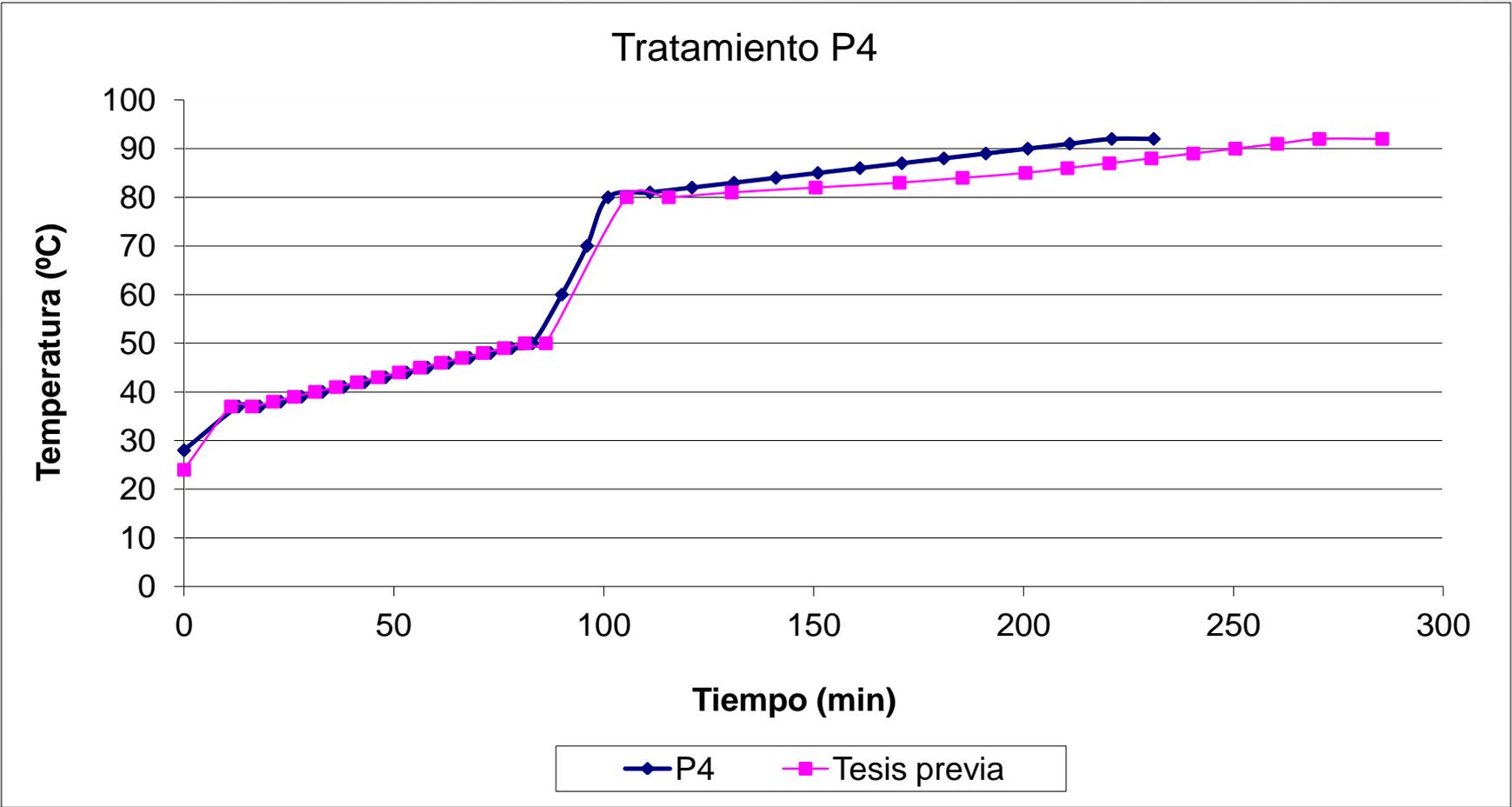
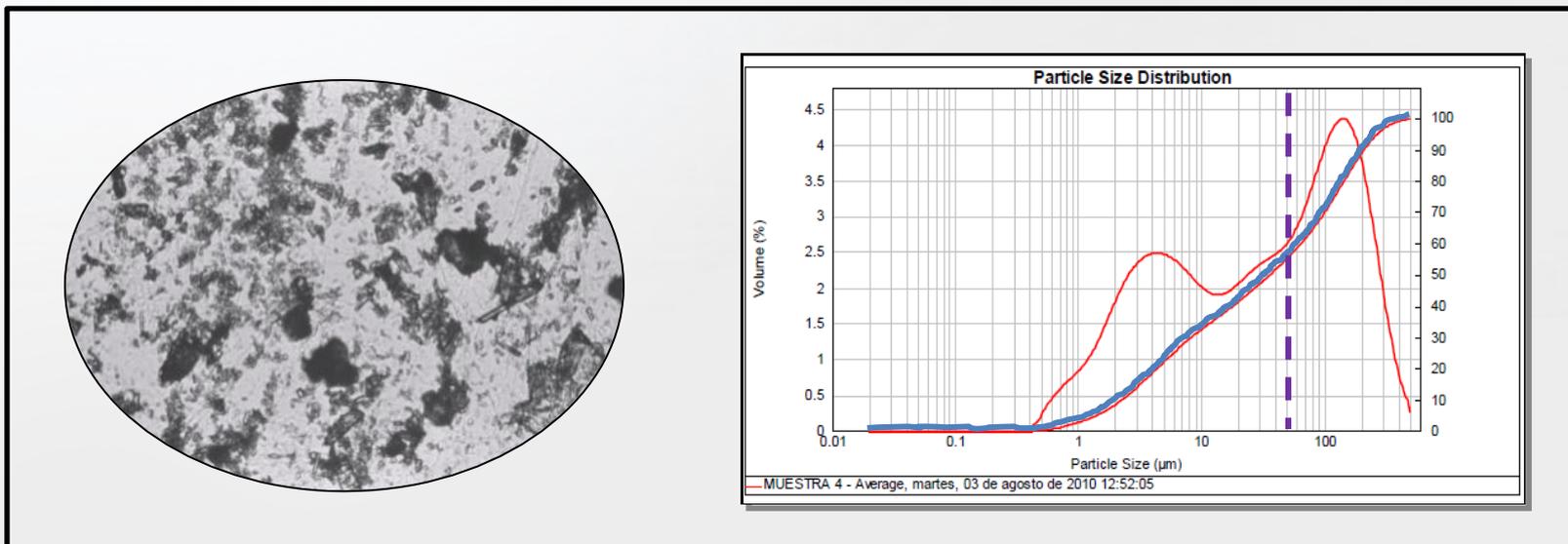


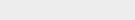
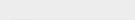
Figura 4. Tratamiento térmico N°4 (P4)

# Identificación de las Etapas del proceso



**Figura 5. Fotomicrografía tomada con MO y distribución granulométrica del polvo del tratamiento térmico P4**

(Granulometría realizada en el IUT Región Capital)

-  Curva de tamaños promedios
-  Curva de tamaños acumulada
-  Sesgo (60µm)



# Identificación de las Etapas del proceso

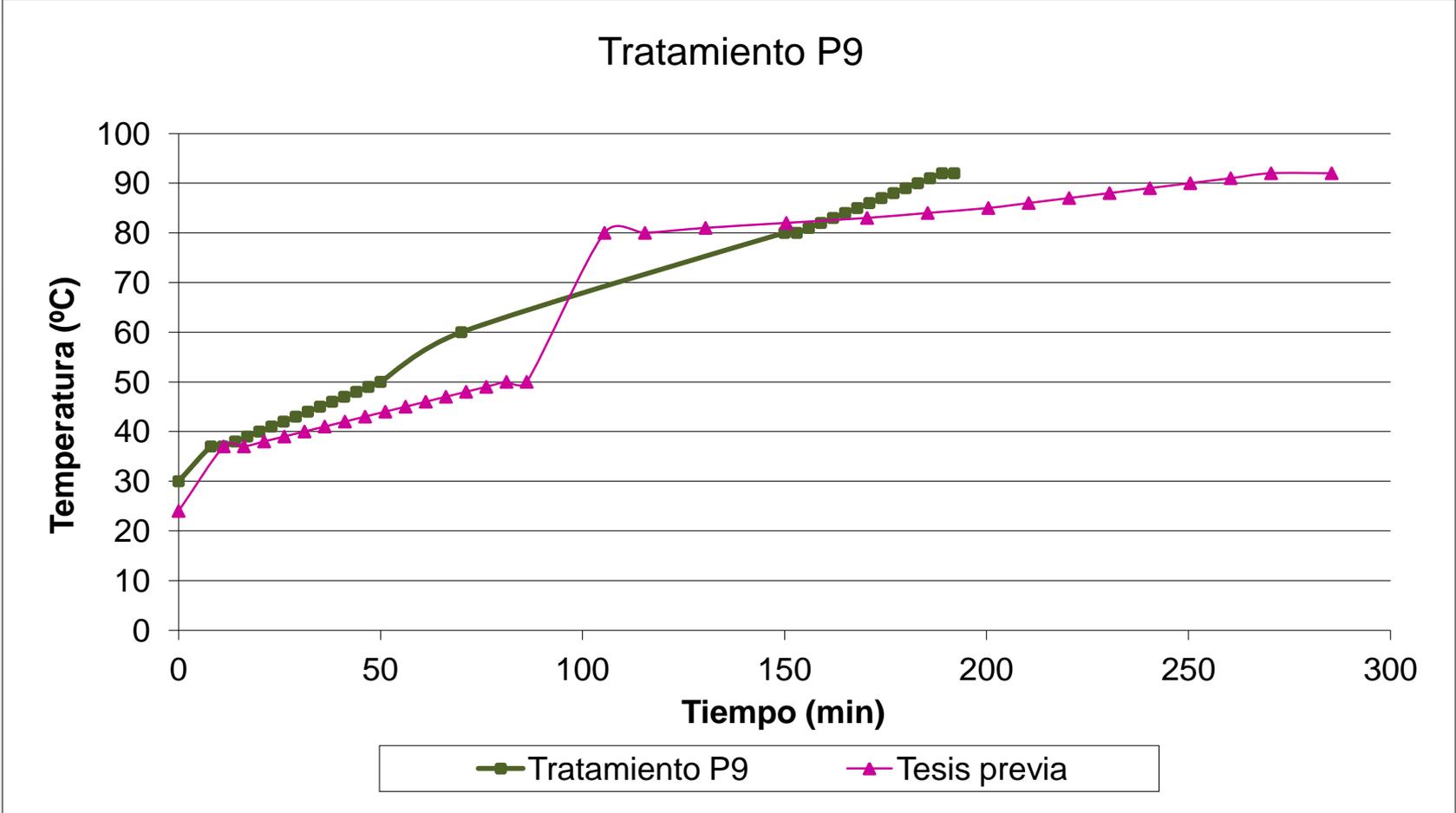


Figura 6. Tratamiento Térmico N°9 (P9).

# Identificación de las Etapas del proceso

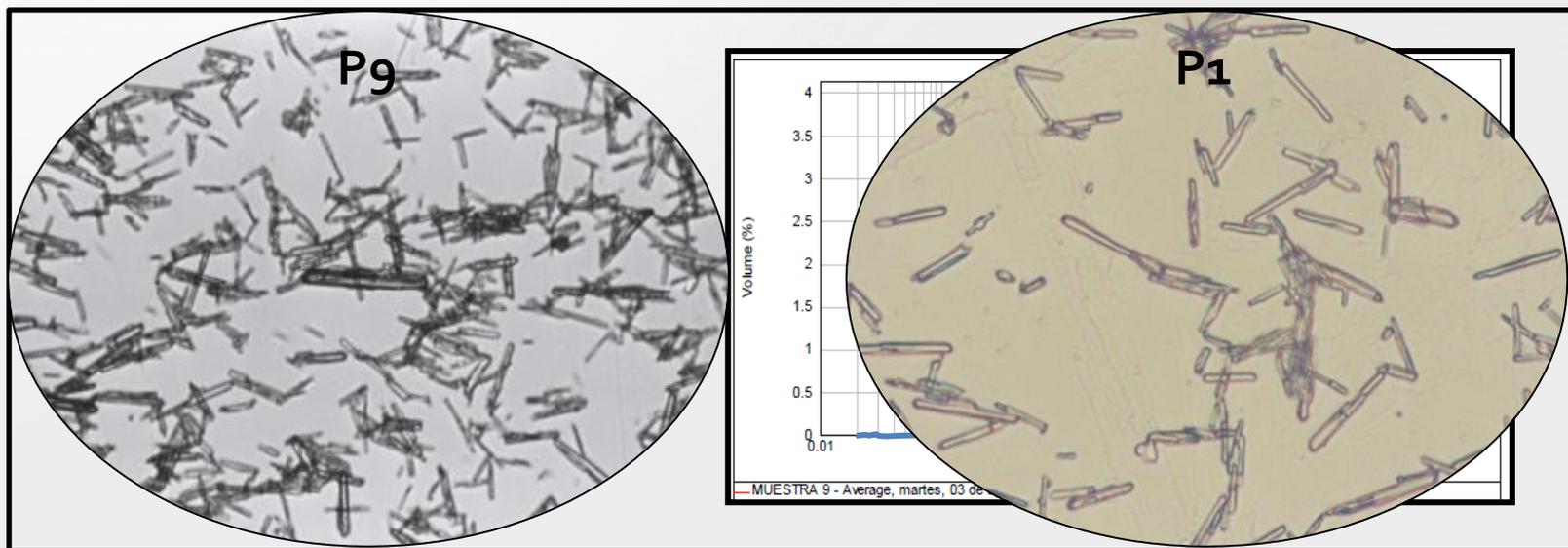


Figura 7. Fotomicrografía tomada con MO y distribución granulométrica del polvo del tratamiento térmico P9

(Granulometría realizada en el IUT Región Capital)

- Curva de tamaños promedios
- Curva de tamaños acumulada
- Sesgo ( $60\mu\text{m}$ )



# Identificación de los parámetros cinéticos

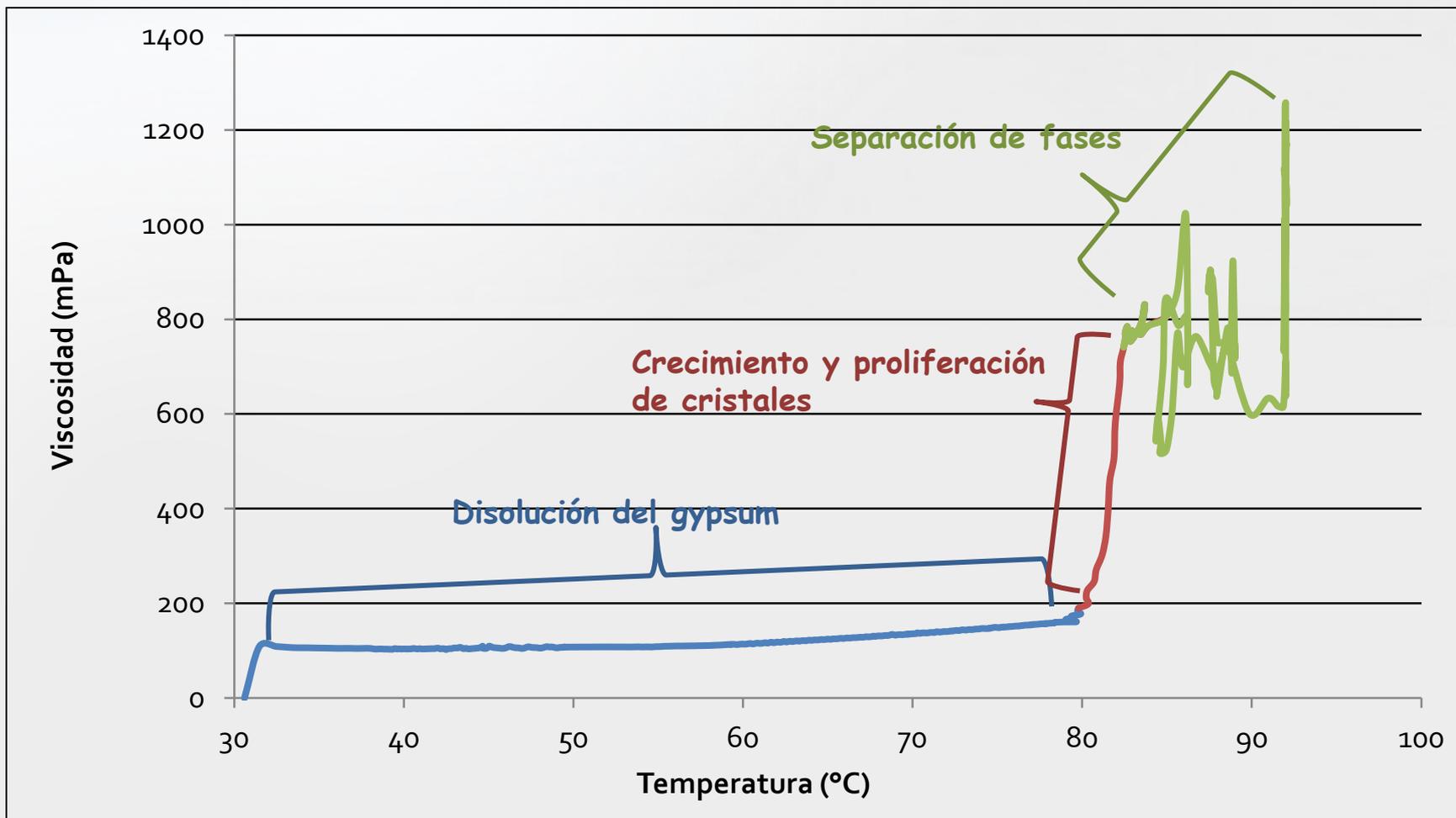


Figura 8. Comportamiento de la viscosidad en función de la temperatura



# Identificación de los parámetros cinéticos



Tabla N° 3 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]	$\rho$ (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

$\rho$  teórico: 2,757 (g/ml)



# Identificación de los parámetros cinéticos



$$\frac{d\rho}{dt} = (-v_A) = k * \rho^n \quad (3)$$

$$\frac{d\rho}{dt} = (-v_A) = 46,67 \frac{\text{lt}}{\text{mol.h}} \rho^2 \quad (4)$$

# Evaluación de la molienda

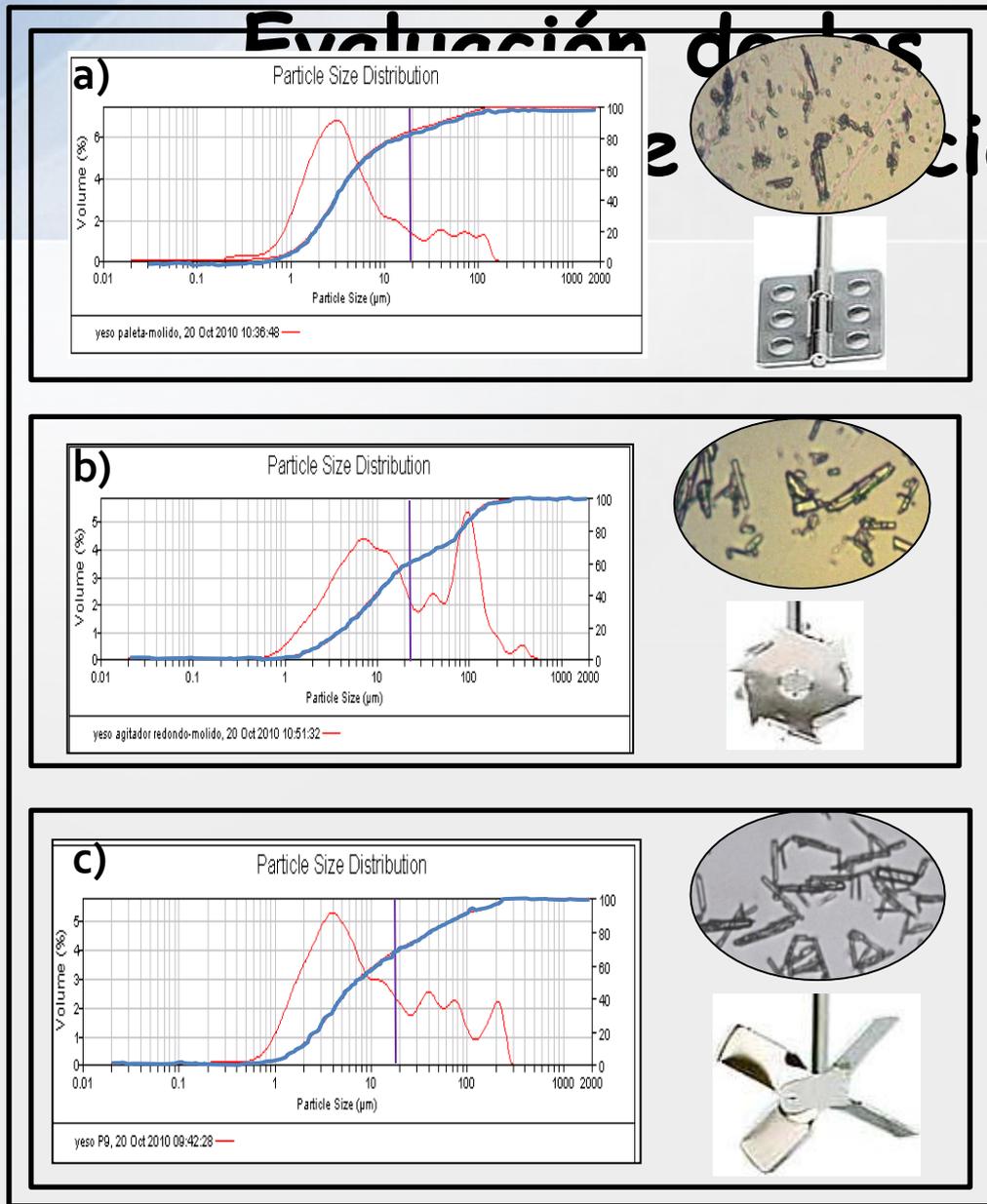


Figura 9. Fotomicrografía tomada con MO con resolución de 20X y distribución granulométrica del material obtenido (Granulometría realizada en la Universidad Central de Venezuela):  
(a) Con agitador tipo pala; (b) Con agitador de disco para disolver y (c) Con agitador tipo hélice



# Diseño de 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.
- Se emplea una relación diámetro/altura igual a 2.
- Temperatura máxima de operación  $92^{\circ}\text{C}$ , ya que ésta es la temperatura máxima que se alcanza con el ciclo térmico.



# Diseño de autoclave



- Presión máxima de operación de 4 atm, ya que ésta 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.



# Diseño de autoclave



Tabla N° 4. Dimensiones y condiciones de diseño del Autoclave

Diámetro Interno (m)	0,15
Altura (m)	0,30
Capacidad (m <sup>3</sup> )	0,0053
Presión de diseño (Kpa)	486,36
Temperatura de diseño (°C)	110

## 1. Granulometría $\varphi = 5$ mm

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

Figura 10. Micrografía de las muestras de realizadas con  $\varphi = 5$  mm (Tomadas con microscopio óptico a 20X):  
(a) Sin medio; (b) Con  $\text{CaCl}_2$  al 34% p/p; (c) Con Agua

# Desempeño del autoclave

## 1. Granulometría $\varphi = 5$ mm

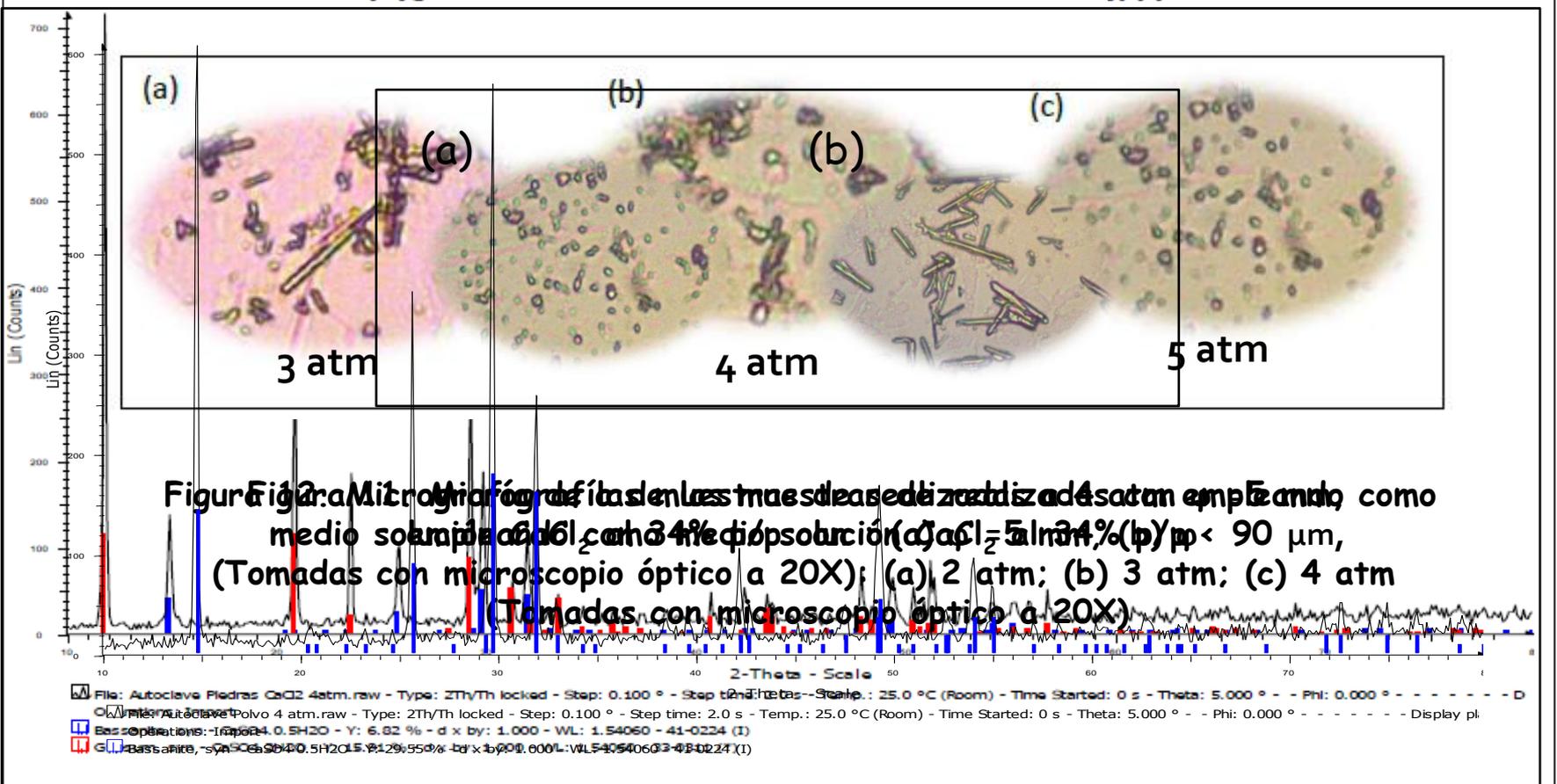


Figura 13. Difracción de rayos X del material de  $\varphi = 5$  mm, empleando como medio la solución de  $\text{CaCl}_2$  al 34% p/p a 4 atm

Figura 14. Difracción de rayos X del material de  $\varphi < 90$   $\mu\text{m}$ , empleando como medio la solución de  $\text{CaCl}_2$  al 34% p/p a 4 atm

## 2. Granulometría $\varphi < 90 \mu\text{m}$

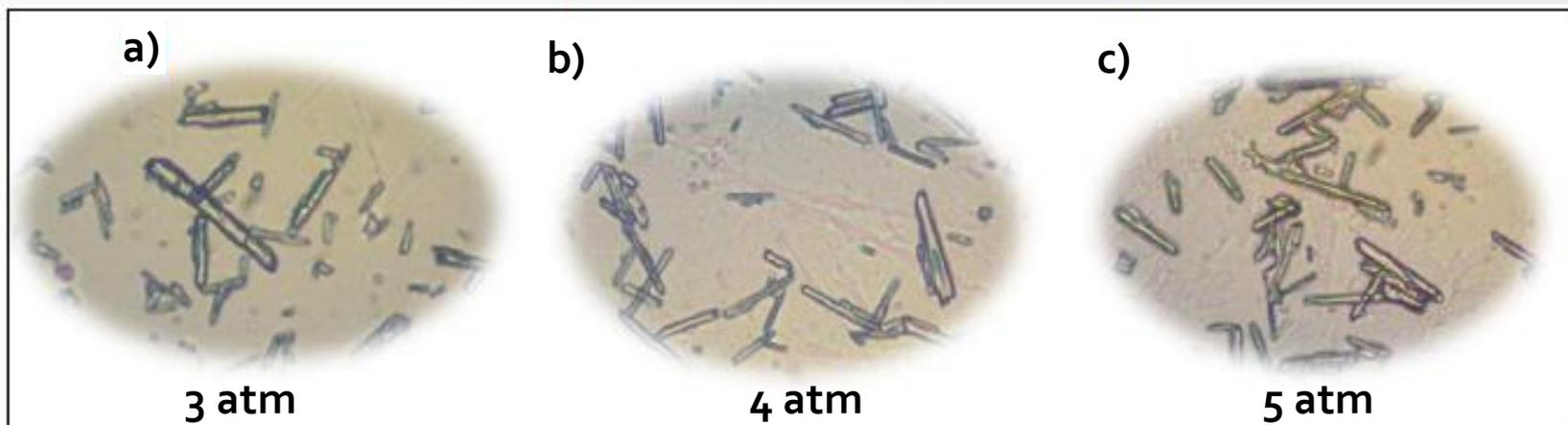
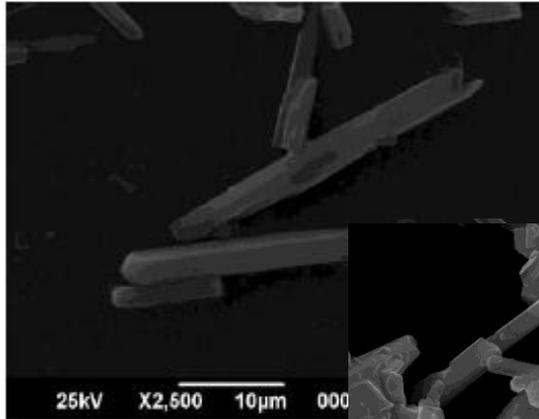


Figura 13. Micrografía de las muestras de realizadas con  $\varphi < 90 \mu\text{m}$ , empleando como medio solución  $\text{CaCl}_2$  al 34% p/p (Tomadas con microscopio óptico a 20X): (a) 3 atm; (b) 4 atm; (c) 5 atm

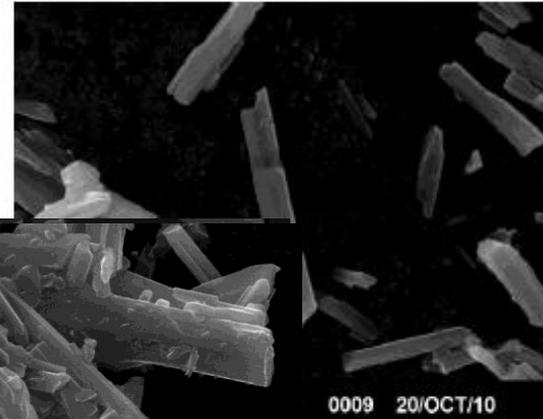
# Desempeño del autoclave

(a)

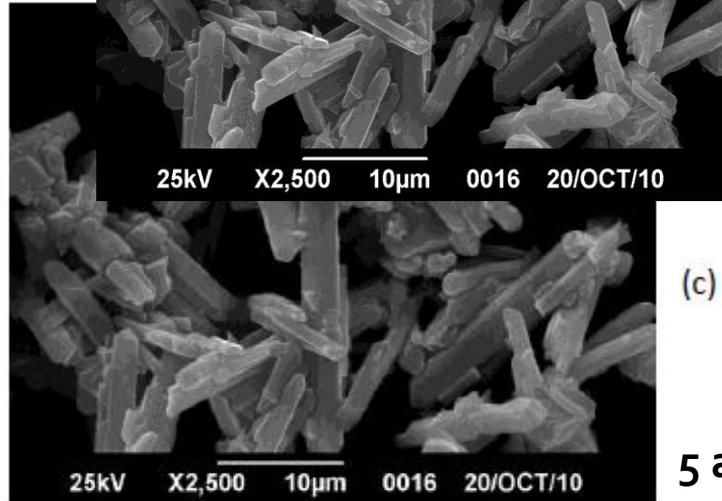


3 atm

(b)



4 atm



(c)

5 atm

Figura 14. Micrografía de las muestras de realizadas con  $\varphi < 90 \mu\text{m}$ , empleando como medio solución  $\text{CaCl}_2$  al 34% p/p (Tomadas con MEB): (a) 3 atm; (b) 4 atm; (c) 5 atm



# Desempeño del autoclave



## 2. Granulometría $\varphi < 90 \mu\text{m}$

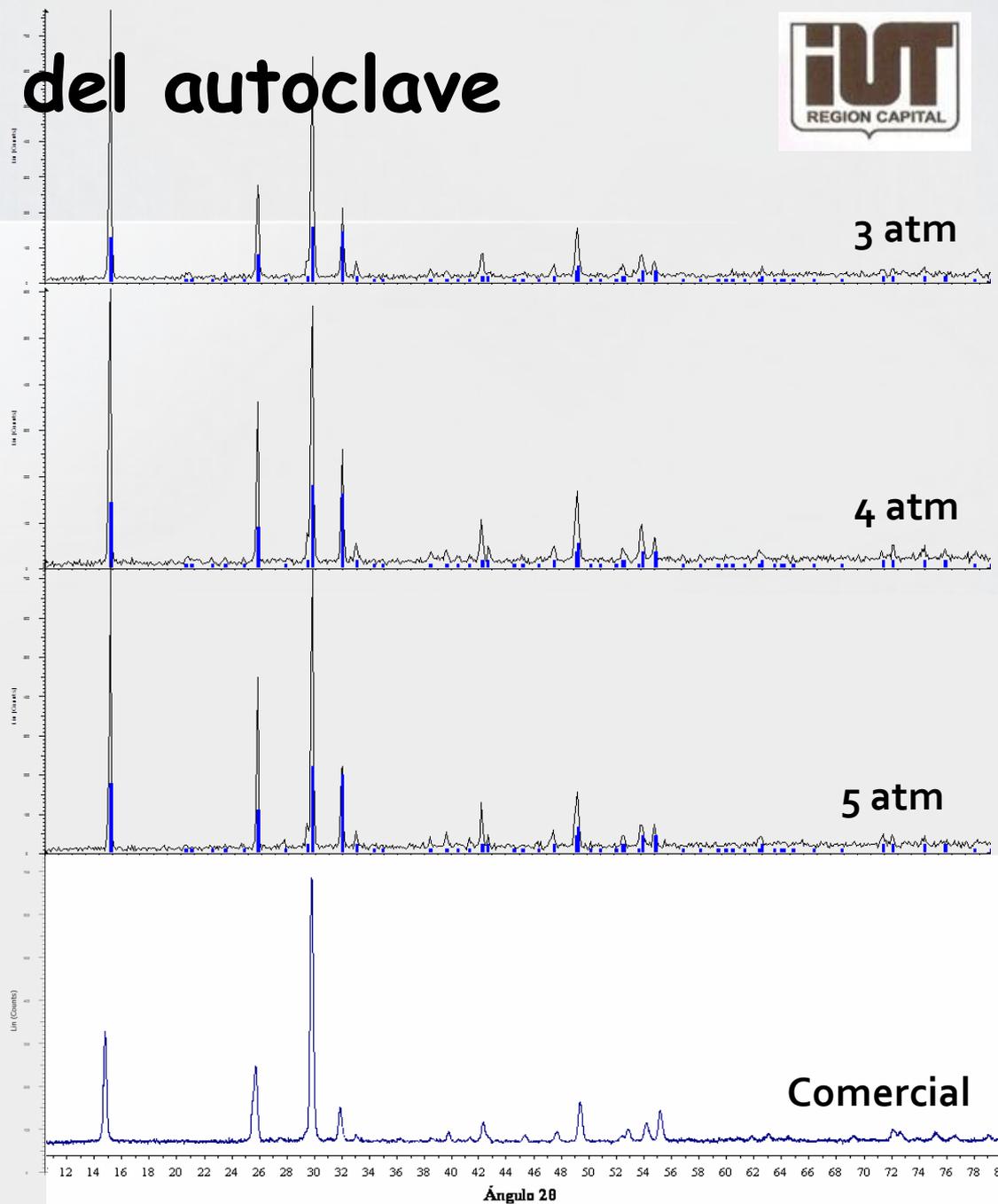


Figura 15. Difracción de rayos X del material de  $\varphi < 90 \mu\text{m}$ , empleando como medio la solución de  $\text{CaCl}_2$  al 34% p/p a: a) 3 atm, b) 4 atm y c) 5 atm. d) Difracción de rayos X de material odontológico (YM) (Hung, 2008)



# Desempeño del autoclave

## 2. Granulometría $\varphi < 90 \mu\text{m}$

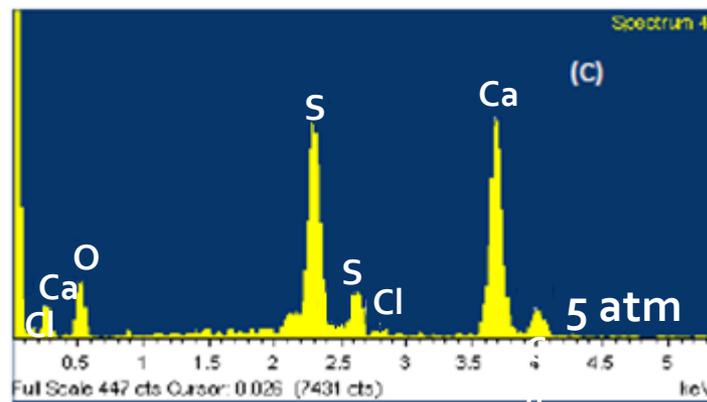
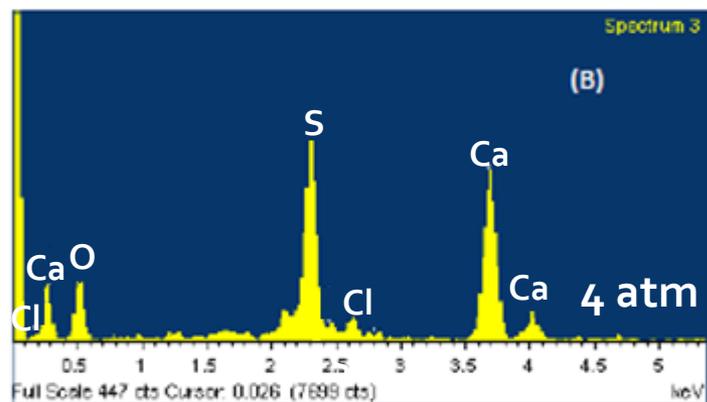
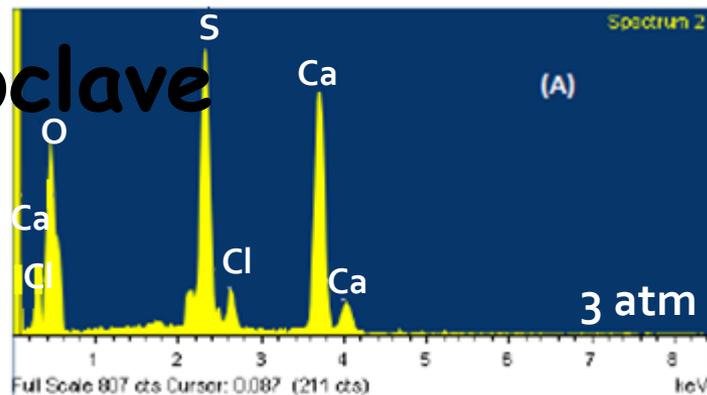
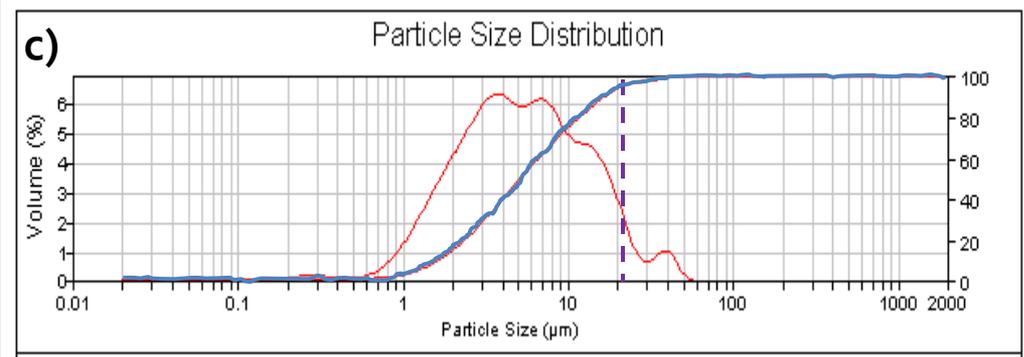
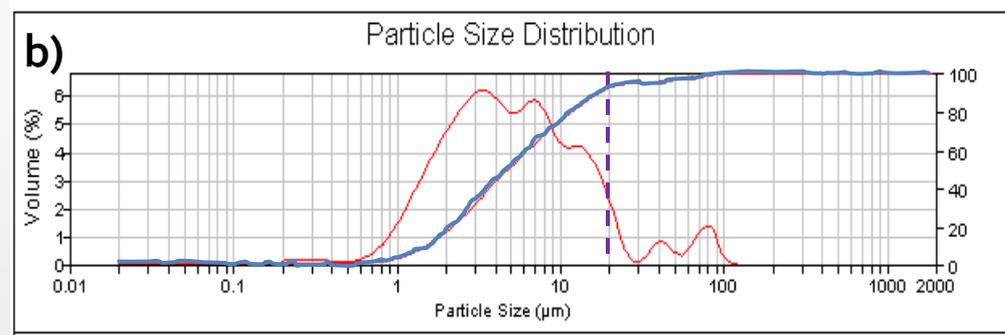
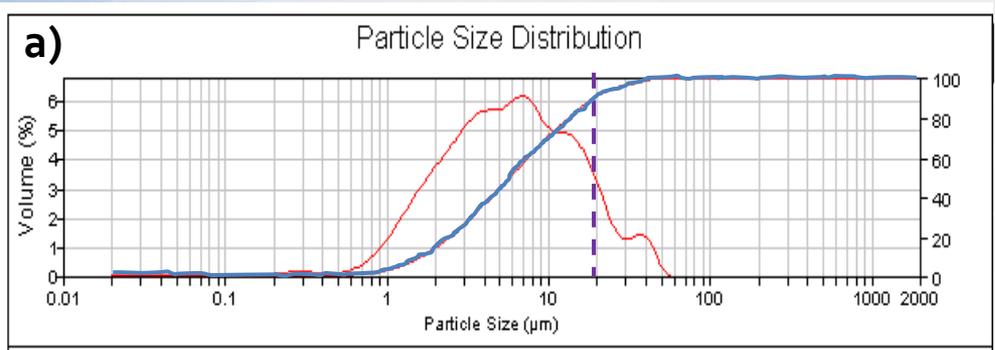


Figura 16. EDX los cristales de yeso hemihidratado a obtenido en autoclave:  
(A) 3 atm, (B) 4atm; (C) 5 atm



ave



- Curva de tamaños promedios
- Curva de tamaños acumulada
- Sesgo ( $20\mu\text{m}$ )

Figura 17. Granulometría laser de yeso hemihidratado a obtenido en autoclave :  
(a) 3 atm, (b) 4 atm y (c) 5 atm (molido 15 min)



# Temperatura y tiempo de fraguado

## 2. Granulometría $\varphi < 90 \mu\text{m}$

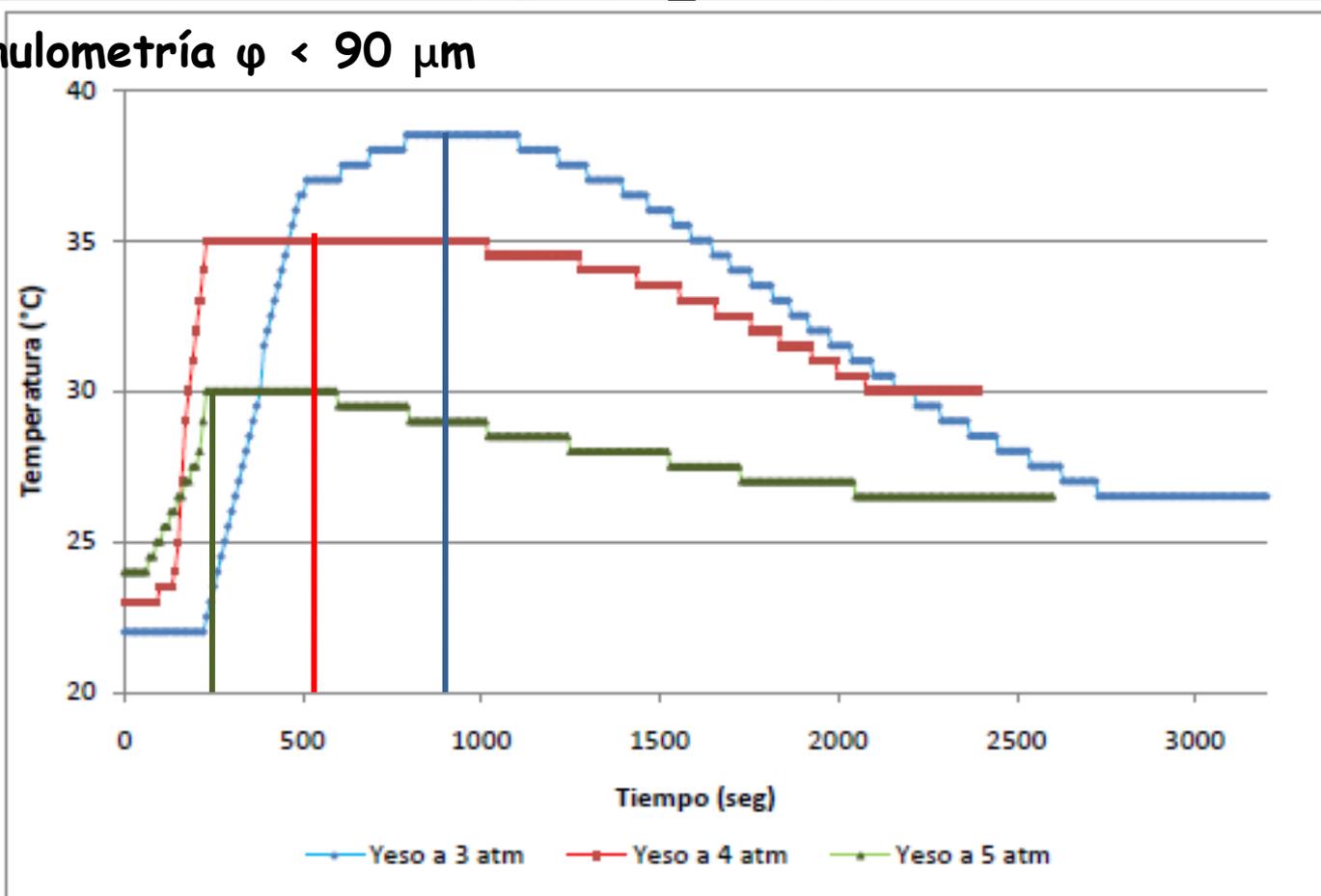


Figura 18. Evolución de la temperatura de fraguado para las diferentes mezclas de yeso preparadas con una relación yeso/agua de 70/30.



# Resumen



Tabla N°6. Resumen

Cinética	Orden de reacción igual a dos y constante de velocidad de reacción 44,66 lt/mol.h
Tipo de Agitador	Pala
Ciclo Térmico	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).
Presión	Se obtuvo el material deseado empleando una presión de 5 atm
Tiempo de Fraguado	El material obtenido tiene un tiempo de fraguado de 2100 segundos





# Contenido



- ❖ Planteamiento del Problema
- ❖ Objetivos
- ❖ Metodología
- ❖ Análisis y discusión de resultados
- ❖ **Conclusiones**
- ❖ Recomendaciones



# Conclusiones



- La etapa determinante en la producción de yeso hemihidratado  $\alpha$ , es la de nucleación y crecimiento de cristales, comprendida en el ciclo térmico entre  $50^{\circ}\text{C}$  -  $80^{\circ}\text{C}$  ( $0,2913^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ).
- 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  $\alpha$  con las propiedades adecuadas, se debe emplear un agitador tipo pala.



# Conclusiones



- 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 de  $\varphi = 5 \text{ mm}$  y  $\varphi < 90 \mu\text{m}$ , se determinó que esta última es la granulometría óptima para la obtención del yeso hemihidratado  $\alpha$ .
- Al evaluar el desempeño del autoclave con material de granulometría  $\varphi < 90 \mu\text{m}$  a diferentes presiones, se obtuvo el mejor producto a una presión de 5 atm.



# Contenido



- ❖ Planteamiento del Problema
- ❖ Objetivos
- ❖ Metodología
- ❖ Análisis y discusión de resultados
- ❖ Conclusiones
- ❖ **Recomendaciones**



# Recomendaciones



- Realizar estudios a diferentes presiones con el material que presenta una granulometría  $\varphi = 5 \text{ mm}$  y  $\varphi < 90 \mu\text{m}$ , empleando vapor de agua como gas para aumentar la presión dentro del autoclave, para observar el efecto de esta variación en el tamaño de los cristales obtenidos.
- Estudiar la influencia de añadir ácido oxálico en pequeñas cantidades sobre el tamaño de los cristales obtenidos.
- Estudiar a fondo la cinética asociada al proceso de deshidratación parcial del gypsum.



# Recomendaciones



- 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.
- Evaluar presiones sobre 5 atm, con un gas inerte.



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
TRABAJO ESPECIAL DE GRADO II



**Un agradecimiento especial a:**

- **UCV- Facultad de Ciencias, Escuela de Geoquímica.  
Prof. William Marrero ( Análisis de difracción de Rayos X)**
- **USB- Unidad de laboratorios, Laboratorio E .  
Lic. Gleen Rodríguez (Microscopía electrónica de barrido)**
- **UCV-Facultad de Ingeniería, Escuela de Ingeniería Química,  
Laboratorio de Separaciones Mecánicas.  
T.S.U Andreína Da Fonseca (Ensayos de Granulometría Láser)**
- **IUT- Instituto Universitario de tecnología  
Prof. Jesús Batista (Ensayos de Granulometría Láser)**



UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
TRABAJO ESPECIAL DE GRADO II



**GRACIAS POR SU ATENCIÓN !!!!**

**TUTORES ACADÉMICOS:**  
Dr. Arnaldo Millán  
Prof. Francisco Yáñez

Presentado por las Brs.:  
Arias A. Teresita V.  
Ricaurte R. Mariellys V.