

**ANÁLISIS DE ASPECTOS QUE IMPACTAN EN LA FLUIDEZ DEL CEMENTO  
PETROLERO EN SILOS**

**LAURA ANDREA GUTIÉRREZ PÉREZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2011**

**ANÁLISIS DE ASPECTOS QUE IMPACTAN EN LA FLUIDEZ DEL CEMENTO  
PETROLERO EN SILOS**

**LAURA ANDREA GUTIÉRREZ PÉREZ**

**Trabajo de grado para optar por el título de:  
INGENIERA QUÍMICA**

**Director**

**Crisóstomo Barajas Ferreira**

**Ingeniero Químico M.Sc.**

**Co-Director**

**Marjorie León Martínez**

**Coordinadora Control Calidad HOLCIM**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2011**

## **AGRADECIMIENTOS**

A Dios, por permitirme concluir con éxito ésta etapa de mi vida, acompañándome y guiándome durante todo el camino.

A mis padres, hermana y abuelita, por su inmenso amor y apoyo incondicional, gracias a ellos, a sus consejos y valores he llegado hasta este momento.

A Sergio, por aguantarme, entenderme, apoyarme y vivir conmigo tantas experiencias durante nuestra vida universitaria.

A Marjorie León, coordinadora del laboratorio de control calidad de HOLCIM, por permitirme ser parte de su equipo de trabajo y brindarme el apoyo necesario para la realización de la práctica.

A Juan Carlos Leguizamón, ingeniero de control calidad de HOLCIM, por ofrecerme toda su experiencia, conocimientos, paciencia y buen humor.

A los ingenieros, operarios, contratistas y practicantes que conforman el grupo de trabajo del laboratorio de calidad de HOLCIM, por sus valiosos aportes, consejos y ayuda durante mi tiempo de trabajo en el laboratorio.

Al profesor Crisóstomo Barajas, director de este proyecto, por sus aportes educativos y valiosa asesoría.

A mis familiares, amigos, compañeros y todos aquellos que de alguna manera contribuyeron con mi desarrollo profesional.

## CONTENIDO

	<b>Pág.</b>
1. INTRODUCCIÓN	14
2. FUNDAMENTO TEÓRICO	15
2.1. GENERALIDADES.....	15
2.1.1. Proceso de Fabricación del Cemento.....	15
2.1.1.1. Extracción y Trituración de Materias Primas .....	16
2.1.1.2. Prehomogenización .....	16
2.1.1.3. Molienda de Materias Primas .....	16
2.1.1.4. Fabricación de clinker.....	17
2.1.1.5. Molienda y almacenamiento .....	19
2.1.1.6. Empaque y Despacho .....	19
3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	20
4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	21
4.1. Variables a Evaluar .....	21
4.2. ESTRATEGIAS METODOLÓGICAS.....	22
4.2.1. Molienda Experimental .....	22
4.2.1.1. Selección de Materias Primas .....	22
4.2.1.2. Recolección de Muestras .....	23
4.2.1.3. Preparación de Materias Primas .....	23
4.2.1.4. Análisis Químicos de los Yesos.....	24
4.2.1.5. Moliendas .....	24
4.2.1.6. Caracterización del Cemento .....	24
4.2.2. Tamaño de Partícula .....	25
4.2.2.1. Distribución Granulométrica .....	25
4.2.2.2. Velocidad del Separador del Molino .....	25
4.2.3. Determinación de Humedad .....	26
4.2.3.1. Grado de Hidratación del Yeso.....	26
4.2.3.2. Temperatura de Molienda y Humedad en el Cemento .....	26

4.2.4.	Acumulado de Molienda .....	27
4.2.4.1.	Análisis Físico. Finura con Equipo de Barrido por Aire .....	27
4.2.4.2.	Análisis Químico. Aluminato Tricálcico (C <sub>3</sub> A) .....	27
4.2.5.	Índice de Empaquetamiento .....	27
5.	PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	28
5.1.	Caracterización de los Cementos Experimentales .....	28
5.1.1.	Análisis Químico .....	28
5.1.2.	Análisis Reológico .....	30
5.2.	Distribución Granulométrica .....	31
5.2.1.	Distribución por Granulómetro Láser CILAS.....	31
5.2.2.	Velocidad del Separador .....	32
5.3.	Determinación de Humedad.....	32
5.3.1.	Yeso y Temperatura de molienda.....	32
5.3.2.	Humedad en el Cemento.....	34
5.4.	Acumulado de Molienda.....	34
5.4.1.	Determinación de Finura con Equipo de Barrido por Aire.....	34
5.4.2.	Porcentaje de Aluminato Tricálcico.....	35
5.5.	ÍNDICE DE PACK SET .....	36
6.	CONCLUSIONES	37
7.	RECOMENDACIONES	38
	BIBLIOGRAFÍA	39
	GLOSARIO	41
	ANEXOS	43

## LISTA DE FIGURAS

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Diagrama de Bloques Producción Petrolero. ....	15
Figura 2. Molienda de Cemento Clase G en el Laboratorio. ....	22

## LISTA DE GRÁFICOS

	<b>Pág.</b>
Gráfico 1. Análisis Reológico a 300 r.p.m.....	30
Gráfico 2. Distribución por Granulómetro Láser CILAS.....	31
Gráfico 3. Velocidad Promedio del Separador. ....	32
Gráfico 4. Temperatura Promedio de Molienda (°C) .....	33
Gráfico 5. Porcentaje de Retenido en Malla N°325. ....	34
Gráfico 6. Porcentaje de C <sub>3</sub> A. ....	35
Gráfico 7. Índice de Pack Set. ....	36

## LISTA DE TABLAS

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Especificaciones Químicas del Clinker.....	17
Tabla 2. Fases del Clinker.....	18
Tabla 3. Clinkerización. ....	18
Tabla 4. Clasificación de Cementos Experimentales. ....	24
Tabla 5. Análisis Químico de los Yesos. ....	28
Tabla 6. Caracterización Química de Cementos de Laboratorio. ....	29
Tabla 7. Resultados Entregados del Laboratorio de Petrografía de la UPTC. ....	32
Tabla 8. Muestreo de Humedad del Cemento.....	34
Tabla A1. Clasificación y nomenclatura API del Cemento Portland. ....	43

## LISTA DE ANEXOS

	<b>Pág.</b>
ANEXO A: CLASIFICACIÓN Y NOMENCLATURA API DEL CEMENTO PORTLAND.	43
ANEXO B: ANÁLISIS QUÍMICOS.	44
ANEXO C: DETERMINACION DE FINURA POR EQUIPO DE BARRIDO POR AIRE. [17]	48
ANEXO D: CARACTERIZACIÓN DE LECHADAS DE CEMENTO PETROLERO.	49

## RESUMEN

**TITULO:**

ANÁLISIS DE ASPECTOS QUE IMPACTAN EN LA FLUIDEZ DEL CEMENTO PETROLERO EN SILOS\*

**AUTOR:**

GUTIÉRREZ PÉREZ, Laura Andrea\*\*

**PALABRAS CLAVES:**

Cemento Petrolero, Empaquetamiento, Fluidéz, Silos.

**DESCRIPCIÓN:**

En la planta cementera HOLCIM Colombia, el cemento petrolero ha estado presentando graves problemas de empaquetamiento en los silos de almacenamiento previo a su despacho lo que ocasiona pérdidas económicas a la empresa y la disminución de la calidad del material en el momento de su despacho.

El objetivo principal de este trabajo fue el análisis de diferentes factores inherentes a la producción de cemento petrolero y su efecto en la fluidez del mismo para determinar posibles causas, aportar ideas y recomendar medidas de prevención que ayuden a encontrar una solución óptima al problema.

Para dar cumplimiento a ese objetivo, se evaluaron distintos puntos claves en la fabricación de dicho cemento tanto a nivel de laboratorio como a nivel industrial como son: influencia de las materias primas usadas en la molienda, condiciones de operación del molino, parámetros químicos y físicos que afectan la reactividad del cemento, distribución granulométrica de las partículas, índice de pack set y propiedades reológicas de las lechadas.

Se presentan los resultados y conclusiones de los análisis realizados a la caracterización de las moliendas de los años 2010 y 2011; se indica el procedimiento usado para la fabricación de cemento a nivel de laboratorio, su caracterización y posterior análisis. Durante la investigación se contó con el apoyo de Holcim Apasco (México) y Holcim Group Support.

---

\* Trabajo de Grado.

\*\* Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Química.  
Director: Magister Crisóstomo Barajas Ferreira.

## SUMMARY

**TITTLE:**

ANALYSIS OF ASPECTS THAT IMPACT ON THE FLUIDITY OF OIL WELL CEMENT IN SILOS<sup>\*\*</sup>

**AUTHOR:**

GUTIERREZ PEREZ, Laura Andrea.<sup>\*\*</sup>

**KEYWORDS:**

Oil Well Cement, Pack set, Fluidity, Silos.

**DESCRIPTION:**

At HOLCIM Colombia Cement Plant, oil well cement has been exhibiting serious problems of pack setting in the silo prior to being released, the quality of the material decreases and is not workable as oil well cement, causing economic losses to the company and the deterioration in the quality of the material at the time of the shipment.

The primary objective of this study was the analysis of different factors inherent to the production of oil well cement and their effect on its fluidity to determine possible causes and provide ideas and recommend preventive measures to help find an optimal solution to the problem.

To fulfill this goal, several key points were evaluated in the manufacture of oil well cement at laboratory and industrial level such as: influence of raw materials used in grinding, mill operating conditions, chemical and physical parameters which affect cement reactivity, particle size distribution, pack set index, humidity percentage, and slurry rheological properties.

The results and conclusions of the analysis made to the characterization of the grindings of 2010 and 2011 are presented; the procedure for making cement in the laboratory and its comparison with industrial cement is indicated. The investigation was supported by Holcim Apasco (Mexico) and Holcim Group Support.

---

\* Undergraduate Thesis.

\*\* Faculty of Physic-Chemical Engineering. School of Chemical Engineering.  
Director: Magister Crisóstomo Barajas Ferreira

## 1. INTRODUCCIÓN

HOLCIM (COLOMBIA) S.A. pertenece al grupo suizo HOLCIM, el cual es una de las empresas cementeras más grandes del mundo con presencia en más de 70 países y alrededor de 90.000 empleados. Para la producción de cemento, concreto y agregados, emplea alta tecnología y mano de obra calificada para garantizar a sus clientes la máxima calidad en sus productos. La planta cementera se encuentra ubicada en el municipio de Nobsa, Boyacá; esta planta produce diferentes tipos de cemento: Holcim Boyacá Tipo I, Especial Tipo Concretera, Especial 2, ARI (Alta Resistencia Inicial) Tipo III, Holcim para Fibrocemento, Holcim Boyacá Tipo II, Holcim Boyacá Tipo V y Cemento Petrolero Clase G.

El cemento clase G es especialmente diseñado para la cementación de pozos petroleros, fabricado con clinker de preparación especial y yeso de alta calidad. Es de gran importancia para la compañía, puesto que es el producto que genera más ganancia y además está certificado con el sello API para cemento MSR (Moderate Sulfate-Resistant) otorgado por el American Petroleum Institute, lo que indica que el producto ha sido elaborado bajo un sistema de alta calidad y cumple con las especificaciones establecidas por esta entidad internacional.

En la Planta Nobsa, el cemento clase G ha presentando dificultades de fluidez dentro de los silos de almacenamiento; éste exhibe un grave problema de empaquetamiento, es decir, se compacta y se pega a las paredes del silo dificultando su extracción. Esto ha causado que buena parte del cemento petrolero sea reprocesado y despachado como cemento tipo I.

El presente trabajo es el resultado de la práctica empresarial realizada por el autor en HOLCIM y muestra el análisis a nivel de laboratorio de diferentes variables que afectan la fluidez del cemento petrolero, para determinar posibles causas y aportar ideas para encontrar la solución óptima al problema.

## 2. FUNDAMENTO TEÓRICO

### 2.1. GENERALIDADES

#### 2.1.1. Proceso de Fabricación del Cemento

El cemento es uno de los materiales más usados en la industria de la construcción y es el ingrediente principal del concreto. La fabricación de cualquier tipo de cemento es la misma; la principal diferencia radica en las adiciones que son agregadas durante la molienda. Entre las principales adiciones está: ceniza, puzolana, escoria, etc. En el caso de los cementos sin adiciones, como el cemento tipo petrolero, tema central de esta investigación, la diferencia está en la composición química del clinker, la calidad del yeso y la ausencia de adiciones usadas en la molienda.

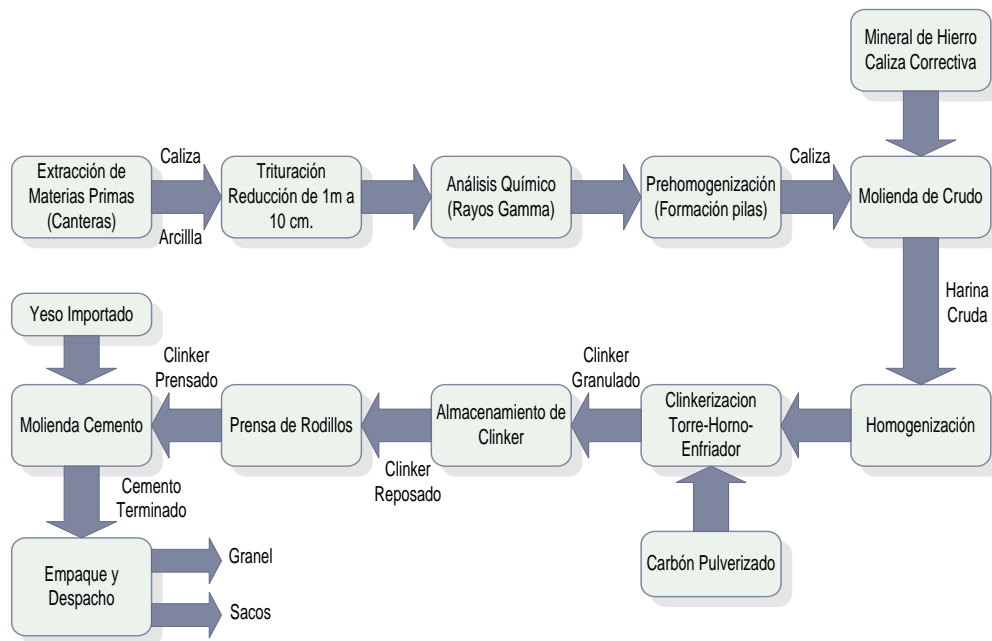


Figura 1. Diagrama de Bloques Producción Petrolero.

### **2.1.1.1. Extracción y Trituración de Materias Primas**

Las materias primas del clinker portland son calizas y arcillas que se obtienen de las reservas minerales de la región. El material se explota, remueve, carga y transporta para su posterior trituración. Fuera de la cantera, las rocas se someten a una reducción de tamaño desde 1m hasta aproximadamente 10 cm para facilitar su manejo y preparación.

Los principales componentes de estas materias primas son: Dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ), óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ), óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y óxido férrico ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ); además de estos compuestos y en menor cantidad se encuentran:  $\text{SO}_3$ ,  $\text{MgO}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$  libre,  $\text{Mn}_2\text{O}_3$ ,  $\text{P}_2\text{O}_5$ ,  $\text{TiO}_2$ , entre otros. El  $\text{SiO}_2$  o “silicato” se representa con la letra “S”; el  $\text{CaO}$  también conocido como “cal” se representa con “C”; el  $\text{Al}_2\text{O}_3$  o “aluminato” se representa con la letra “A” y el  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  o “hierro” con la letra “F”. Estas son las abreviaturas usadas en el ámbito del cemento y se usarán en adelante en el texto.

### **2.1.1.2. Prehomogenización**

Luego de la trituración y durante su movilización al patio de prehomogenización, las rocas son analizadas con un equipo de rayos gamma, para el control de calidad químico. En el patio de prehomogenización, el material se dispone en dos pilas que se consumen y se llevan a un silo de almacenamiento para ser alimentadas al molino de crudo junto con dosificaciones de los materiales correctivos que son mineral de hierro y caliza correctiva con alto contenido de  $\text{CaCO}_3$ .

### **2.1.1.3. Molienda de Materias Primas**

También conocida como molienda de crudo. La caliza de la pila de prehomogenización junto con el mineral de hierro y la caliza correctiva, ingresan a un molino vertical que pulveriza y mezcla el material para obtener la harina cruda. Por medio de succión de los gases calientes del horno, la harina es llevada hacia

un filtro de mangas para separarla del aire y luego pasa a un silo donde se homogeniza continuamente con aire para obtener la composición química adecuada y continuar con el proceso.

#### **2.1.1.4. Fabricación de clinker**

Si el cemento a producir es tipo petrolero, el clinker que se fabrica es de diferente composición química que la del clinker que se emplea en los demás cementos; de ahí que en HOLCIM se fabrican dos tipos de clinker diferentes denominados “Tipo Petrolero” y “Tipo II” cuya composición química se observa en la Tabla 1.

Tabla 1. Especificaciones Químicas del Clinker

<i>Especificaciones Químicas Clinker</i>			
<b>TIPO</b>	<b>%C3S</b>	<b>%C3A</b>	<b>%CaOL</b>
<b>Petrolero</b>	55-60	Máx. 3,5	Máx. 0,8
<b>II</b>	Min. 58	Min. 7,0	Máx. 2,5

Fuente: Technical Information System: Holcim Colombia.

La harina es llevada hacia la torre precalentadora por un elevador de cangilones. La torre consta de cinco ciclones ubicados uno debajo del otro por los cuales desciende la harina. Esta, se calienta por un intercambio de calor con el flujo en contracorriente de los gases provenientes del horno con ayuda del movimiento turbulento dentro de los ciclones. Cuando desciende por la torre, llega a la entrada del horno giratorio con una temperatura de aproximadamente 900°C, donde completará su transformación llegando a una temperatura de 1450°C.

En este momento es donde se llevan a cabo las reacciones químicas más importantes del proceso (ver Tabla 3), donde los óxidos principales SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y CaO reaccionan entre sí para formar el clinker. Este nuevo material está compuesto en su mayoría por: silicato tricálcico ó C<sub>3</sub>S, silicato bicálcico ó C<sub>2</sub>S, aluminato tricálcico ó C<sub>3</sub>A y ferroaluminato tetracálcico ó C<sub>4</sub>AF (ver Tabla 2). La cal que no reacciona y no se combina en el clinker se conoce como cal libre.

Tabla 2. Fases del Clinker

Formula Abreviada	Fase	Aspecto	Propiedades
<b>C<sub>3</sub>S</b>	Alita	Cristal hexagonal o angular color azul, verde o pastel.	Resistencias a corto y mediano plazo. Alta velocidad de hidratación. Calor de hidratación moderado.
<b>C<sub>2</sub>S</b>	Belita	Cristal esférico o redondeado rugoso y sin color fuerte.	Resistencias a mediano y largo plazo. Baja velocidad y calor de hidratación.
<b>C<sub>3</sub>A</b>	Celita	Hojas grises con manchas a rayas.	Velocidad y calor de hidratación muy altos. Resistencias iniciales.
<b>C<sub>4</sub>AF</b>	Felita	Matriz blanca que rodea los demás cristales.	Buena estabilidad química. Favorece la hidratación de los otros compuestos.

Fuente: <http://www.scribd.com/doc/24863679/Composicion-Del-Cemento>.

Al salir del horno, el clinker se enfría rápidamente con aire para que el material se cristalice y llegue a una temperatura de 150°C. El clinker frío se lleva a almacenamiento para que continúe enfriándose y esté listo para la siguiente fase.

Tabla 3. Clinkerización.

T(°C)	Tipo de Reacción	Reacciones Químicas
<b>Calentamiento</b>		
<b>20-100</b>	Evaporación del agua libre.	
<b>100-300</b>	Pérdida agua libre.	
<b>400</b>	Pérdida agua de cristalización. Desdoblamiento en óxidos libres.	$Al_4 OH_8 Si_4 O_{10} \rightarrow 2 Al_2 O_3 * 2 SiO_2 + 4 H_2 O$
<b>500</b>	Cambios estructurales en los silicatos.	$Al_2 O_3 * 2 SiO_2 \rightarrow Al_2 O_3 + 2 SiO_2$
<b>800-900</b>	Disociación de carbonatos. Descarbonatación de caliza.	$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$ $3CaO + 2SiO_2 + Al_2O_3 \rightarrow 2 CaO * SiO_2 + CaO * Al_2O_3$
<b>900</b>	Formación de C <sub>2</sub> S, productos intermedios, aluminatos, ferroaluminatos.	$CaO * SiO_2 + CaO \rightarrow 2CaO * SiO_2$ $2CaO + SiO_2 \rightarrow 2CaO * SiO_2 (C_2S)$ $CaO * Al_2O_3 + 2CaO \rightarrow 3CaO * Al_2O_3 (C_3A)$ $CaO * Al_2O_3 + 3CaO + Fe_2O_3 \rightarrow 4CaO * Al_2O_3 * Fe_2O_3 (C_4AF)$
<b>1250</b>	Formación C <sub>3</sub> S.	$2CaO * SiO_2 + CaO \rightarrow 3CaO * SiO_2 (C_3S)$

1450	Fusión aluminatos y ferroaluminatos. Recristalización C <sub>3</sub> S y C <sub>2</sub> S.
<b>Enfriamiento</b>	
1300-1240	Cristalización fase líquida C <sub>3</sub> A y C <sub>4</sub> AF
Fuente: Prontuario del Cemento. LA BAHN, Kohlhaas. 5ta. edición. Ed. Técnicos Asociados. 1985. p 167.	

### **2.1.1.5. Molienda y almacenamiento**

Previamente a la molienda se determina el tipo de cemento que se va a producir definiendo si lleva o no adiciones y la finura a la cual será molido. Cada tipo de cemento se fabrica atendiendo los requerimientos de norma con el fin de cumplir requisitos fisicoquímicos y ofrecer distintas propiedades y aplicaciones. Para el cemento petrolero, el American Petroleum Institute (API) se encarga de asignar especificaciones para su fabricación, clasificación y aplicación (Ver Anexo A).

El clinker sale en rocas de entre 1,5 y 3,0 cm de diámetro que se reducen de tamaño antes de la molienda en una prensa de rodillos (clinker prensado) para aumentar la eficiencia del molino y disminuir el consumo de energía. Debido a la alta velocidad de fraguado del clinker al mezclarse con agua, se añade yeso ( $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ ) durante la molienda como regulador del fraguado, teniendo en cuenta su dosificación para no afectar propiedades como fluidez del cemento, estabilidad de almacenamiento, resistencias, tiempo de bombeabilidad, etc. Para el cemento clase G, se usa yeso importado de alta pureza. El clinker prensado y el yeso (además de las adiciones si es el caso) son llevados al molino de bolas que consta de dos cámaras separadas por un diafragma, con cuerpos moledores de diferente tamaño que reducen y mezclan el material por efecto de impacto y fricción. Durante la molienda, y por acción de un separador, las partículas que cumplen con un parámetro de finura establecido son extraídas como producto final mientras que las restantes son devueltas al molino hasta que cumplan con el tamaño requerido.

### **2.1.1.6. Empaque y Despacho**

El cemento terminado es llevado hacia los silos de empaque y graneleras. De allí se despacha en bolsas o a granel según la solicitud del cliente. Las bolsas son

llenadas por empacadoras que cargan automáticamente los sacos hasta un peso establecido. Una vez sellados son llevados hasta una paletizadora donde son organizados en los vehículos por un montacargas. En el despacho a granel, el cemento se empaqueta directamente en las graneleras o vehículos de despacho.

### **3. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

El cemento petrolero clase G MSR de HOLCIM Colombia ha venido presentando problemas de fluidez en los silos de empacado y granel durante los últimos años; con el paso del tiempo y el aumento de la demanda del producto, se han sentido con mayor fuerza las consecuencias negativas de la situación.

La fabricación de este cemento se hace mediante un proceso por lotes de aproximadamente 800 toneladas por molienda entre 1 y 3 veces al mes. En planta Nobsa comenzó la producción de cemento petrolero en 1985, y a partir de 1998 se incluyó la prensa de rodillos al proceso, para disminuir el tamaño del clinker y así aumentar la eficiencia del molino y disminuir el consumo de energía. Es a partir de ese momento que comienza el problema de empaquetamiento del cemento en los silos; mientras se usó clinker granulado no se presentó este inconveniente.

La empresa reporta que el cemento se queda estancado después de cierto tiempo de almacenamiento que difiere entre molienda y molienda. Cuando se comienza la extracción, el cemento fluye fuera del silo con ayuda de aire inyectado a presión y efecto de la gravedad, sin embargo, durante el proceso se compacta y deja de salir; por lo tanto, es necesario que personal de mantenimiento ingrese al silo y remueva el cemento manualmente con ayuda de picas y azadones para extraer la mayor cantidad de material. Si este proceso tarda mucho tiempo, la calidad del cemento disminuye haciendo no viable su comercialización como tipo petrolero y debe ser despachado como tipo I. Esto le genera pérdidas económicas a la compañía, pues se necesita más personal de trabajo, se retrasa el despacho, se

disminuyen los ingresos económicos, pues es el producto que más genera utilidades, y es el más costoso de producir debido a su composición exclusiva de más del 90% de clinker y yeso importado de alta calidad.

#### 4. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

Para determinar las posibles razones que están generando el problema de empaquetamiento del cemento petrolero, se estudió el comportamiento de varios factores que inciden directamente en su fluidez.

##### 4.1. Variables a Evaluar

- **Estructura Física del Clinker:** Se usa clinker prensado o granulado.
- **Grado de Humedad del Yeso:** Si hay un aumento considerable de temperatura durante la molienda, el agua presente en el yeso puede evaporarse y reaccionar con el cemento haciendo que se endurezca y se empaquete en el silo; también se deben tener en cuenta las condiciones de almacenamiento como la temperatura ambiente, ventilación, edad del silo, etc.
- **Finura de las Partículas de Cemento:** Entre menor sea el tamaño de las partículas de cemento mayor será su reactividad, es decir, si las partículas son muy finas reaccionaran más fácilmente con el agua haciendo que el cemento se hidrate y compacte más rápido.
- **Humedad Externa:** Se debe descartar la presencia de humedad por filtraciones de lluvia en el silo y durante el transporte del material hasta su almacenamiento.
- **Análisis acumulado de molienda:** Examinando parámetros claves de cada molienda se pueden encontrar diferencias importantes en el proceso que indiquen posibles causas del problema.

- **Determinación del índice de empaquetamiento:** Con la aplicación de la norma ASTM C1565, se puede predecir el comportamiento del cemento durante su almacenamiento y transporte.

## 4.2. ESTRATEGIAS METODOLÓGICAS

El desarrollo del análisis propuesto anteriormente se abordó de la siguiente manera:

### 4.2.1. Molienda Experimental

En la producción de cemento petrolero se emplean solamente dos materias primas: clinker y sulfato de calcio dihidratado. Con el fin de determinar la influencia de dichos materiales en el comportamiento del cemento terminado, se realizaron moliendas en el laboratorio según la siguiente metodología:

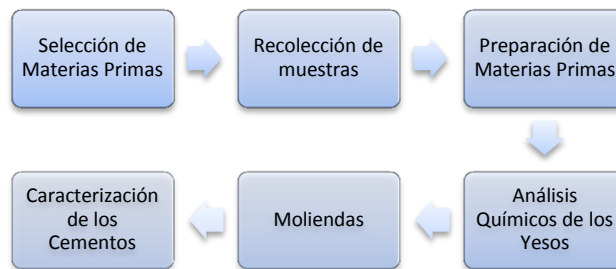


Figura 2. Molienda de Cemento Clase G en el Laboratorio.

#### 4.2.1.1. Selección de Materias Primas

Para realizar la molienda experimental se decidió utilizar tanto clinker prensado como clinker granulado. Esta decisión se tomó con base en los históricos de las moliendas de cemento petrolero que indican que, mientras el cemento se molió con clinker granulado no tuvo problemas de empaquetamiento, a diferencia de los lotes en que se ha usado la prensa (clinker prensado) que se han quedado estancados en el silo.

En cuanto al sulfato de calcio, se seleccionaron tres muestras: el yeso importado de España que se usa normalmente en la molienda industrial y dos yesos adicionales: uno mineral proveniente de la Guajira y uno sintético producido por la empresa de productos químicos SUCROMILES ubicada en Cali.

#### **4.2.1.2.      *Recolección de Muestras***

La recolección de clinker fue hecha en campo con el apoyo del personal de producción durante una de las moliendas de cemento petrolero. El yeso importado fue recogido de la pila del patio de materias primas y las muestras de los otros dos yesos fueron enviadas directamente al laboratorio por el área de materiales.

#### **4.2.1.3.      *Preparación de Materias Primas***

El tamaño de las partículas del clinker granulado recogido es mayor que los moledores del molino del laboratorio, por lo tanto, se fraccionó con una trituradora de mandíbulas para aumentar la eficiencia del molino y reducir el tiempo de molienda.

El yeso importado y el de la Guajira son minerales naturales en forma de roca. Para facilitar su proceso de molienda, se secó y se pulverizó cada muestra hasta conseguir un polvo fino; el yeso sintético fue distribuido en forma pulverizada. Las tres muestras se dividieron en dos porciones para ser secadas a dos temperaturas diferentes; a 45°C para retirar humedad libre (por efecto ambiental, lluvias, rocío, etc.) y a 105°C para garantizar la pérdida de agua molecular del yeso.

Las muestras obtenidas se clasificaron así:

- Yeso Importado: Yeso “P” a 105°C y Yeso “P” a 45°C.
- Yeso Guajira: Yeso “G” a 105°C y Yeso “G” a 45°C.
- Yeso Sintético: Yeso “S” a 105°C.

#### 4.2.1.4. Análisis Químicos de los Yesos

Para garantizar que las muestras de yeso cumplen con los parámetros de calidad exigidos por la planta y son aptos para ser usados en el estudio, se realizaron los siguientes análisis químicos: Determinación de SO<sub>3</sub> por gravimetría, pérdidas al fuego, residuo insoluble y análisis por rayos X a tableta de yeso (Ver Anexo B).

#### 4.2.1.5. Moliendas

Una vez listos los yesos y el clinker se realizaron las siguientes mezclas en el molino de bolas del laboratorio manteniendo, de manera aproximada, la composición usada en la industria de 96% clinker y 4% yeso como se observa en la Tabla 4:

Tabla 4. Clasificación de Cementos Experimentales.

Cemento	Clinker		Yeso "P"		Yeso "G"		Yeso "S"
	Prensado	Granulado	105°C	45°C	105°C	45°C	105°C
I	♦		♦				
II	♦			♦			
III	♦				♦		
IV	♦					♦	
V	♦						♦
VI		♦	♦				
VII		♦		♦			
VIII		♦			♦		
IX		♦				♦	
X		♦					♦

Fuente: El Autor.

#### 4.2.1.6. Caracterización del Cemento

Para terminar cada molienda, se determinó la finura del cemento por equipo de barrido por aire en malla de 45 µm; el cemento debía cumplir con un parámetro de entre 7 y 9% de retenido para sacarlo del molino (ver Anexo C). Para la caracterización se aplicó análisis químico por perla, pérdidas al fuego y residuo insoluble (Ver Anexo B); aunque el problema planteado sólo considera al cemento seco, la fluidez de la lechada debe tenerse en cuenta en el análisis, ya que ésta también depende de la finura del producto terminado. Por tanto se establecieron

las propiedades reológicas de las lechadas de los cementos por medio de un viscosímetro rotacional *Chan 35 Chandler Engineering* (Ver Anexo D).

#### **4.2.2. Tamaño de Partícula**

La finura del cemento afecta directamente su reactividad. La hidratación del material se lleva a cabo sobre la superficie de sus partículas. Por lo tanto, a mayor superficie específica mayor es el calor y la velocidad de las reacciones de hidratación, propiciando que el cemento se endurezca más rápidamente. Para determinar la granulometría de diferentes muestras de cemento petrolero se evaluaron los siguientes parámetros:

##### **4.2.2.1. Distribución Granulométrica**

Por medio del granulómetro láser *Cilas 920L* se puede obtener la curva granulométrica completa del cemento. Es uno de los métodos que entrega mayor información sobre el tamaño y distribución de partícula de una muestra dada.

##### **4.2.2.2. Velocidad del Separador del Molino**

El producto que sale en la descarga del molino se clasifica según su finura. Si cumple con el tamaño de partícula establecido por el fabricante, se considera como “cemento terminado”; las partículas que no cumplen son recirculadas al molino hasta obtener el tamaño deseado. Esta clasificación se hace con un separador de alta eficiencia, a mayor velocidad de giro más finas son las partículas que extrae. Los datos de la velocidad promedio del separador, se extrajeron de la base de datos de la planta y se correlacionaron con el comportamiento del cemento en el silo de cada lote producido.

### **4.2.3. Determinación de Humedad**

La presencia de humedad durante el almacenamiento del cemento conlleva al fraguado del material dentro del silo dificultando su extracción. Para tratar este punto se estudió:

#### **4.2.3.1. Grado de Hidratación del Yeso**

El sulfato de calcio se puede clasificar según su cantidad de agua molecular así: dihidrato  $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ , hemihidrato  $CaSO_4 \cdot \frac{1}{2}H_2O$  y anhidrita  $CaSO_4$ ; el más usado en las molindas de cemento petrolero es el sulfato de calcio dihidratado. Las dos moléculas de agua, a elevadas temperaturas de molienda y almacenamiento, pueden evaporarse y condensarse al contacto con las paredes frías del silo, reaccionando con el cemento hidratándolo y compactándolo dentro de éste. Se determinó el tipo de sulfato de calcio de las tres muestras de yeso usadas en las molindas de laboratorio con la colaboración del laboratorio de petrografía de la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC Sede Sogamoso).

#### **4.2.3.2. Temperatura de Molienda y Humedad en el Cemento**

Para evitar que el cemento tenga algún grado de humedad, se mantiene un estricto control sobre la temperatura de la molienda. Si es muy alta, el yeso puede deshidratarse y humedecer el cemento. Dentro del molino, se disipa energía en forma de calor proveniente del impacto y fricción de los moledores contra las paredes y entre sí, por lo tanto para controlar ese calor se inyecta agua de refrigeración, que también debe ser controlada puesto que en exceso puede humedecer el cemento. Por esto, a lo largo del año se ha modificado el rango de temperatura de molienda para que se mantenga alrededor de los 100°C.

Se estableció la relación entre la temperatura de molienda de cada lote producido con el comportamiento del cemento durante su almacenamiento. Como complemento de este análisis, se tomaron muestras en diferentes puntos del

recorrido del cemento desde la descarga del molino hasta la entrada al silo para efectuar ensayos de determinación de porcentaje de humedad (ver Anexo B).

#### **4.2.4. Acumulado de Molienda**

Durante la producción de cada lote de cemento petrolero se recogen muestras que son llevadas al laboratorio. Después de su homogenización, se realizan análisis físicos y químicos establecidos por la norma API SPEC 10A y se controla la calidad del producto. De los análisis realizados en el último año, se seleccionaron los que más impactan en la fluidez del cemento y se confrontó sus resultados con el comportamiento del cemento en el silo.

##### **4.2.4.1. Análisis Físico. Finura con Equipo de Barrido por Aire**

Establece la finura del cemento en términos de porcentaje de material retenido en una malla o tamiz específico. Para el caso del cemento petrolero, y por especificación de la ficha técnica interna de calidad de la planta, se evalúa el retenido en malla N°325 (45  $\mu$ m).

##### **4.2.4.2. Análisis Químico. Aluminato Tricálcico ( $C_3A$ )**

El aluminato tricálcico es la fase química que más influye sobre la reactividad del cemento debido su efecto sobre el calor y velocidad de hidratación y a que es el principal responsable del inicio del fraguado.

##### **4.2.5. Índice de Empaquetamiento**

Siguiendo la norma ASTM C1565: Método estándar para la Determinación del Índice de Empaquetamiento del Cemento Portland, se puede predecir el comportamiento del cemento y el grado de compactación que puede llegar a tener durante su almacenamiento. Por medio de un equipo fabricado localmente, se determinó el índice de Pack Set de varias muestras del cemento petrolero que se ha producido en la planta en el último año y de los cementos hechos en el laboratorio.

## 5. PRESENTACIÓN Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

La nomenclatura usada para hacer referencia a los lotes de cemento petrolero industrial de este punto es: **10XX.P** siendo, **10XX**= número del lote, **.P**= Molienda con Clinker prensado, **.G**= Molienda con Clinker granulado, **.M**= Molienda con mezcla de Clinker granulado y prensado.

Para los cementos experimentales es: **xx.P** siendo, **xx**= número de lote de cemento, **.P**= Molienda con Clinker prensado, **.G**= Molienda con Clinker granulado.

### 5.1. Caracterización de los Cementos Experimentales

#### 5.1.1. Análisis Químico

Antes de comenzar con las moliendas experimentales se determinó la composición química de las muestras de yeso por medio de análisis químico de tableta por rayos X. Además, se determinó las pérdidas al fuego y el porcentaje de residuo insoluble. Se debe cumplir que el porcentaje de  $\text{SO}_3$  sea mayor a 40% y que no contengan  $\text{K}_2\text{O}$  para evitar contaminación y formación de subproductos como la singenita que favorecen la compactación del cemento en el silo.

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 5:

Tabla 5. Análisis Químico de los Yesos.

Yeso	Análisis Químico (%)									
	$\text{SiO}_2$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	CaO	MgO	$\text{SO}_3$ (>40%)	$\text{K}_2\text{O}$	PF	RI	%Humedad
Importado	1,5	0,4	0,2	33,3	0,0	42,5	0,0	21,4	1,2	7,9
Guajira	0,6	0,2	0,1	32,9	0,0	44,4	0,0	23,5	1,4	2,2
Sucromiles	0,0	0,01	0,0	33,7	0,0	51,6	0,0	29,6	0,3	11,1

Fuente: El Autor.

Como se observa, se comprobó que las tres muestras de yeso son aptas para su uso en molindas de cemento petrolero, ya que cumplen con los parámetros de calidad requeridos.

La caracterización química hecha a los cementos obtenidos en el laboratorio entregó los datos que se muestran en la Tabla 6.

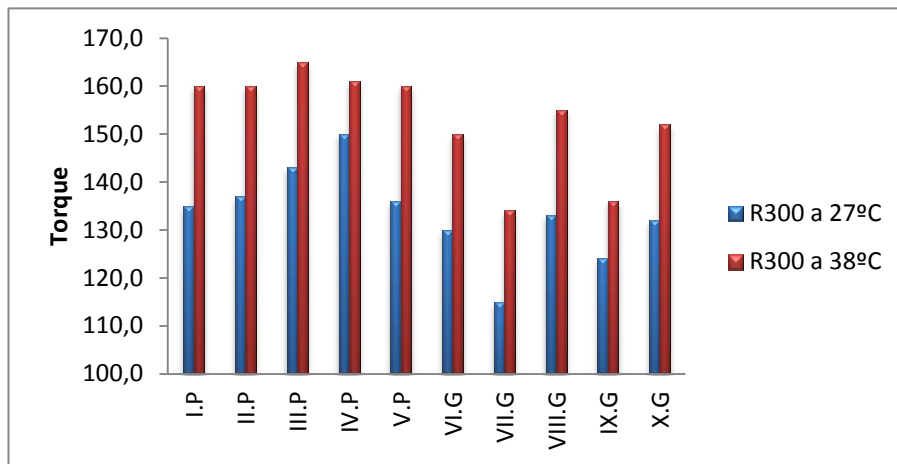
Tabla 6. Caracterización Química de Cementos de Laboratorio.

<i>Muestra</i>	<i>Análisis Químico (%)</i>						<i>Fases (%)</i>			
	<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>CaO</b>	<b>PF</b> (<3%)	<b>RI</b> (<0,75%)	<b>C<sub>3</sub>S</b> (>48%)	<b>C<sub>2</sub>S</b>	<b>C<sub>3</sub>A</b> (<3%)	<b>C<sub>4</sub>AF</b>
<b>I.P</b>	20,76	4,49	6,05	63,50	<b>1,18</b>	<b>0,64</b>	<b>61,51</b>	12,58	<b>1,66</b>	18,41
<b>II.P</b>	21,32	4,57	6,21	63,92	<b>1,25</b>	<b>0,69</b>	<b>58,19</b>	16,96	<b>1,60</b>	18,90
<b>III.P</b>	20,98	4,39	6,22	61,79	<b>1,01</b>	<b>0,33</b>	<b>53,31</b>	19,67	<b>1,11</b>	18,93
<b>IV.P</b>	20,65	4,34	6,17	63,02	<b>1,33</b>	<b>0,70</b>	<b>61,24</b>	12,75	<b>1,06</b>	18,78
<b>V.P</b>	20,46	4,38	6,03	62,97	<b>0,95</b>	<b>0,49</b>	<b>62,41</b>	11,32	<b>1,40</b>	18,35
<b>VI.G</b>	21,30	4,44	6,06	62,78	<b>0,77</b>	<b>0,50</b>	<b>54,80</b>	19,47	<b>1,51</b>	18,44
<b>VII.G</b>	21,77	4,62	6,33	63,29	<b>0,87</b>	<b>0,73</b>	<b>51,69</b>	23,15	<b>1,53</b>	19,26
<b>VIII.G</b>	20,93	4,42	6,23	61,61	<b>1,07</b>	<b>0,46</b>	<b>52,74</b>	19,96	<b>1,17</b>	18,96
<b>IX.G</b>	20,62	4,42	6,01	62,81	<b>0,99</b>	<b>0,33</b>	<b>60,30</b>	13,37	<b>1,54</b>	18,29
<b>X.G</b>	21,08	4,39	6,08	62,76	<b>0,69</b>	<b>0,66</b>	<b>56,74</b>	17,37	<b>1,34</b>	18,50
<b>Fuente: El Autor.</b>										

De la tabla 6 se observa que los cementos obtenidos a nivel de laboratorio son aceptados para el análisis puesto que cumplen con los parámetros establecidos en la ficha de calidad de la planta.

### 5.1.2. Análisis Reológico

Gráfico 1. Análisis Reológico a 300 r.p.m.



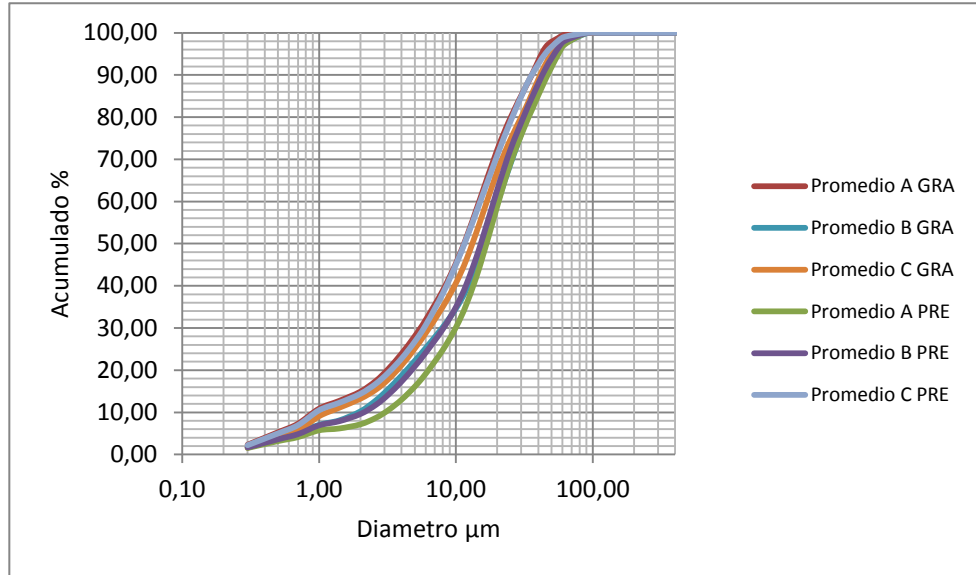
Para el análisis de las propiedades reológicas de los cementos experimentales, se prepararon las lechadas correspondientes a cada cemento (Ver Anexo D).

Con el viscosímetro se busca representar las condiciones a las que se somete la lechada en las bombas de inyección a los pozos petroleros; se tomó en cuenta únicamente la lectura de viscosidad a 300 rpm, pues es la condición más extrema de flujo a la cual se inyecta la lechada en el pozo. Según la gráfica 1, la viscosidad de la lechada de los cementos hechos con clinker prensado es mayor que los hechos con granulado, es decir, presentan mayor resistencia a fluir y el resultado es el mismo al elevar la temperatura según el procedimiento. El cambio de yeso no afecta la reología de la lechada, por lo tanto se puede decir que la finura de las partículas de cemento influye directamente sobre la viscosidad de la lechada, a mayor finura, mayor reactividad y, por tanto, mayor resistencia a fluir.

## 5.2. Distribución Granulométrica

### 5.2.1. Distribución por Granulómetro Láser CILAS

Gráfico 2. Distribución por Granulómetro Láser CILAS.

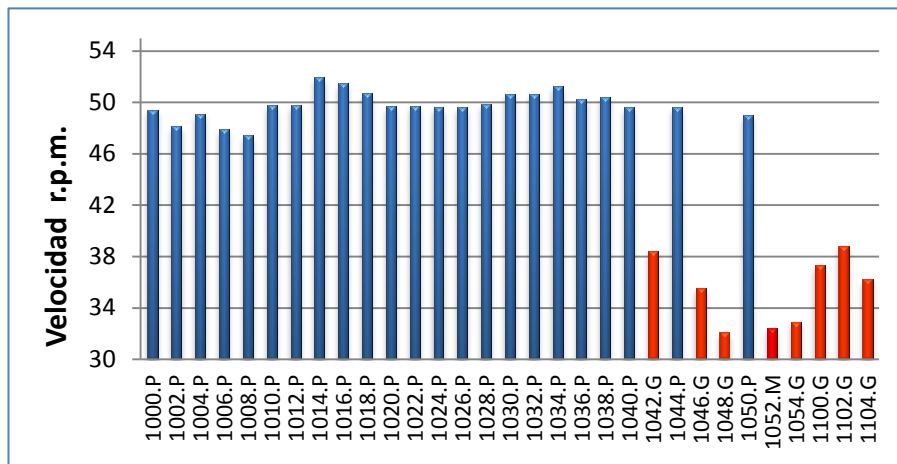


Si se evalúa la distribución de cada lote por separado, el análisis de este punto se vuelve tedioso y complejo puesto que son demasiados datos y no permiten una apreciación clara de los resultados. Por esta razón, se promediaron las distribuciones acumuladas de las moliendas similares entre sí para tener una mejor apreciación de dichos datos.

Como se observa en la gráfica 2, la distribución granulométrica de los lotes es bastante similar entre ellas sin importar el tipo de clinker con el que fueron molidos; no se observan diferencias significativas que indiquen que la cantidad de finos o gruesos en el cemento esté afectando su fluidez. Además, la reactividad del cemento está ligada al área superficial de sus partículas, es decir, a su forma, y el clinker prensado genera partículas de cemento más pequeñas y regulares con mayor área superficial haciendo que sea mucho más reactivo que el cemento con clinker granulado.

### 5.2.2. Velocidad del Separador

Gráfico 3. Velocidad Promedio del Separador.



La gráfica 3 muestra la velocidad promedio del separador para cada molienda de cemento petrolero a partir del 2010. Se observa con claridad que los lotes que presentaron mayor velocidad del separador fueron los molidos con clinker prensado, lo que implica que son más finos y, por lo tanto, más reactivos que los cementos molidos con clinker granulado; esto coincide con el comportamiento que se presentó durante su almacenamiento y extracción, pues, fueron los cementos que quedaron estancados en los silos. Los otros lotes no han presentado ningún tipo de empaquetamiento.

### 5.3. Determinación de Humedad

#### 5.3.1. Yeso y Temperatura de molienda

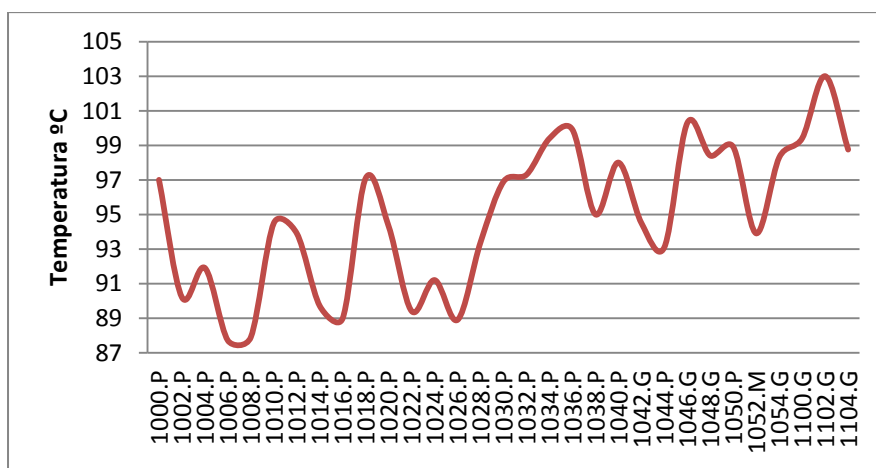
Tabla 7. Resultados Entregados del Laboratorio de Petrografía de la UPTC.

Muestra	CaSO <sub>4</sub> .2H <sub>2</sub> O (Dihidrato)	CaCO <sub>3</sub> (Calcita)	CaSO <sub>4</sub> (Anhidrita)	CaO (Cal)
Importado*	99,0%	1,0%	Trazas	-
Guajira*	96,0%	4,0%	-	-
Sucromiles**	95,0%	-	-	5,0%

Fuente:  
 \*Informe de Resultados. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia. Laboratorio de Petrografía.  
 \*\*[http://www.sucromiles.com.co/cat\\_cop\\_05.htm](http://www.sucromiles.com.co/cat_cop_05.htm)

La tabla 7 muestra los resultados entregados por el laboratorio de petrografía de la UPTC, las tres muestras de yeso están compuestas en su gran mayoría por sulfato de calcio dihidratado, y no contienen casi ningún rastro de anhidrita. Esto implica que los tres yesos son susceptibles a sufrir deshidratación durante la molienda o en el silo si la temperatura es demasiado alta. Sin embargo, como ya se ha visto en otros resultados, el yeso no está interviniendo en el problema de los silos. Se han hecho varias moliendas industriales con el mismo yeso usando clinker granulado y no se ha presentado empaquetamiento y en cuanto a los cementos experimentales, no se presentan variaciones considerables en sus propiedades analizadas cambiando el yeso de la molienda.

Gráfico 4. Temperatura Promedio de Molienda (°C)



La gráfica 4 muestra una tendencia ascendente en la temperatura de molienda en el último año. Esto se viene realizando con el fin de garantizar que el cemento salga completamente seco del molino y evitar que lleve humedad hasta el silo, pero esta variable debe controlarse con mucho cuidado; como ya se mencionó antes, el sulfato de calcio usado contiene dos moléculas de agua que pueden evaporarse si se eleva mucho la temperatura y condensarse luego en el silo provocando que el cemento fragüe.

### 5.3.2. Humedad en el Cemento

Tabla 8. Muestreo de Humedad del Cemento.

<i>Punto de Muestreo</i>	<i>Fecha</i>	<i>Turno</i>	<i>% Humedad</i>
Descarga del Molino	26/01/2011	15 - 23 h	<b>0,02</b>
Banda transportadora producto final	26/01/2011	15 - 23 h	<b>0,05</b>
Descarga del Molino	26/01/2011	23 - 07 h	<b>0,03</b>
Banda transportadora producto final	26/01/2011	23 - 07 h	<b>0,02</b>
Banda transportadora producto final	27/01/2011	07 - 15 h	<b>0,02</b>
Descarga filtro del separador	27/01/2011	07 - 15 h	<b>0,01</b>
Descarga filtro principal	27/01/2011	07 - 15 h	<b>0,02</b>

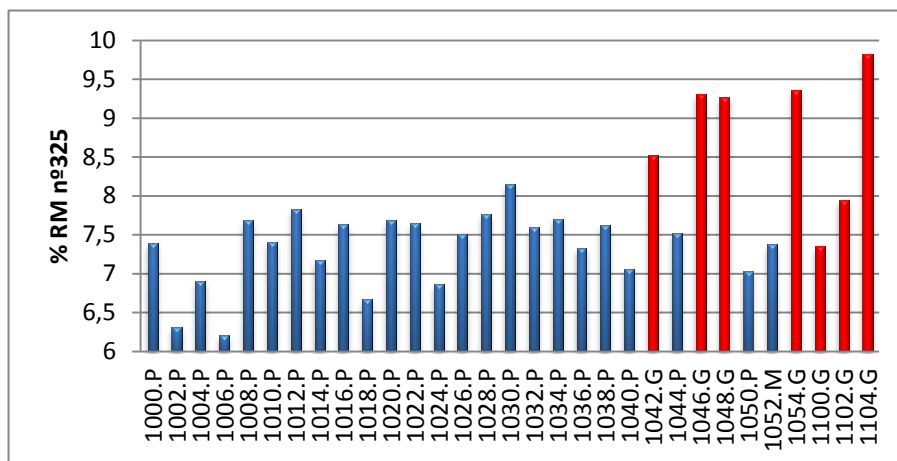
Fuente: El Autor.

Para verificar que el cemento ingresa completamente seco al molino se determinaron los porcentajes de humedad en cuatro puntos principales desde la salida del molino hasta el silo. De los datos recogidos en la Tabla 8 se observa que la humedad en el cemento es casi nula, se considera despreciable ya que es menor del 0,1%.

### 5.4. Acumulado de Molienda

#### 5.4.1. Determinación de Finura con Equipo de Barrido por Aire

Gráfico 5. Porcentaje de Retenido en Malla N°325.

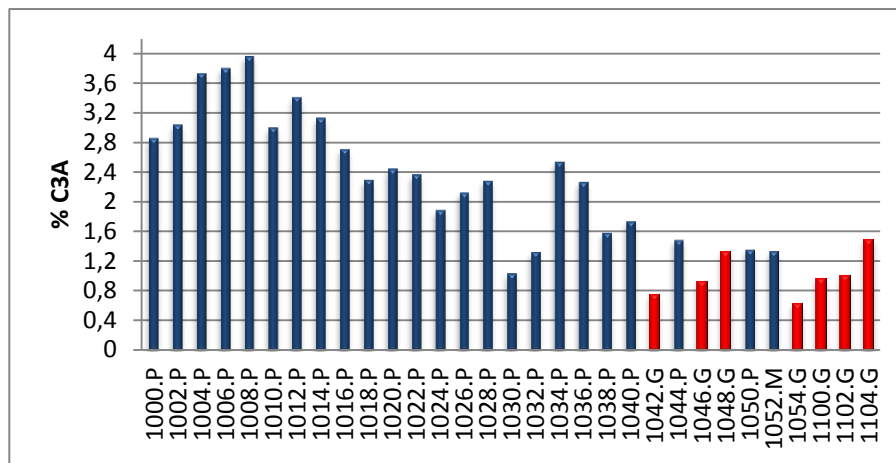


Los resultados de la gráfica 5 nuevamente muestran que los lotes que presentaron problemas de empaquetamiento son aquellos que son más finos, es decir, cuyo

retenido es menor, para el caso son los cementos hechos con clinker prensado. Los lotes molidos con granulado tienen mayor porcentaje de partículas retenidas, es decir son más gruesos.

#### 5.4.2. Porcentaje de Aluminato Tricálcico

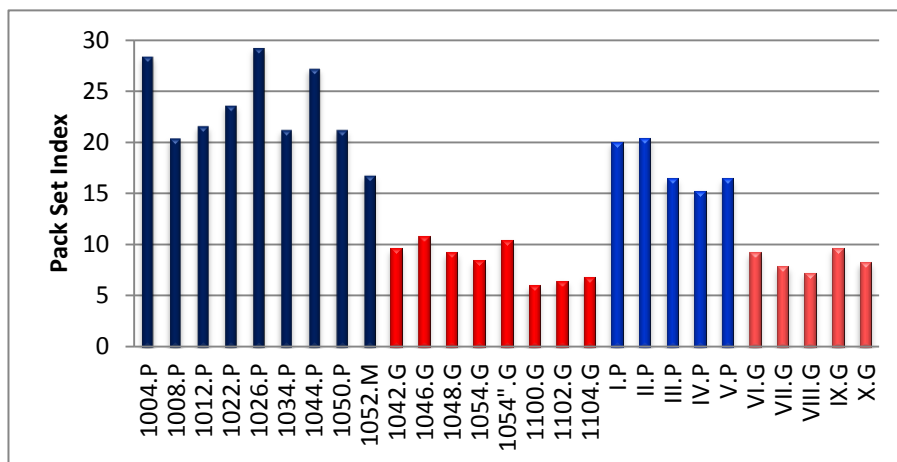
Gráfico 6. Porcentaje de C<sub>3</sub>A.



La reactividad del cemento viene dada por su contenido de aluminato tricálcico; los lotes que no se quedaron en el silo fueron los molidos con clinker granulado, que según la gráfica 6, son los que contienen menor cantidad de C<sub>3</sub>A y, por lo tanto, poseen una menor reactividad que los cementos a base de clinker prensado.

## 5.5. ÍNDICE DE PACK SET

Gráfico 7. Índice de Pack Set.



Se determinó el índice de empaquetamiento para varias muestras de cementos hechos industrialmente y a los fabricados en el laboratorio. La prueba confirma, según la gráfica 7, una vez más que los cementos molidos con clinker prensado, sin importar el tipo de yeso o las condiciones de producción, son los que presentan mayor pack set. Los cementos hechos con clinker granulado tienen menor tendencia a compactarse, lo que se confirma con la conducta de los cementos industriales presentada en los silos.

## 6. CONCLUSIONES

- El principal factor que genera el empaquetamiento del cemento en los silos es la finura de sus partículas. Las partículas de clinker que no son prensadas poseen menor superficie específica lo que las hace menos reactivas y, por lo tanto, el cemento reaccionara más lento al contacto con el agua.
- El tipo de yeso usado en la molienda no afecta a la fluidez del cemento, pues se usó el mismo tipo en todas las moliendas, incluyendo aquellas que no se pegaron al silo. El uso de diferentes muestras de yeso para los cementos experimentales no alteró sus propiedades reológicas.
- No hay presencia significativa de humedad en el cemento que pueda generar la compactación.
- Se descartó cualquier tipo de filtración de humedad o deterioro en los silos; se ha rotado el cemento petrolero por todos los silos de almacenamiento: además los otros cementos que son almacenados en los mismos lugares no presentan problemas de pack set.
- Se debe mantener un nivel bajo de aluminato tricálcico en el cemento para disminuir su reactividad sin descuidar el efecto que pueda tener sobre las resistencias.
- Las moliendas realizadas con clinker granulado no presentan problemas de empaquetamiento, sin embargo, son menos eficientes, ya que toma más tiempo y esfuerzo mecánico al molino para producir la misma cantidad de cemento que se produce con el clinker prensado.

## 7. RECOMENDACIONES

- Efectuar un balance de calor en el molino para controlar de cerca condiciones críticas como la temperatura de molienda, temperatura y cantidad de agua de refrigeración inyectada al molino, calor producido dentro del molino, entre otros para evitar problemas de humedad y aumentar la eficiencia del proceso.
- Fabricar el clinker tipo petrolero con bastante anticipación a la molienda para que repose y se garantice que está suficientemente frío para entrar al molino.
- Evaluar y optimizar las condiciones de prensado del clinker tipo petrolero; ambos tipos de clinker están siendo molidos bajo las mismas condiciones a pesar de ser materiales diferentes.
- Descartar cualquier tipo de contaminación de las materias primas y del producto terminado.
- Cambiar el yeso dihidratado por anhidrita y realizar moliendas experimentales para estudiar el comportamiento del cemento en el silo.
- Acotar los parámetros de control de calidad del cemento petrolero para mantener una continuidad en su comportamiento, tanto dentro como fuera de la planta.
- Hacer seguimiento al producto y mantener una retroalimentación con los clientes para conservar un control estricto de la calidad del producto.
- Realizar moliendas experimentales a nivel industrial variando los parámetros de prensado del clinker para generar partículas de diferente tamaño hasta encontrar una medida óptima que mejore el comportamiento del cemento en el silo y aumente la eficiencia del proceso.

## BIBLIOGRAFÍA

1. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Terminology Relating to Hydraulic Cement. ASTM- C219- 07a, Estados Unidos, 2008.
2. AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. About API [online]. American Petroleum Institute [Washington D.C., Estados Unidos]: [www.api.org](http://www.api.org), 2010 [citado 15 enero de 2011]. Disponible en Internet: <http://www.api.org/aboutapi/>
3. AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. Specification for Cements and Materials for Well Cementing. ANSI/API Specification 10A, Estados Unidos, Diciembre 2010.
4. DAVIS, Sir Charles. Portland Cement. En: Concrete Publications Limited. Londres, 1948. Capítulo II. 1 ed. Pág. 13.
5. INTRODUCCIÓN AL CEMENTO PARA POZOS DE PETRÓLEO. Editorial Codorno.
6. HOLGUÍN, Liliana. Estudio del comportamiento del cemento clase G cuando es utilizado para cementar pozos profundos con condiciones críticas de alta presión y temperatura.
7. JURAN, J.M. GRYNA, Frank M. y BINGHAM, R.S. Manual de control de calidad. 2 ed. España: Editorial Reverté S.A., 1983.
8. AMERICAN PETROLEUM INSTITUTE. Worldwide cementing practice. 1 ed. Dallas, Texas. Johnston Printing Company, 1991.
9. HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Determinación de finura por equipo de barrido por aire. H0E001. Versión 10. Holcim Colombia. 2010.
10. HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Finura de Cemento Hidráulico mediante el Aparato de Permeabilidad de Aire. Procedimiento H0E002. Versión 10. Holcim Colombia. 2010.

- 11.HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Determinación del Tiempo de Espesamiento. H0E003. Versión 10. Holcim Colombia. 2010.
- 12.HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Determinación de las propiedades reológicas, usando un viscosímetro rotacional. H0E004. Versión 3. Holcim Colombia. 2010.
- 13.HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Determinación del porcentaje de humedad. H0E011. Versión 4. Holcim Colombia. 2010.
- 14.HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Métodos de análisis químicos de los cementos hidráulicos. H0E018. Versión 4. Holcim Colombia. 2010.
- 15.HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Preparación de lechadas para pruebas de cemento petrolero. H0I005. Versión 3. Holcim Colombia. 2010.
- 16.HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Preparación de tabletas para análisis químico por Rayos X. H0I007. Versión 9. Holcim Colombia. 2010.
- 17.HOLCIM (COLOMBIA) S.A. Preparación de perlas para análisis químico por Rayos X. H0I008. Versión 9. Holcim Colombia. 2010.
- 18.HOLCIM GROUP SUPPORT. Investigación de problemas de fluidez en el cemento petrolero. MT 04/137 16/S. Holcim Colombia. Junio 2004.

## GLOSARIO

**API:** Instituto Americano del Petróleo (American Petroleum Institute). Principal asociación comercial que representa todos los aspectos del petróleo de Estados Unidos y la industria del gas natural.<sup>2</sup>

**ACUMULADO DE MOLIENDA:** recopilación de datos obtenidos de análisis a nivel de laboratorio (químicos, físicos, reológicos y de resistencias), que se hacen a una muestra acumulada de cemento petrolero obtenida a partir de la recolección y homogenización de muestras puntuales durante cada molienda, para controlar su calidad.

**CAL LIBRE (CaOL):** resultante de la combinación incompleta de los constituyentes de la materia prima (caliza) que se genera a causa de quema insuficiente del clinker, homogenización insatisfactoria de la harina cruda, etc.

**CEMENTO PORTLAND:** producto obtenido de pulverizar finamente clinker producido por calcinación de una mezcla proporcionada de materiales arcillosos y calcáreos sin adiciones posteriores a la calcinación, excepto agua y yeso.

**CEMENTO PETROLERO (Clases G y H):** cemento portland con propiedades específicas para ser usado exclusivamente en trabajos de cementación de pozos petroleros a condiciones de hasta más de 2440 m.<sup>7</sup>

**CEMENTACION:** bombeo de una lechada de cemento y agua, con o sin aditivos, a través de la tubería de perforación del pozo.<sup>7</sup>

**CALOR DE HIDRATACION:** calor liberado durante la reacción del cemento con el agua debido a la hidratación de las fases del clinker.

**CLASE CEMENTO:** denominación lograda bajo el sistema ISO para la clasificación del cemento de acuerdo con su uso previsto (A, B, C, D, G, H).<sup>5</sup>

**CLINKER:** producto mineral granulado obtenido de la fusión parcial y sinterización de la mezcla de dosificaciones de calizas y arcillas a temperaturas de entre 1250 y 1450°C.

**GRADO CEMENTO:** denominación lograda bajo el sistema ISO para denotar la resistencia a los sulfatos de un cemento en particular. (HSR: Alta resistencia al ataque por sulfatos; MSR: Resistencia moderada al ataque por sulfatos).<sup>5</sup>

**LECHADA:** suspensión de partículas de cemento en agua en proporción establecida por el API según la clase de cemento a usar.

**PACK SET INDEX:** índice de empaquetamiento del cemento. Revela la tendencia que tiene un cemento a compactarse en los silos de almacenamiento, graneleras, etc. Establecido por la norma ASTM C1565.

**PERLA:** disco vítreo resultado de la fusión de la mezcla de fundente más la muestra que se quiere analizar, a 1100°C. Usada para análisis por rayos X.

**REOLOGIA:** propiedad que define la fluidez de una lechada de cemento cuando se somete a agitación y bombeo para su colocación en el pozo.

**SINGENITA:** mineral natural que se forma debido a la presencia de  $K_2O$  en el yeso y su mezcla con el agua que se libera del mismo por la exposición del cemento a elevadas temperaturas.

**TABLETA:** forma compacta y plana de un material determinado utilizada para análisis por rayos X.

## ANEXOS

### ANEXO A: CLASIFICACIÓN Y NOMENCLATURA API DEL CEMENTO PORTLAND.

**Tabla A1. Clasificación y nomenclatura API del Cemento Portland.**

<i>Clase de Cemento</i>	<i>Grado</i>	<i>Definición</i>
<b>A</b>	- Ordinario. (O)	Diseñado para ser usado cuando no se requieren propiedades especiales. Similar al Cemento Tipo 1 (ASTM C150).
<b>B</b>	- Moderada resistencia a los sulfatos. (MSR) - Alta resistencia a los sulfatos. (HSR)	Diseñado para ser usado cuando se requieren condiciones de resistencia moderada o alta a los sulfatos. Similar al Cemento Tipo 2 (ASTM C150).
<b>C</b>	- Ordinario. (O) - Moderada resistencia a los sulfatos. (MSR) - Alta resistencia a los sulfatos. (HSR)	Diseñado para ser usado cuando se requieren condiciones de alta y temprana resistencia. Similar al Cemento Tipo 3 (ASTM C150).
<b>D</b>	- Moderada resistencia a los sulfatos. (MSR) - Alta resistencia a los sulfatos. (HSR)	Diseñado para ser usado bajo condiciones de temperaturas y presiones moderadamente altas.
<b>G</b>	- Moderada resistencia a los sulfatos. (MSR) - Alta resistencia a los sulfatos. (HSR)	Diseñado para ser usado como cemento básico para pozos de petróleo.
<b>H</b>	- Moderada resistencia a los sulfatos. (MSR) - Alta resistencia a los sulfatos. (HSR)	Diseñado para ser usado como cemento básico para pozos de petróleo.
<p><b>Fuente: API Specification 10 A. 24<sup>TH</sup> Ed. Dec. 2010. Pág. 3-4. Especificación, Requerimientos Químicos y Físicos. Clases y Grados.</b></p>		

## **ANEXO B: ANÁLISIS QUÍMICOS.**

BASADO EN LA NORMA TÉCNICA COLOMBIANA NTC 184: MÉTODO DE ANÁLISIS QUÍMICO DE LOS CEMENTOS HIDRÁULICOS.

### **B1. Determinación de Porcentaje de Residuo Insoluble. [14]**

Procedimiento:

- a. Pesar 1,0 g de muestra en un vaso de precipitado.
- b. Adicionar 20 ml de agua destilada fría. Disolver grumos.
- c. Adicionar 5 ml de de acido clorhídrico al 37%. Agitar.
- d. Diluir la solución a 50 ml con agua destilada próxima a ebullición. Continuar agitación.
- e. Cubrir el vaso con un vidrio de reloj y digerir la mezcla a ebullición incipiente por 15 minutos.
- f. Filtrar la solución en papel filtro banda blanca (No. 40). Lavar el vaso y el papel filtro varias veces con agua destilada caliente Recoger el filtrado para posterior determinación de trióxido de azufre.
- g. Pasar el papel filtro y su contenido al vaso original.
- h. Adicionar 100 ml de solución de NaOH a temperatura próxima a ebullición (10g/L).
- i. Digerir por 15 minutos a ebullición incipiente. Agitar periódicamente y macerar el papel filtro.
- j. Adicionar naranja de metilo y acidificar la solución con ácido clorhídrico concentrado. Agregar 4 ó 5 gotas de exceso de ácido.
- k. Filtrar en papel filtro banda blanca. Lavar el residuo con agua destilada hasta que el filtrado salga incoloro (mínimo 14 veces).

- l. Realizar el último lavado con 50 ml de solución de nitrato de amonio (20g/L).
- m. Pesar un crisol vacío y registrar peso como W1.
- n. Pasar el papel filtro al crisol. Quemar la muestra en la mufla aumentando la temperatura de 250 a 950°C en intervalos de 100°C cada 15 minutos. Dejar calcinar por una hora a 950°C.
- o. Dejar enfriar y pesar el crisol más el residuo. Registrar W2.
- p. Calcular:  $\%RI = \frac{W2-W1}{W_{muestra}} * 100$

## **B2. Determinación de Porcentaje de Trióxido de Azufre (SO<sub>3</sub>) por Gravimetría.**

Procedimiento:

- a. Tomar el filtrado recogido en la determinación del porcentaje de RI.
- b. Diluir el filtrado hasta 250 ml con agua destilada caliente.
- c. Agregar gota a gota 10 ml de Cloruro de Bario.
- d. Se deja precipitar de 12 a 24 horas a temperatura ligeramente menor a ebullición. Mantener el volumen de líquido adicionando agua destilada si fuese necesario.
- e. Filtrar la solución en papel filtro banda blanca y lavar muy bien con agua destilada caliente.
- f. Pesar un crisol vacío. Registrar W1.
- g. Colocar el papel en el crisol y calcinarlo aumentando temperatura lentamente hasta 900°C.
- h. Dejar enfriar y pesar el crisol con el residuo. Registrar W2.
- i. Calcular:  $\%SO3 = \frac{W2-W1}{W_{muestra}} * 34,3 * 100$

## **B3. Determinación de las pérdidas por calcinación. [14]**

Procedimiento:

- Pesar más o menos 1 g de muestra en un crisol previamente tarado. Registrar W1.
- Tarar la balanza, retirar el crisol y registrar el peso del crisol mas la muestra como W2.
- Calcinar la muestra a 950°C +/- 50°C durante una hora.
- Dejar enfriar y pesar el crisol con el residuo. Registrar W3.
- Calcular  $\%PF = \frac{W3-W2}{W1} * 100$

#### **B4. Determinación de Porcentaje de Humedad. [13]**

Procedimiento:

- Pesar un crisol vacio. Registrar W1.
- Pesar 20 g +/- 0,1 g de muestra. Registrar W2 (Peso crisol + muestra).
- Colocar la muestra en la estufa a 110°C por una hora.
- Sacar, dejar enfriar y pesar el crisol. Registrar W3.
- Calcular:  $\%Humedad = \frac{W2-W3}{W2-W1} * 100$

#### **B5. Preparación de tabletas para análisis químico por rayos X. [16]**

Procedimiento:

- Pesar la muestra según la siguiente tabla

Material	Muestra (g)	Tiempo Pulverizar (s)	Prensar (g)
<b>Cemento</b>	30	30	10
<b>Yeso</b>	30	60-180	10

- Pulverizar la muestra en un casco apropiado para el material por el tiempo establecido.
- Recoger el contenido del casco en una hoja limpia.
- Colocar un anillo en la prensa. Todas las superficies deben estar limpias.

- e. Transferir el peso establecido de muestra pulverizada. Llenar el anillo uniformemente, ajustar el tornillo y accionar la prensa.
- f. Una vez terminado el prensado, retirar el tornillo, sacar la tableta, retirar los residuos de material con aire. Identificar la tableta.
- g. Analizar la tableta por medio del equipo de rayos X.

## **B6. Preparación de perlas para análisis químico por rayos X. [17]**

Procedimiento:

- a. Pesar 5 g de fundente y 1 g de muestra para una perla normal y 5,5 g de fundente y 0,5 g de muestra para una perla de óxidos, en un crisol de oro/platino.
- b. Llevar el crisol a la mufla a una temperatura de 1050-1100°C por 15 minutos.
- c. Transcurridos los primeros 7 minutos, abrir la mufla e introducir un portabandeja con el molde para precalentarlos. Agitar el crisol con movimientos circulares.
- d. Al cabo de los 15 minutos, abrir de nuevo la mufla, agitar el crisol y verter el contenido sobre el molde.
- e. Sacar el molde y revisar que la muestra no presenta burbujas y que esta uniformemente distribuida sobre el molde.
- f. Colocar el molde sobre una placa de cerámica para su enfriamiento gradual. Cuando esté a temperatura ambiente, voltear el molde para retirar la perla.
- g. Identificar la perla y analizarla con el equipo de rayos X.

## ANEXO C: DETERMINACION DE FINURA POR EQUIPO DE BARRIDO POR AIRE. [17]

Procedimiento:

- a. Determinar el tipo de malla que se va a usar según la muestra que se quiere analizar. Generalmente se usan las mallas N° 170 (90 micras), N° 325 (45 micras) y N° 400 (38 micras).
- b. Encender el equipo y colocar la malla seleccionada.
- c. Pesar 10 g de muestra y colocarlos sobre la malla. Tapar.
- d. Digitar el tiempo de tamizado de 180 segundos. Iniciar barrido.
- e. Golpear la tapa con un martillo para desprender las partículas adheridas a las paredes y la tapa.
- f. Una vez terminado el análisis, recoger el retenido sobre una hoja limpia con ayuda de una brocha.
- g. Pesar el retenido  $W_1$ . Calcular  $\%RM = W_1 * 10$

## **ANEXO D: CARACTERIZACIÓN DE LECHADAS DE CEMENTO PETROLERO.**

### **D1. Preparación de lechadas para pruebas de cemento petrolero. [15]**

Procedimiento:

- a. Pesar 349 +/- 0,5 g de cemento clase G y 792 +/- 0,5 g de agua destilada. Proteger las muestra de posible contaminación. Mantener Temperatura de cemento y de agua en 23 +/- 1°C. El agua se pesa directamente en la jarra mezcladora para evitar pérdidas.
- b. Pasar el cemento por malla N°20 para romper grumos y separar material extraño.
- c. Montar la jarra mezcladora sobre el motor. Ajustar el equipo a una velocidad de 4000 rpm y el cronometro a 60 s.
- d. Activar el cronometro y encender el motor. Adicionar el cemento cuando el display del cronometro indique 50 s. Cuando se registre 35 s aumentar la velocidad del motor a 12000 rpm.
- e. Limpiar las paredes de la jarra con una espátula, tapar y dejar que el equipo se detenga automáticamente cuando el cronometro llegue a cero.
- f. La lechada esta lista para usarse.

### **D2. Determinación de las propiedades reológicas usando un viscosímetro rotacional. [12]**

Procedimiento:

- a. Preparar la lechada como indica el anexo D1.
- b. Acondicionar la lechada, inmediatamente después de ser preparada, en el contenedor del consistómetro atmosférico a 27°C, 38°C ó 82°C, según sea el caso, por 20 minutos.

- c. Pasar la lechada al portamuestras del viscosímetro hasta la marca señalada. El portamuestras debe estar a la misma temperatura que la lechada.
- d. Levantar el portamuestras hasta ubicar la lechada en el nivel marcado en el cilindro, que debe estar girando a 300 rpm.
- e. Accionar el cronometro inmediatamente arranca el motor en 300 rpm. Transcurridos 40 s, bajar la velocidad a 3 rpm y registrar la lectura que indica el dial.
- f. Cada 10 s registrar las lecturas del dial a las siguientes velocidades: 6, 30, 60, 100, 200 y 300 rpm.
- g. Al llegar a 300 rpm esperar 10 s mas y comenzar a disminuir la velocidad y registrar la lectura del dial cada 10 s a 200, 100, 60, 30, 6, y 3 rpm.
- h. Reportar los datos para cada velocidad como el promedio de las dos lecturas realizadas.