

**EVALUACIÓN DE TRES TIPOS DE YESO PARA LA FABRICACIÓN DE  
CEMENTO CLASE G EN LA PLANTA DE CEMENTOS ARGOS DE SAN GIL.**

**ANGIE LORENA SANTANDER ZABALA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA  
2014**

**EVALUACIÓN DE TRES TIPOS DE YESO PARA LA FABRICACIÓN DE  
CEMENTO CLASE G EN LA PLANTA DE CEMENTOS ARGOS DE SAN GIL.**

**ANGIE LORENA SANTANDER ZABALA**

**Trabajo de grado para optar por el título de:  
Ingeniera Química**

**Director  
Arlex Chaves Guerrero  
Ingeniero Químico**

**Co-Director  
Jose Luis Delgado  
Ingeniero Químico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA  
2014**

## **DEDICATORIA**

Dedico este proyecto de tesis a Dios, porque ha estado conmigo en cada paso que doy, cuidándome y dándome fortaleza para continuar; a mi MADRE, a mi segunda madre MI ABUELA, porque sin su apoyo mi presente no sería el mismo y no menos importante a mi hermano para quien debo ser el mejor ejemplo y a mi novio quien me impulsa a ser mejor cada día.

## **AGRADECIMIENTOS**

Agradezco enormemente a Dios por tan bella oportunidad y a toda mi familia, quienes a lo largo de mi vida han depositado su entera confianza sin dudar ni un solo momento en mi inteligencia y capacidad.

Agradezco a la Universidad Industrial de Santander, a Cementos Argos planta San Gil por darme la oportunidad de crecer como ingeniera y persona. Finalmente agradezco a mi director por su paciencia tiempo y dedicación para que esto saliera de manera exitosa.

## CONTENIDO

INTRODUCCIÓN.....	16
1. FUNDAMENTO TEÓRICO.....	17
1.1 GENERALIDADES .....	17
1.2 FABRICACIÓN DEL CEMENTO PORTLAND .....	17
1.2.1 Molienda de materias primas .....	18
1.2.2 Homogenización de crudo.....	18
1.2.3 Clinkerización.....	18
1.2.4 Molienda de cemento .....	19
1.3 CLASIFICACIÓN DEL CEMENTO.....	21
1.4 PROPIEDADES GENERALES DE LOS CEMENTOS .....	22
1.4.1 Finura.....	22
1.4.2 Peso específico.....	22
1.4.3 Tiempo de fraguado .....	22
1.4.4 Consistencia normal.....	22
1.4.5 Resistencia mecánica a la compresión.....	22
1.4.6 Calor de hidratación .....	23
1.4.7 Resistencia al ataque químico.....	23
1.5 HIDRATACIÓN DEL CEMENTO .....	23
1.5.1 REACCIONES DE HIDRATACIÓN DE LAS FASES DEL CLINKER .	23
2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL.....	25
2.1 RECOLECCIÓN DE MUESTRAS.....	26
2.2 PREPARACIÓN DE MATERIAS PRIMAS .....	26
2.3 CARACTERIZACIÓN DEL CLINKER .....	26
2.3.1 Factor de saturación de cal (FSC).....	27
2.3.2 Módulo de sílice (MS).....	27
2.3.3 Módulo alumino - férrico o de fundentes (MA) .....	27
2.4 CARACTERIZACIÓN DE LOS YESOS .....	27

2.4.1	Análisis Mineralógico.....	28
2.4.2	Solubilidad .....	28
2.4.3	Difracción de Rayos X.....	28
2.5	MOLIENDA .....	28
2.6	CARACTERIZACIÓN DEL CEMENTO .....	29
2.6.1	Análisis químico .....	29
2.6.2	Análisis físico .....	29
3.	RESULTADOS Y ANÁLISIS .....	32
3.1	CARACTERIZACIÓN DEL CLINKER .....	32
3.2	CARACTERIZACIÓN DE LOS YESOS .....	32
3.2.1	Análisis mineralógico.....	32
3.2.2	Análisis por solubilidad.....	33
3.2.3	Análisis por difracción de rayos X del yeso .....	34
3.3	CARACTERIZACIÓN DE LOS CEMENTOS EXPERIMENTALES.....	37
3.3.1	Caracterización química .....	37
3.3.2	Caracterización física .....	38
4.	CONCLUSIONES .....	42
5.	RECOMENDACIONES .....	43
	BIBLIOGRAFÍA.....	44
	ANEXOS .....	46

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Proceso general de producción del cemento .....	177
Figura 2. Molienda de Cemento en el Laboratorio .....	25
Figura 3. Moldes para cubos de cemento .....	30
Figura 4. Difracción de rayos X Yeso 1 .....	35
Figura 5. Difracción de rayos X Yeso 2.....	35
Figura 6.. Difracción de rayos X Yeso 3.....	36

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Transformaciones en función de la temperatura .....	19
Tabla 2. Fases del clinker y sus propiedades .....	20
Tabla 3. Clasificación según las normas API .....	211
Tabla 4. Dosificación de Preparación para Molienda .....	299
Tabla 5. Composición química del clinker .....	32
Tabla 6. Composición Mineralógica de los Yesos .....	33
Tabla 7. Resultados de la Prueba de Solubilidad.....	332
Tabla 8. Resultados de la Caracterización Química.....	37
Tabla 9. Resultados de la Caracterización Física .....	38
Tabla 10. Resultados de las Resistencias .....	39
Tabla 11. Resultados de Propiedades Reológicas.....	40
Tabla 12. Resultados del Tiempo de Espesamiento .....	41

## LISTA DE ANEXOS

ANEXO A: DETERMINACIÓN DE SO <sub>3</sub> POR GRAVIMETRÍA.....	46
ANEXO B: DETERMINACIÓN DE LA FINURA POR MEDIO DEL BLAINE .....	48
ANEXO C: ANÁLISIS QUÍMICOS.....	49
ANEXO D: ANÁLISIS FÍSICOS. ....	50

## GLOSARIO

**Áridos:** Se refiere a las materia primas en la elaboración del clinker (arena, arcilla, mineral de hierro).

**C<sub>2</sub>S:** Silicato dicálcico o Belita

**C<sub>3</sub>S:** Silicato tricálcico o Alita

**C<sub>3</sub>A:** Aluminato tricálcico o Celita

**C<sub>4</sub>AF:** Ferroaluminato tetracálcico o Felita

**Cámara de curado:** Cuarto donde permanecen los cubos de cemento bañados en agua, estos cubos posteriormente son sometidos a pruebas de resistencias.

**Cenizas Volantes:** Subproducto industrial que se obtiene por la quema de carbón.

**Curado:** Es el proceso por el cual el concreto elaborado con cemento hidráulico madura y endurece con el tiempo, como resultado de la hidratación continua del cemento en presencia de suficiente cantidad de agua y de calor.

**Escorias:** subproducto de algunos procesos de purificación o sedimentación de metales.

**Hormigón o concreto:** Compuesto formado por cemento, agua, agregados (arena) y aditivos, utilizado principalmente en la construcción.

**Meteorización:** Pérdida de la calidad gradual por reacción anticipada con el agua.

**Punto de cedencia:** Mide la resistencia del fluido a fluir

**Puzolanas:** Materiales naturales o artificiales que contienen sílice y/o alúmina. Pueden ser: cenizas volcánicas, arcilla cocida, cenizas de combustible pulverizado, escoria de altos hornos, entre otras).

**RTM 325:** Retenido en malla 325

**Unidades Bearden:** Unidades de consistencia sin dimensiones, permiten medir la aptitud de una lechada para ser bombeada.

## RESUMEN

### **TITULO:**

EVALUACIÓN DE TRES TIPOS DE YESO PARA LA FABRICACIÓN DE CEMENTO TIPO G EN LA PLANTA DE CEMENTOS ARGOS DE SAN GIL.\*

### **AUTOR:**

Angie Lorena Santander Zabala\*\*

### **PALABRAS CLAVES:**

Cemento, Yeso.

### **DESCRIPCIÓN:**

En la planta de cementos Argos San Gil se fabrica cemento clase G; este cemento es diseñado para trabajar a presiones y temperaturas altas, propias de las profundidades de los pozos de petróleo, y para resistir los ataques químicos del suelo. Por ende su fabricación resulta ser costosa, dado que no permite contener ningún otro tipo de minerales como las escorias, puzolanas, cenizas, etc.

Esta práctica industrial tuvo como objetivo evaluar tres tipos de yeso como sustituto del usado en la actualidad para la fabricación de Cemento clase G tomando como criterios de selección el cumplimiento de la especificaciones de calidad del producto final y la disminución del costo de producción.

Para tal fin, se realizó una caracterización físico química para cada tipo de yeso y se fabricaron cementos clase G con cada una de los yesos con el fin de someterlo a pruebas de reología, resistencia a la compresión, tiempo de espesamiento según lo estipulado en las Normas API. Se encontró de la caracterización físico química y de los análisis de calidad del cemento fabricado con estos yesos, que sólo el yeso 3 cumple de manera aceptable con los parámetros de calidad especificados por la norma API 10A y que por tanto podría ser usado como yeso sustituto.

---

\* Trabajo de grado

\*\* Facultad de Ingeniería Físico Químicas, Escuela de Ingeniería Química. PhD Arlex Chaves Guerrero

## **ABSTRACT**

### **TITLE:**

EVALUATION OF THREE TYPES OF GYPSUM TO CEMENT MANUFACTURING CLASS G IN CEMENT PLANT ARGOS TO SAN GIL.\*

### **AUTHOR:**

Angie Lorena Santander Zabala\*\*

### **KEYWORDS:**

Cement, Gypsum.

### **DESCRIPTION:**

In the cement plant Argos San Gil is class G cement production; this cement is designed to work at pressures and temperatures high, typical of the depths of the oil wells and resist chemical attack from the ground. Thus manufacture proves costly, since it does not allow containing any other type of mineral as slag, pozzolans, fly ash, etc.

This industry practice consisted evaluate three types of gypsum as a substitute for currently used to manufacture cement class G using as criteria the fulfillment of the specifications of final product quality and decreasing production cost.

For this purpose, physicochemical characterizations for each type of gypsum was made and were produced class G cements with each of the casts with the purpose of being a rheology test, compressive strength, thickening time as specified in the API standards. The results of the physicochemical characterization and analysis of quality of cement manufactured with these gypsums, which only gypsum 3 acceptably complies with the quality parameters specified by the API 10A standard and therefore could be used as a substitute for plaster.

---

\* Degree Work.

\*\* Physical-Chemical Engineering Faculty. Chemical Engineering School. PhD Arlex Chaves Guerrero

## INTRODUCCIÓN

El cemento es un compuesto clave en la industria contemporánea que surgió de la necesidad del hombre de poder conformar estructuras estables. Se encuentra presente en todos los campos de la construcción y es materia prima para centenares de proyectos de infraestructura que contribuyen en el desarrollo de los países.

Argos S.A. es la empresa cementera líder en Colombia, quinto productor en América Latina y segundo en el sureste de Estados Unidos. Sus productos cuentan con certificados de calidad y procesos de producción que aseguran el respectivo cumplimiento de la normatividad.

En San Gil, Santander se encuentra ubicada la planta de cementos especiales que está encargada principalmente de la producción de cemento clase G diseñado para la cementación de pozos petroleros.

Sin embargo, la venta de este producto se ha visto disminuida durante los últimos meses debido a los altos precios de producción que se traduce en un mayor precio al consumidor final con relación a los precios de la competencia. Uno de los materiales más costosos es el yeso por lo que las directivas de la empresa se plantearon la posibilidad de reemplazar el yeso actualmente usado por otro que genere los mismos beneficios de calidad pero que a la vez disminuya el costo de producción.

Por lo tanto, el objetivo de esta práctica empresarial fue determinar mediante trabajo experimental de laboratorio un yeso que pueda ser usado como reemplazo pero que genere cementos de igual calidad a un menor costo de producción.

# 1. FUNDAMENTO TEÓRICO

## 1.1 GENERALIDADES

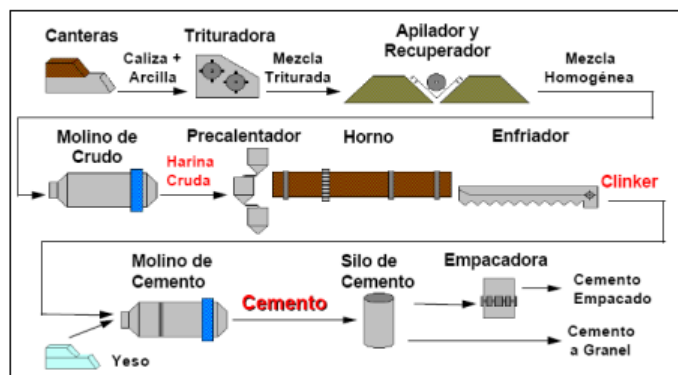
El cemento Portland tipo G [1] es utilizado en la cementación de pozos petroleros, lo que hace necesario que puedan emplearse desde la superficie hasta 2400 m de profundidad sin adiciones y que desarrolle alta resistencia a los sulfatos.

Cuando el cemento requiere características o propiedades deseadas para cada aplicación en particular se recurre a las adiciones minerales (escorias, puzolanas, o cenizas volantes) y a los aditivos. Las adiciones son suministradas dentro del proceso de molienda del cemento.

## 1.2 FABRICACIÓN DEL CEMENTO PORTLAND

El cemento Portland es el resultado de la calcinación de calizas, con arcillas a una temperatura aproximada de 1500°C, donde se obtiene un producto denominado clinker el cual posteriormente tiene un proceso de molienda con adición de una cantidad adecuada de regulador de fraguado el cual suele ser piedra de yeso natural. En la siguiente figura se puede observar el proceso general de la producción del cemento. [2,3]

Figura 1. Proceso general de producción del cemento



Fuente: [http://www.revistavirtualpro.com/files/ti01\\_201202.pdf](http://www.revistavirtualpro.com/files/ti01_201202.pdf)

**1.2.1 Molienda de materias primas.** Las materias primas necesarias para la producción de cemento portland son caliza, arcilla, y mineral de hierro que aportan una mezcla de óxidos de (Calcio, silicio, aluminio, hierro y manganeso) con las propiedades adecuadas.

Durante esta etapa los materiales necesitan una reducción del tamaño natural para facilitar su manejo, por lo que son llevados a trituración; posteriormente, se dosifican y son transportados hacia un molino para convertirlos en un polvo fino llamado *harina cruda*.

**1.2.2 Homogenización de crudo.** Después de la molienda, la harina es transportada hasta los silos de almacenamiento en donde se realiza una homogenización que consiste en mantenerla en constante agitación por medio de un sistema de fluidización de aire con el propósito de obtener las características adecuadas de la harina, con la composición química del tipo de cemento que se esté produciendo y con la menor variación posible.

**1.2.3 Clinkerización.** La harina cruda almacenada en los silos de homogenización se alimenta a una torre de precalentamiento donde la temperatura alcanza los 900 y 1000°C; que permite el paso a un horno rotatorio en el que el material se somete a altas temperaturas que alcanzan los 1450°C. Aquí se generan las reacciones químicas y transformaciones (ver Tabla 1) entre los compuestos formando diferentes silicatos que son enfriados rápidamente dando lugar así a la nodulación del clinker.

**Tabla 1. Transformaciones en función de la temperatura.**

T °C	Proceso	Tipo
20-100	Secado y evaporación de agua libre	Endotérmico
100-400	Eliminación de agua absorbida	Endotérmico
400-900	Descomposición de los minerales de arcilla	Endotérmico
600-900	Descarbonatación o calcinación	Endotérmico
>800	Formación de C <sub>2</sub> S y C <sub>3</sub> A intermedios	Exotérmico
1250-1380	Formación de fase líquida	Endotérmico
>1250	Inicia la formación de C <sub>3</sub> S	Endotérmico
1400-1450	Formación de C <sub>3</sub> S auto-sostenida	Exotérmico

**Fuente:** Cementos Argos. Diplomado Nacional de Cemento

**1.2.4 Molienda de cemento.** En la molienda se lleva a cabo una disminución del tamaño de partícula de clinker con yeso hasta cumplir con un requerimiento de finura que afecta directamente las características del cemento tales como la velocidad de hidratación, la demanda de agua, el desarrollo de la resistencia, entre otros. [4]

**1.2.4.1 Influencia de la composición del Clinker.** En el proceso de calcinación [5], se forman cuatro fases principales: alita (C<sub>3</sub>S), belita (C<sub>2</sub>S), celita (C<sub>3</sub>A), Felita (C<sub>4</sub>AF) y cal libre (CaO) que no reaccionó. Estos compuestos son los encargados de aportar las propiedades del clinker dispuesto para la molienda del cemento. Tal como se puede observar en la tabla 2.

**Tabla 2. Fases del Clinker y sus propiedades**

Componente	Propiedades
<i>Alita</i> (C <sub>3</sub> S)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gran velocidad de hidratación.</li> <li>• Confiere al cemento resistencias elevadas a corta edad. Endurecimiento rápido.</li> </ul>
<i>Belita</i> (C <sub>2</sub> S)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Velocidad de hidratación baja.</li> <li>• Confiere al cemento resistencias a largo plazo. Endurecimiento lento.</li> </ul>
<i>Celita</i> (C <sub>3</sub> S)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Gran velocidad de hidratación, casi instantánea.</li> <li>• Rápido endurecimiento en cantidades altas.</li> <li>• Fraguado rápido.</li> </ul> <p>Es el componente del cemento que presenta mayor calor de hidratación, siendo el principal responsable por la pega del cemento. Sensibilidad a las aguas sulfatadas.</p>
<i>Felita</i> (C <sub>4</sub> AF)	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Baja velocidad de hidratación.</li> <li>• Endurecimiento Lento</li> </ul>
<i>Cal libre</i> (CaO)	En grandes cantidades este compuesto causa expansión y fraguado rápido.
<i>Periclasa</i> (MgO)	En cantidades grandes causa expansión.
Fuente: Cementos Argos. Diplomado Nacional del cemento	

**1.2.4.2 Influencia del sulfato de calcio (yeso).** El yeso (CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O) es un mineral usado en la fabricación del cemento, el cual generalmente al ser agregado al clinker ayuda a regular su fraguado, y además funciona como coadyuvante de molienda. El yeso reacciona con el aluminato tricalcico (celita) para formar una sal expansiva llamada estringita. De acuerdo al tipo de cemento que se va a producir se utiliza una cantidad de yeso determinada por el contenido de Celita y de álcalis solubles, así como de la finura del cemento. De este modo, al ser mayor el contenido de C3A en el clinker, se necesitará mayor cantidad de yeso, sin excederse pues pueden ocurrir fenómenos de expansión, por lo cual se establecen límites superiores expresados en porcentaje en (P/P) de SO<sub>3</sub> para el contenido de sulfato.

Hoy en día se sabe que el yeso no sólo afecta el fraguado del cemento, sino que también influye en las características del cemento, tales como la molturabilidad, el almacenamiento, las resistencias, la compresión y la estabilidad en volumen.

### 1.3 CLASIFICACIÓN DEL CEMENTO

El cemento empleado en pozos petroleros debe ser manejable a temperaturas y presiones elevadas. Según las normas del American Petroleum Institute (API) se refieren a “Clase” para diferenciar el tipo de cemento; cada clase es aplicable a cierto rango de profundidad, agresión química o presión. En la tabla 3 se observan la clasificación API. [6,7]

**Tabla 3. Clasificación según las normas API**

Clase	Profundidad (m)	Temperatura (°C)	Propiedades
Clase A	0 – 1830	77	No se requieren propiedades especiales
Clase B	0 – 1830	77	Resistencia moderada a los sulfatos. Este cemento presenta un contenido C <sub>3</sub> A menor que el cemento clase A.
Clase C	0 – 1830	77	Alta resistencia a la compresión temprana, se fabrican en los tres grados de resistencia a los sulfatos (baja, moderada y alta). Este cemento presenta un alto contenido C <sub>3</sub> S.
Clase D	1.830 - 3.050	110	Moderada y alta resistencia a los sulfatos. Presión moderada
Clase E	3.050 – 4270	143	Moderada y alta resistencia a los sulfatos. Presión alta
Clase F	3.050 - 4880	160	Moderada y alta resistencia a los sulfatos. Presión alta
Clase G	0 – 2240	93	Se fabrica en moderada y alta resistencia a los sulfatos
Clase H	0 – 2240	93	Se fabrica en moderada y alta resistencia a los sulfatos
Clase J			
Libro de cementos petroleros			

## 1.4 PROPIEDADES GENERALES DE LOS CEMENTOS

Para la cementación de pozos petroleros [8] se debe cumplir con las especificaciones de la norma API-10, teniendo en cuenta las siguientes propiedades

**1.4.1 Finura.** La finura del cemento influye en el calor liberado y en la velocidad de hidratación. A mayor finura del cemento, mayor rapidez de hidratación y, por lo tanto, mayor desarrollo de resistencia. Los efectos que una mayor finura provoca sobre la resistencia se manifiestan principalmente durante los primeros siete días. La finura se mide por medio del ensayo Blaine de permeabilidad al aire, o con la malla No.325. Aproximadamente del 85% al 95% de las partículas de cemento son menores de 45 micras.

**1.4.2 Peso específico.** Generalmente, el peso específico del cemento portland es de aproximadamente  $3.15 \text{ g/cm}^3$ . El peso específico es usado para calcular las proporciones de la mezcla.

**1.4.3 Tiempo de fraguado.** Los tiempos de fraguado indican si la pasta está desarrollando sus reacciones de hidratación de manera normal. El yeso regula el tiempo de fraguado en el cemento.

**1.4.4 Consistencia normal.** La consistencia se refiere a la movilidad relativa de una pasta de cemento o bien a su capacidad de fluir.

**1.4.5 Resistencia mecánica a la compresión.** La resistencia a la compresión se obtiene a partir de pruebas en cubos de mortero estándar de 5 cm. Estos cubos se hacen y se curan de manera prescrita y utilizando una arena estándar.

**1.4.6 Calor de hidratación.** Se llama calor de hidratación al calor que se desprende durante la reacción que se produce entre el agua y el cemento al estar en contacto, por lo que es necesario que el cemento esté protegido del medio ambiente ya sea en sacos o en silos, hasta el momento en que se le mezcle con el agua. [9]

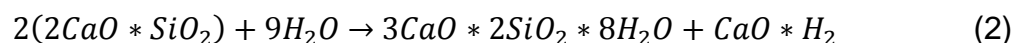
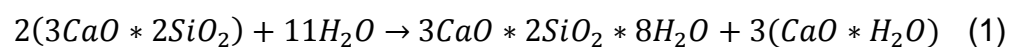
**1.4.7 Resistencia al ataque químico.** Los cementos pueden ser atacados por ciertos productos químicos, entre los cuales, se encuentran los sulfatos que atacan el C3A formando sales expansivas que destruyen el hormigón.

## 1.5 HIDRATACIÓN DEL CEMENTO

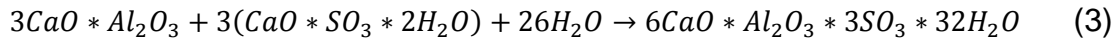
Al tener contacto el cemento con el agua, los compuestos químicos reaccionan produciéndose una mezcla aguada que luego se va endureciendo con el tiempo, proceso llamado fraguado del cemento donde se desarrollan las primeras resistencias. Después, el material sólido tardará meses en terminar la etapa de endurecimiento. [10-12]

**1.5.1 Reacciones de hidratación de las fases del clinker.** El fraguado y el endurecimiento del cemento se basan en la reacción de los compuestos anhídridos del cemento con el agua. Hay diferentes maneras en las que los compuestos presentes en el cemento pueden reaccionar con el agua formando componentes hidratados.

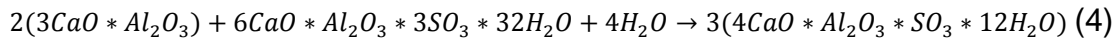
La principal reacción es una hidrólisis de los componentes de silicato, que produce un gel llamado tobermorita (CSH) e hidróxido de calcio (ver reacciones 1 y 2).



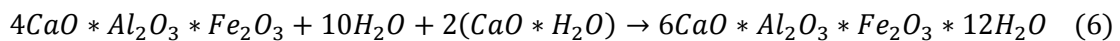
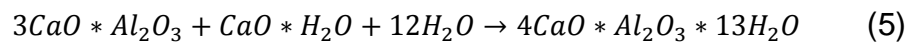
La hidratación de los aluminatos necesita del yeso para formar estringita, esta reacción continúa hasta agotar la disponibilidad del yeso.



La estringita es un producto de hidratación estable, pero sólo cuando hay suficiente cantidad de sulfato disponible. Si la concentración de  $SO_4^{2-}$  en solución disminuye, la estringita se hace inestable y se convierte a monosulfato.



Paralelo a esto se dan también la formación de hidrato de aluminato tetracálcico e hidrato de aluminoferrato cálcico.



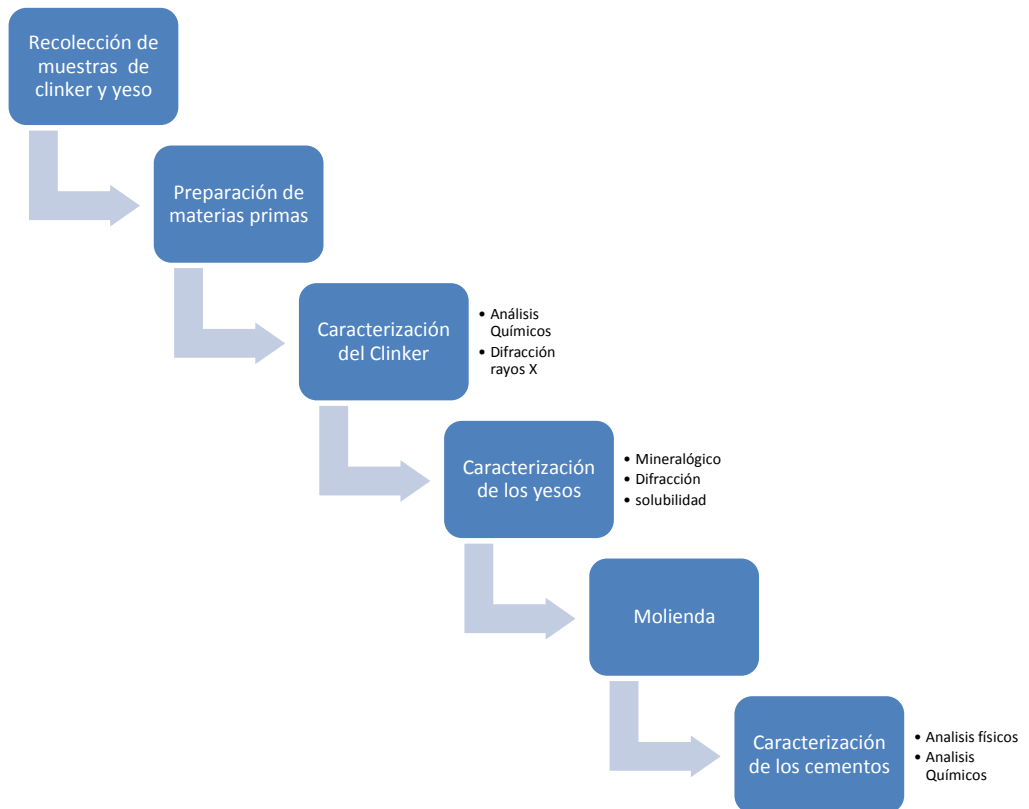
Las reacciones de hidratación de los aluminatos son importantes ya que afectan las características de fraguado del cemento.

## 2. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Para evaluar las propiedades [13], así como el comportamiento del cemento clase G se realizó una molienda experimental con tres tipos de yeso diferentes, lo que permite posteriormente hacer una comparación de los resultados obtenidos. Esta decisión se tomó con base en los históricos de las moliendas de cemento.

En la figura 2 se muestra el diagrama resumen de la metodología utilizada para el desarrollo del proyecto.

**Figura 2. Molienda de Cemento en el Laboratorio**



La preparación clinker – yeso busca condiciones similares en las tres moliendas.

#### **a. RECOLECCIÓN DE MUESTRAS**

El proceso de muestreo para clinker y yeso fue hecho en campo con el apoyo del personal de producción de la empresa Argos. El clinker fue recogido a la salida del enfriador rotatorio. En lo que sigue los yesos usado como posible sustitutos serán llamados Yeso 1, Yeso 2 y Yeso 3, por recomendación expresa de Argos S.A con el fin de mantener la confidencialidad. Las muestras de Yeso 1 y 2 fueron tomadas de los depósitos de yeso ubicados en los patios de materias primas, la muestra de Yeso 3, llegó directamente al laboratorio proveniente de otra de las plantas de la compañía.

#### **b. 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.

Los yesos 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. Cada una de las tres muestras se dividió 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.

#### **c. CARACTERIZACIÓN DEL CLINKER**

La muestra de clinker fue tomada y analizada para comprobar que cumple con los parámetros de calidad exigidos y es apto para ser usado en el estudio. Esta

caracterización se realizó a través de análisis de Difracción rayos X realizada en los Laboratorios Cementos Argos San Gil. Esto permitió conocer la composición de los compuestos, es decir los niveles de  $C_3S$ ,  $C_2S$ ,  $C_3A$  y  $C_4AF$ .

Los principales parámetros utilizados para el control y dosificación de la mezcla cruda son:

**2.3.1 Factor de saturación de cal (FSC).** Indica la cantidad de CaO que puede combinarse con los componentes ácidos durante el quemado. Se permite un valor mínimo de 94%

$$FSC = \frac{CaO}{2.8SiO_2 + 1.2Al_2O_3 + 0.65Fe_2O_3} (7)$$

**2.3.2 Módulo de sílice (MS).** Relaciona la cantidad de sílice con los fundentes, expresado en porcentaje ponderal. Los límites establecidos son:  $1.8 < MS < 3.6$ .

$$MS = \frac{SiO_2}{Al_2O_3 + Fe_2O_3} (8)$$

**2.3.3 Módulo alumino - férrico o de fundentes (MA).** Relaciona la alúmina con el óxido de hierro. Los límites establecidos son:  $1 < MA < 3$ .

$$MA = \frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3} (9)$$

#### **d. CARACTERIZACIÓN DE LOS YESOS**

A partir de las muestras procedentes se realizó una caracterización de los yesos para garantizar que cumplen con los parámetros de calidad exigidos y son aptos para ser usados en el estudio. Se realizaron los siguientes análisis:

**2.4.1 Análisis Mineralógico.** El estudio mineralógico se realizó mediante los siguientes análisis químicos: determinación de SO<sub>3</sub> (ver anexo A) por gravimetría, pérdidas al fuego que permitió conocer el índice de hidratación, residuo insoluble (impurezas) y análisis por Rayos X.

**2.4.2 Solubilidad.** En los yesos es interesante medir la capacidad que tienen de solubilizarse y dejar disponible el ion SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> para el control de la reacción; así se podrá obtener un resultado que permita conocer la eficiencia del yeso para su solubilización. Esta prueba fue realizada en los Laboratorios de Investigación de Argos en Medellín.

**2.4.3 Difracción de Rayos X.** Con el fin de saber en que difieren los tres yesos seleccionados se tomó muestras de cada uno y se les realizó la prueba mediante difracción con el uso de un difractómetro de rayos X marca PANalytical, modelo EMPYREAN. Esta prueba fue realizada por el laboratorio ALPHA 1 S.A de la ciudad de Bogotá.

#### **e. MOLIENDA**

Una vez listos los yesos y el clinker, se realizaron las mezclas en el molino de bolas del laboratorio manteniendo, de manera aproximada, la composición y los parámetros usados en la industria, como se observa en la Tabla 4.

**Tabla 4. Dosificación de Preparación para Molienda.**

<b>DOSIFICACIÓN DE YESOS PRUEBA CEMENTO LABORATORIO</b>				
<b>CEMENTO</b>	<b>DOSIFICACIÓN</b>		<b>% SO<sub>3</sub></b>	<b>% RI</b>
	<b>% CLINKER</b>	<b>% YESO</b>		
<b>CLINKER +YESO 1</b>	95	5	2,68	0,42
<b>CLINKER +YESO 2</b>	96	4	2,60	0,08
<b>CLINKER +YESO 3</b>	96	4	2,60	0,15
%RI: Porcentaje en peso de residuo insoluble				

#### **f. CARACTERIZACIÓN DEL CEMENTO**

Para terminar cada molienda, se determinó la finura del cemento usando un equipo de Blaine; el cemento debía cumplir con un parámetro entre 2800 y 3000cm<sup>2</sup>/g para sacarlo del molino (ver anexo B).

**2.6.1 Análisis químico.** Para la caracterización se hizo un análisis químico por tableta, pérdidas al fuego y residuo insoluble, para garantizar que al entrar en contacto el cemento con agua las reacciones se den de acuerdo a la teoría y, por ende, permitan controlar el fraguado.

**2.6.2 Análisis físico.** La fluidez de la lechada debe tenerse en cuenta en el análisis. Por tanto se establecieron las propiedades físicas y reológicas de las lechadas de los cementos por medio de un viscosímetro rotacional.

**2.6.2.1 Resistencia a la compresión.** Para la prueba de resistencias se preparó una lechada a escala laboratorio que fue vertida en los moldes y se dejaron en reposo durante 5 minutos, después estos cubos de cemento fueron llevados a las respectivas cámaras de curado durante 8 horas para posteriormente ser fallados en una prensa, según la norma API SPECIFICATION 10A [14].



**Figura 3. Moldes para cubos de cemento**

**2.6.2.2 Reología.** Las pruebas reológicas definen las propiedades de flujo de la lechada (Viscosidad Plástica y Punto de cedencia). Estas características se controlan con el fin de facilitar la mezcla y obtener las características deseadas del caudal del fluido. El procedimiento consistió en tomar una muestra de la lechada y tomar medidas de viscosidad para diferentes valores de la velocidad de deformación en un viscosímetro rotacional. En esta prueba la resistencia del gel de la lechada se registraron a 10 segundos y nuevamente a los 10 minutos por norma de la empresa.

**2.6.2.3 Tiempo de espesamiento.** Las pruebas del tiempo de espesamiento sirven para calcular el tiempo que una lechada está en estado líquido a las condiciones de presión y temperatura simuladas del pozo. Durante esta prueba se registró la consistencia en el periodo de 15 a 30 minutos y el tiempo que demora la lechada en alcanzar las 30 unidades de consistencia (Bc). Durante el periodo de prueba la temperatura y presión de la lechada se mantuvieron a una temperatura de 27°C y 10000psi

### 3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

#### a. CARACTERIZACIÓN DEL CLINKER

En la tabla 5 se observa el resultado del análisis hecho al clinker donde se evidenció que los parámetros de calidad exigidos: MS, MA, LFS, están dentro de los límites especificados.

Tabla 5. Composición química del clinker

Análisis Químicos del Clinker	
% SiO <sub>2</sub>	21.56
% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.17
% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.29
% CaO	66.40
% MgO	0.87
% Na <sub>2</sub> O	0.00
% K <sub>2</sub> O	0.38
% SO <sub>3</sub>	0.85
M.S	2.28
M.A	0.79
L.S.F	96.06
C <sub>3</sub> S	67.83
C <sub>2</sub> S	10.66
C <sub>3</sub> A	2.10
C <sub>4</sub> AF	16.08
% Cal Libre	0.75

#### b. CARACTERIZACIÓN DE LOS YESOS

**3.2.1 Análisis mineralógico.** Se determinó la composición mineralógica por Difracción de Rayos X usando como muestra pastillas de yeso. Además se determinó el porcentaje de residuo insoluble que debe ser menor al 13% (peso) y el porcentaje de SO<sub>3</sub> que debe ser mayor al 37% (peso), lo cual nos indica la pureza del yeso. Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 6:

**Tabla 6. Composición Mineralógica de los Yesos**

Mineralógico	YESO 1	YESO 2	YESO 3
% SiO <sub>2</sub>	7.21	0.74	3.15
% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.34	0.25	0.87
% Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.56	0.08	0.10
% CaO	37.93	33.54	31.87
% MgO	2.54	0.26	0.03
% Na <sub>2</sub> O	0.03	0.00	0.05
% K <sub>2</sub> O	0.36	0.04	0.02
% SO <sub>3</sub> Grav	37.31	43.41	42.47
% Pérdida al Fuego	15.82	21.38	21.20
% Residuo Insoluble	7.72	1.44	2.99
H <sub>2</sub> O Libre (45°C)	0.20	0.20	2.21
H <sub>2</sub> O Comb (215 °C a 230°C )	3.50	18.05	19.11

Como se puede observar de la tabla 6 los tres yesos cumplen con los valores especificados para % RI y porcentaje en peso de SO<sub>3</sub>. Por tanto, las tres muestras de yeso son aptas para su uso en molindas de cemento petrolero, ya que cumplen con los parámetros de calidad requeridos.

**3.2.2 Análisis por solubilidad.** Después de realizado el ensayo de solubilidad de los yesos se produjeron los resultados evidenciados en la tabla 7:

**Tabla 7. Resultados de la Prueba de Solubilidad**

Muestra	Anión	Concentración [mg/L]			
		Lectura 1	Lectura 2	Lectura 3	Promedio
yeso 1	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	987.4376	987.7036	987.3217	987.4876
yeso 2	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	992.4334	993.7132	993.0641	993.0702
yeso 3	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1788.6505	1788.7281	1788.6606	1788.6797

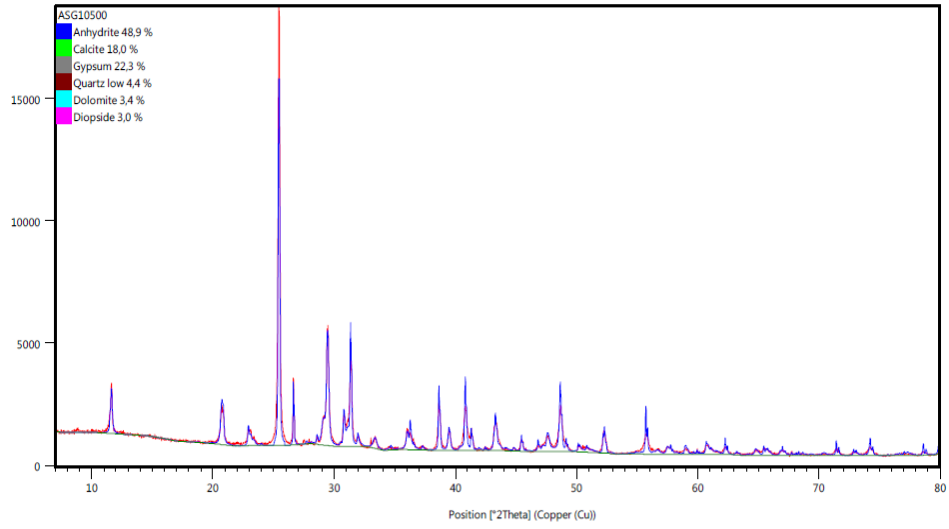
Con el ensayo de solubilidad se evidenció que los yesos 1 y 2, que presentan valores similares indican que esas condiciones presentan también una reactividad parecida.

En cuanto al yeso 3 tiene mayor solubilidad, lo que puede resultar en un posible mejor control de la hidratación ya que la concentración de  $\text{SO}_4^{2-}$  en solución disminuye haciendo la estringita inestable lo que resulta en fraguado rápido por la formación de los hidratos de aluminato de calcio, según lo reportado en hidratación de cemento [15,16],

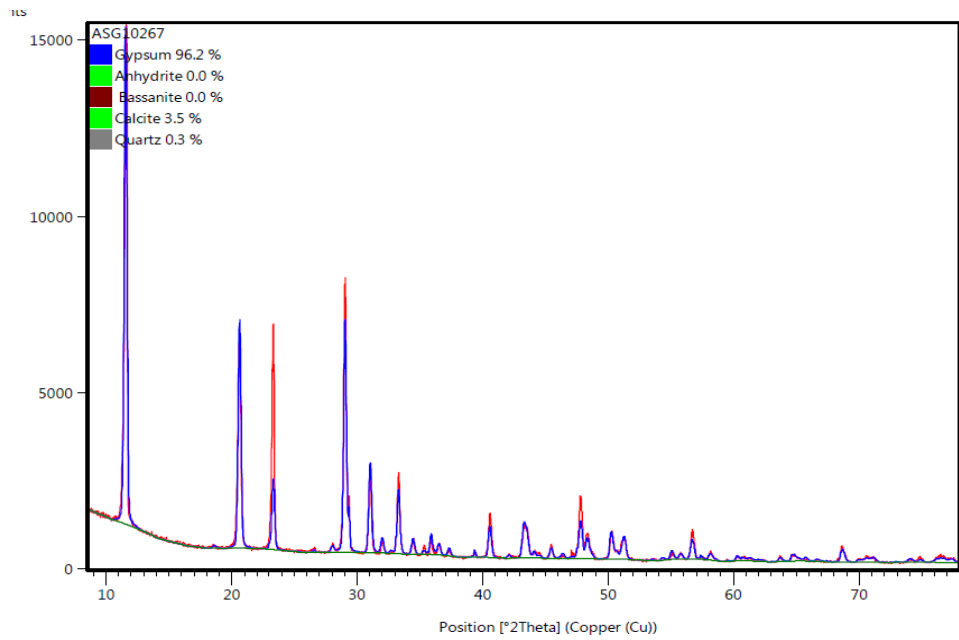
Por otra parte, el contenido de sulfatos en los cementos está limitado por las normas API. En este sentido, este yeso, por presentar una mayor concentración de  $\text{SO}_4^{2-}$ , permitiría disminuir la cantidad de yeso que se va a utilizar en la elaboración del cemento además de controlar el rendimiento del sulfato. [17]

**3.2.3 Análisis por difracción de rayos X del yeso.** Mediante la observación de los difractogramas se logró identificar las fases que tienen los yesos (anhidrita, dihidrato, hemihidrato). Las figuras 4, 5 y 6 muestran los resultados entregados por el laboratorio ALPHA 1 S.A. de las tres muestras de yeso.

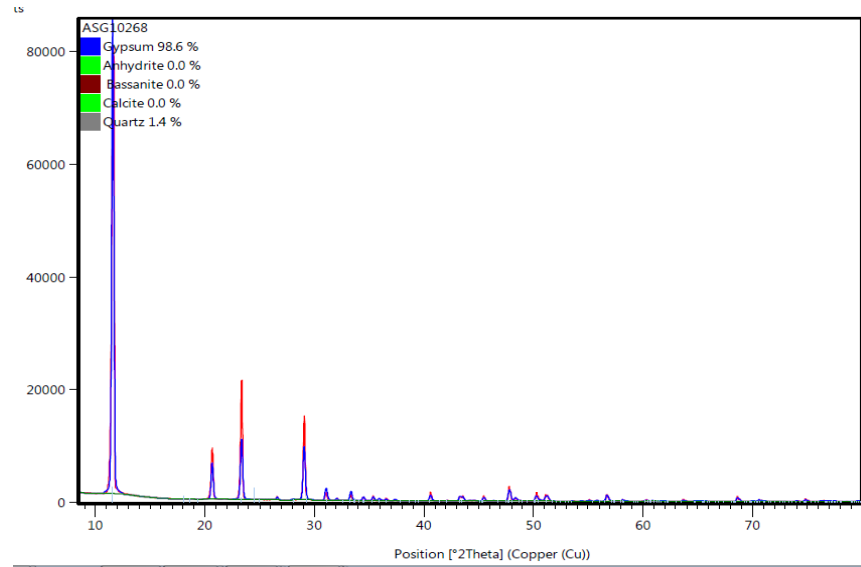
**Figura 4. Difracción de rayos X Yeso 1**



**Figura 5. Difracción de rayos X Yeso 2**



**Figura 6. Difracción de rayos X Yeso 3**



En la primera grafica se puede observar que existe una importante proporción de anhidrita ( $\text{CaSO}_4$ ); mientras que en las otras dos están compuestas en su gran mayoría por sulfato de calcio dihidratado, y no contienen casi ningún rastro de anhidrita.

Por otra parte en la difracción del yeso 1 también existe una buena cantidad de calcita. La calcita puede generar en la hidratación un compuesto que se llama monocarbonato y este compuesto puede incrementar el calor de hidratación, acelerar levemente la hidratación por la presencia de los granos finos de calcita. Esto es debido a que funcionan como área superficial adicional que promueve la nucleación y crecimiento de productos de hidratación, según es explicado por Brouwers [18].

## c. CARACTERIZACIÓN DE LOS CEMENTOS EXPERIMENTALES

**3.3.1 Caracterización química.** En la Tabla 8 se realiza una comparación de la concentración de los componentes que dan un cemento óptimo según la norma 10A del Instituto Americano del Petróleo (API) con la caracterización química hecha a los cementos obtenidos en el laboratorio de la Planta de San Gil.

**Tabla 8. Resultados de la Caracterización Química**

Requerimientos Químicos	Método de Ensayo	Unidad	Límites de la Norma API 10A	Yeso 1	Yeso 2	Yeso 3
MgO	ASTM C 114	%	6.0	1,11	1,05	0,823
SO <sub>3</sub>	ASTM C 114	%	3.0	2,40	2,52	2,26
L.I	ASTM C 114	%	3.0	1,04	1,08	1,07
R.I	ASTM C 114	%	0.75	0,50	0,55	0,58
C <sub>3</sub> S	Bogue	%	48-65	61,09	61,02	65,65
C <sub>3</sub> A	Bogue	%	3.0 Máximo	3,21	3,27	2,00
C <sub>4</sub> AF	Bogue	%	24.0	21,90	21,96	15,45
Na <sub>2</sub> O	ASTM C 114	%	0.75	0,33	0,31	0,26
SiO <sub>2</sub>	ASTM C 114	%	N.A	20,55	20,51	20,95
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ASTM C 114	%	N.A	4,46	4,47	4,00
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ASTM C 114	%	N.A	5,10	5,08	5,08
CaO	ASTM C 114	%	N.A	64,22	64,22	65,22
Na <sub>2</sub> O%	ASTM C 114	%	N.A	0,06	0,05	0,00
K <sub>2</sub> O	ASTM C 114	%	N.A	0,41	0,39	0,39

Analizando la composición química de los cementos se evidencia claramente que los yesos 1 y 2 no cumplen el parámetro de aluminato tricalcico (C<sub>3</sub>A) lo cual no es conveniente dado que si se requiere retardar el fraguado es necesario controlar su contenido y el de C<sub>3</sub>S; además es conveniente controlar las concentraciones mayores a 3% de C<sub>3</sub>A ya que pueden formar sulfoaluminato de calcio el cual tiene

un volumen mayor y como consecuencia pueden aparecer esfuerzos internos que desintegran el concreto [19].

**3.3.2 Caracterización física.** Además de la composición, la finura del cemento influye en su reacción con el agua. Así cuando más fino es el cemento, más rápido este reaccionará. Por esto es necesario además hacer una caracterización física en el laboratorio.

Aunque la norma API 10 no establece límites para los parámetros de finura del cemento (RTM 325 y Blaine), estos valores se han tomado del conocimiento empírico. Los resultados obtenidos se muestran en tabla 9.

**Tabla 9. Resultados de la Caracterización Física.**

Requerimientos Físicos	Método de Ensayo	Unidad	Límites de la Norma API 10A	Yeso 1	Yeso 2	Yeso 3
Agua Libre	Especificado API 10 A	%	5,9 Máximo	7,32	5,00	4,90
Agua Combinada	Especificado API 10 A	%	44	44	44	44
RTM325	ASTM C 430	%	13-19	25,5	20,44	17
Blaine	ASTM C 188	cm <sup>2</sup> /g	Aproximado 2800	2800	2850	3014
Densidad Especifica	ASTM C 204	g / cm <sup>3</sup>	N.A	3,15	3,15	3,15

Cuando se trabajó con el yeso 1 el comportamiento en la lechada se observó fluido igual que los otros yesos. Sin embargo, el parámetro de agua libre fue superior al especificado por la Norma API, posiblemente por la menor área superficial generada por el mayor tamaño de partículas del cemento. Este problema del parámetro del agua podría llevarse a un valor válido por la norma

realizando una molienda que permita obtener un menor tamaño de partícula; lo que a su vez mejoraría la tasa de reactividad y un mayor valor de la resistencia del cemento. Por otro lado, se debe controlar también la generación de una finura excesiva, ya que ésta genera una retracción y calor de fraguado altos que hacen que el conglomerante sea más susceptible a la meteorización.

**3.3.2.1 Análisis de resistencia a la compresión.** En la tabla 10 se da el valor de la resistencia a la compresión después de 8 horas, tiempo en el que se desarrollan las primeras resistencias.

**Tabla 10. Resultados de las Resistencias.**

Resistencias	Método de Ensayo	Unidad	Límites de la Norma API 10 <sup>a</sup>	Yeso 1	Yeso 2	Yeso 3
Resistencia 8 h a 100 °F	Especificado API 10 A	psi	300 Mínimo	695	825	790
Resistencia 8 h a 140 °F	Especificado API 10 A	psi	1500 Mínimo	1700	2140	2270

Los valores de la resistencia a la compresión del cemento fraguado obtenidos, indican que los tres cementos cumplen con las normas para ser usados en la cementación de pozos, siendo el cemento adicionado con el yeso 3 el que presenta un mejor comportamiento.

**3.3.2.2 Análisis Reológico.** En la Tabla 11 se observa en los tres aditivos presentan buen comportamiento de las lechadas se debe tener cuidado con el punto de cedencia, dado que se tiene mejor dispersión entre las partículas hidratadas de cemento a menor punto de cedencia.

**Tabla 11. Resultados de Propiedades Reológicas**

Propiedades Reológicas	Método de Ensayo	Unidad	Límites de la Norma API 10A	Yeso 1	Yeso 2	Yeso 3
Viscosidad cP 300 rpm	Especificado API 10 B	N.A	N.A	53	60	63
Viscosidad cP 100 rpm	Especificado API 10 B	N.A	N.A	35	42	46
gel a 10 seg	Especificado API 10 B	N.A	N.A	10	12	12
gel a 10 minutos	Especificado API 10 B	N.A	N.A	16	14	15
Viscosidad Plástica ( Pv)	Especificado API 10 B	cP	N.A	27	27	26
Punto de cedencia ( Yp)	Especificado API 10 B	1lbf/100ft <sup>2</sup>	N.A	26	33	37

El desarrollo a la resistencia del gel provee una indicación de qué tan rápido se gelifica la lechada luego del cese de bombeo, con lo que en la anterior tabla se puede observar que el yeso 2 sería el primero en desarrollar la resistencia estática y el yeso 1 el último.

**3.3.2.3 Tiempo de espesamiento.** Esta prueba se realizó según el procedimiento descrito en la metodología, bajo una serie de condiciones iniciales dadas en el laboratorio y que correspondieron a las condiciones aproximadas que se necesitarán en el campo cuando se cimente.

**Tabla 12. Resultados del Tiempo de Espesamiento.**

<b>Tiempo de Espesamiento</b>	<b>Método de Ensayo</b>	<b>Unidad</b>	<b>Límites de la Norma API 10A</b>	<b>Yeso 1</b>	<b>Yeso 2</b>	<b>Yeso 3</b>
<b>Tiempo 30 Bc</b>	<b>Especificado API 10 A</b>	<b>min</b>	<b>N.A</b>	<b>88</b>	<b>75</b>	<b>78</b>
<b>Tiempo 50 Bc</b>	<b>Especificado API 10 A</b>	<b>min</b>	<b>N.A</b>	<b>99</b>	<b>86</b>	<b>88</b>
<b>Tiempo 70 Bc</b>	<b>Especificado API 10 A</b>	<b>min</b>	<b>N.A</b>	<b>105</b>	<b>93</b>	<b>95</b>
<b>Tiempo de espesamiento 100Bc</b>	<b>Especificado API 10 A</b>	<b>min</b>	<b>90Min 120 Max</b>	<b>112</b>	<b>100</b>	<b>103</b>

Cuando la lechada alcanza 100 unidades de consistencia (Bc) no se puede generar un flujo de ésta. Así de la tabla 12 se observa que el cemento adicionado con el yeso 1 es el que permanece un mayor tiempo con la capacidad de fluir. Respecto a los otros dos yesos presentan comportamientos similares, pero siendo el yeso 2 el que permanece menos tiempo con capacidad de fluir.

#### 4. CONCLUSIONES

Los cementos preparados con las muestras de yeso estudiadas mostraron variación con respecto a los parámetros químicos y físicos finales del cemento, lo que nos indica que el contenido y solubilidad de los sulfatos tienen una participación en el control de la hidratación.

Los cementos obtenidos usando las muestras de Yeso 1 no cumplió con los requerimientos químicos de  $C_3A$ , lo que podría generar problemas de expansión. Además el parámetro de agua libre también se encuentra fuera de especificaciones lo que podría generar porosidad en el concreto disminuyendo su resistencia al ataque químico.

El cemento obtenido con la muestra de yeso 2 tampoco cumplió el parámetro químico de  $C_3A$ ; además los tiempos de espesamiento obtenidos son los más bajos, lo que indica que el tiempo para llevar a cabo la cementación del pozo es menor con respecto a los otros dos cementos de prueba.

En los resultados generados durante las pruebas se observa un mejor desempeño general en el comportamiento del cemento adicionado con el yeso 3 porque cumple con los parámetros químicos y físicos de la norma API 10A, esto debido a que el yeso 3 presenta un mayor contenido de sulfatos.

## **5. RECOMENDACIONES**

Se recomienda tener un mayor control de los tiempos de molienda del cemento, hasta llegar a una finura (Superficie de Blaine y retenido) en los tamices dentro de especificación.

Con el fin de obtener un mejor desempeño, se sugiere realizar las moliendas en el molino industrial hasta encontrar una dosificación óptima que mejore el comportamiento en la hidratación del cemento y aumente la eficiencia del proceso.

## BIBLIOGRAFÍA

1. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Specification for Blended Hydraulic Cements. ASTM C595-10. United States, 2010.
2. ARGOS S.A. Hidratación del cemento. Noviembre 2010.
3. ARGOS S.A. Manual de instructivos de laboratorio – Planta San Gil.
4. ARGOS S.A. Manual de procesos Cementos Argos – Planta Sogamoso. Colombia. 2013.
5. ARGOS S.A. Molienda del cemento. Octubre 2010.
6. ARGOS. S.A. – PLANTA CAIRO .Química del cemento. Marzo de 2003
7. ARGOS.S.A. Química del cemento.
8. BROUWERS, H.J.H. Composición de la pasta de cemento portland [en línea] <[http://doc.utwente.nl/57995/1/Brouwers\\_Journal45.pdf](http://doc.utwente.nl/57995/1/Brouwers_Journal45.pdf)> [citado Noviembre 2013].
9. Calor de hidratación del cemento. [en línea]. <<http://www.elconstructorcivil.com/2011/01/calor-de-hidratacion-del-cemento.html>> [citado Marzo 2014].
10. Cementación de pozos petroleros. [en línea]. <<http://es.scribd.com/doc/55683491/Cementacion-de-Pozos-Petroleros>> [citado enero 2014]
11. DIAZ BURBANO, María F. Determinación del tipo y contenido optimo en la molienda de cemento. Investigación y Desarrollo – Cementos Argos S.A. 2011.
12. HOLDERBANK. Hidratación del cemento. En: SEMINARIO DE CEMENTO. Maracay, Venezuela. 1998.
13. LABALM, Otto. Prontuario del cemento. 5ed. España: Editores Técnicos Asociados, 1985.
14. LÓPEZ G, Arturo. Programa de cementos petroleros PET-219. Tema I. 239 P.

15. M. Estrada, E. Alonso, L. E. Chávez, H. L. Chávez, W. Martínez, J. C. Rubio, F. Velasco y M. Ávalos. Hidratación del Cemento Pórtland, fase Etringita; Monosulfatos y Trisulfatos. Mexico. Diciembre 2005.
16. NAVARRO, SJ. Elaboración del cemento. [en línea] <<http://sjnavarro.files.wordpress.com/2008/09/def-y-elaboracion-cemento.pdf>> [citado octubre 2013].
17. Propiedades de los cementos. [en línea]. <<http://descom.jmc.utfsm.cl/proi/materiales/CEMENTO/CEMENTO.htm>> [citado marzo 2014].
18. SARABIA G, Antonio. Manual tecnológico del cemento. España: Editores Técnicos Asociados, 1977.
19. VILLARROEL LA TORRE, Marco Antonio. Ingeniería de cementación petrolera. [en línea]. <<http://www.actiweb.es/marcus/archivo2.pdf>> [citado enero 2014].

## ANEXOS

### ANEXO A: DETERMINACIÓN DE SO<sub>3</sub> POR GRAVIMETRÍA

#### 1. Preparar solución de cloruro de Bario (BaCl<sub>2</sub>) al 10%

- a) Pesar 100 gr. de cloruro de Bario en polvo.
- b) Adicionar el cloruro de bario en un balón aforado de 1 litro, llenando el balón al 40% de agua destilada o des-ionizada, agitar manualmente o en la plancha de agitación entre 15 a 20 minutos
- c) Aforar a un litro una vez se observe que hay completa dilución del reactivo.

#### 2. Preparar muestra para ensayo

- a) Verificar que el material esté libre de humedad
- b) Pesar 1g de muestra, previamente pulverizada

Nota: para yesos pese 0,5g de muestra.

- c) Colocar la muestra en un vaso precipitado y agregar 25 ml. de agua destilada o des-ionizada fría.
- d) Adicionar 5 ml. de ácido clorhídrico concentrado al 37%.
- e) Disgregar el material hasta que la descomposición sea total y diluir la muestra hasta completar 50 ml.
- f) Calentar a temperatura inferior a la ebullición durante 15 minutos

#### 3. Filtrar la solución

- a) Filtrar la solución utilizando papel filtro banda blanca.
- b) Lavar el residuo completamente con agua destilada o des-ionizada caliente.
- c) Recoger y calentar el filtrado en un vaso precipitado de 400 ml hasta alcanzar 250 ml y llevar a ebullición.

#### 4. Precipitar la solución

- a) Agregar a la solución lentamente, gota a gota, 10 ml de Cloruro de Bario ( $\text{BaCl}_2$ ) caliente al 10%
- b) Digerir la solución entre 12 y 24 horas en una plancha de calentamiento a una temperatura inferior a la de ebullición.
- c) Filtrar la solución en papel banda Azul
- d) Dejar en reposo hasta que se elimine el exceso de humedad del papel filtro.

#### 5. Pre calcinar el papel filtro

- a) Pasar el papel filtro y su contenido en un crisol.
- b) Colocar el crisol con el papel en una plancha o estufa.
- c) Calcinar la muestra en la mufla, a una temperatura entre 800 y 900°C durante 30 minutos.
- d) Retirar el crisol de la mufla, dejar enfriar en un desecador.
- e) Pesarse el crisol (P2), anotar el dato en el FR Contenido de  $\text{SO}_3$  Gravimétrico.
- f) Calcular la diferencia de pesos que representa el contenido de  $\text{SO}_3$ .

Para 1 g de muestra:

$$\text{SO}_3 = (P2 - P1) \times 0.343 \times 100$$

Para 0.5 g de muestra:

$$\text{SO}_3 = (P2 - P1) \times 0.343 \times 100 \times 2$$

Dónde:

P1 = Peso del crisol.

P2 = Peso del crisol + muestra calcinada.

0.343 = Relación del peso molecular del  $\text{SO}_3$  /  $\text{BaSO}_4 = 80 / 233.3 = 0.343$ .

## **ANEXO B: DETERMINACIÓN DE LA FINURA POR MEDIO DEL BLAINE**

1. Pesar 2.888 g de cemento pulverizado
2. Adicionar el cemento dentro de la cámara de permeabilidad cuidando que la capa de cemento quede nivelada.
3. Colocar un disco de papel de filtro con ayuda de las pinzas sobre el cemento y compacte, haciendo bajar el émbolo hasta que su reborde toque el extremo superior de la cámara.
4. Colocar la cámara de permeabilidad en el manómetro, cerciorándose de que haya una conexión hermética
5. Eliminar lentamente el aire contenido en el brazo del manómetro hasta que el líquido alcance la marca más alta, luego la válvula se cierra herméticamente.
6. Se hace funcionar el cronómetro en el momento en que el menisco del líquido llegue a la segunda marca; se detiene cuando el menisco llegue a la tercera marca. Se registra el intervalo de tiempo observado en segundos y la temperatura a la cual se realiza el ensayo en grados Celsius.
7. Calcular aplicando la siguiente formula:

## ANEXO C: ANÁLISIS QUÍMICOS.

### C.1 Preparación de pastillas para análisis químico por rayos X.

1. Pesar 10 g de la muestra
2. Llevar la muestra al pulverizador de anillos durante dos minutos y medio
3. Pesar la muestra según la siguiente tabla

Material	Pulverización		
	Gramos	Tiempo	Ayudante de molienda
yeso	10	150	Trietanolamina
cemento	10	150	Trietanolamina

4. Colocar un anillo en la prensa. Todas las superficies deben estar limpias.
5. Transferir la muestra pulverizada. Llenar el anillo uniformemente y accionar la prensa.
6. Una vez terminado el prensado, sacar la tableta, retirar los residuos de material con aire. Identificar la tableta.
7. Analizar la tableta por medio del equipo de rayos X.

## ANEXO D: ANÁLISIS FÍSICOS.

### D.1 Preparación de lechadas para pruebas de cemento petrolero

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.

### D.2 Agua Libre

1. Agitar la mezcla de la lechada en el consistómetro atmosférico por un período de 20 minutos. Mantener la temperatura del baño a 27 ° C durante todo el período de agitación.
2. Transferir 760 g ± 5g de la lechada directamente en el Erlenmeyer de 500 ml limpio y seco en 1 min.
3. Registrar la masa real transferida. Selle el Erlenmeyer con el tapón de caucho para prevenir la evaporación.

4. Después de 2 horas, retirar el líquido que se ha formado en la superficie con una pipeta. Medir el volumen de líquido y registrarlo como mililitros de líquido libre,
5. El líquido libre será calculado como porcentaje, usando la siguiente fórmula:

$$\%FF = \frac{VFF * P}{m_s} * 100$$

Dónde:

**%FF:** Es el contenido de líquido libre de la mezcla, en porcentaje.

**VFF:** Es el volumen de líquido libre (líquido flotante) recogido, expresado en mililitros.

**P:** Es la densidad (expresada en gramos por centímetro cúbico) de la mezcla; igual a 1.91 de agua al 44%;

**$m_s$ :** Es la masa inicialmente registrada de la lechada, expresada en gramos

### **D.3 Determinación de resistencias a la compresión**

1. La lechada será colocada en los moldes de 50 mm \* 50 mm preparados el exceso de lechada se retira nivelando al tope del molde usando una espátula.
2. Los especímenes serán colocados en la cámara de curado atmosférica 38°C o 60°C. La temperatura y la presión aplicadas Irán de acuerdo al programa o ensayo apropiado.

#### **Baño de Curado:**

Se empleara un baño o tanque con dimensiones adecuadas para sumergir completamente en agua los especímenes de resistencia a la compresión y operable dentro de un rango de  $\pm 2^\circ\text{C}$ .

3. Remover los especímenes del baño de agua limpiar y secar cada espécimen.

4. Con el calibrador se miden las dos caras de cada uno de los especímenes a fallar y se determina su área.
5. Aplicar la carga en la cara de los especímenes que estaban en contacto con la superficie plana del molde, centrar el espécimen en la máquina de ensayos.
6. Finalizar el ensayo cuando en el display de la prensa hidráulica muestra la indicación de **TERMINADO**.
7. Calcular la resistencia a la compresión con la siguiente tabla de la norma API. Las dimensiones de la cara de prueba deberán ser medidas a  $\pm 1.0$  mm para calcular el área de la sección transversal.

Tabla 1. Resistencias a la compresión  
**API SPECIFICATION 10A/ISO 10426-1: 2009.**

				Resistencia a la compresión mínima indicada en el periodo de curado	
Clase de Cemento	Tiempo	Temperatura final de curado	Presión Final de Curado	8 h +/- 15 min.	24 h +/- 15 min.
		°C (°F)	MPa ( psi)	MPa (psi)	Mpa (psi)
A	-	38 (100)	atm.	1.7 (250)	12.4 (1800)
B	-	38 (100)	atm.	1.4 (200)	10.3 (1500)
C	-	38 (100)	atm.	2.1 (300)	13.8 (2000)
D	4S	77 (170)	20.7 (3000)	NR	6.9 (1000)
	6S	110 (230)	20.7 (3000)	3.4 (500)	13.8 (2000)
E	4S	77 (170)	20.7 (3000)	NR	6.9 (1000)
	8S	143 (290)	20.7 (3000)	3.4 (500)	13.8 (2000)
F	6S	110 (230)	20.7 (3000)	NR	6.9 (1000)
	9S	160 (320)	20.7 (3000)	3.4 (500)	6.9 (1000)
G, H	-	38 (100)	atm.	2.1 (300)	NR
	-	60 (140)	atm.	10.3 (1500)	NR

#### C.4 Determinación del tiempo de espesamiento

1. Preparar contenedor para la lechada

2. La lechada se vierte dentro del contenedor preparado teniendo cuidado de no dejar burbujas de aire.
3. El cilindro se ajusta con las pinzas para poder colocarlo en la cámara de presión, asegúrese que la tapa ajuste con el orificio de la base de soporte
4. Colocar el ensayo en el consistómetro presurizado y dar inicio.
5. El ensayo finaliza cuando el consistómetro registre 100 Bc.

Los requerimientos de aceptación para los tiempos de espesamiento serán expuestos en la tabla 2:

Tabla 2. Requerimientos de Aceptación para los tiempos de espesamiento

**API SPECIFICATION 10A/ISO 10426 – 1: 2009**

Clase	Horas	Tiempo mínimo de espesamiento	Tiempo máximo de espesamiento
A	4	90	NR a
B	4	90	NR
C	4	90	NR
D	4	90	NR
	6	100	NR
E	6	100	NR
	8	154	NR
F	6	100	NR
	9	190	NR
G	5	90	120
H	5	90	120
NR : No aplica			