

## **Caracterización Térmica y Espectroscópica de Sulfato de Calcio Dihidratado y Sulfato de Calcio Hemihidratado**

**Leonel Correa Castaño**

**Director (a)**  
**Dra. Nini Johanna Gutiérrez Moreno**  
**Director (a)**  
**Prof. Duván Fernando Castillo Gómez**

**Universidad Santiago de Cali**  
**Facultad de Ciencias Básicas**  
**Programa de Química**  
**Cali, Colombia**  
**2023**

## **Caracterización Térmica y Espectroscópica de Sulfato de Calcio Dihidratado y Sulfato de Calcio Hemihidratado**

**Leonel Correa Castaño**

**Trabajo de grado presentado como requisito parcial para optar al título de:  
Químico**

**Director (a)  
Dra. Nini Johanna Gutiérrez Moreno  
Director (a)  
Prof. Duván Fernando Castillo Gómez**

**Línea de Investigación:  
Desarrollos Tecnológicos y Biotecnológicos  
Grupo de Investigación:  
Química y Biotecnología**

**Universidad Santiago de Cali  
Facultad de Ciencias Básicas  
Programa de Química  
Cali, Colombia  
2023**

## IMPACTOS

Relacione el (los) impacto(s) que presentó el Trabajo de Grado

IMPACTO	PRODUCTO	BENEFICIARIO(S)
Económico		
Responsabilidad social		
Científico	Generación de nuevo conocimiento	Sucroal, comunidad científica en general
Indicadores de Gestión		
Tecnológico		
Técnico		
Ambiental		
Social		
Cultural		

\*Incluir los productos obtenidos derivados de la investigación como: apropiación social del conocimiento, generación de nuevo conocimiento entre otros.

# CARACTERIZACIÓN TÉRMICA Y ESPECTROSCÓPICA DE SULFATO DE CALCIO DIHIDRATADO Y SULFATO DE CALCIO HEMIHIDRATADO

Leonel Correa Castaño <sup>1</sup>, Nini Johanna Gutiérrez Moreno <sup>2</sup>, Duván Fernando Castillo Gómez <sup>3</sup>

<sup>1</sup> Tecnólogo Químico de la Universidad del Valle, Analista de Calidad en Sucroal S.A., leocc1985@gmail.com.

<sup>2</sup> Doctora en Ciencias Químicas de la Universidad Nacional Autónoma de México, profesora y directora del Programa de Química en la Universidad Santiago de Cali, nini.gutierrez00@usc.edu.co. <sup>3</sup> Doctor en Ciencias Químicas de la Universidad del Valle, profesor hora cátedra en la Universidad Santiago de Cali, duvan.castillo00@usc.edu.co. Grupo de investigación QUIBIO. Programa de Química. Facultad de Ciencias Básicas. Universidad Santiago de Cali. Campus Pampalinda Calle 5 # 62-00. Santiago de Cali. Colombia

## RESUMEN

El objetivo principal del presente trabajo fue la caracterización térmica y espectroscópica de sulfato de calcio dihidratado y hemihidratado. Se aplicaron las técnicas de análisis térmico calorimetría de barrido diferencial (DSC) y termogravimetría (TGA), encontrando picos característicos a 102 °C para el hemihidrato, 52.5 y 126.7 °C para el dihidratado. TGA mostró una pérdida de peso del 1.5% a 38.27 °C, 3% a 73.14 °C y 8.5% a 110 °C para el hemihidrato, el dihidratado mostró pérdidas de peso del 17% a 56°C, 31.6% a 110 °C y 41.4% a 130 °C. El análisis por FT-IR reveló bandas de absorción entre 3700 y 3500 cm<sup>-1</sup> propias de las moléculas de agua presentes y bandas entre 1200 y 900 cm<sup>-1</sup> características del doble enlace S=O. La difracción de rayos X exhibió picos destacables de cada forma cristalina a 2 $\theta$  = 14.70°, 25.62°, 29.72°, 31.80°, 42.28°, 49.28°, 54.08° y 55.14° para el sulfato de calcio hemihidratado y 2 $\theta$  = 11.62°, 20.72°, 23.38° y 29.14° para la forma dihidratada. La determinación de metales por absorción atómica mostró concentraciones por debajo de las 60 ppm en Na, Fe, Pb, As y Cd. Las micrografías tomadas por SEM revelaron la morfología de los cristales para los compuestos de estudio, exponiendo una variada cantidad de tamaños. Se encontró que el producto cuenta con una alta pureza, sin presencia de anhidritas y bajas concentraciones de metales como Na, Fe, Pb, As y Cd.

**Palabras clave:** *Sulfato de Calcio; Caracterización Térmica; DSC y TGA; FT-IR; Rayos X*

## THERMAL AND SPECTROSCOPIC CHARACTERIZATION OF CALCIUM SULFATE DIHYDRATE AND CALCIUM SULFATE HEMIHYDRATE

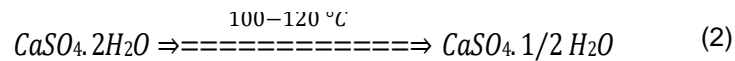
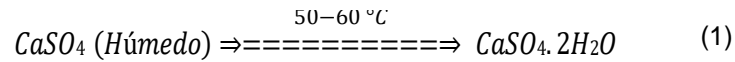
### ABSTRACT

The main objective of the present work was the thermal and spectroscopic characterization of calcium sulfate dihydrate and hemihydrate. Differential scanning calorimetry (DSC) and thermogravimetry (TGA) thermal analysis techniques were applied, finding characteristic peaks at 102 °C for the hemihydrate, 52.5 and 126.7 °C for the dihydrate. TGA showed a weight loss of 1.5% at 38.27 °C, 3% at 73.14 °C and 8.5% at 110 °C for the hemihydrate, the dihydrate showed weight losses of 17% at 56 °C, 31.6% at 110 °C and 41.4% at 130 °C. Analysis by FT-IR revealed absorption bands between 3700 and 3500 cm<sup>-1</sup> typical of the water molecules present and bands between 1200 and 900 cm<sup>-1</sup> characteristic of the S=O double bond. The 20.72°, 23.38° and 29.14° for the dihydrate form. The determination of heavy metals by atomic absorption showed concentrations below 60 ppm in Na, Fe, Pb, As and Cd. The micrographs taken by SEM revealed the morphology of the crystals for the study compounds, exposing a varied number of sizes. It was found that the product has high purity, without the presence of anhydrites and low concentrations of metals such as Na, Fe, Pb, As and Cd.

**Keywords:** *Calcium sulfate; Thermal Characterization; DSC and TGA; FT-IR; Rayos X-rays*

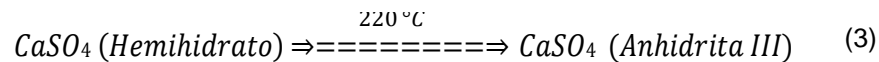
## 1. INTRODUCCIÓN

El sulfato de calcio, también llamado yeso, se puede obtener a partir de diferentes procesos. Uno de ellos es la fabricación de ácido cítrico [1], donde el sulfato de calcio se forma como subproducto en el proceso de purificación. De este proceso se obtiene un sulfato de calcio húmedo, con una cantidad de agua alrededor del 30-40%. Este es sometido a dos procesos de secado para obtener sulfato de calcio dihidratado y sulfato de calcio hemihidratado como se muestra a continuación.

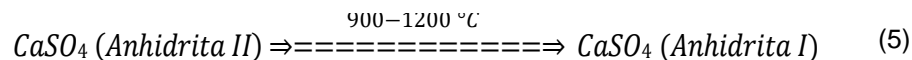
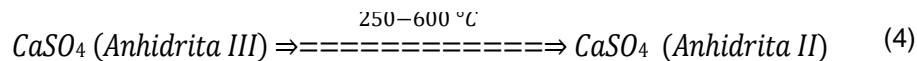


El sulfato de calcio hemihidratado puede presentar dos formas alotrópicas  $\alpha$  y  $\beta$  con características físicas y microestructurales diferentes [2]. El primero se caracteriza por tener una mayor densidad y resistencia a la compresión, requiere de menores tiempos de fraguado y presenta multitud de cristales muy finos. Se obtiene en autoclaves en ambientes saturados de vapor de agua. Por su parte, el  $\beta$ -sulfato de calcio hemihidratado es menos denso, con mayor solubilidad y mayor tiempo de fraguado. Se obtiene generalmente en horno rotatorio [3].

En el proceso de calcinación, a unos 220 °C, se puede producir una fase inestable conocida como anhidrita III, también conocida como anhidrita soluble. La anhidrita II es relativamente inerte e insoluble, mientras que la anhidrita I es insoluble y puede fraguar incluso bajo el agua [4].



A temperaturas mayores pueden formarse anhidrita II y anhidrita I.



Los yesos comerciales, contienen además del hemihidrato, cantidades variables de anhidritas y de dihidratos. La presencia de uno u otro afecta la calidad de los yesos producidos. La variedad del tipo de yeso se puede determinar por análisis térmico diferencial.

En 2014, Barbosa et al [5], realizaron estudios de caracterización para El  $\beta$ -sulfato de calcio hemihidratado obtenido en el complejo de Araripe, en Brasil. Este trabajo desveló características químicas, fisicoquímicas y térmicas, como pureza, impurezas presentes, grupos funcionales característicos, morfología, entre otros. En 2023, Dieu Linh Tran et al [6], caracterizaron el  $\alpha$ -sulfato de calcio hemihidratado obtenido por síntesis en el laboratorio. También Dick C. Engbrecht et al [4] realizaron análisis térmicos y de difracción de rayos X para determinar posibles impurezas en el sulfato de calcio obtenido por diferentes fuentes y utilizado para la elaboración de placas de panel yeso.

Las características químicas, físicas y fisicoquímicas pueden determinar la calidad del sulfato de calcio e incluso sus usos y aplicaciones. Por tanto, el objetivo general del presente trabajo es caracterizar el sulfato de calcio producido en Sucroal como coproducto en la manufacturación de ácido cítrico. Una caracterización térmica es indispensable para conocer los procesos endotérmicos o exotérmicos que pueda sufrir el sulfato de calcio, con lo cual se podría observar si se encuentra presente algún tipo de anhidrita o incluso, diferenciar entre el dihidrato y el hemihidrato. Realizar un análisis de difracción de rayos x es de gran utilidad para apoyar los resultados obtenidos en los análisis térmicos, también, una espectroscopía de IR-FT ayudará con la identificación de grupos funcionales característicos del material en estudio. La morfología también es un factor importante, ya que influye en las propiedades tanto de la pasta de yeso, como del yeso endurecido, aquí se hace importante el análisis por microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés). Complementando lo anterior, es relevante

cuantificar la presencia de algunos metales por absorción atómica, como Na, Fe, Pb, As y Cd ya que, dependiendo del uso algunas industrias tienen parámetros de calidad establecidos respecto a la concentración de metales, Por ejemplo, la farmacopea americana (USP) establece un criterio de aceptación de 100 ppm de hierro [7].

## **2. MATERIALES Y METODOS**

### **Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y Análisis Termogravimétrico (TGA):**

Los análisis térmicos fueron realizados en un SDT 650 de TA Instruments, el cual es un equipo de análisis térmico simultáneo. De este modo se obtuvieron las curvas termográficas DCS y TGA para el sulfato de calcio hemihidratado (Fig. 1) y para el sulfato de calcio dihidratado (Fig. 2). Se siguió la metodología empleada por Dieu Linh Tran et al [6] modificando algunas condiciones de análisis como la temperatura final y la rampa de corrida, quedando de la siguiente manera: rampa de temperatura de 5 °C/min, iniciando a temperatura ambiente hasta 250 °C, atmósfera inerte de nitrógeno y se pesó 10.75 mg de sulfato de calcio dihidratado y 5.99 mg de sulfato de calcio hemihidratado.

### **Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR):**

Los compuestos de sulfato de calcio hemihidratado y sulfato de calcio dihidratado fueron identificados por FT-IR en un espectrómetro Cary 630 de Agilent Technologies en un rango de longitud de onda entre 650 y 4000  $\text{cm}^{-1}$ .

### **Difracción de Rayos X de Polvo (DRX-P):**

Para determinar la estructura cristalográfica de las dos muestras de sulfato de calcio, se utilizó un difractómetro de rayos X de la marca Bruker, modelo Advance D8 con radiación de  $\text{Cu K}\alpha$  ( $\lambda = 1,54178 \text{ \AA}$ ), a una velocidad de escaneo de 5°/min en un rango  $2\theta$  de 10 a 80°.

### **Espectroscopía de Absorción Atómica (EAA):**

Se utilizaron dos espectrofotómetros de absorción atómica, uno de llama y uno de horno de grafito, marca Thermo Scientific modelo iCE 3000 Series, para determinar la concentración de Na, Fe, Pb, As y Cd presentes en las muestras de sulfato de calcio. Para Na y Fe se realizó el análisis por llama y para Pb, As y Cd se usó el horno de grafito. Para todos los casos, las muestras fueron disueltas en una solución de ácido clorhídrico.

### **Microscopía Electrónica de Barrido (SEM-EDS):**

Las micrografías fueron tomadas en un equipo SEM-EDS Phenom Pro X en un rango de aumentos de 500x, 1000x, 5000x y 10000x.

### **Ensayo de Fraguado:**

Sobre 70 g de agua vertidos en un vaso de precipitados, se adicionan 100 g de sulfato de calcio hemihidratado. Se esparce cuidadosamente el material sobre el agua y se inicia el conteo de tiempo en un cronómetro mientras se agita la mezcla con una espátula por un minuto. Se transfiere la mezcla al molde del equipo vicat (ver anexo 7, figura 15) para su medición. Pasados 5 minutos desde el inicio de la mezcla, se libera el émbolo de la aguja permitiendo que caiga libremente y penetre en la pasta. Se repite esta medición cada minuto hasta que la aguja penetre en la muestra máximo 2 mm de profundidad, detener el cronómetro y tomar el tiempo.

Las pruebas de fraguado se realizaron sobre el sulfato de calcio hemihidratado siguiendo el procedimiento descrito en la norma ASTM C472-99, Standard Test Methods for Physical Testing of Gypsum.

## 2. RESULTADOS

### Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC) y Análisis Termogravimétrico (TGA):

En la figura 1 (ver anexo 1), se pueden observar tres cambios importantes en la pendiente de la gráfica correspondiente al TGA del sulfato de calcio hemihidratado. El primer punto de inflexión de dicha curva se da a 38,27 °C, con una pérdida de peso del 1.5%. El segundo punto de inflexión se presenta cuando se ha perdido aproximadamente un 3% de peso, a una temperatura de 73.14 °C. Finalmente, se encuentra un tercer punto de inflexión a una temperatura aproximada de 110 °C correspondiente a la pérdida de peso de 8%.

En esta misma figura, en la curva que representa el análisis por DSC para el sulfato de calcio hemihidratado, se evidencia un pico endotérmico cuando se ha alcanzado una temperatura de 102.05 °C.

Respecto al sulfato de calcio dihidratado, en la figura 2 (ver anexo 1), en la curva correspondiente al TGA se observan cambios de pendiente en tres puntos, al presentarse una pérdida de peso del 27% a 56 °C, pérdida de peso del 31.6% a 110 °C, pérdida de peso del 41.4% a 130 °C.

Tal como se observa en la figura 2, la gráfica de análisis por DSC para el sulfato de calcio dihidratado, exhibe dos picos endotérmicos característicos, el primero, ubicado a 52.5 °C y el segundo, ubicado a 126.7 °C.

### Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FT-IR):

Para identificar la presencia de los grupos funcionales del sulfato de calcio, se analizaron las muestras por espectroscopía de FT-IR. En las figuras 3 y 4 (ver anexo 2), se pueden observar las bandas características para el sulfato de calcio hemihidratado y dihidratado respectivamente. Se puede evidenciar a través de estos espectros, algunas diferencias en sus bandas características. Para el caso del sulfato de calcio hemihidratado, se observan dos bandas entre los 3700 y 3500  $\text{cm}^{-1}$ , otra banda alrededor de los 1600  $\text{cm}^{-1}$  y tres bandas más entre los 1200 y 900  $\text{cm}^{-1}$ . El sulfato de calcio dihidratado exhibe una banda ancha a 3400  $\text{cm}^{-1}$ , dos bandas a 1700 y 1600  $\text{cm}^{-1}$ , finalmente una banda de amplia absorbancia a 1080  $\text{cm}^{-1}$ .

### Difracción de Rayos X de Polvo (DRX-P):

En los difractogramas se encontraron varios picos destacados por su intensidad. En la figura 3 (ver anexo 3) se pueden observar cinco picos que se destacan para el sulfato de calcio hemihidratado, estos se encontraron en  $2\theta = 14.70^\circ, 25.62^\circ, 29.72^\circ, 31.80^\circ, 42.28^\circ, 49.28^\circ, 54.08^\circ$  y  $55.14^\circ$ .

Por su parte, para el sulfato de calcio dihidratado, en la figura 4 (ver anexo 3), se encontraron picos a  $2\theta = 11.62^\circ, 20.72^\circ, 23.38^\circ$  y  $29.14^\circ$ .

### Espectroscopía de Absorción Atómica (EAA):

Mediante esta metodología de análisis, se determinó las concentraciones de metales presentes en las muestras de sulfato de calcio, como se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 1. Determinación de metales.

Catión	Sulfato de calcio dihidratado	Sulfato de calcio hemihidratado
Na (ppm)	55.60	64.34
Fe (ppm)	1.851	3.639
Pb (ppb)	0,557	4,428
As (ppb)	46,34	52,89
Cd (ppb)	110,1	128,7

Para todas las mediciones, las muestras fueron previamente disueltas en una solución de ácido clorhídrico. En el anexo 4 se pueden observar las curvas de calibración usadas en la determinación de cada metal.

## Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Espectroscopia de Energía Dispersiva de Rayos X (EDS):

En las figuras 12 y 13 (ver anexo 5), se puede observar la morfología de los cristales par el sulfato de calcio dihidratado y hemihidratado respectivamente. El software del equipo mostró tamaños de cristales que van desde los 26.9 hasta los 269  $\mu\text{m}$  para el sulfato de calcio dihidratado, observándose una distribución desordenada y cristales con grietas. Por otro lado, el sulfato de calcio hemihidratado mostró una distribución un poco más ordenada con cristales más definidos y un tamaño que va desde los 26.9 hasta los 653  $\mu\text{m}$ .

En la figura 14 (Ver anexo 6) se presenta el espectro del análisis elemental obtenido por EDS para el sulfato de calcio hemihidratado. A continuación, los porcentajes de los elementos encontrados.

Tabla 2. Análisis elemental por EDS.

Elemento	Concentración Atómica	Concentración en peso
O	74.08	55.94
S	13.15	19.91
Ca	12.77	24.15

### Ensayo de Fraguado:

Para el ensayo de fraguado se obtuvo un tiempo de 8 minutos usando el aparato de Vicat (ver anexo 7). Esta prueba solo es aplicable al sulfato de calcio hemihidratado ya que por sus características, solo este tiende a fraguar.

## 3. DISCUSIÓN (O ANÁLISIS DE RESULTADOS)

En la figura 1 (ver anexo 1), se pueden observar tres cambios importantes en la pendiente de la gráfica correspondiente al análisis por TGA para el sulfato de calcio hemihidratado, estos cambios que se dan a temperaturas de 38, 73 y 110  $^{\circ}\text{C}$ , obedecen a la pérdida de agua libre presente en el hemihidrato. Cuando se han alcanzado los 110  $^{\circ}\text{C}$ , se observa una pérdida de masa del 8% aproximadamente, quedando así un sulfato de calcio hemihidratado con una pureza del 92% en masa, lo que concuerda con lo reportado en la ficha técnica interna del producto. El aumento de temperatura del análisis por TGA continúa hasta alcanzar los 250  $^{\circ}\text{C}$ , apreciándose en la gráfica una pendiente que exhibe un ligero descenso en la masa de la muestra y que probablemente se debe al proceso de eliminación del agua ligada presente en el hemihidrato o bien a la presencia de pequeñas impurezas.

En el análisis por DSC (figura 1) se puede evidenciar un proceso endotérmico [8] con un pico a 102  $^{\circ}\text{C}$  debido a la deshidratación del sulfato de calcio hemihidratado.

El sulfato de calcio dihidratado sufrió un proceso de pérdida de masa mayor de lo esperado, reportando una pérdida de un 27% de su peso a 56  $^{\circ}\text{C}$ , 31.6% a 110  $^{\circ}\text{C}$  y 41.4% a 130  $^{\circ}\text{C}$  (ver anexo 1, figura 2). El proceso de deshidratación es constante hasta alcanzar una temperatura de 56  $^{\circ}\text{C}$ , evidenciando la pérdida de agua libre dejando un 73% en peso del sulfato de calcio dihidratado de acuerdo con la ecuación 1. La deshidratación continúa a partir de los 110  $^{\circ}\text{C}$  hasta los 130  $^{\circ}\text{C}$ , mostrando la formación del hemihidrato de acuerdo con la ecuación 2. La ficha técnica de Sucroal para el sulfato de calcio dihidratado, reporta una pureza en base seca del 95% con una humedad libre del 5%, lo cual no concuerda con los datos arrojados en este análisis, donde solo se obtuvo un 73% del dihidrato con una humedad libre del 27%. Esto se explica por un error en la toma de la muestra, puesto que no se realizó el muestreo en la etapa final del proceso de secado de la torta de sulfato de calcio, si no, en la etapa inicial, donde el producto contiene una humedad entre 30 a 40% dependiendo de las condiciones de los procesos anteriores.

En la figura 2, también se puede observar el comportamiento térmico que exhibe el sulfato de calcio dihidratado al ser analizado por DSC. Se evidencian dos picos correspondientes a los procesos endotérmicos que experimentala muestra y que corresponden a la deshidratación en dos etapas, la primera a 52.5  $^{\circ}\text{C}$  donde se alcanza el estado

de dihidrato al eliminar el agua libre y la segunda a 130 °C cuando se logra la conversión a hemihidrato después de eliminar parte del agua ligada. (Cual fue las diferencias de los análisis termogravimétricos en las muestras a comparar)

La identificación de los grupos funcionales característicos del sulfato de calcio se logró mediante el análisis de las muestras por espectroscopia FT-IR. En la figura 3 (ver anexo 2), se observan dos bandas de baja absorción a 3700 y 3500  $\text{cm}^{-1}$  y otra a 1600  $\text{cm}^{-1}$  correspondientes a la vibración de flexión de la molécula de agua cristalina presente en el hemihidrato, las tres bandas alrededor de los 1200  $\text{cm}^{-1}$  están asociadas vibraciones de estiramiento del doble enlace S=O en el grupo  $\text{SO}_4^{2-}$ . Un estudio realizado por Yutong\_Liu et al [9], se identifican tres picos; en 671,3  $\text{cm}^{-1}$ , 616,3  $\text{cm}^{-1}$  y 595  $\text{cm}^{-1}$  que se atribuyeron a la vibración de flexión de S=O en  $\text{SO}_4^{2-}$  y que no pudieron ser identificados en el presente trabajo debido a que el espectro fue tomado entre 4000 y 650  $\text{cm}^{-1}$ .

En la figura 4 (ver anexo 2), se puede apreciar que el espectro para el sulfato de calcio dihidratado tiene algunas diferencias respecto al dihidratado. Aquí se encuentra una banda de mayor absorción y más ancha, entre 3700 y 3100  $\text{cm}^{-1}$  debido a la gran cantidad de agua que este contiene. En 1700 y 1600  $\text{cm}^{-1}$  se observan dos bandas, en lugar de una, mostrando así los dos tipos de agua presente en el dihidrato, agua cristalina y agua libre. Finalmente, se tiene otra banda de amplia absorbancia a 1080  $\text{cm}^{-1}$  asociada a la vibración de estiramiento del doble enlace S=O.

Los análisis por DRX exhiben picos bien definidos, mostrando una alta cristalinidad en la estructura de los compuestos analizados. Demostrando así, que las muestras están compuestas esencialmente por sulfato de calcio. Para el hemihidrato se obtuvieron picos característicos propios de este compuesto (figura 5, anexo 3) de acuerdo con los estudios realizados por Barbosa et al [5] y Dieu Linh Tran et al [6] quienes reportan resultados similares. Barbosa et al, también reporta algunos picos de baja intensidad a  $2\theta = 25.33^\circ$ ,  $39.66^\circ$  y  $47.58^\circ$ , atribuidos a la presencia de anhidritas. Estos picos no se observaron en el presente estudio por lo que se podría descartar la existencia de anhidritas en el sulfato de calcio producido en Sucroal.

Por su lado, el sulfato de calcio dihidratado también mostró picos característicos de este compuesto (figura 5, anexo 3), los cuales difieren respecto a la forma hemihidratada.

Los análisis de metales por espectroscopía de absorción atómica mostraron bajas concentraciones de sodio, hierro, plomo, arsénico y cadmio (ver tabla 1). Se encontraron concentraciones más altas para el sulfato de calcio hemihidratado que para la forma dihidratada. Esto puede atribuirse a la humedad de las muestras, ya que al pesar el sulfato de calcio dihidratado se tiene menos sulfato en la muestra que cuando se pesa el sulfato de calcio hemihidratado.

Las micrografías logradas por SEM (ver anexo 5), muestran la morfología de los cristales del sulfato de calcio, observándose una distribución desordenada y cristales con grietas en el sulfato de calcio dihidratado (figura 12). Por otro lado, el sulfato de calcio hemihidratado mostró una distribución un poco más ordenada con cristales más definidos (figura 13). Como se mencionó antes, la muestra de sulfato de calcio dihidratado se tomó en una parte del proceso donde aún contiene mucha agua (sulfato de calcio húmedo), lo que explica el tipo de morfología encontrada para esta muestra. El proceso de deshidratación favorece la formación de cristales bien definidos presentando variedad de tamaños, como se pudo evidenciar en las micrografías para el sulfato de calcio hemihidratado. El análisis por EDS para el sulfato de calcio hemihidratado mostró la composición elemental de la muestra (ver anexo 6), revelando los porcentajes de O, Ca, y S típicos para este compuesto (ver tabla 2).

La prueba de fraguado realizada con el equipo de Vicat [10] (ver anexo 7), arrojó un tiempo total de 8 minutos, lo cual está dentro de las especificaciones técnicas del producto, donde se reporta un rango entre 5 a 14 minutos. Este tiempo de fraguado es producto de las características fisicoquímicas (fase y distribución cristalina, humedad, pureza, etc.) del sulfato de calcio hemihidratado producido en Sucroal y aporta un periodo de trabajo óptimo para sus aplicaciones y usos.

La variedad alotrópica del sulfato de calcio producido en Sucroal corresponde a la forma beta, esto se debe principalmente a la forma como se produce en la planta, ya que para obtener la forma alfa se debe someter el producto a otras condiciones como ya se mencionó antes. Además, se observan diferencias de temperatura en los picos para los termo gramas obtenidos en comparación con lo reportado por Dieu Linh Tran et al [6] donde

caracterizaron la forma alfa del sulfato de calcio. Por sus propiedades físicas y químicas, las formas beta tiene aplicaciones asociadas a la producción de materiales para la construcción, mientras que las formas alfa tienen aplicaciones clínicas como yeso dental entre otras [11].

#### **4. CONCLUSIONES**

Los análisis realizados en el presente trabajo demuestran la alta pureza con la que cuenta el sulfato de calcio producido en Sucroal. No se halló presencia de anhidritas en las muestras analizadas, lo cual es deseable para las aplicaciones comerciales del producto, ya que la existencia de estas podría causar un efecto retardante o acelerante en los tiempos de fraguado. Las concentraciones de los metales que se analizaron, son muy bajas, lo que confiere al producto una característica interesante para aplicaciones que requieran máximos permitidos por debajo de los 100 ppm, como por ejemplo el tratamiento de la dureza del agua que se utiliza en las plantas cerveceras. Las características del sulfato de calcio encontradas en el presente trabajo podrían ser objeto de futuros estudios que demuestren las ventajas comerciales que podría tener el producto debido a su morfología, alta pureza y mínimas impurezas, incluso, encontrar nuevas aplicaciones o nichos de mercado donde se pueda comercializar. Es importante mencionar que en la actualidad no se encuentran muchos estudios de este tipo en la literatura, por lo que el presente trabajo es relevante para futuros estudios en este campo, ya que el sulfato de calcio cuenta con múltiples aplicaciones en el área de la construcción, por ejemplo en la industria cementera, hasta aplicaciones clínicas. Se recomienda realizar los análisis por DSC y TGA hasta una temperatura de 1000 °C y la identificación de grupos funcionales por FT-IR en un rango de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$ .

#### **5. AGRADECIMIENTOS**

Agradezco a Sucroal por permitirme realizar este trabajo con uno de sus productos. A la Universidad Santiago de Cali por brindarme la oportunidad de presentar este artículo como requisito parcial para optar al título de Químico Profesional. A los profesores Duván Fernando Castillo y Nini Johanna Gutiérrez por todo su apoyo, tiempo y paciencia. A todas las personas, compañeros de Sucroal y amigos en general, que de una u otra forma me apoyaron y me alentaron para finalizar este trabajo.

## 6. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] K. A. Julio, «Saber UCV,» 1 Diciembre 2015. [En línea]. Available: <http://hdl.handle.net/10872/12963>. [Último acceso: 31 octubre 2023].
- [2] X. Gironès Güell, «Catalan Open Research Area,» 21 Enero 2013. [En línea]. Available: <http://hdl.handle.net/10803/101468>. [Último acceso: 31 Octubre 2023].
- [3] A. V. Otero, «El Yeso,» de *Ciencia y Tecnología de los Materiales*, Ávila, Escuela Politécnica Superior de Ávila, 2011, p. 34.
- [4] D. C. Engbrecht y D. A. Hirschfeld, «Thermal analysis of calcium sulfate dihydrate sources used to manufacture gypsum wallboard,» *Thermochimica Acta*, pp. 173-185, 2016.
- [5] A. Barbosa, A. Ferraz y G. Santos, «Caracterização química, mecânica e morfológica,» *Cerâmica*, nº 60, pp. 501-508, 2014.
- [6] D. L. Tran, A. P. N. Hong y E. al, « $\alpha$ -Calcium sulfate hemihydrate bioceramic prepared via salt solution,» *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, pp. 293-301, 2023.
- [7] «USP-NF/PF,» 1 Enero 2018. [En línea]. Available: [https://doi.usp.org/USPNF/USPNF\\_M12180\\_03\\_02.html](https://doi.usp.org/USPNF/USPNF_M12180_03_02.html). [Último acceso: 25 Abril 2023].
- [8] D. V. Vásconez, «Researchgate,» 15 Enero 2017. [En línea]. Available: [https://www.researchgate.net/publication/316860989\\_CALORIMETRIA\\_DIFERENCIAL\\_DE\\_BARRIDO](https://www.researchgate.net/publication/316860989_CALORIMETRIA_DIFERENCIAL_DE_BARRIDO). [Último acceso: 5 Noviembre 2023].
- [9] Y. Liu, Z. Yang, H. Luo y L. Xi, «Preparation, characterization, and properties of asphalt modified by surface-treated anhydrous calcium sulfate whiskers,» *Construction and Building Materials*, vol. 384, pp. 5-7, 2023.
- [10] «ASTM International,» 16 Agosto 2017. [En línea]. Available: <https://www.astm.org/c0472-99.html>. [Último acceso: 15 Mayo 2023].
- [11] A. M. López j., «Sulfato de calcio: propiedades y aplicaciones clínicas,» *Revista Clínica Periodoncia, Implantología y Rehabilitación Oral*, vol. 4, nº 3, pp. 138-143, 2011.

## ANEXO 1: Termogramas DSC y TGA

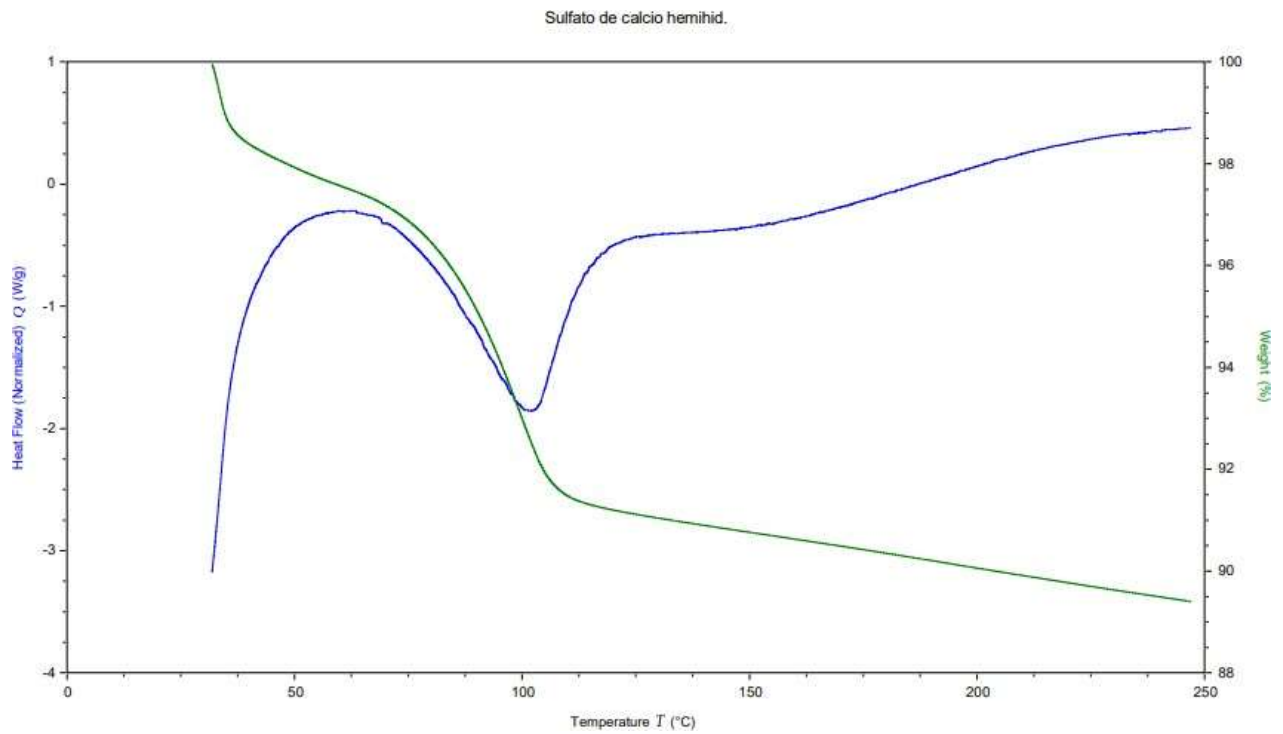


Fig. 1. Curvas DSC (línea azul) y TGA (línea verde) para el sulfato de calcio hemihidratado.

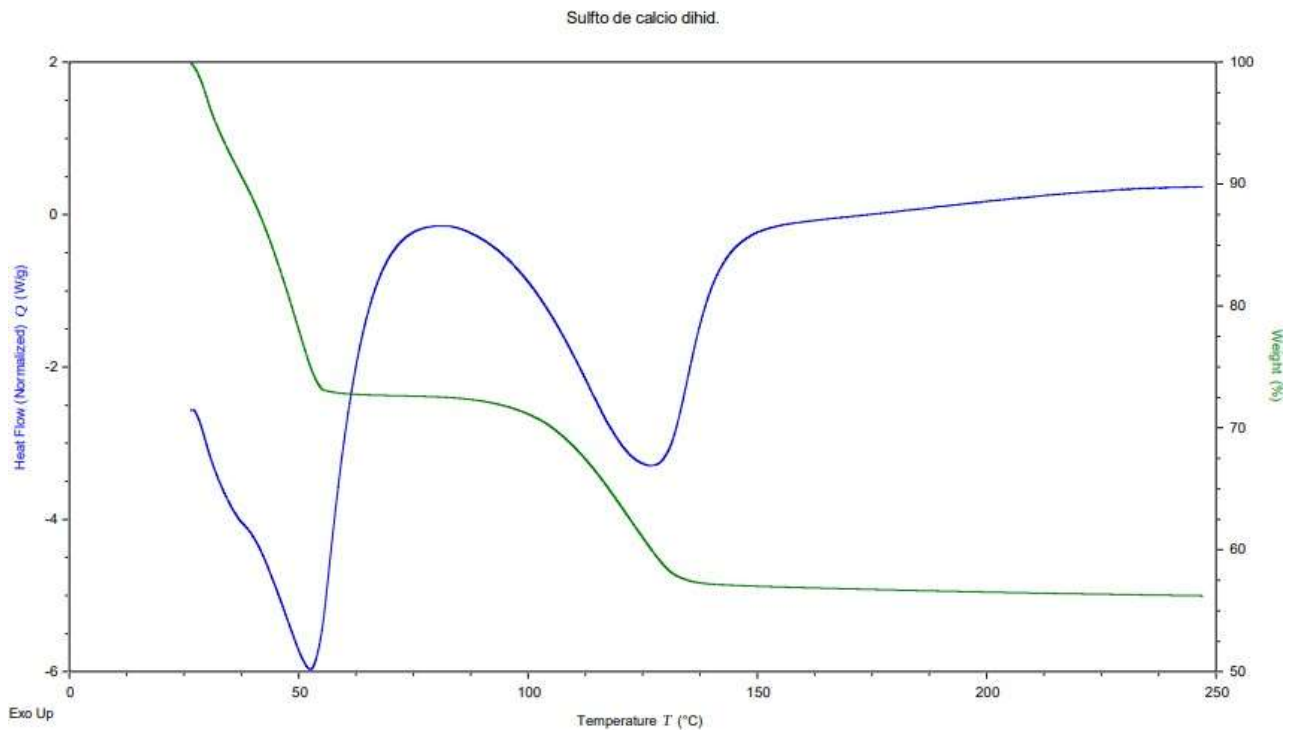


Fig. 2. Curvas DSC (línea azul) y TGA (línea verde) para el sulfato de calcio dihidratado.

## ANEXO 2: Espectros FT-IR

File Location:BOGWCL07Y9PBM2\SQLXPRESS\VAIMDB\_Cary630(000)\IR MP\SULFATO DE CALCIO HEMIHDRATADO

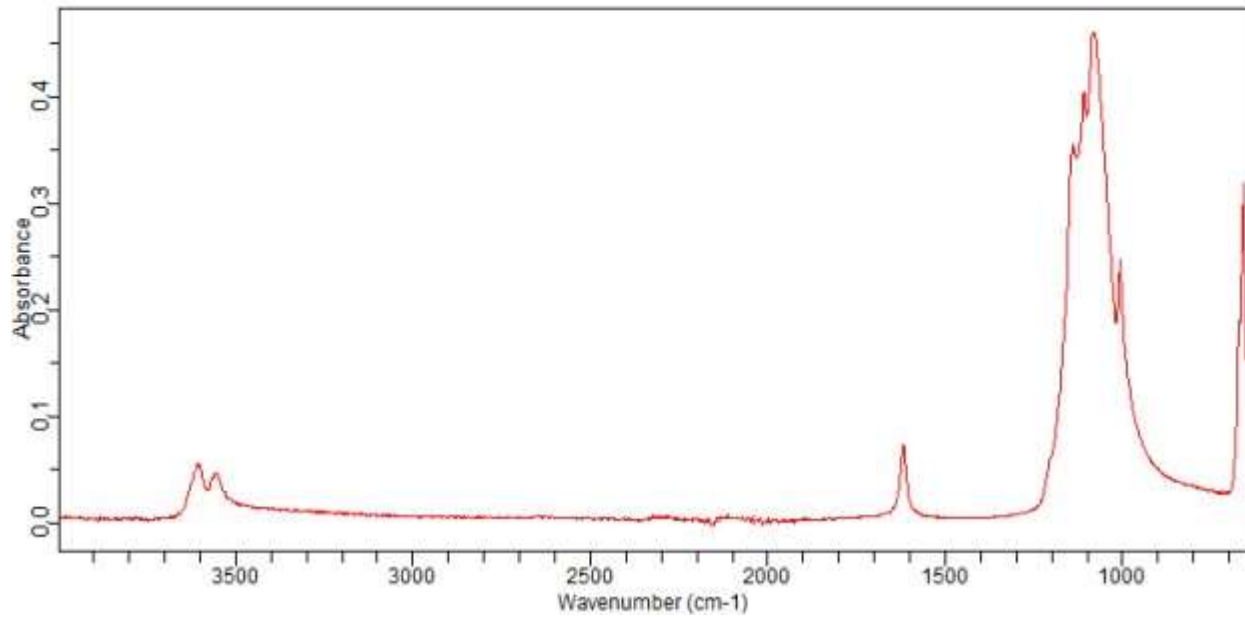


Fig. 3. Espectro FT-IR para el sulfato de calcio hemihidratado.

File Location:BOGWCL07Y9PBM2\SQLXPRESS\VAIMDB\_Cary630(000)\IR MP\FileLocationSULFATO CALCIO DIHDRATADO

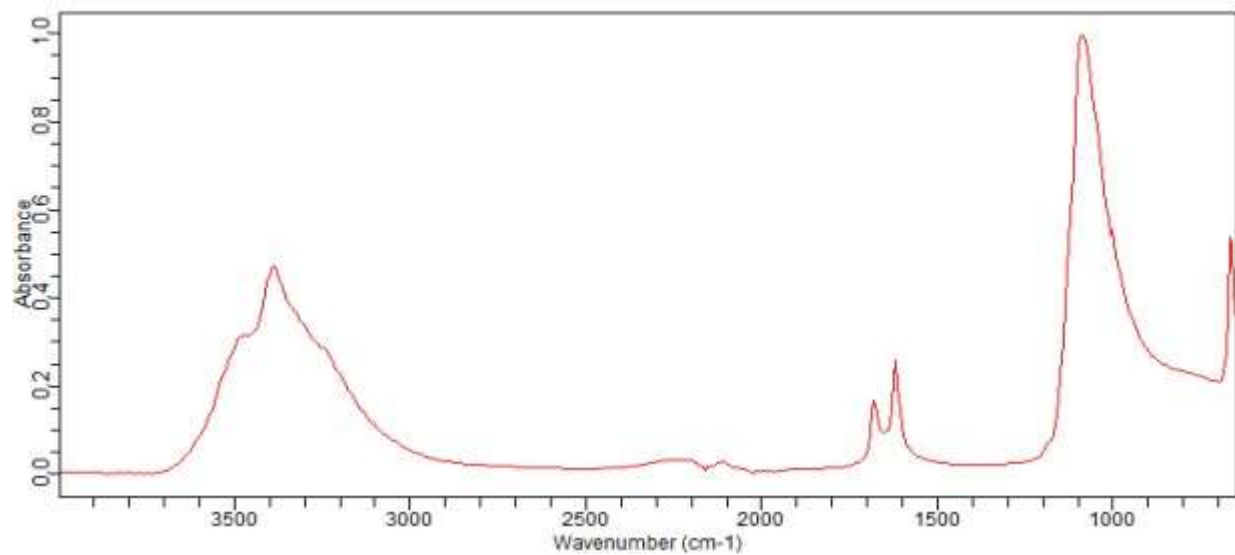


Fig. 4. Espectro FT-IR para el sulfato de calcio dihidratado.

### ANEXO 3: Difractogramas

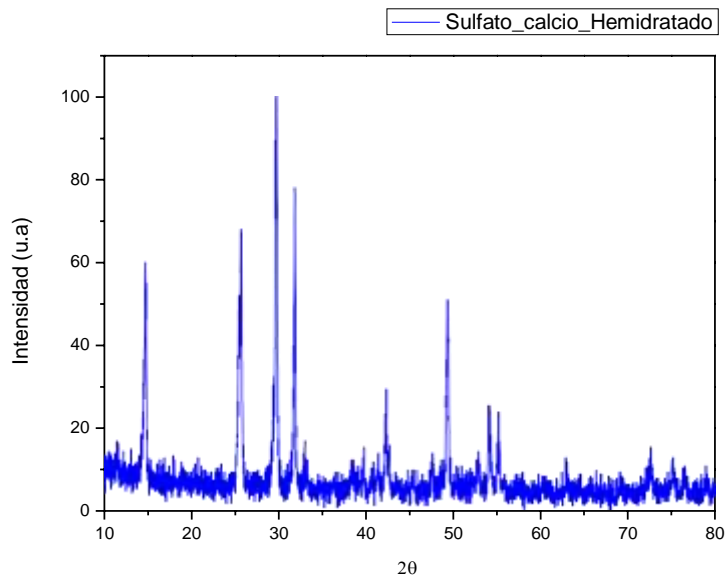


Fig. 5. Difractograma para el sulfato de calcio hemihidratado.

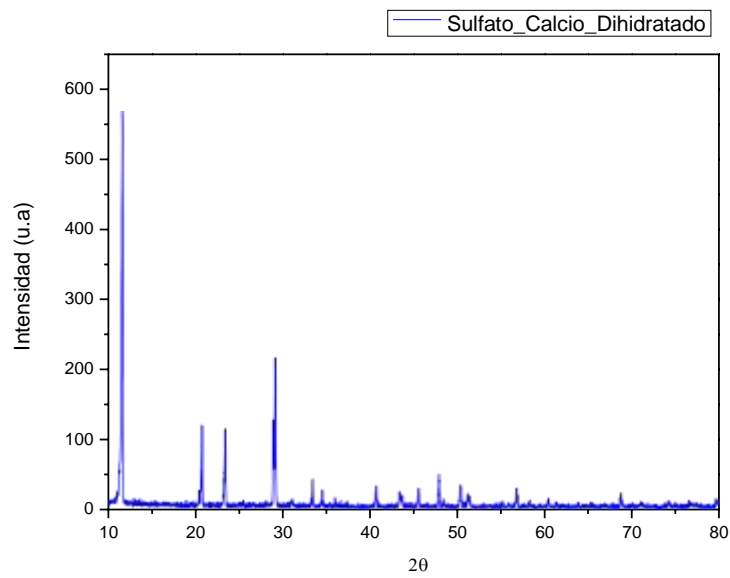
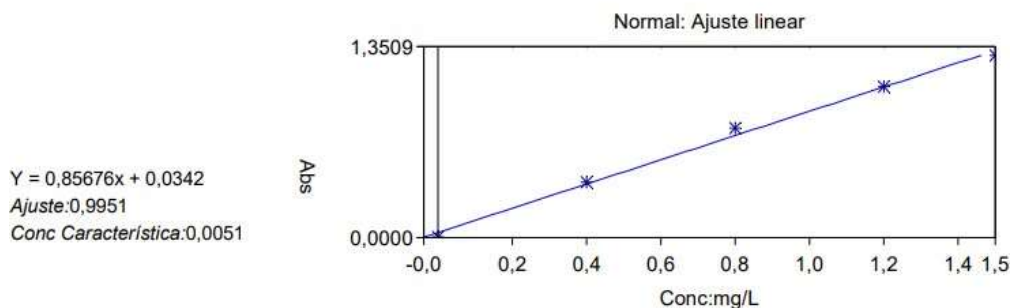


Fig. 6. Difractograma para el sulfato de calcio dihidratado.

## ANEXO 4: Determinación de Na, Fe, Pb, As y Cd

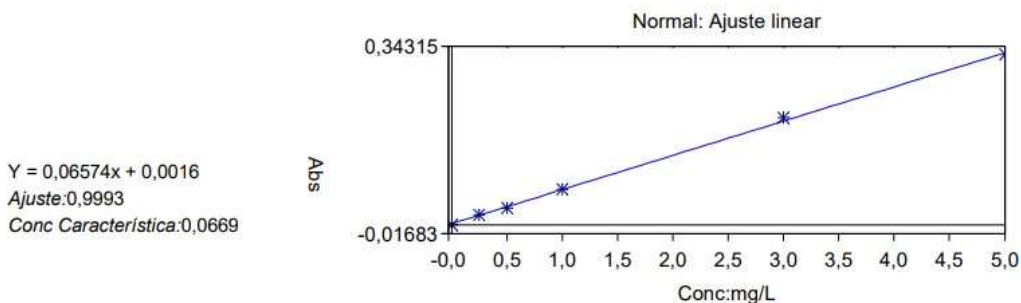
### Result. Disolución - Na



ID Muestra	Señal Abs	Rsd %	Conc. mg/L	Conc. Corregida mg/L
<b>Na SULFATO DIHID</b>	<b>0,5574</b>	<b>0,1</b>	<b>0,6107</b>	<b>55,6033</b>
1	0,5577	18/05/2023 10:00:42		
2	0,5578	18/05/2023 10:00:43		
3	0,5569	18/05/2023 10:00:45		
<b>Na SULFATO HEMIHI</b>	<b>0,6064</b>	<b>0,6</b>	<b>0,6679</b>	<b>64,3438</b>
1	0,6048	18/05/2023 10:01:02		
2	0,6037	18/05/2023 10:01:03		
3	0,6107	18/05/2023 10:01:05		

Fig. 7. Curva de calibración para la determinación de Na.

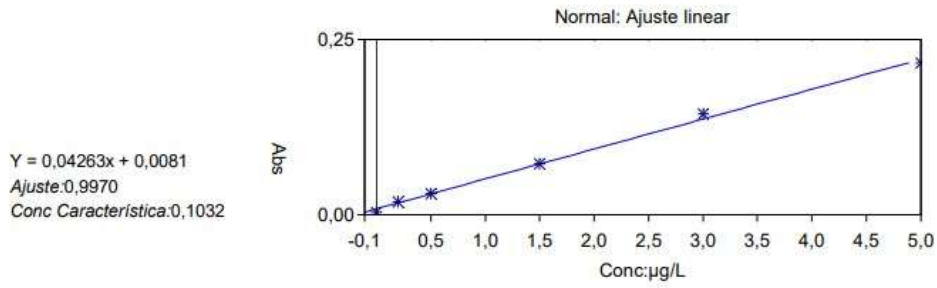
### Result. Disolución - Fe



ID Muestra	Señal Abs	Rsd %	Conc. mg/L	Conc. Corregida mg/Kg
<b>Fe SULFATO DIHID</b>	<b>0,0029</b>	<b>19,3</b>	<b>0,0203</b>	<b>1,8516</b>
1	0,0029	Fondo: 0,0014		
2	0,0035	Fondo: 0,0006		
3	0,0024	Fondo: 0,0015		
<b>Fe SULFATO HEMIHI</b>	<b>0,0041</b>	<b>18,8</b>	<b>0,0378</b>	<b>3,6386</b>
1	0,0034	Fondo: 0,0028		
2	0,0040	Fondo: 0,0033		
3	0,0049	Fondo: 0,0028		

Fig. 8. Curva de calibración para la determinación de Fe.

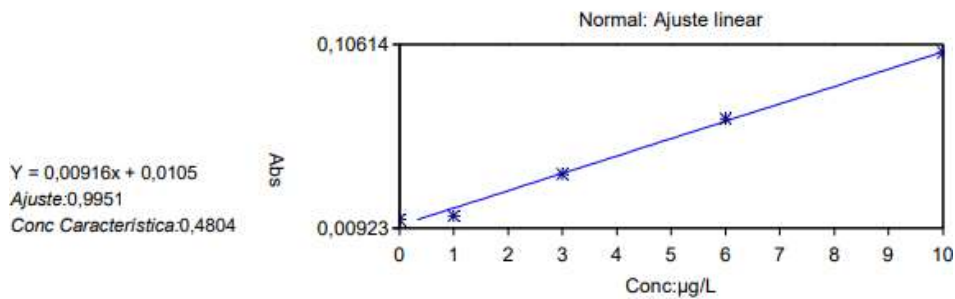
### Result. Disolución - Pb



ID Muestra	Señal Abs (Altura)	Rsd %	Conc. µg/L	Conc. Corregida µg/L
Pb CaSO4.2H2O HUMEDO	0,008	54,3	0,0063	0,5572
Pb CaSO4.1/2H2O	0,010	11,8	0,0446	4,4280

Fig. 9. Curva de calibración para la determinación de Pb.

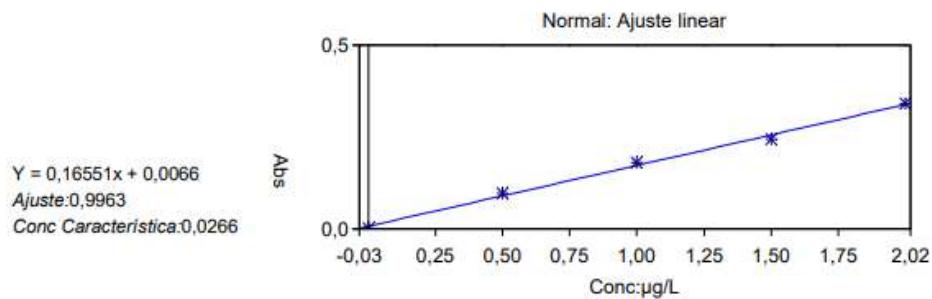
### Result. Disolución - As



ID Muestra	Señal Abs (Altura)	Rsd %	Conc. µg/L	Conc. Corregida µg/L
As SULFATO DIHID	0,015	9,9	0,5089	46,3351
As SULFATO HEMIHIID	0,015	29,1	0,5490	52,8878

Fig. 10. Curva de calibración para la determinación de As.

### Result. Disolución - Cd



ID Muestra	Señal Abs (Altura)	Rsd %	Conc. µg/L	Conc. Corregida µg/L
Cd SULFATO DIHID	0,207	0,8	1,2096	110,1200
Cd SULFATO HEMIHIID	0,228	4,0	1,3363	128,7419

Fig. 11. Curva de calibración para la determinación de Cd.

**ANEXO 5: Imágenes de las micrografías obtenidas por SEM**

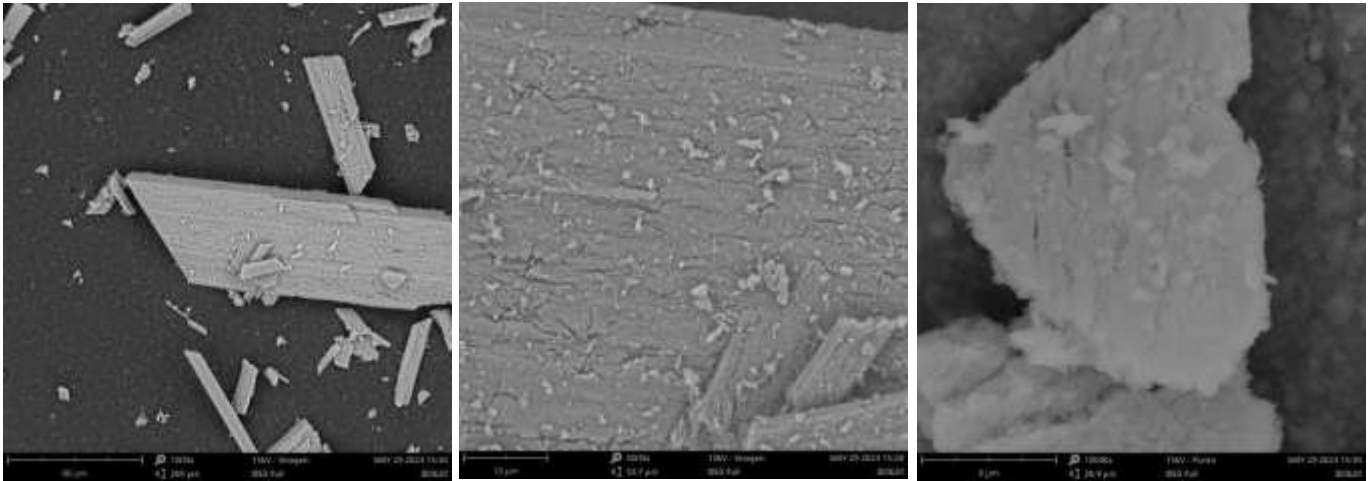


Fig. 12. Micrografías para el sulfato de calcio dihidratado a 1000x, 5000x y 10000x respectivamente.

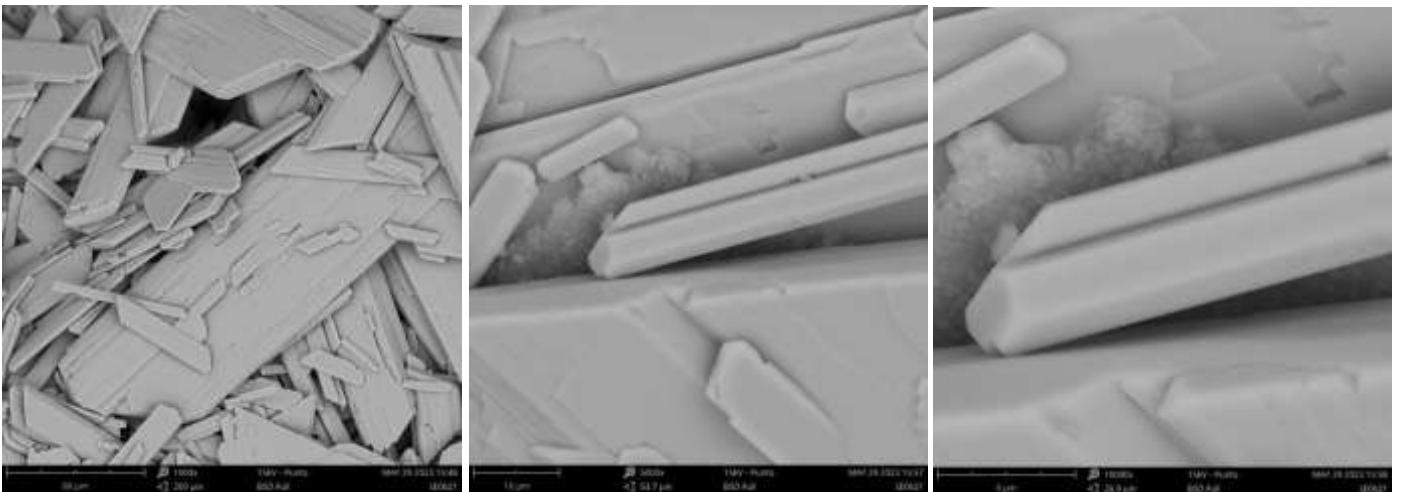


Fig. 13. Micrografías para el sulfato de calcio hemihidratado a 1000x, 5000x y 10000x respectivamente.

**ANEXO 6: Espectro EDS para el sulfato de calcio hemihidratado**

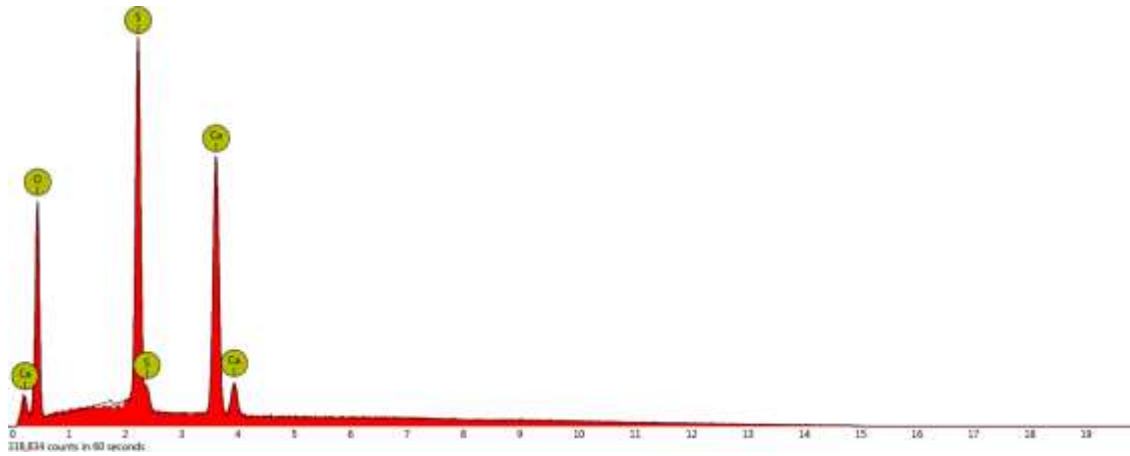


Fig. 14. Espectro EDS para el sulfato de calcio hemihidratado.

**ANEXO 7: Imágenes prueba de fraguado con aparato de vicat**



Fig. 15. Prueba de fraguado para el sulfato de calcio hemihidratado.