



Casa abierta al tiempo

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

UNIDAD IZTAPALAPA

DIVISION CBI

“Aglomeración de finos por medio de un sistema combinado
aspersión-fluidización”

Tesis para obtener el grado de Maestro en Ciencias que presenta:

Dagoberto Rios Morales

Asesor de Tesis:
Dr. Mario Gonzalo Vizcarra Mendoza

Abril-2004

RESUMEN

La aglomeración de partículas finas en lechos fluidizados, es una técnica que permite obtener productos granulados al poner en contacto a un líquido atomizado (agente aglomerante) con sólidos finos fluidizados, que al chocar entre si se adhieren.

El éxito en la obtención de los gránulos depende de diversas variables operacionales asociadas con el proceso de aglomeración en lechos fluidizados, tales como: tiempo de adición del medio aglomerante, temperatura del medio fluidizante durante el ciclo de granulación, masa de sólidos finos y concentración del agente ligante. Debido a esto, en este trabajo se analizó el efecto de estas variables sobre el aumento del tamaño del gránulo, para lo cual, se llevo a cabo un programa experimental, que se dividió en dos bloques. En el primer bloque experimental se utilizó como medio aglomerante agua destilada y se evaluaron las variaciones de la temperatura del medio fluidizante, el tiempo de adición del medio aglomerante y la masa de sólidos finos en el lecho. En el segundo bloque experimental, se elimina la masa de sólidos finos como variable de estudio y se sustituye por la variable concentración de lecitina en agua, dejando igual las otras variables. Se evalúa el efecto de las variaciones de estas variables sobre el aumento de tamaño del diámetro del gránulo de acuerdo a una planificación factorial 2^n . Estos bloques experimentales permitieron establecer los respectivos modelos polinomiales que consideran los efectos e interacciones de las diferentes variables del estudio.

Finalmente, se hace un estudio comparativo del tamaño de partícula a partir de dos modelos establecidos en la literatura, con el fin de entender mejor el posible mecanismo que gobierna el crecimiento de los gránulos.

Asimismo, se hace un análisis de los balances de materia y energía en estos equipos para identificar los parámetros que mas influyen en su comportamiento para así planear futuras investigaciones con estos sistemas.

INDICE GENERAL

	Página
Resumen	1
Índice General	2
Lista de símbolos	4
Letras Griegas	6
1. Introducción	7
1.1 Aglomeración	7
1.1.1 Métodos de Aglomeración	7
1.1.2 Mecanismos de crecimiento de aglomerados.	8
1.1.2.1 Procesos de aglomeración	10
1.1.2.2 Modelos de crecimiento por aglomeración	12
1.1.2.3 Modelo de crecimiento por capas	14
1.1.3 Caracterización de sólidos	16
1.1.4 Equipos de aglomeración	17
1.1.4.1 Aglomerador de lecho fluidizado	19
1.1.4.2 Espréa neumática de dos fluidos	22
1.2 Fluidización	22
1.2.1 Clasificación de los grupos de sólidos	24
1.4 Justificación	26
2. Objetivos	27
3. Metodología Experimental	28
3.1 Descripción del equipo experimental	28
3.1.1 Sistema de aspersion	30
3.2 Materiales	32
3.3 Equipo empleado en el programa experimental	33
3.4 Descripción de una corrida experimental típica	34
3.5 Análisis del tamaño de partícula	35
3.6 Determinación experimental de la velocidad mínima de fluidización de las partículas de tamarindo	36
3.7 Determinación de la densidad de los aglomerados	36
3.8 Diseño experimental	37
3.8.1 Planificación Factorial 2 ⁿ	37

3.8.2 Niveles de los parámetros del diseño experimental	37
3.8.3 Bloques experimentales	38
4. Resultados	41
4.1 Caracterización física e hidrodinámica de los polvos	41
4.2 Corridas de aglomeración	43
4.2.1 Bloque Experimental I	43
4.2.1.1 Prueba de significancia del bloque experimental I	45
4.2.2 Bloque Experimental II	47
4.2.2.1 Prueba de significancia del bloque experimental II	48
4.2.3 Modelos de crecimiento de sólidos	52
4.2.4 Modelos de crecimiento de partículas por aglomeración	56
4.2.5 Modelos de crecimiento de partículas por capas	60
4.2.6 Análisis térmico	63
4.3 Balances de Masa y Energía	64
4.3.1 Balance de masa	64
4.3.2 Balance de energía	65
5. Conclusiones	67
Referencias	69
Apéndices	70
Apéndice A: Codificación de los parámetros del diseño factorial	70
Apéndice B: Curvas de calibración de rotámetro y bomba peristáltica	75
Apéndice C: Distribución de tamaño de partícula de muestra original	78
Apéndice D: Valores de diámetro de gránulo obtenidos por modelos codificados	80
Apéndice E: Termograma del proceso de aglomeración	81
Apéndice F: Fotografía de los sólidos finos y aglomerados	82

LISTA DE SÍMBOLOS

Salvo que se indique otra cosa las dimensiones se expresan en función de masa [g], longitud [cm.], tiempo [s] y temperatura [°C].

a	Espesor de la capa de crecimiento en los aglomerados
a_i	Coefficientes del modelo para el experimento i
A_i	Flujo de entrada de aire
a_o	Coefficiente del gran promedio
A_o	Flujo de salida de aire
cp_{aire}	coeficiente de capacidad calorífica del aire
cp_{liq}	coeficiente de capacidad calorífica del líquido
cp_{sol}	coeficiente de capacidad calorífica del sólido
cp_{vap}	coeficiente de capacidad calorífica del vapor
d	Constante del polinomio
d_g	Diámetro del gránulo experimental ($= n d_{po}$)
d_{po}	Diámetro promedio de partícula
d'	Diámetro de gránulo por capas
D_{PI}	Tamaño del aglomerado del bloque experimental I
D_{PII}	Tamaño del aglomerado del bloque experimental II
\bar{D}_{PO}	Medida aritmética de los valores del tamaño de partícula de los aglomerados en el punto central.
f	Fracción de volumen vacío ocupado por el material aglomerante
f_v	Factor de forma
\hat{g}	Gravedad
G_i	Flujo de entrada de medio aglomerante
gr	Radio del aglomerado
H_i	Humedad inicial del sólido
H_o	Humedad de salida
k	Relación de volumen vacío a volumen de sólido
L	Porcentaje de lecitina
M_o	Masa total de sólidos en el lecho

\hat{M}_o	Producto aglomerado
m_b	Masa del agente aglomerante
m_s	Masa de sólidos
\bar{m}_s	Masa promedio de sólidos
N	Número total de partículas iniciales en el lecho fluidizado
P	Presión atmosférica
P_o	Presión a condiciones normales
r	Radio de partículas finas
s	Parámetro de ecuación ordenada-pendiente (Modelo por aglomeración)
Q	Flujo de aire a condiciones normales
Q_c	Flujo de aire a condiciones estándar
Q_{mf}	Flujo mínimo de fluidización
S	Sólidos cargados al sistema
S_g	Superficie de un gránulo aglomerado
sr	Distancia desde el área superficial externa del gránulo hasta la interfase ocupada por el material aglomerante
t	Tiempo de adición del agente aglomerante
\bar{t}	Tiempo promedio de aspersion
T	Temperatura
\bar{T}	Temperatura promedio
u_{mf}	Velocidad mínima de fluidización
u_t	Velocidad terminal de partícula
V_b	Espesor volumétrico de material aglomerante adherido a cada partícula
V_g	Volumen de un gránulo aglomerado
x_i	Fracción masa
\hat{X}_o	Fracción de humedad en el aglomerado
X_i	Variables codificadas (i=1,2 y 3)
X	Fracción de líquido
W_i	Masa retenida en el tamiz
ΣW_i	Masa total
Y	Fracción de líquido en el aire

y	Relación entre el volumen total de agente ligante y volumen total de partícula
ΔH_{VAP}	Entalpía de vaporización

LETRAS GRIEGAS

α_i	Coefficientes de la función polinomial del diseño factorial para el bloque experimental I
β_i	Coefficientes de la función polinomial del diseño factorial para el bloque experimental II
β	Relación entre el diámetro de partícula inicial y el diámetro del granulo
ϵ_e	Fracción vacía en el lecho de partículas finas empacadas
ϵ_G	Fracción vacía en el gránulo
$(1-\epsilon)$	Fracción de volumen de sólidos del lecho
ϵ_{mf}	Fracción vacía mínima de fluidización
ϕ	Esfericidad de la partícula
μ	Viscosidad del fluido
ρ_a	Densidad aparente
$\hat{\rho}_a$	Densidad de material sólido en los aglomerados
ρ_b	Densidad del agente aglomerante
ρ_{bulk}	Densidad del lecho
$\hat{\rho}_e$	Densidad empacada de partículas finas
ρ_g	Densidad del gránulo
$\hat{\rho}_g$	Densidad del gas
ρ_s	Densidad de las partículas iniciales (densidad del sólido)
σ^2	Variancia del error experimental
ξ	Error experimental

1. INTRODUCCIÓN

1.1 Aglomeración

Durante el almacenamiento, transporte o procesamiento, los polvos son susceptibles de sufrir alteraciones significativas relacionadas con su distribución de tamaño de partícula: desgaste (reducción de tamaño) y aglomeración (aumento de tamaño). Durante su manejo, los polvos que fluyen libremente (80 a 100 μm) y los cohesivos (20 a 30 μm), pueden sufrir segregación. Esto es, debido al tamaño de partícula, densidad, forma y elasticidad, se favorece que las partículas más finas emigren al fondo mientras que las partículas grandes permanecen en las capas superiores al estar confinadas en un recipiente. [Francis, 1999].

La aglomeración es un proceso por medio del cual aumenta el tamaño del sólido mediante la adhesión de partículas pequeñas que son reunidas dentro de una de mayor tamaño llamado agregado. El propósito del aumento del tamaño de partícula por aglomeración es mejorar las propiedades de los polvos, como la densidad empacada, fluidez, ausencia de polvos finos, mezclado homogéneo, tableteo, estabilidad durante el almacenamiento y apariencia óptica. También se puede mejorar su humectación, sumergibilidad, dispersabilidad y para materiales solubles se confiere una mayor solubilidad de los productos finales obtenidos. Por estas razones los aglomerados son ampliamente utilizados en industrias como la alimenticia (bebidas solubles), la farmacéutica (medicamentos sólidos) y la química (detergentes), por citar algunos casos representativos. En general, la adhesión de partículas sin formación de puentes (fuerzas de van der Waals o electrostáticas) forman aglomerados relativamente débiles. En cambio, los que forman puentes, son más fuertes [Sastry y Fuerstenau, 1973].

1.1.1 Métodos de Aglomeración

El primer paso en cualquier proceso de aglomeración es hacer que las partículas primarias se pongan en contacto entre ellas ejerciendo algún tipo de fuerza externa. El siguiente paso es hacer que las fuerzas de adhesión sean fuertes para contrarrestar las fuerzas de ruptura. En alimentos en polvo esto se logra humedeciendo (solubilización parcial y formación de puentes líquidos) y posteriormente secando (puentes líquidos a puentes sólidos).

En productos instantáneos, los polvos normalmente tienen un tamaño de 200 μm o menos, lo cual facilita su solubilidad. La duración e intensidad de las fuerzas que actúan entre partículas durante la formación y estabilización de los aglomerados, influye de manera importante en la porosidad y estabilidad de los mismos [Francis, 1999].

El producto final debe tener las siguientes propiedades:

- Aglomerado suficientemente poroso lo que favorece la succión rápida de líquidos por acción capilar.
- Tamaño de partícula en un intervalo comprendido entre 0.2 y 2 mm.
- Aglomerados suficientemente resistentes para facilitar su manejo y transportación.

1.1.2 Mecanismos de crecimiento de aglomerados.

Las fuerzas que contribuyen a la formación de los aglomerados a partir de polvos son de dos clases: naturales o físicas y aplicadas o mecánicas [Sastry y Fuerstenau, 1973].

Las fuerzas físicas responsables de la formación de los aglomerados pueden deberse a diferentes fuentes entre las que destacan las siguientes:

- Atracción entre partículas sólidas debida a las fuerzas de van der Waals, fuerzas magnéticas o cargas electrostáticas.
- Efectos de encadenamiento entre partículas, lo cual depende de su geometría.
- Fuerzas de adhesión y cohesión entre los enlaces.
- Fuerzas interfaciales y capilares debidas a la presencia de una fase líquida.

Las fuerzas intermoleculares y electrostáticas unen partículas muy finas sin la presencia de puentes materiales. Este tipo de formación de enlaces es al que se debe la tendencia de las partículas menores que una micra de diámetro, a formar espontáneamente aglomerados durante un proceso de agitación. No obstante cuando se trata de partículas de mayor tamaño, estas fuerzas de corto alcance son insuficientes para contrarrestar su peso y no produce la adhesión. Las fuerzas aplicadas o mecánicas son aquellas requeridas para unir partículas húmedas y lograr que las fuerzas naturales actúen. Estas fuerzas se traducen en movimiento de las partículas como en el caso de aparatos rotatorios, tambores, agitadores, amasadores, extrusores, fluidizadores, etc.

Los mecanismos de formación del enlace de los aglomerados se dividen en dos grupos principales: los puentes sólidos, y los enlaces de líquidos móviles e inmóviles. Los puentes sólidos se forman entre partículas por medio de la sinterización de minerales, la cristalización de sustancias disueltas durante el secado, como sucede en la granulación de los fertilizantes y el endurecimiento de los agentes de enlace tales como las gomas y las resinas. El enlace de líquidos móviles genera la cohesión por medio de fuerzas interfaciales y la succión capilar. En un conjunto de partículas que se mantienen juntas por medio de un líquido móvil, se distinguen tres estados que a continuación se discuten [Sastry y Fuerstenau, 1973]: el estado donde se encuentran presentes pequeñas cantidades de líquido que se mantienen unidas como anillos discretos en forma de lentes en los puntos de contacto de las partículas, se conoce como estado *pendular* (Figura 1.1a). Conforme el contenido de líquido aumenta la coalescencia de los anillos también aumenta y se forma una red continua de líquido entremezclado con aire, que produce lo que se denomina como estado *funicular* (Figura 1.1b). Cuando todos los espacios de poro del aglomerado están totalmente llenos de líquido, se ha alcanzado el estado *capilar* (Figura 1.1c) [Perry y Chilton, 1986].

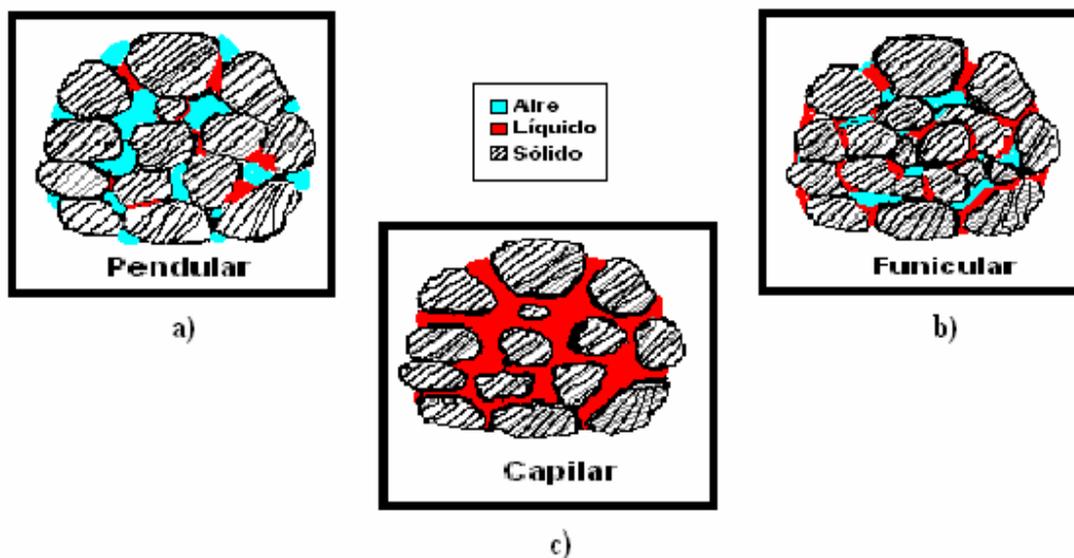


Figura 1.1 Esquema de los principales tipos de enlace sólido-líquido. a)Enlace Pendular, b)Enlace Funicular y c) Enlace Capilar

La resistencia de los aglomerados depende de las fuerzas físicas que mantienen unidas a las partículas y la magnitud de éstas depende del tamaño de partícula, la carga superficial, la estructura cristalina, la proximidad de las partículas, la cantidad de aditivos, y de otras propiedades fisicoquímicas del sistema como lo son la naturaleza química de la partícula, los coeficientes de frotamiento interno de la partícula, masa volumétrica y fuerza de cohesión [Canela, et. al., 1995]. De numerosos estudios [Sastry y Fuerstenau, 1973] se ha demostrado que la mayor contribución de las fuerzas físicas en presencia de un líquido que humedece completamente la superficie de las partículas sólidas, es la atracción capilar entre las partículas debida a la tensión interfacial aire – líquido. Estas fuerzas de capilaridad dependen de la distribución relativa de las fases líquida y aire en el aglomerado poroso [Rumpf, 1962]. Dependiendo del tipo de fuerzas que generan el enlace entre partículas pueden presentarse diversos tipos de aglomeración los cuales se describen en la siguiente sección [Francis, 1999].

1.1.2.1 Procesos de aglomeración para obtención de polvos instantaneizados.

Estos procesos de aglomeración se dividen en 3 grupos [Francis, 1999]:

- Aglomeración húmeda
- Aglomeración en procesos de secado
- Métodos combinados

Aglomeración húmeda. El proceso más importante para producir polvos instantaneizados es por medio de la aglomeración húmeda que usa fuerzas capilares de puentes líquidos para alcanzar suficiente adhesión ínter partícula durante la aglomeración. Éste método empieza con polvos secos, los cuáles son humedecidos, ya sea por condensación de vapor, líquido atomizado o ambos. Después el material es secado y así los puentes sólidos entre partículas primarias proveen la fuerza necesaria para mantener juntas las partículas en el aglomerado.

Estos procesos de aglomeración húmeda tienen en común la humidificación de los polvos secos, el crecimiento de las partículas húmedas, secado y enfriamiento si se requiere. La velocidad de secado y temperatura influyen considerablemente en la fuerza del aglomerado seco, ya que

durante el secado se forman diferentes estructuras cristalinas y los puentes sólidos ínter partículas formados por la cristalización de sustancias disueltas.

Aglomeración en procesos de secado. Para los polvos, este segundo grupo considera procesos especiales de secado como lo es el secado por aspersion combinado con lecho fluidizado y el secado por enfriamiento. El secado por aspersion es uno de los procesos ampliamente usados en la tecnología de polvos alimenticios [Francis, 1999]. La suspensión o solución es distribuida finamente usando una boquilla o un disco atomizador, es secado y enfriado en un lecho fluidizado en el cual el producto es retirado en forma de aglomerados. El lecho fluidizado cumple con el propósito de remover los finos, los cuales son recolectados en un ciclón y reciclados a la zona de secado por aspersion. La aglomeración ocurre en la vecindad de la boquilla o disco de atomización, donde las partículas finas secas chocan con las microgotas de solución.

Métodos combinados: En estos se utilizan secadores por aspersion especiales con secadores de banda integrados y secadores por aspersion con lechos fluidizados integrados y reciclado de finos. Un ejemplo de este método es el conocido como "Filtermat" en donde el producto es secado parcialmente en la sección de secado por aspersion de la máquina hasta alcanzar humedades entre 16 y 25% aproximadamente, con lo cual éste es depositado por acción de la gravedad sobre la banda perforada y después secado para alcanzar una humedad del 5 al 10% aproximadamente. Ya que el producto seco intermedio cuenta con una humedad suficiente, se forman los aglomerados sobre la banda. Con este método se obtienen productos sueltos, pero con la suficiente resistencia y con buenas propiedades de instantaneizado.

En diversos estudios se han empleado modelos simples para predecir el crecimiento de gránulos en experimentos de granulación por lotes, en los que destacan los modelos de crecimiento por aglomeración y por capas [Smith y Nienow, 1983]. El primero de estos toma en cuenta la relación entre la cantidad de agente ligante en el lecho fluidizado y el diámetro promedio del producto aglomerado, mientras que el segundo asume que el agente ligante está distribuido uniformemente alrededor de un núcleo de partícula esférica y supone que una capa se deposita concéntricamente alrededor del núcleo de partícula. En las siguientes secciones se describen ambos modelos de crecimiento.

1.1.2.2 Modelo de crecimiento por aglomeración

El modelo de crecimiento por aglomeración supone que los gránulos aglomerados están formados a partir de partículas finas esféricas de diámetro d_{po} y radio r . En una masa de partículas bien empacadas, la fracción de volumen vacío es ε , que se calcula por la ecuación 1.1:

$$\varepsilon = \left(1 - \frac{\rho_{bulk}}{\rho_b} \right) \quad (1.1)$$

La fracción de volumen sólido es $(1-\varepsilon)$. La relación de volumen vacío a volumen de sólido, k , es definido por la ecuación 1.2

$$k = \frac{\varepsilon}{(1-\varepsilon)} \quad (1.2)$$

El producto granulado se supone esférico, de diámetro d_g y de radio uniforme gr donde g es una fracción arbitraria de distancia radial del gránulo; el volumen de envoltura V_g , y área superficial externa S_g , de un gránulo están definidos por las ecuaciones 1.3 y 1.4 respectivamente.

$$V_g = \frac{4\pi (gr)^3}{3} \quad (1.3)$$

$$S_g = 4\pi (gr)^2 \quad (1.4)$$

La relación del volumen total de agente ligante a volumen total de partícula en el lecho es denotado por y . Si todos los gránulos son iguales esta cantidad debe ser igual a la razón de volumen de agente aglomerante a volumen de partícula para cada gránulo individual. El volumen de partícula por gránulo es $(1-\varepsilon) V_g$ y el volumen de agente ligante por gránulo es $\varepsilon f V_g$ menos la corrección del volumen del agente ligante en la superficie del gránulo $\varepsilon S_g sr$. Esta corrección es debida a que en la superficie real del gránulo están presentes concavidades que dejan espacios vacíos entre partículas las cuales no están totalmente llenas de agente ligante, lo que deja ver que el gránulo no es enteramente esférico. Mientras que f es la fracción ocupada por el agente ligante en los espacios vacíos intra-gránulo (ver Figura 1.2b), por lo que y viene dado por la ecuación 1.5

$$y = \frac{\varepsilon f V_g - \varepsilon S_g sr}{(1-\varepsilon)V_g} \quad (1.5)$$

Sustituyendo la ecuación 1.2 en la ecuación 1.5 se obtiene una ecuación que esta en función del radio del gránulo (r_g) y está representada por la ecuación 1.6

$$y = k \left(f - \frac{S_g \cdot sr}{V_g} \right) \quad (1.6)$$

Empleando las ecuaciones 1.3 y 1.4 convertimos la ecuación 1.6 en forma de ecuación de una recta cuya pendiente y ordenada están representadas por la ecuación 1.7

$$y = k \left(f - \frac{3s}{g} \right) \quad (1.7)$$

Si g (fracción de distancia radial arbitraria del gránulo) la redefinimos como n , y n es la relación de diámetro de gránulo a diámetro de partícula inicial (ver figura 1.2b) tenemos:

$$y = k \left(f - \frac{3s d_{po}}{d_g} \right) \quad (1.8)$$

Finalmente, si a la relación diámetro de partícula inicial /diámetro de gránulo se le define como β obtenemos:

$$y = k(f - 3s\beta) \quad (1.9)$$

En la Figura 1.2 se muestra una representación del modelo de crecimiento por aglomeración, donde se visualizan los parámetros involucrados en el modelo que predice el crecimiento del gránulo.

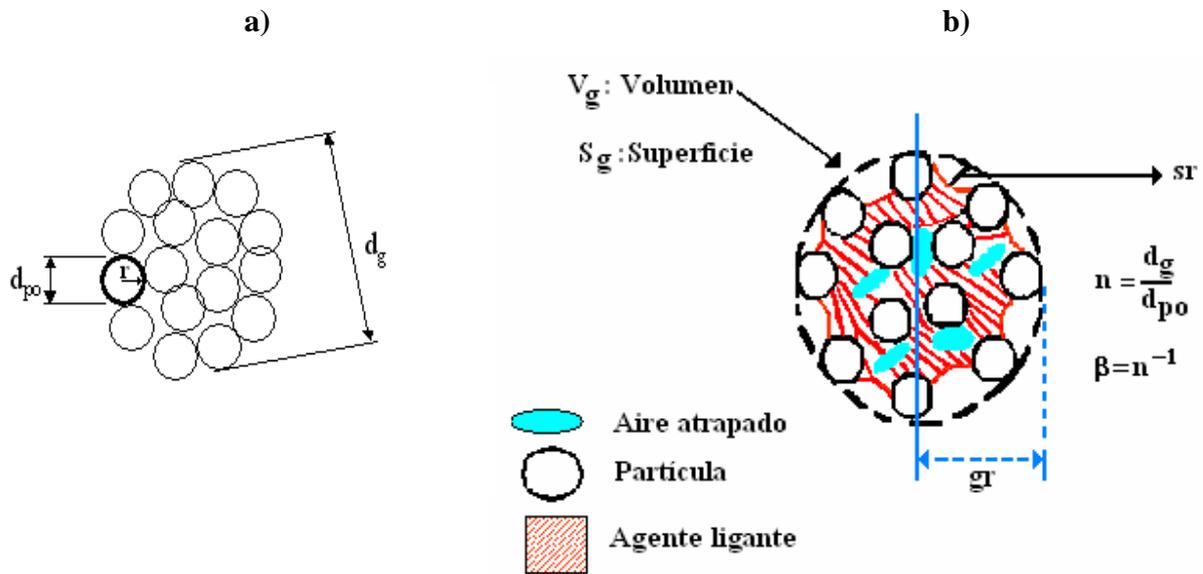


Figura 1.2 Crecimiento idealizado del gránulo. a) Diámetro del aglomerado d_g y diámetro de partícula d_{po} y b) volumen intersticial lleno de material aglomerante.

Al graficar $y \left(= \frac{m_b t \rho_g}{M_o \rho_b} \right)$ vs. $\beta (=1/n)$, y a través de un ajuste por mínimos cuadrados se obtiene la ecuación de una línea recta cuyos valores de la pendiente ($m = -3ks$) y ordenada al origen ($b = kf$) permiten obtener los valores de los parámetros s y f respectivamente.

El modelo predice una tasa de crecimiento del gránulo igual a:

$$\frac{d(d_g)}{dt} = \frac{d(n d_{po})}{dt} = \frac{3s}{f} \left(\frac{d_{po} m_b \rho_g}{M_o \rho_b} \right) \quad (1.10)$$

1.1.2.3 Modelo de crecimiento por capas

Este modelo asume que las partículas son esféricas y uniformes teniendo un diámetro inicial d_{po} , las partículas crecen por un recubrimiento uniforme del medio aglomerante sobre la superficie de éstas [Smith y Nienow, 1983]. Después de un $t > 0$ el recubrimiento tiene un espesor a , como se muestra en la Figura 1.3, entonces el diámetro promedio del sólido en el lecho será igual a:

$$d' = d_{po} + 2a \quad (1.11)$$

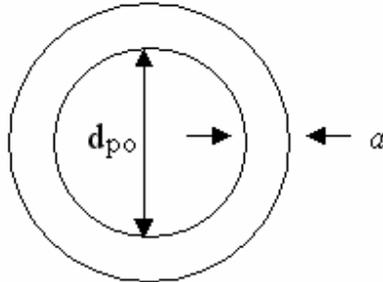


Figura 1.3 Representación de crecimiento de gránulo por capa.

El espesor volumétrico de material aglomerante adherido a cada partícula, V_b , es igual a:

$$V_b = \frac{\pi}{6} [(d_{po} + 2a)^3 - d_{po}^3] = \frac{\pi}{6} (6d_{po}^2 a + 12d_{po} a^2 + 8a^3) \quad (1.12)$$

Si el número total de partículas iniciales en el lecho fluidizado es:

$$n = \frac{6M_o}{\rho_s \pi d_{po}^3} \quad (1.13)$$

El volumen total de material aglomerante recubriendo todas las partículas del lecho será igual a:

$$nV_b = \left(\frac{6M_o}{\rho_s \pi d_{po}^3} \right) \frac{\pi}{6} (6d_{po}^2 a + 12d_{po} a^2 + 8a^3) = \frac{m_b}{\rho_b} \quad (1.14)$$

Rearreglando esta expresión, el espesor de material aglomerante depositado en las partículas en términos de la masa total, densidad y diámetro promedio de las partículas iniciales en el lecho, la densidad y la masa total del material aglomerante, queda:

$$4a^3 + 6a^2 d_{po} + 3d_{po}^2 a = \frac{m_b \rho_s d_{po}^3}{2\rho_b M_o} \quad (1.15)$$

La rapidez de crecimiento del diámetro total del aglomerado esta dada por la ecuación 1.14 cuando $a \ll d_{po}$.

$$\frac{d(d_g)}{dt} = \frac{d(d_{po} + 2a)}{dt} = 2 \frac{da}{dt} = \frac{m_b}{M_o \left(\frac{\rho_b}{\rho_s} \right) \left(\frac{3}{d_{po}} + \frac{12a}{d_{po}^2} + \frac{12a^2}{d_{po}^3} \right)} \cong \frac{1}{3} \left(\frac{d_{po} \rho_s m_b}{M_o \rho_b} \right) \quad (1.16)$$

1.1.3 Caracterización de los sólidos

Las partículas sólidas individuales se caracterizan por su tamaño, forma y densidad. Las partículas de sólidos homogéneos tienen la misma densidad que el material original. Las partículas que se obtienen por el rompimiento de un sólido compuesto, tienen diversas densidades, generalmente diferentes de la densidad del material original. El tamaño y la forma se pueden especificar fácilmente para partículas regulares, tales como esferas o cubos, pero para partículas irregulares como granos de arena o láminas de mica, los términos “tamaño” y “forma” no resultan tan claros y es preciso definirlos arbitrariamente mediante el uso de diámetro de esfera equivalente.

Las masas de partículas sólidas, especialmente cuando se encuentran secas y no se pegan entre sí, poseen muchas de las propiedades de un fluido. Estas ejercen presión sobre las paredes de un contenedor, y fluyen a través de un orificio o descienden por una tolva. Sin embargo, se diferencian de los líquidos y gases en varios aspectos, ya que las partículas se entrecruzan y se adhieren por el efecto de la presión y no pueden deslizarse unas sobre otras hasta que la fuerza aplicada no alcanza un cierto valor. Contrariamente a lo que ocurre con la mayor parte de los fluidos, los sólidos granulares y las masas sólidas resisten permanentemente la distorsión cuando se someten a una fuerza de deformación moderada. Cuando la fuerza es suficientemente grande se produce la ruptura y una capa de partículas se desliza sobre otra, pero entre las capas situadas a ambos lados de la fisura hay una considerable fricción [McCabe, 1991].

En lo general, las masas de sólidos tienen las siguientes características:

- a) La presión no es la misma en todas las direcciones. En general, una presión aplicada en una dirección genera alguna presión en otras direcciones, pero siempre es más pequeña que la presión aplicada.

- b) Un esfuerzo cortante aplicado en la superficie de una masa de partículas se transmite a través de toda la masa estática de partículas mientras no se produzcan rupturas.
- c) La densidad de la masa puede variar, dependiendo del grado de empaquetamiento de los granos.
- d) La densidad de un fluido es una función exclusiva de la temperatura y la presión, como lo es cada una de las partículas individuales de un sólido, pero, en cambio, no ocurre lo mismo con la densidad global o aparente. La densidad global es mínima cuando la masa de sólidos está suelta o floja y alcanza un máximo cuando la masa se somete a vibración.

Dependiendo de sus propiedades de flujo, los sólidos en forma de partículas se dividen en dos clases [McCabe, 1991], cohesivos y no-cohesivos. Los materiales no cohesivos como granos, arena o briznas de plástico, fluyen fácilmente desde depósitos o silos. Los sólidos cohesivos, tales como arcilla húmeda, se caracterizan por su dificultad para fluir a través de orificios.

De lo anterior, se pueden definir los siguientes aspectos que ayudan a caracterizar, a los sólidos, en general:

- Distribución de tamaño de partícula: Por tamices para partículas mayores de 30 a 40 μm , en medio seco y de menor tamaño en medio húmedo; también se han utilizado equipos basados en la difracción de rayo láser y el analizador de imagen.
- Resistencia de los productos granulares
- Densidad de bulo
- Flotabilidad
- Cohesión

Las condiciones ambientales como temperatura y humedad pueden favorecer la formación de tortas al exponer una mezcla de polvos a ellas.

1.1.4 Equipos de aglomeración

Entre los equipos más ampliamente utilizados para efectuar la operación de aglomeración de sólidos finos, se pueden citar los siguientes [Francis, 1999]:

- *Aglomerador de lecho fluidizado por lotes y continuo*: Estas unidades utilizan tanto alimentación de productos húmedos como un sistema de rehumedificación que permita mantener la humedad en el producto aglomerado a un valor suficiente. Una unidad típica tiene tres zonas fluidizadas, las cuales son la zona de entrada o zona de humectación, una zona de secado y una zona de enfriamiento (Figura 1.4a y 1.4b).
- *Aglomerador con mezclador mecánico*: Estos utilizan mezcladores mecánicos para proveer la adición del líquido, la interacción del producto y el mezclado para facilitar el proceso de aglomeración (Figura 1.c).
- *Mezclador SCHUGI*. En este equipo se emplean tiempos de residencia extremadamente cortos (aproximadamente 1s) y tiene una flexibilidad considerable en los tipos y cantidades de carga. El sistema emplea una cubierta flexible de manera que los productos incrustados en la paredes del aglomerador son minimizados, si no eliminados (Figura 1.d).
- *Aglomerador de chorro*: Este tipo de aglomerador ha sido usado ampliamente en la industria alimentaria por varios años, para producir aglomerados con propiedades favorables de instantaneizado de polvos finos. En este aglomerador el movimiento libre de las partículas húmedas permite la colisión de unas con otras para formar los aglomerados. El material sólido alimentado al aglomerador consiste de partículas individuales y enlaces de preaglomerados secos principalmente mediante fuerzas de van der Waals. La efectividad de este método depende de una variedad de parámetros del proceso que influyen en: la frecuencia de colisión interpartícula, en la velocidad relativa de las partículas, en las fuerzas de contacto entre las partículas húmedas y en la resistencia de los aglomerados (Figura 1.e).

En la Figura 1.4 se presentan esquemas de los diferentes equipos de aglomeración descritos anteriormente

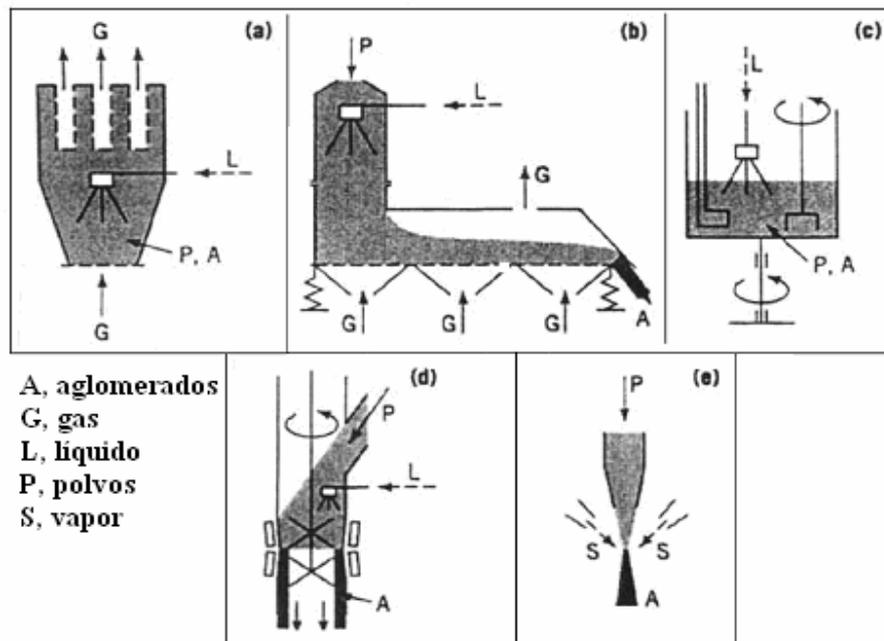


Figura 1.4 Equipos empleados para los procesos de aglomeración de polvos alimenticios.

a) aglomerador de lecho fluidizado por lotes, b) aglomerador de lecho fluidizado continuo, c) aglomerador con mezclador mecánico, d) mezclador SCHUGI y e) aglomerador de chorro.

1.1.4.1 Aglomerador de lecho fluidizado

Existen muchos procesos llevados a cabo en lecho fluidizado en los cuales se puede presentar el crecimiento de partículas [Davidson, 1985]. Por ejemplo, el granulador de lecho fluidizado, que consiste en un lecho fluidizado gaseoso al cual se atomiza una fase líquida que provoca que las partículas tiendan a unirse. En éste se suministra suficiente calor para evaporar el líquido y la fase sólida resultante queda depositada sobre las partículas del lecho. Si el líquido es suministrado en exceso o es mal distribuido, entonces grandes regiones del lecho pueden defluidizarse y los sólidos pegarse formando grumos húmedos. Este fenómeno se conoce como *apagado húmedo*. Por el contrario, si los aglomerados crecen en forma excesiva, entonces la velocidad mínima de fluidización excede la velocidad de operación del lecho, ocurriendo también la defluidización, a lo que se le conoce con el nombre de *apagado seco*. Estos sistemas representan algunas ventajas, como las que se señalan a continuación: el granulador de lecho fluidizado generalmente tiene una alta eficiencia volumétrica y si se compara por ejemplo, con un secador por aspersión o un cristizador, los equipos son mucho menores. Su operación permite realizar dos o más procesos a la vez en el mismo equipo. Así por ejemplo, se tienen combinaciones como: secado y

aglomeración; mezclado y granulación; descomposición y aglomeración; pirólisis o incineración con granulación, etc.

En un granulador por lotes, la secuencia de operaciones que se puede realizar en el mismo equipo, puede ser secado seguido del mezclado de un nuevo polvo añadido y luego la aglomeración de la mezcla.

En estos sistemas se pueden alcanzar altas tasas de transferencia de calor entre las paredes u objetos sumergidos. Generalmente la temperatura es uniforme, pudiendo alcanzarse un buen control y estabilidad del proceso. Los sólidos producidos no son huecos y tienden a tener geometría esférica, lo que permite su fácil manejo.

La principal desventaja de los granuladores de lecho fluidizado se debe a la presencia del líquido, el cuál es potencialmente desastroso para cualquier sistema fluidizado gaseoso ya que puede existir la posibilidad de *apagado húmedo*. Si el lecho fluidizado no opera satisfactoriamente, es difícil mantener el balance de población de partículas y producir un producto granulado de tamaño uniforme en forma continua. Las partículas más finas son elutriadas del lecho y por lo tanto las partículas más grandes pueden seguir creciendo y eventualmente se llega al *apagado seco*. La operación continua del lecho fluidizado produce un producto con amplia distribución de tiempos de residencia, debido al mezclado perfecto de los sólidos, lo que plantea la necesidad de aproximarse al flujo pistón, si se quiere alcanzar un producto más homogéneo. Además, como la temperatura del gas que sale del lecho es la misma que la temperatura de las partículas fluidizadas, esto podría limitar la eficiencia termodinámica del proceso.

En la Figura 1.5 se exponen algunas de las decisiones que se tendrían que tomar al operar un aglomerador de lecho fluidizado, como es si la alimentación del material aglomerante se hace por encima del lecho o desde dentro del mismo, si la remoción de los sólidos se hace por la base o por la superficie del lecho, si los sólidos recuperados con el ciclón, se recirculan al lecho o bien, se clasifican y se sacan como producto, etc. [Rowe, 1985].

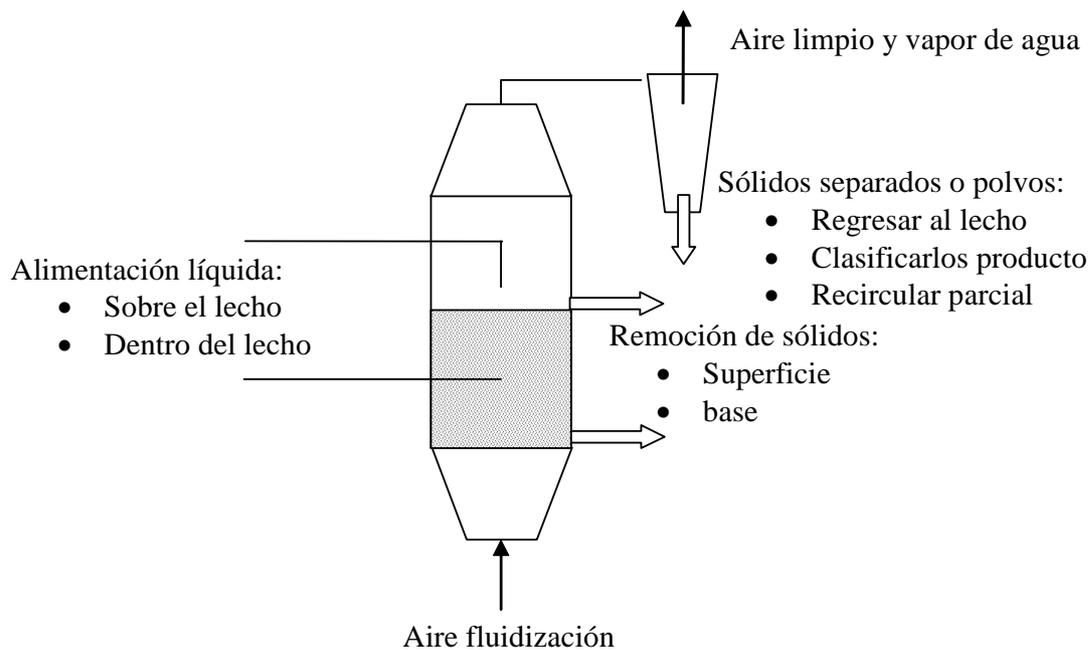


Figura 1.5 Alternativas de operación del aglomerador de lecho fluidizado

El éxito en la formación de gránulos depende de numerosas variables operacionales asociadas al granulador de lecho fluidizado [Davies y Gloor, 1971], como son:

- Velocidad de adición del material aglomerante
- Grado de atomización del líquido
- Temperatura del medio fluidizado durante el ciclo de aglomeración
- Posición de la espuma respecto a los sólidos fluidizados

El análisis de estos factores ha permitido hacer las siguientes observaciones [Davies y Gloor, 1971]:

- Tamaño del gránulo aumenta al aumentar la velocidad de flujo del líquido aglomerante, lo cual se explica por el aumento en la capacidad de penetración humectación del líquido.
- La friabilidad del gránulo decrece con el aumento de la velocidad de adición del líquido.
- La densidad empacada del gránulo depende del tamaño de partícula, distribución del tamaño de partícula, forma de la partícula y fuerzas cohesivas.
- La densidad aparente no es afectada por la velocidad de adición del líquido aglomerante.
- A mayor temperatura de alimentación del aire durante la granulación, se producen gránulos menores y más friables.

Un aumento en la presión del aire en la esprea, produce gotas atomizadas más finas y eso hace que se obtengan gránulos con tamaño menor y más frágiles.

La posición de la esprea respecto al sólido fluidizado tiene efectos significativos sobre el tamaño promedio de los gránulos y la friabilidad de los mismos.

1.1.4.2 Esprea neumática de dos fluidos

El mecanismo de atomización en este tipo de boquilla consiste en que la alta velocidad del gas genera grandes fuerzas de fricción sobre la superficie del líquido, causando su desintegración en micro gotas.

El proceso de desintegración del líquido en presencia de un flujo gaseoso, es bastante complejo, aunque puede considerarse que se desarrolla en dos fases. La primera considera la transformación del líquido en filamentos y gotas largas y la segunda, es la que completa la atomización, rompiendo estas formas del líquido, en gotas de menor tamaño y micro gotas. Todo el proceso está influenciado por la magnitud de las propiedades del líquido: tensión superficial, densidad y viscosidad, y las del gas, como su velocidad y densidad.

1.2 Fluidización

La fluidización es una tecnología por medio de la cual una carga de sólidos confinada en un recipiente normalmente tubular, es suspendida en una corriente de fluido, que puede ser líquido o gas.

A velocidades muy bajas, el fluido pasa a través de los huecos libres dejados por los sólidos estáticos. A medida que aumenta el flujo, la caída de presión a través del lecho aumenta en forma lineal, hasta llegar a un punto tal que las partículas empiezan a moverse debido a que la fuerza de fricción entre el fluido y las partículas, iguala a las fuerzas de gravedad y a las que se establecen entre las partículas empacadas entre sí y con el contenedor. En este punto se localizan las condiciones mínimas de fluidización.

A partir de este punto al seguir aumentando el flujo, la caída de presión se mantiene relativamente constante y las partículas se mueven más vigorosamente. Si el fluido es un líquido, la distancia promedio entre partículas aumenta conforme aumenta el flujo (fluidización particulada), en cambio, si se trata de un gas, la fluidización se caracterizará por la aparición de burbujas en el seno del lecho fluidizado (fluidización agregativa). Finalmente, al seguir aumentando el flujo, hará que se alcancen las condiciones de transporte neumático, que es cuando los sólidos empiezan a salir del recipiente, arrastrados por el fluido. Aún cuando lo más recomendable es determinar experimentalmente la velocidad mínima de fluidización, existen correlaciones empíricas que permiten su cálculo, así como también en el caso de la velocidad terminal, las cuales se describen a continuación [Kunii y Levespield, 1990].

Velocidad mínima de fluidización

En el caso de partículas finas, se puede aplicar la siguiente correlación:

$$u_{mf} = \frac{(\phi_s d_{p_o})^2}{150} \cdot \frac{\rho_s - \hat{\rho}_g}{\mu} g \left[\frac{\epsilon_{mf}^3}{1 - \epsilon_{mf}} \right] \quad Re_p < 20 \quad (1.17)$$

Velocidad terminal de partícula

La velocidad terminal de partícula se calcula a partir de las siguientes correlaciones:

$$u_t = u^* \left[\frac{\mu(\rho_s - \hat{\rho}_g)g}{\hat{\rho}_g^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (1.18)$$

Donde u^* se determina mediante la ecuación 1.17 y se considera que las partículas son esféricas y por lo tanto la esfericidad se toma como la unidad ($\phi = 1$) [Kunii y Levespield, 1990].

$$u^* = \left[\frac{18}{(d_{p_o}^*)^2} + \frac{0.591}{(d_{p_o}^*)^{0.5}} \right]^{-1} \quad (1.19)$$

Donde dp^* se calcula con la siguiente expresión.

$$d_p^* = d_p \left[\frac{\rho_g (\rho_s - \rho_g) g}{\mu^2} \right]^{\frac{1}{3}} \quad (1.20)$$

El comportamiento de sólidos fluidizados por gases es de gran relevancia práctica, estos sólidos pueden clasificarse en base a las características de fluidización.

1.3 Clasificación de los grupos de sólidos

Geldart [Geldart, 1973] clasificó el comportamiento de una gran variedad de sólido en grupos, cuando éstos se fluidizan. Los principales grupos clasificados de acuerdo a su tamaño y densidad de partícula, son los siguientes:

Grupo A: Aereables, o materiales que tienen un tamaño de partícula medio y/o tienen una densidad de partícula baja (menos que 1.4 g/cm^3). Estos sólidos fluidizan fácilmente, con una fluidización suave a bajas velocidades de gas.

Grupo B: El grupo B contiene algunos materiales de tamaño promedio comprendidos entre $40 \mu\text{m} < d_{sv} < 500 \mu\text{m}$ y densidades de $1.4 \text{ g/cm}^3 < \rho_s < 4 \text{ g/cm}^3$ respectivamente. Estos sólidos fluidizan bien con burbujeo vigoroso y crecimiento grande de burbuja.

Grupo C: En este grupo se encuentran los polvos que son en cualquier forma cohesionables o polvos muy finos. La fluidización “normal” de estos polvos es extremadamente difícil por las fuerzas ínter partícula que son mayores que aquellas fuerzas resultantes de la acción del gas.

Grupo D: La justificación para esta categoría de sólidos confinados a partículas muy densas, no es tan fácil como en los otros tres grupos, ya que hay poca información publicada. Lechos profundos de estos sólidos son difíciles de fluidizar, su comportamiento es errático produciendo una gran explosión de burbuja o severos acanalamientos.

En la Figura 1.6 se presenta el diagrama de la clasificación de partículas de Geldart [Kunii y Levespield, 1990].

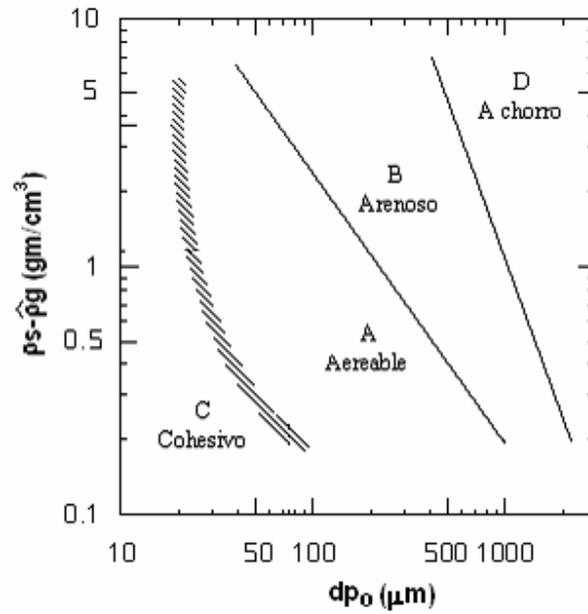


Figura 1.6 Clasificación de los grupos de sólidos

JUSTIFICACIÓN

La tecnología de los lechos fluidizados ha sido ampliamente utilizada desde la segunda mitad del siglo pasado y en lo que va de éste. Entre las muchas ventajas que presentan estos sistemas se encuentran, las altas tasas de disipación de calor, el alto grado de mezclado de los sólidos y la ausencia de partes móviles en estos equipos, por citar algunas. En cambio, entre las desventajas, podemos citar el fenómeno de desgaste por fricción de los sólidos fluidizados, las relativas grandes cantidades de consumo de energía, etc.

Por otro lado, es bien sabido que industrias como la química, farmacéutica, alimentaria y de los detergentes, por citar algunas, comúnmente manejan polvos en sus procesos. El manejo de los mismos, representa grandes retos, debido a un sin número de problemas que pueden presentarse, como la tendencia a compactarse durante su almacenamiento en contenedores, riesgos de explosión en ambientes cerrados, problemas de solubilidad, formación de pastillas (tableteo), etc.

En este contexto, independientemente de los reactores químicos, entre las aplicaciones que más demandan la tecnología de los lechos fluidizados, podemos señalar el secado de sólidos y el tratamiento de sólidos finos vía la aglomeración de éstos, a fin de facilitar su manejo y almacenamiento. En el caso de la aglomeración se combinan la fluidización con la aspersion de líquidos. Alternativamente, la aspersion de líquidos también puede visualizarse como una operación utilizada para recubrir los sólidos con sustancias que no servirán necesariamente sólo para aglomerarlas, sino que también puede servir para encapsular sustancias de interés (fragancias, sabores, etc.), o bien, para otro tipo de tratamientos, como la obtención de tabletas.

En este proyecto de investigación se propone estudiar el fenómeno de aglomeración de sólidos finos en un sistema de lecho fluidizado operado intermitentemente, atomizando un líquido que sirve como agente aglomerante y surfactante.

El estudio se orientará a evaluar la influencia de algunos parámetros operacionales representativos de estos sistemas y se hará una evaluación preliminar de algunos modelos de crecimiento planteados en la literatura. Asimismo, se hará un análisis de los balances de materia y energía con el fin de planear futuras investigaciones con estos sistemas.

2. OBJETIVOS

Objetivo General

Evaluar el efecto de las variaciones de parámetros operacionales como temperatura del aire alimentado, masa de sólidos en el lecho, tiempo de adición del agente aglomerante y la concentración de un agente surfactante, sobre el crecimiento de los gránulos, lo que permitirá comprender mejor el fenómeno de aglomeración.

Objetivos Particulares

- ◆ Establecer los límites operacionales de las variables analizadas.
- ◆ Establecer una metodología de análisis que permita evaluar el crecimiento de los gránulos.
- ◆ Entender el fenómeno de crecimiento de los gránulos a partir de la evaluación de algunos modelos de crecimiento propuestos en la literatura.
- ◆ Identificar los parámetros que influyen en el funcionamiento del aglomerador a partir de los balances de materia y energía de estos sistemas.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1 Equipo experimental

El equipo experimental utilizado se muestra en la Figura 3.1; en éste, el aire seco, con una humedad aproximadamente 0.08 kg de agua/kg de aire seco, es suministrado mediante un compresor de servicio de laboratorio (1), el aire se hace pasar por un filtro, con el fin de eliminar las impurezas que pudiera arrastrar consigo (2). Después de filtrado, el aire pasa por un controlador de presión (3) y por un rotámetro de flujo bajo con una capacidad de hasta 4615 cm³/s calibrado a 1 atm y 25°C, el cual suministra y regula el aire que se alimenta a la boquilla de atomización (6). Finalmente mediante un rotámetro de flujo bajo con una capacidad de 40 cm³/s calibrado a 1 atm y 25°C, se alimenta y regula el flujo necesario en el lecho (5), vía un banco de 10 resistencias de 250 watts cada una (7), el cual está conectado a un controlador de temperatura (12), y éste a su vez recibe la señal de un termopar (11) que se encuentra localizado debajo del distribuidor de flujo con el fin de proveer de la energía suficiente, y así satisfacer el requerimiento térmico del proceso. También se cuenta con un termopar que se encuentra localizado inmediatamente arriba del distribuidor (13), el cual está conectado a un registrador de temperatura (14) que registrará en todo momento el progreso térmico del sistema. El sistema cuenta con un manómetro en “U” (10) y una bomba peristáltica (8) que alimenta el medio aglomerante a la boquilla de aspersion.

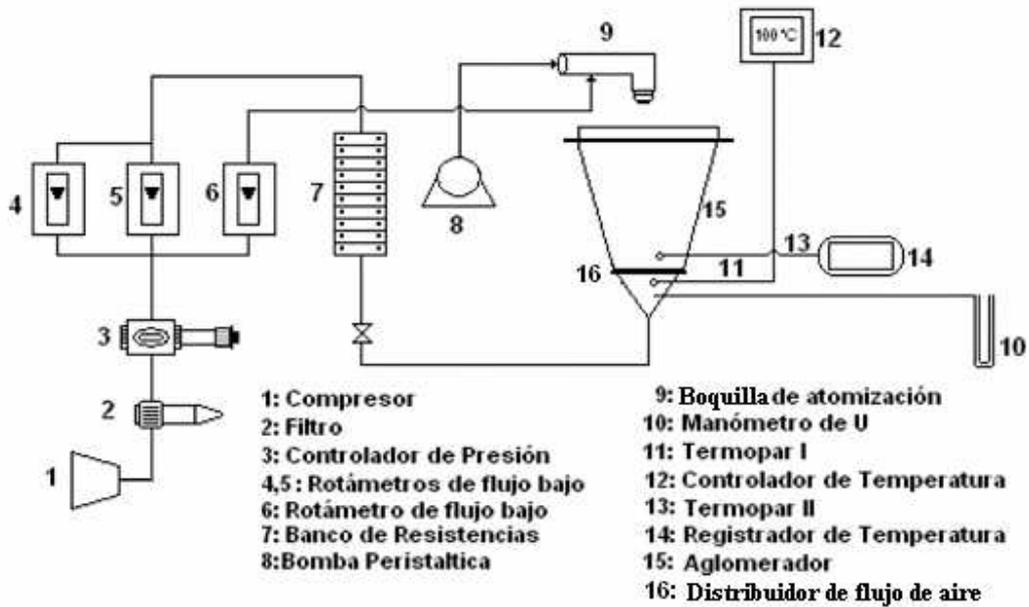


Figura 3.1 Diagrama del sistema experimental

El cuerpo principal del sistema experimental, consta de un contactor cónico de acero inoxidable (15) el cual fue aislado térmicamente para minimizar las pérdidas de calor. En la parte inferior del contactor se encuentra localizado un distribuidor de flujo de aire metálico tipo sándwich (16) con perforaciones de 1mm de diámetro en un arreglo triangular y con un espaciado de orificios de 1cm, como se muestra en la Figura 3.3. La geometría cónica del aglomerador hace la función de disminuir la velocidad superficial del gas conforme este atraviesa el equipo, disminuyendo así el arrastre de sólidos. Las dimensiones del cuerpo principal del sistema se muestran en la Figura 3.2.

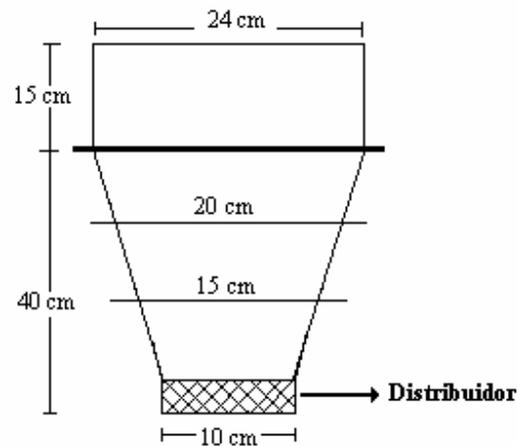


Figura 3.2 Dimensiones del contactor cónico.

El distribuidor de placa perforada es ampliamente utilizado en la industria debido a su bajo costo y a su fácil construcción. Este tipo de distribuidor impide que los finos caigan a través de los orificios cuando deja de fluir el gas, lo cual es debido a que esta formado de dos placas, en medio de las cuales se encuentra localizada una malla 100. En la Figura 3.3 se presenta el diseño de la placa perforada (arreglo triangular) con sus respectivas dimensiones.

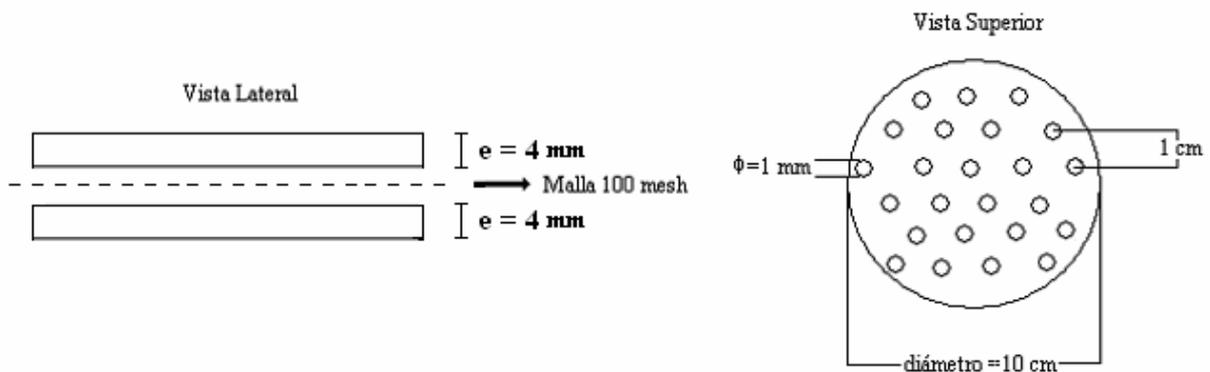


Figura 3.3 Distribuidor de placa perforada tipo sándwich

3.1.1 Sistema de aspersión

El sistema de atomización consiste en dos tubos concéntricos donde el medio aglomerante líquido se alimenta al tubo interior mientras que el aire se alimenta al tubo exterior, el flujo de alimentación de aire y del medio aglomerante convergen en la espréa de mezclado interno del tipo 1/8J Spraying Systems donde se forman las microgotas que posteriormente se ponen en contacto con los sólidos fluidizados. El material de construcción de la espréa es cobre con un

3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

diámetro interno de 1.38 cm y un diámetro externo de 1.71 cm; en la parte inferior de la esprea se encuentra un orificio cuyo diámetro es de 1.8 mm, en donde por la acción del aire a presión, el medio aglomerante es dispersado. En la Figura 3.4 se presentan las dimensiones de la pistola de atomización y de la esprea.

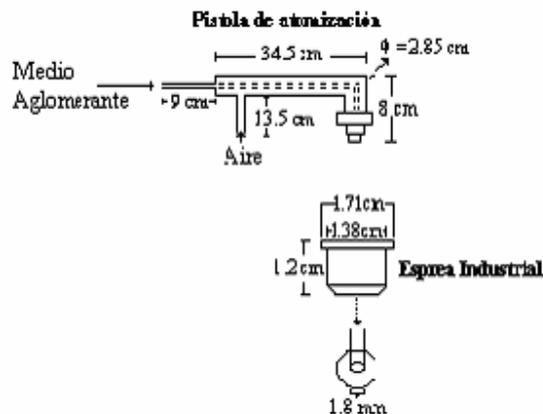


Figura 3.4 Dimensiones de la pistola de atomización y de la esprea.

Durante las pruebas preliminares de alimentación a la boquilla de aspersion del medio aglomerante y el aire a presión (en todo momento se conoce el flujo de agua y aire alimentado a la boquilla de aspersion, la curva de calibración aparece en el apéndice B, Figura B.2), se notó que el flujo era intermitente, es decir, se formaron gotas muy grandes del medio aglomerante que cayeron y mojaron en exceso los sólidos fluidizados, provocando con esto la defluidización del sistema, por lo que fue necesario diseñar una base que soportara a la boquilla de aspersion y a su vez permitiera que durante la estabilización de los flujos alimentados a la boquilla de aspersion, ésta pudiera girar de modo que la pistola se colocara fuera del contactor cónico (Figura 3.5 a), evitando con esto, que las gotas que pudieran formarse durante la estabilización de los flujos cayeran sobre los sólidos fluidizados provocando con ello que el sistema se defluidizara. Una vez estabilizados los flujos y asegurándose que se formara la nube de microgotas del medio aglomerante, la boquilla gira 90° y se coloca en el centro del contactor cónico (Figura 3.5 b), donde se ponen en contacto los sólidos fluidizados con las microgotas del medio aglomerante. En la Figura 3.5 se muestra el esquema antes descrito. La boquilla de aspersion esta sujeta por medio de una abrazadera de nylon y ésta a su vez está soportada en una base cilíndrica de aluminio (el diseño de la base permite también colocar a diferentes alturas la boquilla de aspersion).

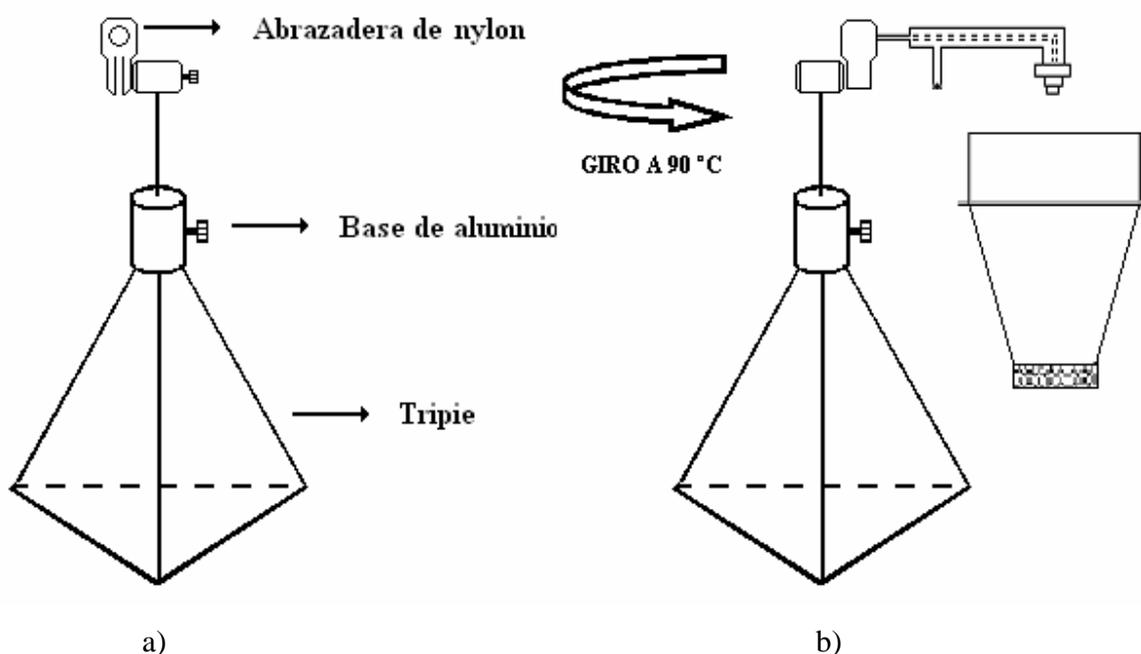


Figura 3.5 Tripie empleado para soportar la boquilla de aspersión.

3.2 Materiales

En el programa experimental se empleó como materia prima sólidos de polvo de tamarindo obtenidos en un secador por aspersión comercial; las propiedades del sólido se muestran en la Tabla 3.1 y éstas son las reportadas por el fabricante [Extractos y Aromáticos Botánicos, S.A. de C. V.].

Tabla 3.1 Propiedades físicas y fisicoquímicas del polvo de tamarindo reportados por el fabricante.

Propiedad	Valor
Diámetro promedio de partícula (μm)	78.4
Densidad aparente (g/cm^3)	1.14
Humedad % (base seca)	2 – 4.5
Acidez % (Como Ácido Cítrico)	7.5 - 14.0
pH solución al 10%	2.5 - 4.0
Azúcares Reductores	33.0 - 55.0

3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

El agente ligante utilizado en este estudio fue agua, debido a que es una sustancia ampliamente utilizada en la instaneización de alimentos. También se hicieron pruebas agregando al líquido un agente surfactante como la lecitina, la cual es muy empleada para ayudar a solubilizar los sólidos; como es el caso de los procesos de instantaneización de polvos, lo cual es muy común en la industria alimentaría y farmacéutica. La lecitina es un surfactante multifuncional flexible y versátil compuesto de un gran número de componentes, predominantemente polifosfolípidos (relacionado a los triglicéridos). Además de lo anterior, la lecitina se emplea también como emulsionante, dispersante, humectante, antioxidante, en margarinas, chocolates y caramelos, así como en la producción de pinturas, lubricantes para fibras textiles y tintas de imprenta, además de aplicaciones en la industria de cosméticos y jabones y en la industria del petróleo, las propiedades de la lecitina se muestran en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2 Propiedades físicas de la lecitina.

Densidad	Propiedades Físicas
1.028 (g/cm ³)	viscoso de color pardo claro olor característico parcialmente soluble en agua

3.3 Equipo empleado en el programa experimental

El equipo auxiliar usado en el desarrollo experimental se muestra en la Tabla 3.3.

Tabla 3.3 Equipo auxiliar empleado

Equipo	Características
Balanza de Humedad	Marca OHAUS, Modelo MB200
Registrador de Temperatura	Marca Kipp&Zonen, Modelo GH-301252
Bomba Peristáltica	Marca MasterFlex L/S de velocidad variable (600rpm), Modelo 7553-71
Rotámetros	Marca Cole-Parmer
Tamices	Marca Mont-Inox
Cronómetro	Marca Camero II
Vibrador	Tipo Rotap, Modelo Rx-29
Controlador de Temperatura	Marca Termosystems

3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

La calibración de los rotámetros se realizó a las condiciones de presión y temperatura ambientales y se llevo a cabo desmontando el equipo principal del contactor cónico y con el empleo de un anemómetro, el cual fue colocado sobre la sección transversal del distribuidor, se procedió a tomar la lectura de las velocidades del aire a las diferentes escalas del rotámetro, y puesto que el área de la sección transversal es conocida, mediante el producto de ésta con la velocidad del aire (en el anemómetro) se obtuvo el flujo volumétrico a las condiciones de temperatura y presión ambiental. La curva de calibración se presenta en el Apéndice B, Figura B.1.

La bomba peristáltica se calibró a las mismas condiciones que el rotámetro, en este caso se midió el tiempo necesario para llenar con agua un vaso de 50ml, este procedimiento se repite a diferentes revoluciones, lo que genera diferentes gastos volumétricos. En el Apéndice B se presentan las curvas de calibración para el flujo de agua que se alimenta a la boquilla de aspersión (Figura B.3) y para el flujo de agua con un flujo externo de aire (Figura B.4). El registrador de temperatura se calibró a la temperatura de ebullición y fusión del agua, a condiciones ambientales, con el fin de establecer la escala de referencia para los experimentos.

3.4 Descripción de una corrida experimental típica.

La corrida inicia con la estabilización térmica del equipo vacío y al flujo de aire necesario que corresponde al flujo mínimo de fluidización ($1618 \text{ cm}^3/\text{s}$). Una vez estabilizado el equipo a la temperatura de trabajo, los sólidos son cargados a la cámara de fluidización esperando que nuevamente se establezca térmicamente el sistema. Después de esto, se inicia el proceso de atomización del medio aglomerante, registrando el tiempo de aspersión, y monitoreando la evolución térmica de la cámara de fluidización en todo momento mediante un registrador de temperatura. Finalizado el tiempo de aspersión se inicia el proceso de secado con una duración de 5 min con el fin de obtener el producto granulado con una humedad semejante a la de los sólidos iniciales. A continuación se recolecta el producto aglomerado de la cámara de fluidización para posteriormente pesar el producto obtenido y proceder al proceso de tamizado y así obtener las fracciones de los aglomerados retenidos en cada tamiz y finalmente determinar la distribución del tamaño de partícula.

3.5 Análisis de tamaño de partícula

El tamaño promedio de los gránulos se determinó mediante un análisis de tamices. Se emplearon 9 mallas estándar cuyos tamaños de apertura se presentan en la Tabla 3.4, que se colocaron en forma descendente con respecto a la abertura de la malla. Aproximadamente 100 g de gránulos fueron colocados en el tamiz superior y fueron sacudidos por 5 minutos a una velocidad de 800 vibraciones por minuto usando un vibrador de tamices.

Tabla 3.4 Tamaños de abertura de las mallas empleadas en el proceso de tamizado.

No. de MALLA	ABERTURA, (mm)
80	0.1778
100	0.1498
150	0.1041
180	0.0813
200	0.0736
250	0.0584
300	0.0533
325	0.0431
400 (Fondos)	0.0432

El diámetro promedio de los gránulos se determinó promediando el tamaño de abertura de la malla a través del cual el gránulo pasa y la abertura de la malla en la cual el gránulo es retenido. La masa retenida en cada malla se convirtió a fracción masa y esta fracción se dividió entre el promedio aritmético de la abertura de malla. A la sumatoria de la distribución de pesos se le aplicó su recíproco y de esta manera se obtuvo el diámetro promedio. El cálculo del diámetro promedio se realizó a través de la ecuación 3.1, en la tabla 3.5 se muestra un cálculo representativo del tamaño de partícula.

$$\bar{d}_p = \sum (x_i / d_{pi})^{-1} = \text{Diámetro promedio} \quad (3.1)$$

Tabla 3.5 Cálculo representativo para obtener el diámetro promedio de los polvos finos de tamarindo

MALLA	Wi	xi=Wi/168.5	ABERTURA	dp	xi/dp
	Peso de muestra retenida en el tamiz (g)	(Wi/∑Wi)	(μm)	Promedio aritmético (μm)	μm ⁻¹
80	0	0	177.8	0	0
100	13.9	0.0824	149.86	163.83	0.000503
150	36.7	0.2178	104.14	127	0.001715
180	27	0.1602	81.28	92.71	0.001728
200	26.9	0.1596	73.66	77.47	0.002060
250	36.9	0.2189	58.42	66.04	0.003315
300	13.3	0.0789	53.34	55.88	0.001412
325	0.30	1.78E-3	43.18	48.26	3.69E-05
400	13.5	0.0801	38.10	40.64	0.001971
	∑Wi=168.5				$\bar{d}_p = 78.4 \mu\text{m}$

3.6 Determinación experimental de la velocidad mínima de fluidización de las partículas de tamarindo

Se cargo en la cámara de fluidización una masa de 200 g de sólidos finos de pulpa de tamarindo con un diámetro promedio de 78.4μm los cuales fueron soportados por el distribuidor tipo sándwich, posteriormente se alimenta aire por el fondo del sistema tomando la lectura de la caída de presión en el distribuidor mediante un manómetro tipo U, esta operación se repitió hasta cubrir toda la escala del rotámetro y así obtener las caídas de presión correspondientes a cada flujo de aire. Debido a que la cámara de fluidización es de geometría cónica el área transversal al flujo se considera constante por lo cual se utilizó un diámetro promedio entre el diámetro superior (20cm) y el diámetro inferior (10cm) de la cámara de fluidización, y a partir de la gráfica de caída de presión contra flujo de aire se determina la velocidad mínima de fluidización.

3.7 Determinación de la densidad de los aglomerados

La densidad de los gránulos se determina pesando un gramo de producto obtenido el cual se transfiere a un picnómetro (previamente pesado) de 25 ml donde se emplea alcohol etílico para llenarlo y determinar el peso total de la fase sólida. El alcohol etílico se utilizo como medio desplazante debido a que el producto obtenido es insoluble en éste.

3.8 Diseño experimental

3.8.1 Planificación Factorial 2ⁿ

La planificación factorial 2ⁿ es un método experimental poderoso que permite, mediante un número limitado de experimentos previamente definidos, observar sobre un parámetro de respuesta característico, tanto los efectos como las interacciones de los diferentes factores, en un dominio bien definido de condiciones experimentales. En este método experimental, el exponente n representa el número de variables involucradas y el 2 indica que cada variable debe tener dos valores o niveles [Montgomery, 1991].

En este estudio se decidió evaluar el efecto e interacciones de variables como la temperatura de alimentación del aire al fluidizador, la carga de material a aglomerar y el tiempo de adición de agente ligante al sistema, sobre las variaciones en el tamaño de los sólidos aglomerados.

En otro bloque experimental, se substituyó como variable la carga de sólidos en el lecho fluidizado, por la concentración de lecitina en agua, para evaluar si además de ser un agente surfactante, influía en el tamaño de los aglomerados.

3.8.2 Niveles de los parámetros del diseño experimental.

De la literatura [Davies y Gloor, 1971] se ha podido corroborar que las temperaturas a las cuales se estudia el fenómeno de aglomeración no son muy elevadas (40 a 50°C). Por lo anterior, en este trabajo se ha decidido que para alcanzar niveles de temperatura del orden de los 30 a 40 °C, se establecieron como límite mínimo y máximo de temperatura de alimentación del aire, 80 y 100°C respectivamente. Temperaturas que además, no afectan la naturaleza del sólido a aglomerar. En cuanto al tiempo de adición del agente ligante, que en este caso es agua destilada, se encontró que era importante evitar el fenómeno de apagado húmedo, por lo que se establecieron 3 y 5 min. como límites inferior y superior. De pruebas preliminares se pudo observar que a tiempos de adición menores a tres minutos, el sistema no se estabilizaba, lo cual se corroboró al observar que estaba muy marcado el fenómeno de arrastre de finos. Las observaciones visuales del lecho mostraron una nube de sólidos finos importante en el equipo. En cambio, cuando el tiempo fue de 5 minutos se empezó a formar una capa de incrustaciones en la pared del aglomerador, empobreciéndose la calidad de la fluidización.

A tiempos mayores se observo la defluidización húmeda. En cuanto a la masa de sólidos cargada al aglomerador, se observó que a valores entre 200 y 300g, como el limite superior e inferior respectivamente, las condiciones de fluidización fueron muy aceptables y el termopar que se encuentra dentro del lecho, todo el tiempo permanece dentro del mismo, mientras que el arrastre de sólidos no representa una merma de sólidos en el sistema que le quite representatividad al fenómeno que se esta estudiando. Finalmente consultando la literatura [Hogekamp y Schubert, 2003] se encontró que una concentración de lecitina recomendada para la aglomeración es de 3 a 5% en peso.

3.8.3 Bloques experimentales

En este trabajo se desarrollaron dos bloques experimentales, en el primer bloque experimental se seleccionaron como variables de operación la temperatura de entrada del aire a la cama de fluidización, el tiempo de adición del medio aglomerante y la masa de sólidos cargados a la cámara de fluidización. Mientras que en el segundo bloque la variable masa de sólidos se cambio por la variable porcentaje en peso de Lecitina la cual actúa como un agente surfactante. Se aplicó un diseño factorial 2^3 [Montgomery, 1991; Bacon, 1988] a ambos bloques, en el primer bloque se empleó como medio aglomerante agua (con una presión de operación del aire alimentado a la cámara de fluidización de 3Kgf/cm^2 , un flujo de alimentación del medio aglomerante de $0.1471\text{ cm}^3/\text{s}$ y un flujo de aire constante alimentado al sistema de $1612.5\text{ cm}^3/\text{s}$) y en el segundo bloque se empleó como medio aglomerante una solución de agua más lecitina (trabajando con las mismas condiciones de presión del aire, flujos del medio aglomerante y de aire alimentado al sistema que en el bloque experimental I además, de una masa constante de sólidos en el lecho de 200g), los niveles de cada uno de los parámetros estudiados se presentan en las Tablas 3.6 y 3.7 respectivamente incluyendo el punto central del dominio experimental; en las Figuras 3.6 y 3.7 se muestran las representaciones geométricas del dominio experimental para cada bloque respectivamente.

3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Tabla 3.6 Niveles de los parámetros estudiados empleando como medio aglomerante incluye el punto central del dominio experimental, donde -1 representa las condiciones mínimas ($T=80^{\circ}\text{C}$, $t=3\text{min}$ y $M=200\text{g}$), $+1$ son las condiciones máximas ($T=100^{\circ}\text{C}$, $t=5\text{min}$ y $M=300\text{g}$) y 0 el punto central ($T=90^{\circ}\text{C}$, $t=4\text{min}$ y $M=250\text{g}$).

Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)/ Niveles	Tiempo de atomización (min)/Niveles	Masa de sólidos finos (g)/Niveles
80 / -1	3 / -1	200 / -1
90 / 0	4 / 0	250 / 0
100 / +1	5 / +1	300 / +1

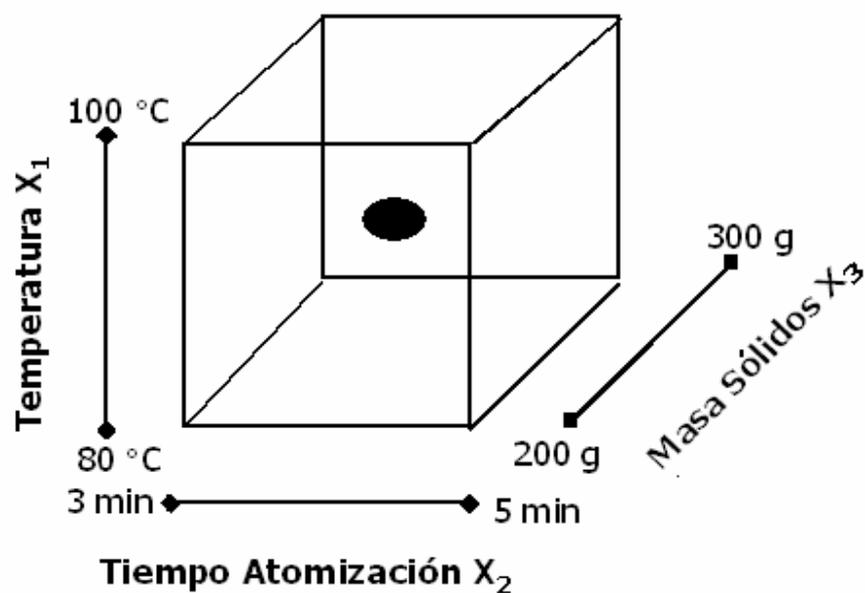


Figura 3.6 Representación geométrica para el bloque experimental I.

3. METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Tabla 3.7 Niveles de los parámetros estudiados empleando como medio aglomerante agua más lecitina incluye el punto central del dominio experimental, donde -1 representa las condiciones mínimas ($T=80^{\circ}\text{C}$, $t=3\text{min}$ y $L=2\%$), +1 son las condiciones máximas ($T=100^{\circ}\text{C}$, $t=5\text{min}$ y $L=5\%$) y 0 el punto central ($T=90^{\circ}\text{C}$, $t=4\text{min}$ y $L=3.5\%$).

Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)/ Niveles	Tiempo de atomización (min)/Niveles	% de lecitina / Niveles
80 / -1	3 / -1	2 / -1
90 / 0	4 / 0	3.5 / 0
100 / +1	5 / +1	5 / +1

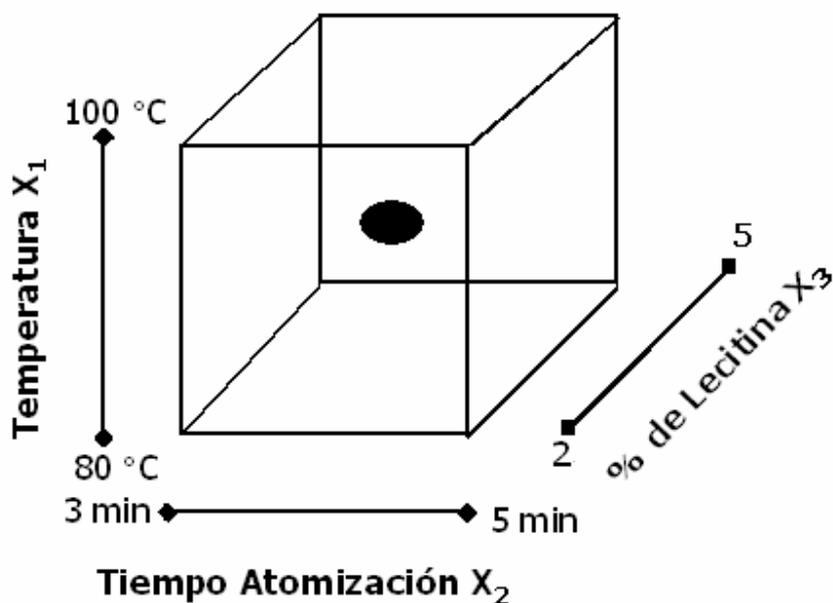


Figura 3.7 Representación geométrica para el bloque experimental II.

4. RESULTADOS

4.1 Caracterización física e hidrodinámica de los polvos

En la Tabla 4.1 se presentan las densidades, aparente y empacada de los sólidos finos. La primera de éstas se determinó con un picnómetro utilizando alcohol etílico, el cual tiene una densidad de 0.835 g/ml, mientras que la densidad empacada se determinó relacionando la masa de sólidos empacada a un volumen de 50 ml.

Tabla 4.1 Caracterización física de finos

Densidad aparente, g/ml (ρ_a)	Densidad Empacada de partículas finas, g/ml (ρ_e)	Diámetro promedio de Partícula, μm (d_{p0})
1.23	0.61	78.40

Se puede considerar que los sólidos empleados en este trabajo son sólidos tipo A de acuerdo a la clasificación de partículas de Geldart, tal como se observa en la Figura 4.1, los cuales se caracterizan por tener una densidad menor de 1.4 g/cm^3 , por lo tanto se espera una fluidización suave a bajas velocidades de gas y un burbujeo controlado de pequeñas burbujas a velocidades de gas más altas.

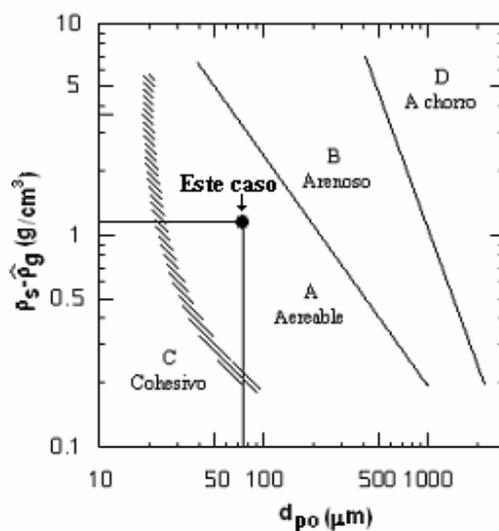


Figura 4.1 Clasificación de polvo de tamarindo [Geldart, 1973]

Los resultados mostrados en la Tabla 4.2 demuestran que el cálculo de U_{mf} a partir de las correlaciones (Ecs. 1.15 a 1.18) no es una tarea fácil, más aun, cuando se parte de una amplia distribución de tamaño de partícula como se puede comprobar en la Tabla 3.5 de la sección de metodología experimental, ya que el sólido fluidiza selectivamente de tal manera que mientras un tamaño de partícula inicia a fluidizar, otro tamaño de partícula es arrastrado o bien permanece estático, esto puede ser el motivo de la marcada diferencia entre la U_{mf} de la mezcla de finos obtenida experimental y el valor obtenido por la correlación.

De esta manera, lo que se decidió fue registrar el flujo de aire alimentado al cual, el lecho se mantuviera razonablemente fluidizado durante todo el proceso de aglomeración, considerando que el fluido atomizado, captura los finos antes de ser arrastrados, de acuerdo al mecanismo de formación de aglomerados antes mencionado.

Tabla 4.2 Caracterización hidrodinámica de finos.

U_{mf} : Velocidad mínima de fluidización, cm/s Experimental	U_{mf} : Velocidad mínima de fluidización, cm/s Correlación (Ecuación 1.15)	U_t : Velocidad terminal, cm/s (Ecuación 1.16)
4.35	0.6778	18.466

En la Tabla 4.3 se presentan los datos empleados en la determinación experimental de la velocidad mínima de fluidización para los sólidos finos de tamarindo, la cual se obtiene de graficar la caída de presión en el lecho contra el flujo de aire, como se muestra en la Figura 4.2. Esta gráfica se presenta a manera de ejemplo para indicar como se determina este parámetro tan importante en fluidización.

Tabla 4.3 Caída de presión en el lecho.

Posición de rotámetro	Flujo Volumétrico, cm³/s	Caída de Presión total, cmHg	Caída de Presión del distribuidor, cmHg	Caída de presión en el lecho, cmHg
0	0	0	0	0
1	765.10	14.3	13.92	0.38
1.5	1307.04	22.2	21.67	0.54
2	1721.46	30.2	29.51	0.69
2.25	2295.29	35.2	34.42	0.78
2.5	2614.08	39.3	38.40	0.89
2.75	3028.50	43.5	42.41	1.03
3	3506.69	45	43.78	1.23

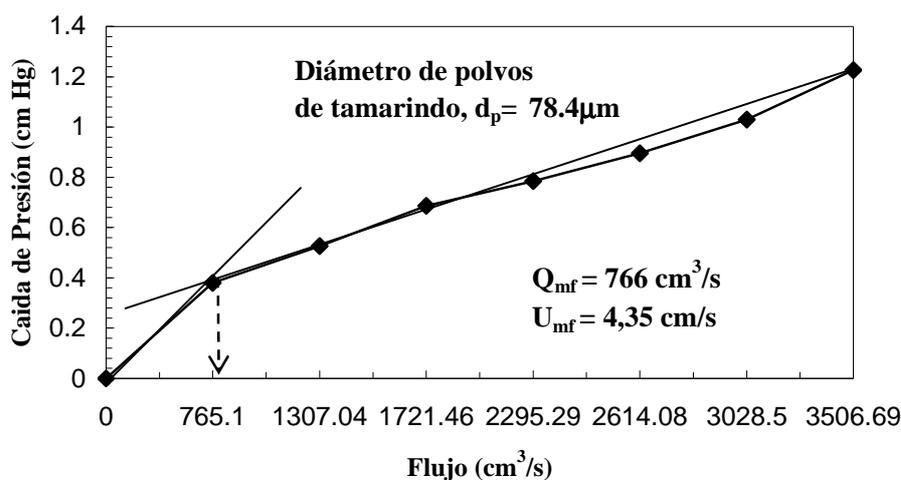


Figura 4.2 Flujo mínimo de fluidización.

Debido a que la geometría de la cámara de fluidización es cónica (cuya función es evitar el arrastre excesivo de polvos), a un flujo volumétrico de aire constante se tienen diferentes velocidades de fluidización debido a la variación del diámetro en el equipo (ver Figura 3.2). En la Tabla 4.4 se presentan las velocidades de fluidización (U_f) y las correspondientes velocidades mínimas de fluidización (U_{mf}), para los diferentes diámetros de la cámara de fluidización así como el correspondiente promedio aritmético entre estos dos diámetros. Como se observa en la Tabla 4.4, la relación de U_f/U_{mf} permanece constante para cualquier valor del diámetro de la cámara de fluidización.

Tabla 4.4 Velocidades de fluidización en el sistema

Diámetro del aglomerador cónico, cm	U_f : Velocidad de Fluidización, cm/s	U_{mf} : A diferentes alturas de lecho a condiciones mínimas de fluidización, cm/s
10	20.57	9.75
15	9.14	4.33
20	5.14	2.43

4.2 Corridas de aglomeración

4.2.1 Bloque experimental I

En la Tabla 4.5 se presentan las combinaciones de los niveles de cada factor empleadas para calcular los efectos de un diseño factorial 2^3 del bloque experimental I, en el que se usó como

medio aglomerante agua, se incluye el punto central del dominio experimental que fue utilizado para evaluar el error así como los diámetros experimentales obtenidos a las diferentes condiciones de operación del sistema.

Tabla 4.5 Signos algebraicos para calcular los efectos del diseño 2^3 , donde -1 representa las condiciones mínimas (T=80°C, t=3min y M=200g), +1 son las condiciones máximas (T=100°C, t=5min y M=300g) y 0 el punto central (T=90°C, t=4min y M=250g).

Corrida	Temperatura (T) (X1)	Tiempo (t) (X2)	Masa (M) (X3)	D _{PI} (μm)
1	-1	-1	-1	92.6
2	+1	-1	-1	95.12
3	-1	+1	-1	98.85
4	+1	+1	-1	97.73
5	-1	-1	+1	94.69
6	+1	-1	+1	98.88
7	-1	+1	+1	96.87
8	+1	+1	+1	102
9	0	0	0	96.01
10	0	0	0	96.24
11	0	0	0	98.04

Del análisis de los diámetros experimentales de la Tabla 4.5 se observa que se obtuvieron aglomerados de diámetro promedio entre 18-30% mayores al diámetro de partícula inicial el cual es de 78.4μm (ver Apéndice F).

Los coeficientes del polinomio calculados con las ecuaciones A.14 a A.17 del Apéndice A se presentan en el modelo codificado de regresión lineal para predecir el aumento de diámetro promedio, el cual esta dado por la ecuación 4.1.

$$D_{PI} = 97.08 + 1.34X_1 + 1.77X_2 + 1.018X_3 - 0.34X_1X_2 + 0.99X_1X_3 - 0.45X_2X_3 + 0.57X_1X_2X_3 \quad (4.1)$$

Para este modelo completo se puede observar que un aumento en las condiciones de trabajo de las variables individuales tienden a aumentar el diámetro de la partícula, mientras que el efecto de la interacción entre las variables codificadas X_1X_3 es contrarrestado por el efecto de las interacciones X_1X_2 y X_2X_3 , puede observarse que el efecto de la variable X_2 (tiempo de adición del medio aglomerante) es crítica, ya que un aumento en el tiempo de adición provocaría que el sistema se defluidizara y una disminución del tiempo de adición provocaría que se evaporara más

agente aglomerante, lo que provocaría una disminución en el diámetro del gránulo. Mientras que la interacción entre las tres variables provoca un aumento en el gránulo.

4.2.1.1 Prueba de significancia del bloque experimental I

Para determinar qué factores y/o combinaciones de factores no contribuyen significativamente en el aumento del diámetro promedio, se realizó un análisis de varianza. En la Tabla 4.6 se muestra el análisis de varianza a diferentes niveles de significancia (5,10, 25 % respectivamente) para el bloque experimental I.

Tabla 4.6 Análisis de varianza para los datos de aumento de diámetro promedio para el bloque I (*) Factores significativos.

	Variación Muestral	Variación del Error	Media de cuadrados	F ₀ (Ec. 4.2)	F ₀ (Ec. 4.3)	F ₀ (Ec. 4.4)
Coefficiente	S ²	Se ²	S ² /Se ²	F(1,2,0.05) 18.51	F(1,2,0.10) 8.53	F(1,2,0.25) 2.57
1.34	14.365	1.239	11.595		*	*
1.77	25.063		20.230	*	*	*
1.02	8.282		6.685			*
-0.34	0.911		0.735			
0.99	7.841		6.329			*
-0.45	1.584		1.279			
0.57	2.622		2.116			

Si se representan los niveles inferior y superior de cada variable en la ecuación 4.1 (ver Apéndice A), se puede definir un sistema de coordenadas que toma por origen el punto que tiene por coordenadas el valor medio de los dos niveles de cada variables (Ecs. A.1 a A.9), realizando lo indicado anteriormente se obtienen los modelos lineales decodificados para predecir el aumento de diámetro de partícula en este bloque experimental, y están dados por las Ecs. 4.2 a 4.4 con un 95, 90 y 75% de confianza, donde en este caso el dominio experimental corresponde a las condiciones mínimas y máximas de operación bajo las cuales se llevaron a cabo las corridas experimentales.

$$D_{PIF(1,2,0.05)} = 89.978 + 1.77t \quad (4.2)$$

$$D_{PIF(1,2,0.1)} = 77.918 + 0.134T + 1.77t \quad (4.3)$$

$$D_{PIF(1,2,0.25)} = 72.8305 + 0.134T + 1.77t + 0.02035M \quad (4.4)$$

Tal como se observó en el modelo lineal codificado (Ec. 4.1), la variable que tiene un efecto significativo en el aumento del diámetro del gránulo, es el tiempo de adición del medio aglomerante (t), ya que el valor del coeficiente de éste es mayor que los coeficientes de las otras variables en los modelos decodificados además, de que es la variable que prevalece en las ecuaciones decodificadas, la combinación de las tres variables provoca un aumento en el diámetro del gránulo.

En la Figura 4.3 se muestra la gráfica de paridad entre los diámetros experimentales y los diámetros predichos por los modelos decodificados (Ecs. 4.2 a 4.4) y por el modelo codificado (Ec. 4.1) así como el porcentaje de error de cada uno de ellos.

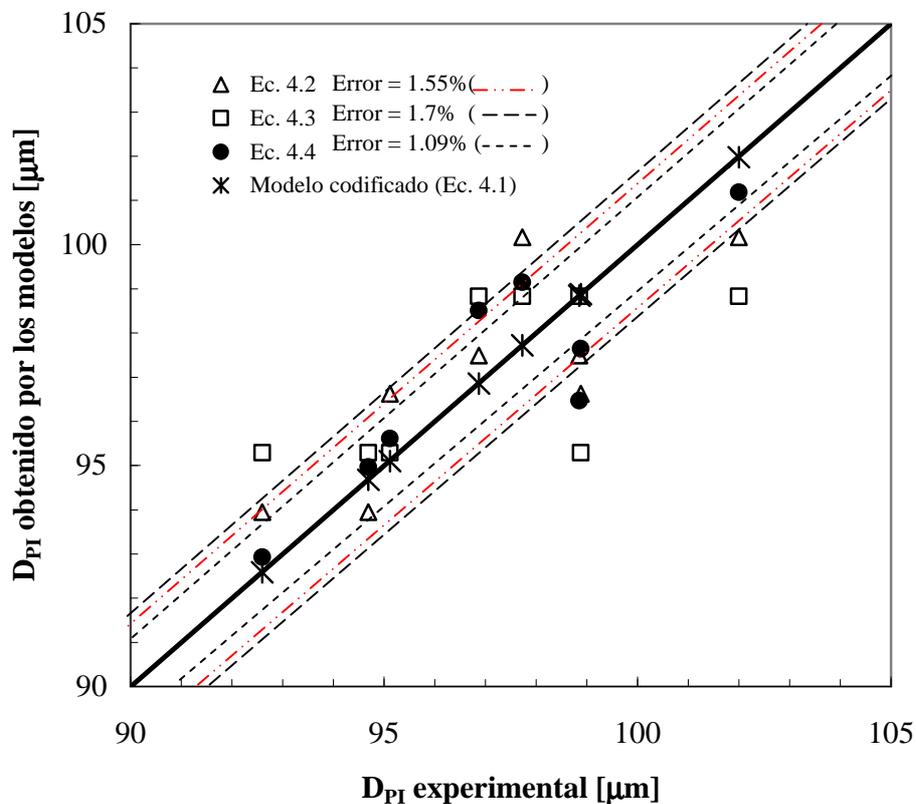


Figura 4.3 Gráficas de paridad entre los diámetros experimentales y los obtenidos con los modelos para el bloque experimental I.

Como se puede observar en la Figura 4.3 es notorio que existe una ligera desviación entre los diámetros predichos por los modelos decodificados y los diámetros experimentales, observándose que con la ecuación 4.4 la desviación es menor (1.09%), mientras que con la ecuación 4.3 la

desviación es mayor (1.7%), lo que demuestra que entre más variables (temperatura, tiempo y masa de sólidos) involucre el modelo menor es la desviación. Sin embargo en ambos casos los modelos predicen adecuadamente la tendencia observada experimentalmente. Por otro lado es evidente que al emplear el modelo codificado (Ec. 4.1) el ajuste es mejor con una desviación menor del 0.5% ya que este modelo involucra el efecto de todas las variables así como sus combinaciones, además este modelo solo emplea los niveles inferior (-1) y superior (+1) de las variables codificadas ya que es un sistema ortonormado.

4.2.2 Bloque experimental II

En la Tabla 4.7 se presentan las combinaciones de los niveles de cada factor para calcular los efectos de un diseño factorial 2^3 del bloque experimental II, en el cual se usó como medio aglomerante una solución de agua más lecitina y una masa constante de sólidos en el lecho de 200 g. Se incluye el punto central del dominio experimental, así como los diámetros experimentales obtenidos a las diferentes condiciones de operación del sistema.

Tabla 4.7 Signos algebraicos para calcular los efectos del diseño 2^3 para el bloque II donde -1 representa las condiciones mínimas ($T=80^{\circ}\text{C}$, $t=3\text{min}$ y $L=2\%$), +1 son las condiciones máximas ($T=100^{\circ}\text{C}$, $t=5\text{min}$ y $L=5\%$) y 0 el punto central ($T=90^{\circ}\text{C}$, $t=4\text{min}$ y $L=3.5\%$).

Corrida	Temperatura (T) (X1)	Tiempo (t) (X2)	Lecitina (%L) (X3)	D_{PII} (μm)
1	-1	-1	-1	95.40
2	+1	-1	-1	94.67
3	-1	+1	-1	103.76
4	+1	+1	-1	101.37
5	-1	-1	+1	101.50
6	+1	-1	+1	93.85
7	-1	+1	+1	105.08
8	+1	+1	+1	109.37
9	0	0	0	98.86
10	0	0	0	103.78
11	0	0	0	101.12

En este bloque experimental se obtuvieron aglomerados con un diámetro mayor al diámetro de partícula inicial entre un 22% y un 39% para los niveles mínimo y máximo respectivamente (Ver Figura F.6 y F.7).

De manera análoga a lo realizado para el bloque experimental I, en el bloque experimental II los coeficientes del polinomio calculados con las ecuaciones A.14 a A.17 (Apéndice A) se presentan en el modelo lineal codificado de regresión para predecir el aumento de diámetro promedio el cual esta dado por la ecuación 4.5.

$$D_{PII} = 100.625 - 0.81X_1 + 4.27X_2 + 1.825X_3 + 1.285X_1X_2 - 0.03X_1X_3 + 0.505X_2X_3 + 1.7X_1X_2X_3 \quad (4.5)$$

Contrariamente a lo observado en la ec. 4.1, la variable X_1 en este caso, tiene un efecto inverso respecto al tamaño del aglomerado lo cual puede deberse a que la adición del agente surfactante provoca una mayor evaporación del agente aglomerante, en cambio, el efecto de la variable X_2 aumentó notoriamente su influencia sobre el tamaño del diámetro del gránulo, esto puede deberse a la presencia del agente surfactante el cual favorece la unión de las partículas permitiendo que el gránulo crezca. Como puede observarse, el hecho de mantener una masa constante de sólidos en el lecho y aumentando la concentración del agente surfactante (X_3) provoca que el gránulo crezca. Contrariamente a lo sucedido en la ec. 4.1, el efecto de las interacciones X_1X_2 y X_2X_3 provocarían un aumento en el tamaño del gránulo, (debido a que la variable X_2 demuestra ser nuevamente el efecto más importante en el proceso de aglomeración) el efecto combinado con la temperatura contrarresta el efecto negativo de la variable independiente X_1 , el cual puede deberse a que el agente aglomerante humecta lo suficiente el polvo para formar el gránulo. La combinación de las tres variables $X_1X_2X_3$ tienen un efecto significativo importante el cual, favorecerá el aumento del diámetro del gránulo.

4.2.2.1 Prueba de significancia del bloque experimental II

Nuevamente para determinar que factores no tienen un efecto significativo en el aumento del diámetro promedio, se realiza un análisis de varianza. En la Tabla 4.8 se muestra el análisis de varianza a un nivel de significancia del 95%, 90% y 75% para las ecuaciones 4.6, 4.7 y 4.8 respectivamente en el bloque experimental II.

Tabla 4.8 Análisis de variancia para los datos de aumento de diámetro promedio para el bloque II (*) Factores significativos.

	Variancia Muestral	Variancia del Error	Media de cuadrados	F ₀ Ec. (4.6)	F ₀ Ec. (4.7)	F ₀ Ec. (4.8)
Coefficiente	S ²	Se ²	S ² /Se ²	F(1,2,0.05) 18.51	F(1,2,0.1) 8.53	F(1,2,0.25) 2.57
-0.81	5.25	6.065	0.87			
4.27	145.86		24.05	*	*	*
1.825	26.65		4.39			*
1.285	13.21		2.18			
-0.03	0.0072		0.00119			
0.505	2.04		0.34			
1.7	23.12		3.81			*

Realizando el mismo procedimiento que en el bloque experimental I, los modelos lineales decodificados que predicen el aumento de diámetro de partícula del bloque experimental II se muestran en las siguientes ecuaciones.

$$D_{PIIF(1,2,0.05)} = 83.545 + 4.27t \quad (4.6)$$

$$D_{PIIF(1,2,0.1)} = 83.545 + 4.27t \quad (4.7)$$

$$D_{PIIF(1,2,0.25)} = -63.51 + 1.59 T + 40t + 42.02L - 0.4Tt - 0.45 T L - 10.2 t L + 0.11TtL \quad (4.8)$$

De manera análoga que en los modelos obtenidos en el bloque experimental I, en el bloque experimental II el factor que tiene un efecto significativo en el aumento de diámetro del gránulo es el tiempo de adición del medio aglomerante (t), ya que es el único factor que prevalece en las ecuaciones decodificadas 4.6 y 4.7, en tanto, en la ecuación 4.8 el tiempo de adición del medio aglomerante (t) y el porcentaje de lecitina (L) tienen un efecto significativo importante, provocando con esto el aumento del tamaño del gránulo. Mientras que la interacción (t,L) posee un efecto negativo importante en el aumento del diámetro del gránulo, esto puede deberse a dos posibles fenómenos: primero; se podría inducir a una mayor humectación del sólido provocando la defluidización húmeda y segundo; se conseguiría el aumento del diámetro del gránulo, debido a la función de la lecitina que promueve la unión de las partícula consiguiendo con esto que creciera demasiado provocando la defluidización en seco del sistema. Las interacciones entre Tt, TL y TtL afectan muy poco en el aumento del gránulo. En la Figura 4.4 se muestra la gráfica de paridad entre los diámetros experimentales y aquellos obtenidos con los modelos (Ec. 4.6, Ec 4.7 y 4.8).

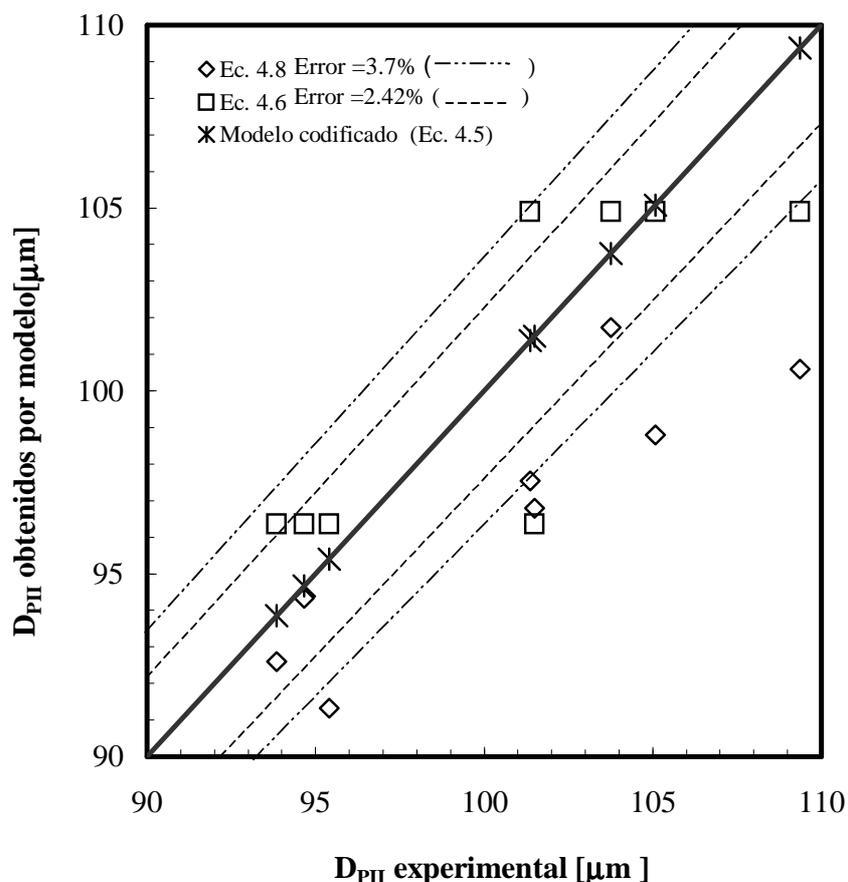


Figura 4.4 Gráficas de paridad entre los diámetros experimentales y los obtenidos con el modelo para el bloque experimental II.

Como se puede observar en la Figura 4.4 los diámetros obtenidos por medio de la ecuación 4.6 tienen una menor desviación con respecto a los diámetros experimentales la cual corresponde a 2.42% en promedio, mientras que los valores obtenidos por la ecuación 4.8 divergen de los obtenidos experimentalmente con un error promedio del 3.7%. Se puede notar que a diferencia de lo observado en el bloque experimental I, en el bloque experimental II entre mayor sea el número de variables involucradas en el modelo la desviación entre datos experimentales y predichos por éste aumenta, lo cual puede deberse a que el efecto de las interacciones entre las variables involucradas tiene una mayor significancia haciendo que los efectos de las variables principales sean menos importantes lo que provoca que el modelo subestime los diámetros experimentales. Sin embargo nuevamente la tendencia con el aumento del diámetro es predicha adecuadamente por ambas ecuaciones. Además es evidente que con el modelo codificado el error

es mínimo sin embargo es importante señalar que este modelo solo contempla los niveles superior e inferior de las variables codificadas.

En la Figura 4.5 se presenta una comparación entre los diámetros de aglomerado para cada uno de los bloques experimentales.

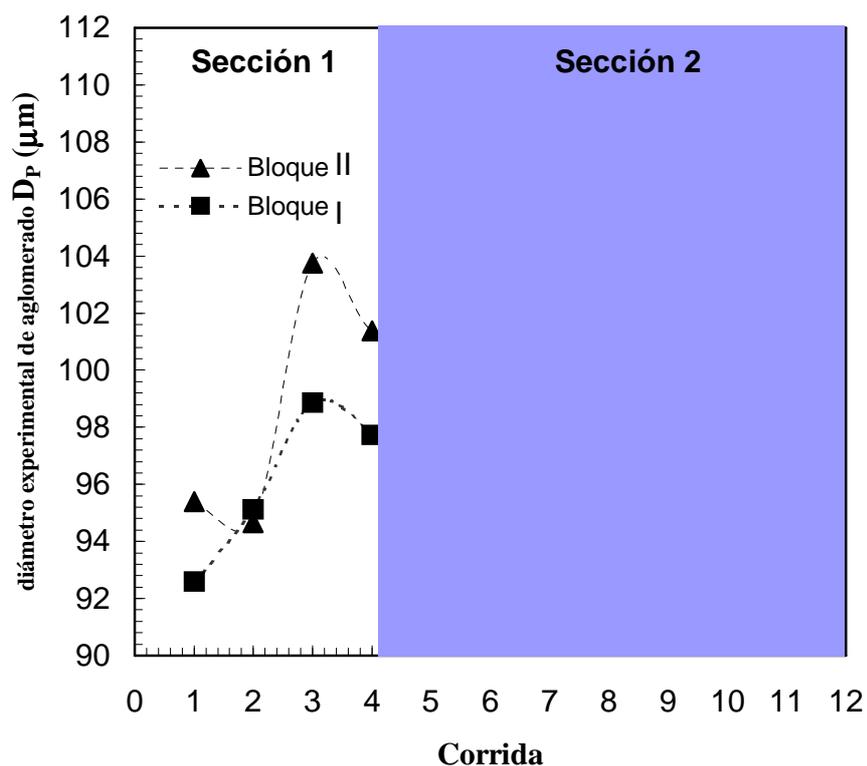


Figura 4.5 Comparación del diámetro de partícula entre el bloque experimental I y el bloque experimental II

En la sección 1 de la Figura 4.5 se muestra una comparación de diámetros de gránulos experimentales obtenidos bajo las mismas condiciones de trabajo (temperatura, tiempo de adición del agente aglomerante y masa de sólidos en el lecho). De acuerdo a los resultados en general, se observa un aumento en el diámetro del gránulo cuando se emplea como medio aglomerante una solución de agua + lecitina, lo cual se puede asociar a que la lecitina es un surfactante que favorece la unión de las partículas [Hogekamp y Schubert, 2003].

Sin embargo para la corrida 2 se observa que el diámetro del gránulo fue menor en el bloque 2, lo cual puede deberse a que el efecto de la mayor temperatura de trabajo y el menor tiempo de adición del medio aglomerante contrarresta el efecto del agente surfactante lo cual impacta de manera negativa el crecimiento de gránulo y se ve reflejado en un diámetro menor.

En la sección 2, se muestran los diámetros obtenidos para las corridas en ambos bloques, sin embargo es importante aclarar que estos datos no pueden ser comparados entre sí debido a que se obtuvieron a diferentes condiciones de operación (ver tablas 4.4 y 4.5)

4.2.3 Modelos de crecimiento de sólidos

Tomando en cuenta que el alcohol etílico penetra en los poros del gránulo el volumen desplazado de este en el picnómetro es el volumen ocupado por el material sólido en el gránulo por lo tanto la densidad obtenida a partir de la masa empleada en el picnómetro y este volumen nos da la densidad de la fase sólida.

En base a la suposición realizada por Smith, P.G., y Nienow, A. W., en el artículo Mecanismos de Crecimiento [Smith y Nienow, 1983] se puede suponer razonablemente que la porosidad del gránulo (ϵ_G) se comporta como la porosidad del lecho de partículas finas empacadas (ϵ_e), suponiendo que el arreglo que toman las partículas finas en el lecho es semejante al arreglo que se tiene en el gránulo, de tal manera, que los espacios intersticiales del lecho son los mismos que los del gránulo. Las partículas que forman el gránulo están unidas por un agente ligante, (cuyo objetivo es el de mantener unidas a las partículas) el cual, ocupa una fracción de los espacios vacíos entre las partículas. En la figura 4.6 se presenta el esquema de la suposición realizada respecto a la porosidad del lecho y la del gránulo.

Es importante señalar que la fracción vacía de un gránulo esta constituida por macroporos (que corresponde a los espacios vacíos interpartícula) y microporos (espacios vacíos dentro de la partícula).

En este trabajo se considera que el efecto de los microporos es despreciable (tanto en el lecho como en el gránulo) con respecto a los macroporos (la fracción de macroporos depende de la presión de granulación) por lo tanto, los espacios vacíos que se consideran tanto en el lecho (ϵ_e)

como en el gránulo (ϵ_G) son los de los macroporos y a través de esta consideración se llega a que la porosidad del gránulo se comporta como la del lecho de partículas finas empacadas.

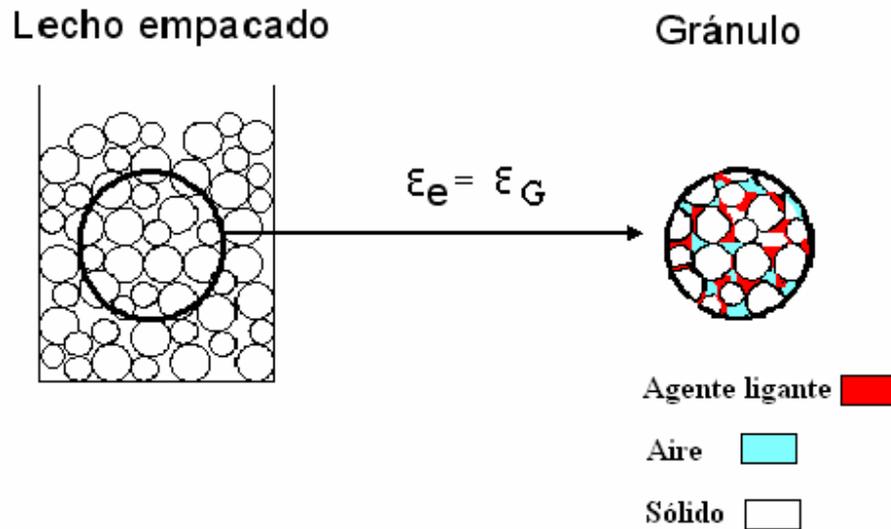


Figura 4.6 Representación del arreglo de las partículas finas en el lecho

En la Tabla 4.9 se presentan la densidad de la fase sólida del gránulo, la densidad empacada de los gránulos, la porosidad del gránulo (la cual se determinó por medio de la ecuación 1.1) así como la densidad del gránulo seleccionado a diferentes condiciones de trabajo (Temperatura, tiempo de adición del medio aglomerante y masa de sólidos cargada al lecho) para los dos bloques experimentales.

La densidad del gránulo se determinó mediante el producto de la porosidad del gránulo por la densidad de la fase sólida ($\epsilon_G \cdot \rho_a$) [Smith, 1986].

Tabla 4.9 Propiedades físicas de los aglomerados a las diferentes condiciones de trabajo.

CONDICIONES DE OPERACIÓN	Densidad de fase sólida, g/ml ($\hat{\rho}_a$)	Densidad empacada de partículas finas, g/ml ($\hat{\rho}_e$)	Diámetro de gránulo, μm (d_g)	Densidad agente aglomerante, g/ml (ρ_b)	Porosidad del gránulo (ϵ_g)	Densidad del gránulo, g/ml (ρ_g)
BLOQUE I = MEDIO AGLOMERANTE: AGUA						
T=80°C, t=3 min, M=200g	1.36	0.61	92.6	1	0.39	0.530
T=80°C, t=3 min, M=300g	1.69	0.61	94.69	1	0.39	0.660
T=80°C, t=5 min, M=200g	1.43	0.61	98.85	1	0.39	0.558
T=80°C, t=5 min, M=300g	1.32	0.61	96.87	1	0.39	0.515
BLOQUE II = MEDIO AGLOMERANTE : AGUA + LECITINA						
T=100°C, t=3 min, 5% L	1.34	0.61	93.85	1.0014	0.3909	0.524
T=100°C, t=3 min, 2% L	1.42	0.61	94.67	1.00056	0.3903	0.554
T=100°C, t=5 min, 5% L	1.34	0.61	109.37	1.0014	0.3909	0.524
T=100°C, t=5 min, 2% L	1.35	0.61	101.37	1.00056	0.3903	0.527

De los datos reportados por la tabla 4.9 se puede observar que para el bloque experimental I, al aumentar el diámetro del aglomerado a las mismas condiciones de temperatura y tiempo de adición del medio aglomerante tanto la densidad de la fase sólida como la densidad del gránulo aumentan. Sin embargo si comparamos los diámetros obtenidos a las mismas condiciones de temperatura y masa de sólidos cargada al lecho pero aumentando el tiempo de adición del agente aglomerante se puede observar que si bien el diámetro de gránulo aumenta con el aumento del tiempo, la densidad del gránulo y de la fase sólida disminuyen, este comportamiento puede deberse al efecto relacionado con el mayor tiempo de adición y con una mayor masa de sólidos en el lecho. Un comportamiento similar se observa en el bloque experimental II al comparar los diámetros obtenidos a las mismas condiciones de temperatura y porcentaje de lecitina (con una masa de sólidos constante en el lecho de 200 g) aumentando el tiempo de adición del agente aglomerante se observa un aumento en el diámetro del aglomerado, sin embargo nuevamente la densidad de la fase sólida y la del gránulo disminuyen por lo que se puede suponer que el tiempo

de adición del agente aglomerante juega un papel importante en la masa de sólidos total del aglomerado ya que la disminuye por un posible efecto de lavado de éste.

Una posible explicación para esclarecer la variación de la densidad del gránulo observada en la Tabla 4.9 sería la siguiente: el proceso de aglomeración inicia cuando las gotas de líquido se ponen en contacto con las partículas sólidas fluidizadas, el líquido que se extiende sobre la superficie de las partículas permite la formación de puentes líquidos que mantienen unidas a las partículas, estos puentes líquidos son evaporados por el medio fluidizante caliente convirtiéndolos en puentes sólidos, en la Figura 4.7 se presenta un esquema representando los puentes líquidos y sólidos del gránulo.

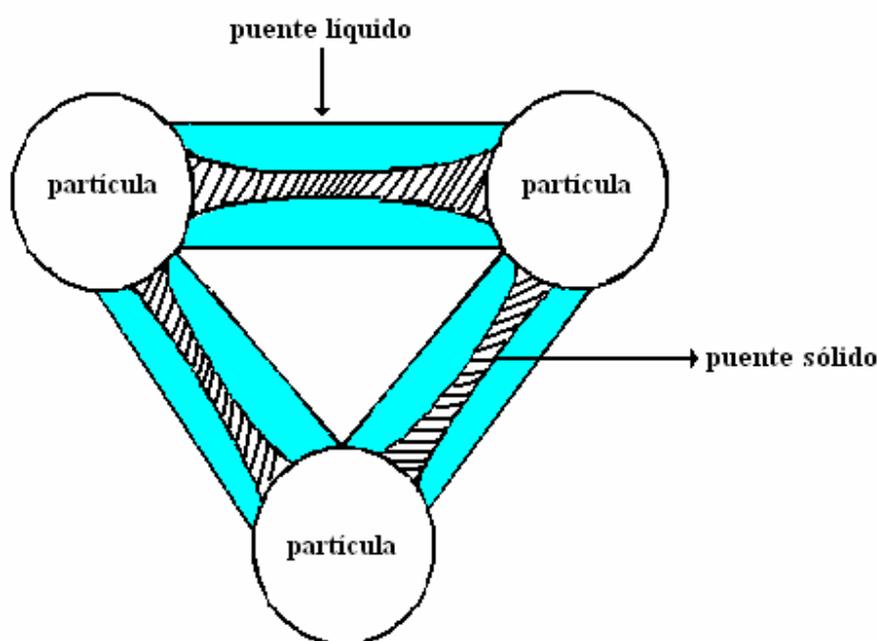


Figura 4.7 Puentes líquidos y sólidos durante la formación del gránulo

Durante la formación de estos puentes líquidos las partículas individuales que conforman el gránulo tienen un volumen y forma definidas (Figura 4.8a), después del proceso de evaporación los puentes líquidos son transformados a puentes sólidos, permitiendo con esto la formación de una partícula de mayor tamaño debido a la unión de las partículas individuales (Figura 4.8b). En la Figura 4.8 se presenta el proceso de unión de las partículas individuales.

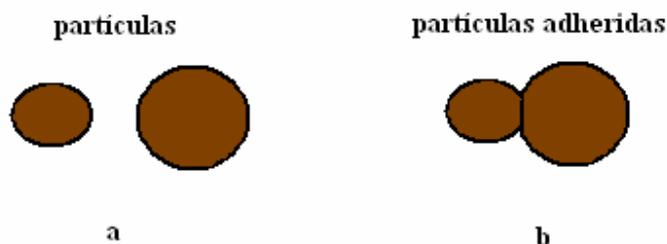


Figura 4.8 Representación de las partículas antes y después del proceso de evaporación del agente ligante

Retomando la suposición tomada anteriormente ($\epsilon_e = \epsilon_G$) el volumen de espacios vacíos permanece constante no así la masa del gránulo, la cual puede aumentar por el posible depósito de partículas finas en la superficie de dicha partícula (recordar que se tiene una amplia distribución de partícula) resultando con esto que la densidad del gránulo aumente con respecto a la del lecho empacado.

4.2.4 Modelos de crecimiento de partículas por aglomeración

En la Tabla 4.10 se presenta la caracterización física de los gránulos a diferentes condiciones de operación, la cual es empleada para obtener los valores de los parámetros y (relación de volumen total de agente ligante y volumen total de partículas en el lecho) contra β (relación de diámetro inicial de partícula y diámetro de gránulo experimental), las cuales vienen dados por la ecuación 1.7.

Tabla 4.10 Datos experimentales empleados en la obtención del modelo de crecimiento por aglomeración del bloque experimental I, donde T, t, y M son las condiciones de operación.

T (°C)	t (min)	M _o (g)	ρ_g (g/cm ³)	ρ_e (g/cm ³)	ϵ_G	k	d _g (cm)	f _v	β (d _{po} /d _g)	y
80	3	200	0.530	0.61	0.39	0.64	92.6E-4	0.52	0.85	0.0716
80	3	300	0.660	0.61	0.39	0.64	94.7E-4	0.52	0.83	0.0594
80	5	200	0.558	0.61	0.39	0.64	98.9E-4	0.52	0.79	0.1256
80	5	300	0.515	0.61	0.39	0.64	96.9E-4	0.52	0.81	0.0772

Rescribiendo el modelo de crecimiento por aglomeración en forma lineal de acuerdo a la ecuación 4.9 y graficando los valores de y contra β se obtienen los valores de los parámetros s y f (Figura 4.9) y de esta manera se obtiene información sobre la morfología del gránulo ya que estos valores consideran tanto la fracción del agente ligante dentro de los espacios vacíos así como la corrección para poder considerar esféricos a los aglomerados, cuya verdadera estructura no lo es totalmente ya que en su superficie externa se encuentran pequeñas concavidades.

$$y = k(f - 3s\beta) \quad (4.9)$$

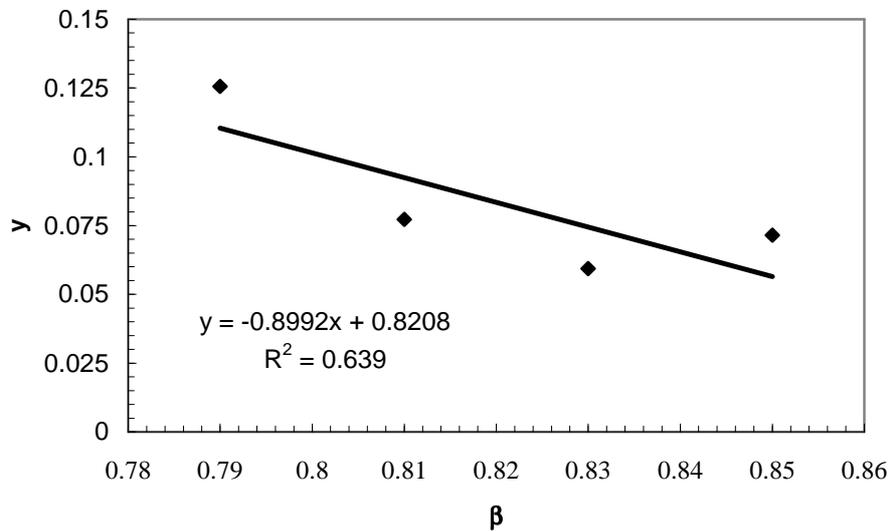


Figura 4.9 Ajuste de datos experimentales del crecimiento por aglomeración para el modelo (Bloque I).

De la gráfica dada en la Figura 4.9, a través de un ajuste por mínimos cuadrados se obtiene la ecuación de la línea recta ($y = -0.8992x + 0.8208$) cuya pendiente es $m = -3ks$ (ecuación 4.9), y como se conoce el valor de k se obtiene el valor del parámetro s , mientras que la ordenada al origen es igual a kf , de esta manera se conoce el valor del parámetro f . A partir de estos valores se obtiene el modelo para predecir el diámetro de granulo (Ecuación 1.8). En la Tabla 4.11 se presentan los valores de los diámetros del gránulo (D_{PI}) predichos por el modelo, para el bloque experimental I

Tabla 4.11 Valores predichos del diámetro del gránulo por el modelo de crecimiento por aglomeración para el bloque experimental I, donde la ecuación de la recta es la misma para todas las condiciones del bloque experimental I ($y = -0.899\beta + 0.8208$).

Condiciones: T, t, M	s	f	t (min)	Modelo	D _{PI} (μm)	d _g (μm)
80°C, 3min, 200g	0.469	1.284	3	$D_p = 78.4E-4 + (4.09E-4)t$	90.69	92.6
80°C, 3 min, 300g	0.469	1.284	3	$D_p = 78.4E-4 + (3.4E-4)t$	88.60	94.69
80°C, 5 min, 200g	0.469	1.284	5	$D_p = 78.4E-4 + (4.3E-4)t$	99.96	98.85
80°C, 5 min, 300g	0.469	1.284	5	$D_p = 78.4E-4 + (2.6E-4)t$	91.66	96.87

De manera análoga a lo realizado para el bloque I, se obtuvo el modelo de crecimiento para el bloque II empleando los datos experimentales de la Tabla 4.12 donde %L representa el porcentaje de lecitina.

Tabla 4.12 Datos experimentales empleados en la obtención del modelo de crecimiento por aglomeración del bloque experimental II.

T (°C)	t (min)	% L	ρ_g (g/cm ³)	$\hat{\rho}_e$ (g/cm ³)	ϵ_G	k	d _g (cm)	f _v	β (d _{po} /d _g)	y
100	3	5	0.523	0.57	0.39	0.64	93.8E-4	0.514	0.84	0.0706
100	3	2	0.554	0.58	0.39	0.64	94.7E-4	0.513	0.83	0.0748
100	5	5	0.524	0.57	0.39	0.64	10.9E-4	0.518	0.72	0.1179
100	5	2	0.528	0.56	0.39	0.64	10.1E-4	0.520	0.77	0.1188

En la Figura 4.10 se presentan los valores para la pendiente de la recta ($m = -3ks$), y la ordenada al origen (kf). A partir de estos valores nuevamente se obtienen los valores para los parámetros s y f los cuales se reportan en la Tabla 4.13, en esta misma también se presentan los valores de los diámetros del gránulo (D_{PII}) predichos por el modelo para el bloque experimental II.

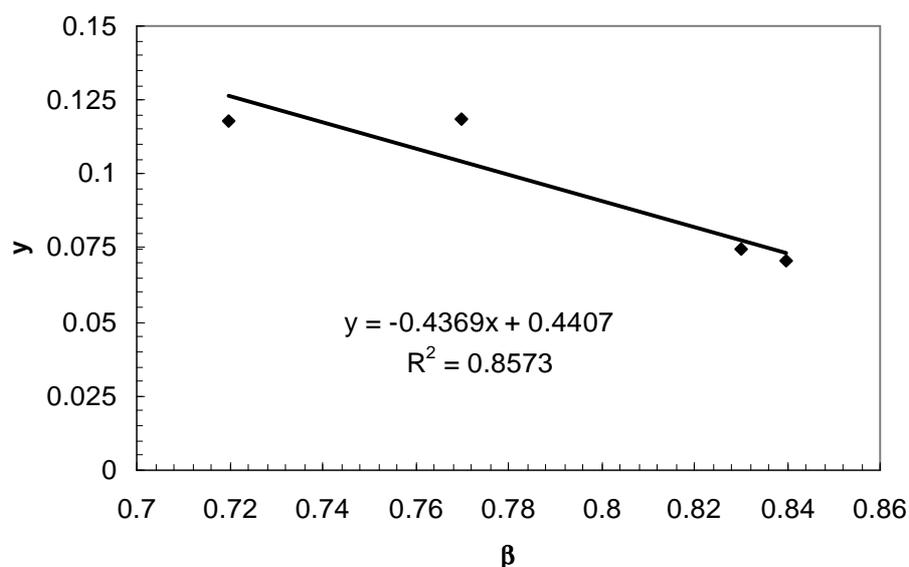


Figura 4.10 Ajuste de datos experimentales del crecimiento por aglomeración para el modelo (Bloque II).

Tabla 4.13 Valores predichos del diámetro del gránulo por el modelo de crecimiento por aglomeración para el bloque experimental II, donde la ecuación de la recta es la misma para todas las condiciones del bloque II ($y = -0.437\beta + 0.4407$)

Condiciones: T, t, %L	s	f	t (min)	Modelo	D_{PII} (μm)	d_g (μm)
100°C, 3min, 5%	0.228	0.688	3	$D_p = 78.4E-4 + (3.65E-4)t$	89.36	93.85
100°C, 3min, 2%	0.228	0.688	3	$D_p = 78.4E-4 + (3.87E-3)t$	90.01	94.67
100°C, 5min, 5%	0.227	0.686	5	$D_p = 78.4E-4 + (3.66E-4)t$	96.70	109.37
100°C, 5min, 2%	0.227	0.686	5	$D_p = 78.4E-4 + (3.58E-4)t$	96.84	101.37

En la Figura 4.11 se presenta una gráfica de paridad entre los diámetros obtenidos experimentalmente contra los obtenidos con el modelo de aglomeración para los dos bloques experimentales, así como el porcentaje de error entre los diámetros experimentales y los diámetros obtenidos con los modelos.

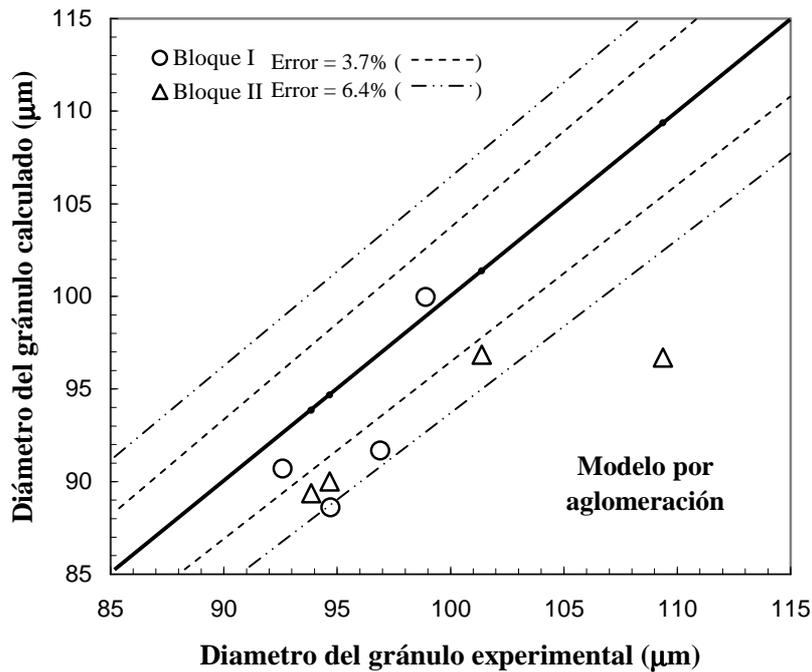


Figura 4.11 Gráfica de paridad para los diámetros obtenidos con el modelo de crecimiento por aglomeración.

De la Figura 4.11 se puede observar que el modelo por aglomeración en ambos bloques predice de manera adecuada los diámetros experimentales observándose un mejor ajuste en el bloque experimental I donde el error promedio es de 3.7%, mientras que la mayor desviación se obtiene en el bloque experimental II para diámetros de gránulos mayores ($D_{PII} > 100 \mu\text{m}$).

4.2.5 Modelos de crecimiento de partículas por capas

En la Tabla 4.14 se presentan las propiedades físicas del sólido inicial, la masa total de sólidos en el lecho, la densidad y la masa total del agente ligante adicionado al sistema. Estos valores son empleados para determinar el espesor que aumenta la partícula inicial en el modelo de crecimiento de partícula por capas el cual viene dado por la ecuación 1.13 (ver sección 1.1.2.2).

Tabla 4.14 Datos experimentales empleados en la obtención del modelo de crecimiento por capas del bloque experimental I.

m_b (g)	ρ_s (g/cm ³)	d_{po} (cm)	ρ_b (g/cm ³)	M_o (g)	$d = \frac{m_b \rho_s d_{po}^3}{2 \rho_b M_o}$
27	1.23	0.00784	1	200	4.00E-08
27				300	2.67E-08
45				200	6.67E-08
45				300	4.45E-08

Resolviendo la ecuación 1.13 obtenemos el espesor de la capa, que esta representado por (a), conociendo este valor se obtiene el diámetro del aglomerado por medio de la ecuación 1.9. En la Tabla 4.15 se presentan los valores de dicho espesor, obtenidos a las diferentes condiciones de trabajo así como el diámetro que predice el modelo por capas.

Tabla 4.15 Valores predichos del espesor del gránulo por el modelo de crecimiento por capas para el bloque experimental I.

Condiciones: T, t, M	d_g (cm)	Ecuación	Espesor: a (cm)	$d'=d_{po}+2a$ (cm)
80°C, 3min, 200g	9.26E-03	$4a^3+4.704E-02a^2+1.844E-04a-4.00E-8=0$	0.00021	0.0083
80°C, 3 min,300g	9.47E-03	$4a^3+4.704E-02a^2+1.844E-04a-2.67E-8=0$	0.00014	0.0081
80°C, 5 min,200g	9.89E-03	$4a^3+4.704E-02a^2+1.844E-04a-6.67E-8=0$	0.00033	0.0085
80°C, 5 min,300g	9.69E-03	$4a^3+4.704E-02a^2+1.844E-04a-4.45E-8=0$	0.00023	0.0083

De manera análoga a lo realizado en el bloque I, en el bloque II se llevo a cabo el cálculo del espesor de crecimiento de las partículas iniciales. En la Tabla 4.16 se presentan los valores empleados para determinar el espesor que aumenta la partícula inicial en el modelo de crecimiento de partícula por capas, para el bloque experimental II.

Tabla 4.16 Datos experimentales empleados en la obtención del modelo de crecimiento por capas del bloque experimental II.

m_b (g)	ρ_s (g/cm ³)	d_{po} (cm)	ρ_b (g/cm ³)	M_o (g)	$d = \frac{m_b \rho_s d_{po}^3}{2 \rho_b M_o}$
27.015	1.23	0.00784	1	200	4.00E-08
27.015					4.00E-08
45.025					6.67E-08
45.025					6.67E-08

En la Tabla 4.17 se presentan los valores obtenidos del espesor así como los diámetros del gránulo predichos por el modelo de crecimiento por capas, a partir de la ecuación 1.13

Tabla 4.17 Valores predichos del espesor del gránulo por el modelo de crecimiento por capas para el bloque experimental II.

Condiciones: T, t, %L	d_g (cm)	Ecuación	Esesor: a (cm)	$d'=dpo+2a$ (cm)
100°C, 3min, 5%	9.38E-03	$4a^3+4.704E-02a^2+1.844E-04a-4.00E-8=0$	0.00021	0.0083
100°C, 3min, 2%	9.47E-03	$4a^3+4.704E-02a^2+1.844E-04a-4.00E-8=0$	0.00021	0.0083
100°C, 5min, 5%	1.09E-02	$4a^3+4.704E-02a^2+1.844E-04a-6.67E-8=0$	0.00033	0.0085
100°C, 5min, 2%	1.01E-02	$4a^3+4.704E-02a^2+1.844E-04a-6.67E-8=0$	0.00033	0.0085

En la Figura 4.12 se presenta la gráfica de paridad entre los diámetros obtenidos con el modelo de crecimiento por capas y aquellos obtenidos experimentalmente para ambos bloques. Como se puede observar en este caso el ajuste del modelo es menor que con el modelo por aglomeración, debido a que el modelo por capas subestima los diámetros experimentales, con lo cual se hace evidente la importancia de las propiedades físicas que este tipo de modelo involucra además del hecho de que solo toma en cuenta las propiedades iniciales de la partícula y no la del gránulo obtenido experimentalmente como lo hace el modelo por aglomeración.

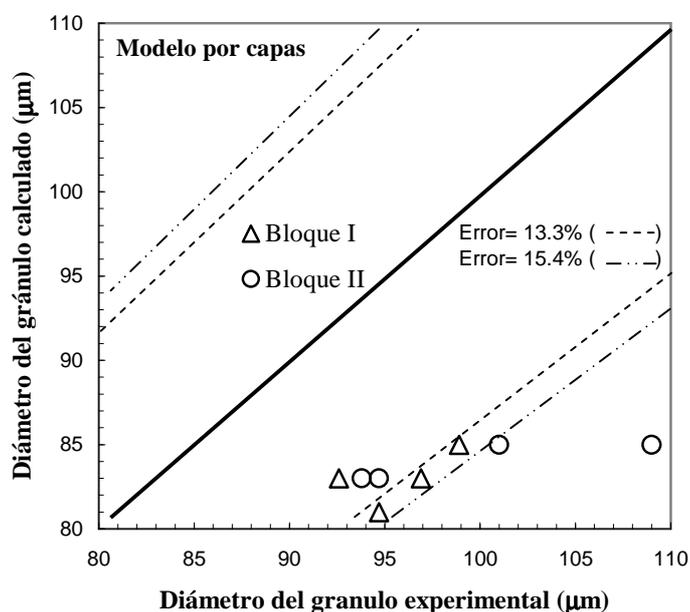


Figura 4.12 Gráfica de paridad de los diámetros obtenidos por el modelo de crecimiento por capas.

4.2.6 Análisis térmico

En el Apéndice E se presenta un termograma de una corrida experimental, en el que se pueden observar dos líneas continuas, una roja que representa la temperatura que prevalece en la parte superior de la cámara de fluidización y una azul, la cual representa la temperatura que prevalece en el lecho fluidizado; se puede notar que esta temperatura no sufre una variación importante. En el termograma se pueden identificar claramente tres zonas que son: la zona de estabilización térmica del sistema, seguida de la zona en la que se lleva a cabo el proceso de aspersión del medio aglomerante y finalmente la zona correspondiente al proceso de secado. Al inicio de la operación, en el equipo vacío hay un descenso en la temperatura debido a la carga de los sólidos a la cámara de fluidización e inmediatamente éstos se empiezan a calentar hasta que el sistema se vuelve a estabilizar térmicamente. Este tipo de termograma permite evaluar a lo largo del proceso la temperatura en el lecho con respecto al tiempo que dura el experimento.

Es importante señalar que el sistema es por lotes por lo que en el balance térmico es necesario conocer la tasa de cambio de temperatura con respecto al tiempo y esta información es obtenida directamente de los termogramas.

En las Tablas 4.18 y 4.19 se presentan los modelos polinomiales que describen el comportamiento térmico del sistema en función del tiempo, durante el proceso de adición del medio aglomerante para todas las corridas experimentales en ambos bloques, en el Apéndice F se presenta un termograma típico del proceso de aglomeración el cual corresponde al termograma 1 de la tabla 4.17.

Tabla 4.18 Modelos obtenidos para predecir el comportamiento térmico para el bloque experimental I durante la aglomeración de finos.

TERMOGRAMA	ECUACIÓN
1	$T = 3E-06t^2 - 0.0093t + 47.09$
2	$T = 0.0001t^2 - 0,0947t + 90,504$
3	$T = 0.0001t^2 - 0,0907t + 78.167$
4	$T = 2E-05t^2 - 0,0104t + 44,407$
5	$T = 1E-05t^2 - 0,0448t + 102.12$
6	$T = - 0,0002t^2 - 0,0019t + 101,75$
7	$T = 3E-05t^2 - 0,0202t + 101,95$
8	$T = 5E-05t^2 - 0,0625t + 100.46$
9	$T = 6E-05t^2 - 0,0516t + 88.442$
10	$T = 0,0002t^2 - 0,0817t + 91,761$
11	$T = 9E-05t^2 - 0,0785t + 92.007$

Tabla 4.19 Modelos obtenidos para predecir el comportamiento térmico para el bloque experimental II durante la aglomeración de finos.

TERMOGRAMA	ECUACIÓN
1	$T = 0.0001t^2 - 0,0857t + 64.529$
2	$T = -0.0005t^2 + 0.0231t + 680335$
3	$T = 0.1247t^2 - 2.6807t + 650478$
4	$T = 0.0001t^2 - 0,0852t + 60.846$
5	$T = 0.0002t^2 - 0,0781t + 74.733$
6	$T = 0.0001t^2 - 0,0645t + 72.908$
7	$T = 0.0001t^2 - 0,0895t + 73.288$
8	$T = -0.0006t^2 + 0,03t + 65.83$
9	$T = 0.0001t^2 - 0,0762t + 68.173$
10	$T = 0.0001t^2 - 0.0816t + 65.002$
11	$T = 0.0002t^2 - 0,0858t + 70.41$

4.3 Balances de masa y energía

El análisis de granulación en lechos fluidizados es derivado de la información obtenida de los balances de masa y energía, cuya expresión general se expresa de la siguiente manera:

$$\left(\begin{array}{c} \text{Flujo de masa o energía} \\ \text{que entra al sistema} \end{array} \right) - \left(\begin{array}{c} \text{Flujo de masa o energía} \\ \text{que sale del sistema} \end{array} \right) = \left(\begin{array}{c} \text{Rapidez de acumulación} \\ \text{de masa o energía} \\ \text{en el sistema} \end{array} \right)$$

Estos balances pueden emplearse en un trabajo a futuro para ampliar el conocimiento de los fenómenos involucrados en el proceso de aglomeración, en las siguientes secciones se presentan los balances de masa y energía preliminares del sistema estudiado.

4.3.1 Balance de masa

En la Figura 4.11 se muestran las corrientes de entrada y salida de los diferentes componentes presentes en el sistema.

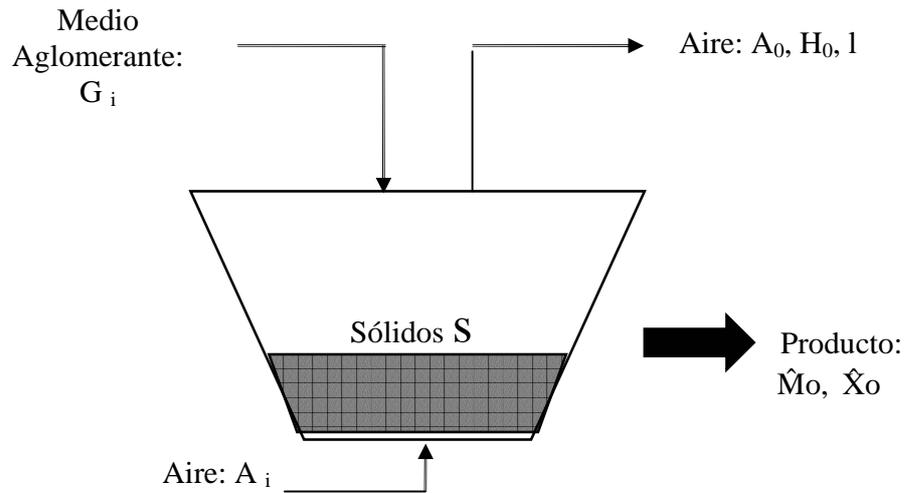


Figura 4.13 Corrientes de entrada y salida al sistema experimental

Los balances de masa parciales para cada componente están dados en las ecuaciones 4.10 a 4.12.

$$\text{AIRE (A): } A_i = A_o \quad (\text{Base seca}) \quad (4.10)$$

$$\text{HUMEDAD (H): } G_i \rho_{H_2O} + A_i H_i \rho_{\text{Aire}} = A_o H_o \rho_{\text{Aire}} + M_o \frac{d\hat{X}_o}{dt} \quad (4.11)$$

$$\text{Si } A_i = A_o = A; G_i \rho_{H_2O} = \hat{G}_i; A \rho_{\text{Aire}} = \hat{A}$$

Tomando en cuenta lo anterior obtenemos el balance de humedad que esta dado por la ecuación 4.12.

$$\hat{G}_i - \hat{M}_o \frac{d\hat{X}}{dt} = \hat{A}(H_o - H_i) \quad (4.12)$$

4.3.2 Balance de energía

En el balance de energía se desprecian los términos de energía cinética y potencial por ser muy poco importantes frente a los cambios entálpicos, considerando que no hay pérdidas de calor debido a que el sistema se encuentra aislado (proceso adiabático) y además la masa se mantiene constante durante el proceso de aglomeración, por lo que el balance de energía con sus diferentes contribuciones al sistema esta dado por la ecuación 4.13

$$\hat{G}_i C_{p_{H_2O}}(T-T_O) + \hat{A}(0.24+0.46Y)(T-T_O) = \Delta H_{vap} A(H-H_i) + [M_O(c_{p_{sol}} + Xc_{p_{liq}})] \frac{dT}{dt} \quad (4.13)$$

Donde el primer término del lado izquierdo corresponde al calor sensible del agua (medio aglomerante), el segundo término es el calor sensible del aire y su vapor de agua, mientras que el primer término del lado derecho representa la energía requerida para la evaporación del agua y finalmente el segundo término del lado derecho representa el calentamiento de los sólidos y el agua con respecto al tiempo (la tasa de cambio de la temperatura con respecto al tiempo se obtendrá del termograma que registra en todo momento del proceso la temperatura en el lecho).

5. CONCLUSIONES

De acuerdo a los resultados obtenidos se puede observar que cuando se emplea un agente surfactante (en este caso lecitina) se obtienen aglomerados de mayor tamaño que aquellos obtenidos empleando como medio aglomerante solo agua. El porcentaje de crecimiento obtenido con el empleo del agente surfactante fue de 30% en promedio, mientras que el porcentaje de crecimiento empleando solo agua fue del 24% en promedio. Esto ratifica que la lecitina favoreció el crecimiento del aglomerado debido a sus propiedades adhesivas.

Por otro los modelos lineales codificados obtenidos a través del diseño factorial para ambos bloques experimentales predicen de manera satisfactoria los diámetros de los aglomerados, lo cual se debe a que los modelos involucran tanto los efectos de las variables individuales como sus interacciones; es importante señalar que en ambos modelos el tiempo de adición del medio aglomerante tiene un mayor efecto en la predicción del diámetro del aglomerado lo cual se ve reflejado en un mayor valor del coeficiente.

A partir de los modelos anteriores se obtuvieron modelos lineales decodificados, en donde solo los términos significativos que permanecen en el modelo. En estos modelos también se observa que en el bloque experimental I, se tiene una adecuada predicción de los diámetros experimentales con un error promedio del 1.44%. En este caso el modelo que predice con un menor error los diámetros experimentales es aquel que involucra todas las variables individuales de operación (temperatura, tiempo de adición de medio aglomerante y masa de sólidos cargada al sistema). En cambio, para el bloque experimental II, el error promedio encontrado fue del 2.84% con los modelos decodificados, en este caso la ecuación que involucraba los efectos de las variables individuales así como sus interacciones presentó un mayor error (3.7%) que el error obtenido con el modelo que involucra solo al tiempo de adición del medio aglomerante (2.42%), y esto se debió a las interacciones entre las variables individuales tuvieron un efecto negativo en el diámetro del gránulo.

De acuerdo a los datos obtenidos con los modelos de crecimiento (aglomeración y capas) se puede concluir que el tipo de crecimiento del gránulo que se da en este trabajo es por aglomeración ya que con este modelo la predicción del diámetro de gránulo fue mejor con un

5. CONCLUSIONES

error promedio del 5%. Mientras que con el modelo por capas los diámetros fueron subestimados teniendo un error promedio del 14.325%.

Finalmente se puede concluir que se logro alcanzar el objetivo general de este trabajo, ya que se establecieron los limites operacionales de las variables seleccionadas las cuales fueron temperatura, masa de sólidos, tiempo de adición del agente aglomerante y concentración del agente surfactante que permitieron obtener aglomerados de diferentes diámetros. Además a partir del análisis de tamices se obtuvo la distribución de tamaño de los aglomerados lo que permitió a través de los modelos de crecimiento del gránulo esclarecer el modo de crecimiento de los aglomerados de este trabajo.

REFERENCIAS

- 1 Bacon, D.W. y Henson, T.L., 1985, *Statistical Design and Model Building*, Queen's University Kingston, Ontario.
- 2 Canela, I. J., Vizcarra, M. M., Ruiz, M. R. y Vernon, C. J., 1996, Fluidización de partículas finas obtenidas en un secador por aspersión, *Avances en Ingeniería Química*, 6(1), 20-23.
- 3 Davidson, D. y Harrison, T., 1985, *Fluidization*, Cap. 17, 563 -594, 2ª Edition, Academic Press, U.K.
- 4 Davies, W. L. y Gloor, W. T., 1971, Batch Production of Pharmaceutical Granulations in a Fluidized Bed I: Effects of Process Variables on Physical Properties of Final Granulation, *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 60(12), 1869-1873.
- 5 Francis, F. J., 1999, *Encyclopedia of food science and technology*, 2 edition, vol. 1.
- 6 Geldart, D., 1973, Types of Gas Fluidization, *Powder Technology*, vol. 7, 285-292.
- 7 Hogekamp, S. y Schubert, H., 2003, Rehydration of Food Powders, *Food Science Technology*, 9(3), 213-226.
- 8 Kunii, D. y Levespiel O., 1990, *Fluidization Engineering*, Wiley and Sons Inc.
- 9 McCabe W. L., Smith J. C. y Harriott P., 1991, *Operaciones Básicas de Ingeniería Química*, McGraw Hill, 4a edición.
- 10 Montgomery, C. D., 1991, *Design and Analysis of Experiments*, 4 ed., Wiley & Sons.
- 11 Perry, R. H. y Chilton, C. H., *Biblioteca del Ingeniero Químico*, 5ta. ed, 1986.
- 12 Rankell, A. S., Scott, M. W., Lieberman, H. A., Chow, F. S. y Battista, J. B., 1964, Continuous production of tablet granulations in a fluidized bed I-II, *Journal of pharmaceutical sciences*, 53(3), 320-324.
- 13 Rumpf, H., 1962, The strength of granules and agglomerates, *Agglomeration*, Interscience.
- 14 Sastry, K.V.S. y Fuerstenau, D.W., 1973, Mechanisms of agglomerate growth in Green Pelletizacion, *Powder Technology*, vol. 7,97-105.
- 15 Smith, J.M., 1986, *Ingeniería de la cinética química*, CECSA.
- 16 Smith, P.G. y Nienow, A.W., 1983, Particle growth mechanisms in fluidized bed granulation, *Chemical Engineering Science*, 38(8), 223-1231.

APENDICE A:

CODIFICACIÓN DE LOS PARÁMETROS DEL DISEÑO FACTORIAL.

Si se representan los niveles inferior y superior de cada variable natural normal, considerando el primer bloque experimental, de la manera siguiente:

Nivel inferior: temperatura del aire T_1 , masa de sólidos m_{S1} y tiempo de adición del agente ligante t_1

Nivel superior: temperatura del aire T_2 , masa de sólidos m_{S2} y tiempo de adición del agente ligante t_2

Estos valores podrían estar asociados como sigue:

$(T_1, m_{S1}, t_1); (T_2, m_{S1}, t_1); (T_1, m_{S2}, t_1); (T_1, m_{S1}, t_2)$
 $(T_2, m_{S2}, t_1); (T_2, m_{S1}, t_2); (T_1, m_{S2}, t_2); (T_2, m_{S2}, t_2)$

Estas ocho combinaciones pueden ser consideradas como las coordenadas de ocho puntos en colocación ortogonal, en la que cada uno de los tres ejes representa las variaciones independientes de los tres factores, teniendo por vector director la unidad de cada uno de estos parámetros. Se puede definir otro sistema de coordenadas tomando por origen el punto que tiene por coordenadas el valor medio de los dos niveles de cada variable:

$$\bar{T} = \frac{T_1 + T_2}{2}; \quad \bar{m}_s = \frac{m_{S1} + m_{S2}}{2}; \quad \bar{t} = \frac{t_1 + t_2}{2} \quad (A.1, A.2, A.3)$$

y sustituyendo estos factores en las variables reducidas o codificadas X_1 , X_2 y X_3 , definidas respectivamente por las siguientes ecuaciones:

$$X_1 = \frac{T - \bar{T}}{\Delta T}; \quad X_2 = \frac{m_s - \bar{m}_s}{\Delta m_s}; \quad X_3 = \frac{t - \bar{t}}{\Delta t} \quad (A.4, A.5, A.6)$$

Donde:

$$\Delta T = \frac{T_2 - T_1}{2}; \quad \Delta m_s = \frac{m_{S2} - m_{S1}}{2}; \quad \Delta t = \frac{t_2 - t_1}{2} \quad (A.7, A.8, A.9)$$

En este nuevo sistema que ahora es ortonormado, el dominio experimental ha sido transformado en un cubo centrado en el origen (0,0,0) y donde los vértices tienen respectivamente las siguientes coordenadas:

(-1, -1, -1); (1, -1, -1); (-1, 1, -1); (-1, -1, 1);
 (1, 1, -1); (1, -1, 1); (-1, 1, 1); (1, 1, 1)

La Figura A.1 representa la geometría cúbica de un diseño factorial 2^3

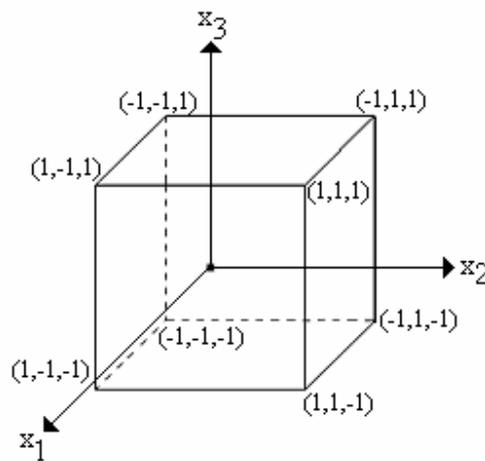


Figura A.1 Representación geométrica de un diseño experimental 2^3 en factores codificados.

El tamaño del aglomerado puede representarse como una función de los tres parámetros del diseño factorial, en un nuevo sistema de coordenadas, siguiendo una función polinomial de X_1 , X_2 , X_3 , del tipo:

$$D_{PI} = \alpha_0 + \alpha_1 X_1 + \alpha_2 X_2 + \alpha_3 X_3 + \alpha_{12} X_1 X_2 + \alpha_{13} X_1 X_3 + \alpha_{23} X_2 X_3 + \alpha_{123} X_1 X_2 X_3 \quad (A.10)$$

De manera similar, el segundo bloque experimental contempla la inclusión del efecto de la concentración de lecitina en agua, en lugar de masa de sólidos a aglomerar. Esto se decidió debido a que los resultados del anterior bloque experimental, demuestran que la masa de sólidos, en el dominio experimental estudiado, no tiene influencia importante sobre la variable de respuesta.

Si se representan los niveles inferior y superior de cada variable para este segundo bloque experimental tenemos:

Nivel inferior: temperatura del aire T_1 , concentración de lecitina L_1 y tiempo de adición del agente ligante t_1

Nivel superior: temperatura del aire T_2 , concentración de lecitina L_2 y tiempo de adición del agente ligante t_2

Estos valores podrían estar asociados como sigue:

$(T_1, L_1, t_1); (T_2, L_1, t_1); (T_1, L_2, t_1); (T_1, L_1, t_2)$

$(T_2, L_2, t_1); (T_2, L_1, t_2); (T_1, L_2, t_2); (T_2, L_2, t_2)$

La codificación de estos parámetros se hace de manera similar al caso anterior, quedando por lo tanto los siguientes polinomios.

$$D_{PII} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_3 + \beta_{12} X_1 X_2 + \beta_{13} X_1 X_3 + \beta_{23} X_2 X_3 + \beta_{123} X_1 X_2 X_3 \quad (A.11)$$

Repetición de experimentos.

Los resultados experimentales siempre están sujetos al error experimental, que puede deberse a condiciones ambientales y de operación en general, por lo que es necesario evaluarlo. Se puede admitir que el parámetro respuesta D_{PI} y D_{PII} , es afectado por un error experimental aleatorio ϵ del cual no se conoce la variancia. Por lo tanto, el valor verdadero de esta respuesta es:

$$D_{PI}^* \text{ o } D_{PII}^* = D_{PI} \text{ o } D_{PII} + \xi \quad (A.12)$$

Para una explotación correcta de los resultados es importante evaluar esta variancia del error experimental. Para lograr esto es necesario realizar una serie de repeticiones experimentales, siendo lo más práctico y económico realizarlas en el punto central del dominio experimental para así evitar darle preponderancia a algunos de los factores involucrados, además, así los resultados que eventualmente se obtengan mantendrán su carácter ortogonal.

Para ambos bloques experimentales los valores correspondientes al punto central quedan:

$T=90^\circ\text{C}$; $m_s=250$ g; $L=4\%$ peso; $t=4$ min. Y los valores codificados correspondientes quedan:

$$X_1=X_2=X_3=0$$

En este caso la estimación de la variancia del error experimental, σ^2 es determinada por la relación:

$$\sigma^2 = \frac{1}{2} \sum_1^3 \left(D_{Pk} - \bar{D}_{po} \right)^2$$
 donde \bar{D}_{po} es la medida aritmética de los valores del tamaño de partícula de los aglomerados en el punto central.

Calculo de los coeficientes de los polinomios.

Los ocho coeficientes del polinomio traducen las variaciones de la respuesta D_p del sistema en función de las tres variables reducidas X_1 , X_2 y X_3 que pueden ser determinadas a partir de 11 ecuaciones del tipo:

$$D_{Pi} = a_o + \sum_{i=1}^3 a_i X_{1i} + \sum_{i=1}^3 \sum_{j=i+1}^3 a_{ij} X_{1i} X_{j1} + a_{123} X_{1i} X_{2i} X_{3i} \quad (A.13)$$

Donde i representa el número de experimento.

El cálculo de los coeficientes del modelo puede hacerse con las siguientes relaciones:

$$a_o = \frac{1}{11} \sum_{i=1}^{11} D_{Pi} \quad (A.14)$$

$$a_i = \frac{1}{8} \sum_{i=1}^8 X_{i1} D_{Pi} \quad (A.15)$$

$$a_{ij} = \frac{1}{8} \sum_{i=1}^8 X_{i1} X_{j1} D_{Pi} \quad (A.16)$$

$$a_{123} = \frac{1}{8} \sum_{i=1}^8 X_{i1} X_{2i} X_{3i} D_{Pi} \quad (A.17)$$

El análisis estadístico del modelo polinomial permite eliminar los términos que no son importantes respecto al error. Este análisis consiste en comparar las sumas de cuadrados de las variables asociadas a los efectos principales y a sus interacciones con la variancia del error de acuerdo a las pruebas estadísticas de Fisher.

APENDICE B:

CURVAS DE CALIBRACIÓN DE ROTÁMETROS Y DE BOMBA PERISTÁLTICA.

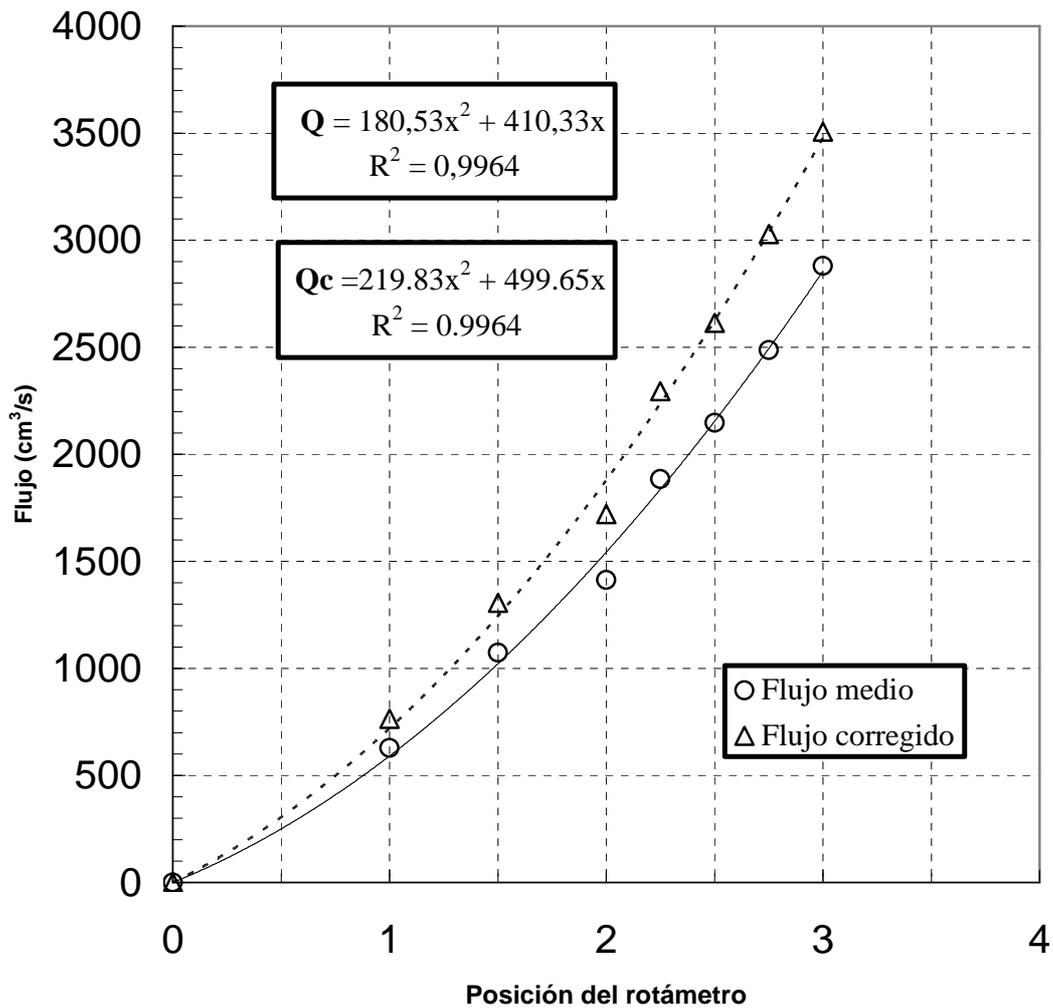


Figura B.1 Curva de Calibración para Rotámetro : Condiciones normales (o)

Condiciones estándar: $Q = Q_0 \frac{P_0}{P} \frac{T}{T_0} (\Delta)$

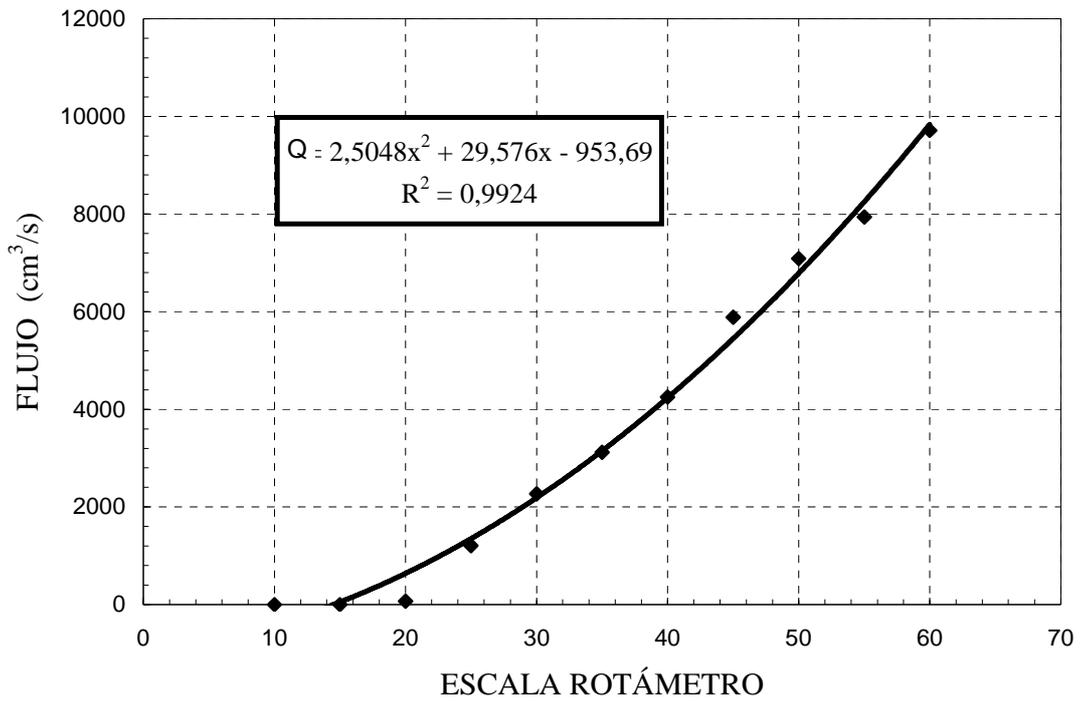


Figura B.2 Curva de Calibración para Rotámetro que alimenta a la boquilla de aspersión.

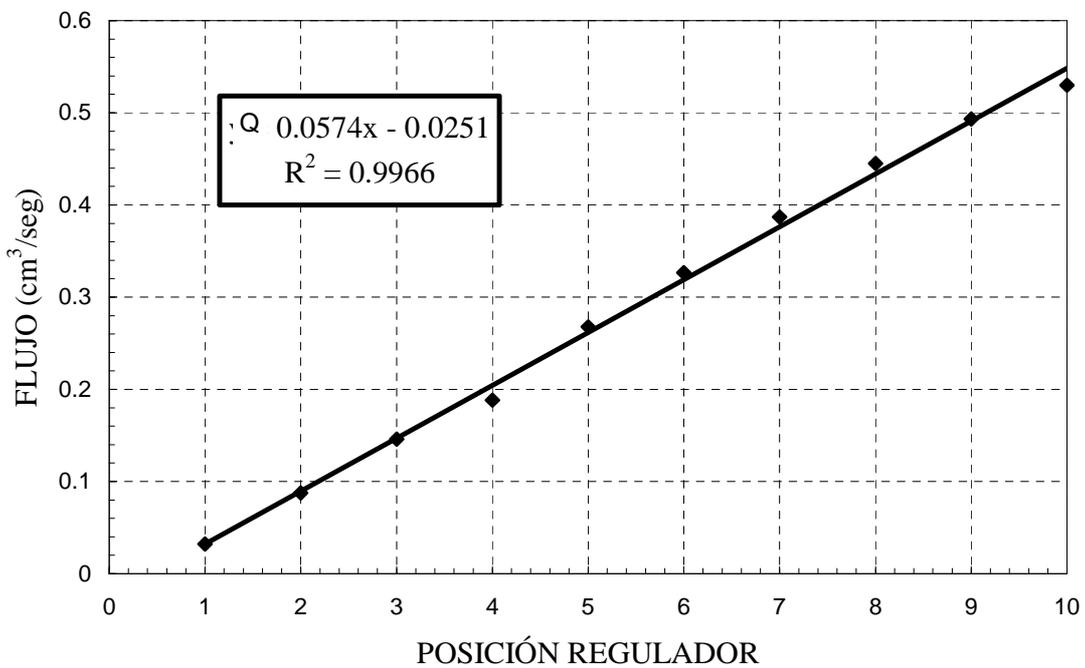


Figura B.3 Curva de Calibración para bomba peristáltica utilizando un flujo de agua.

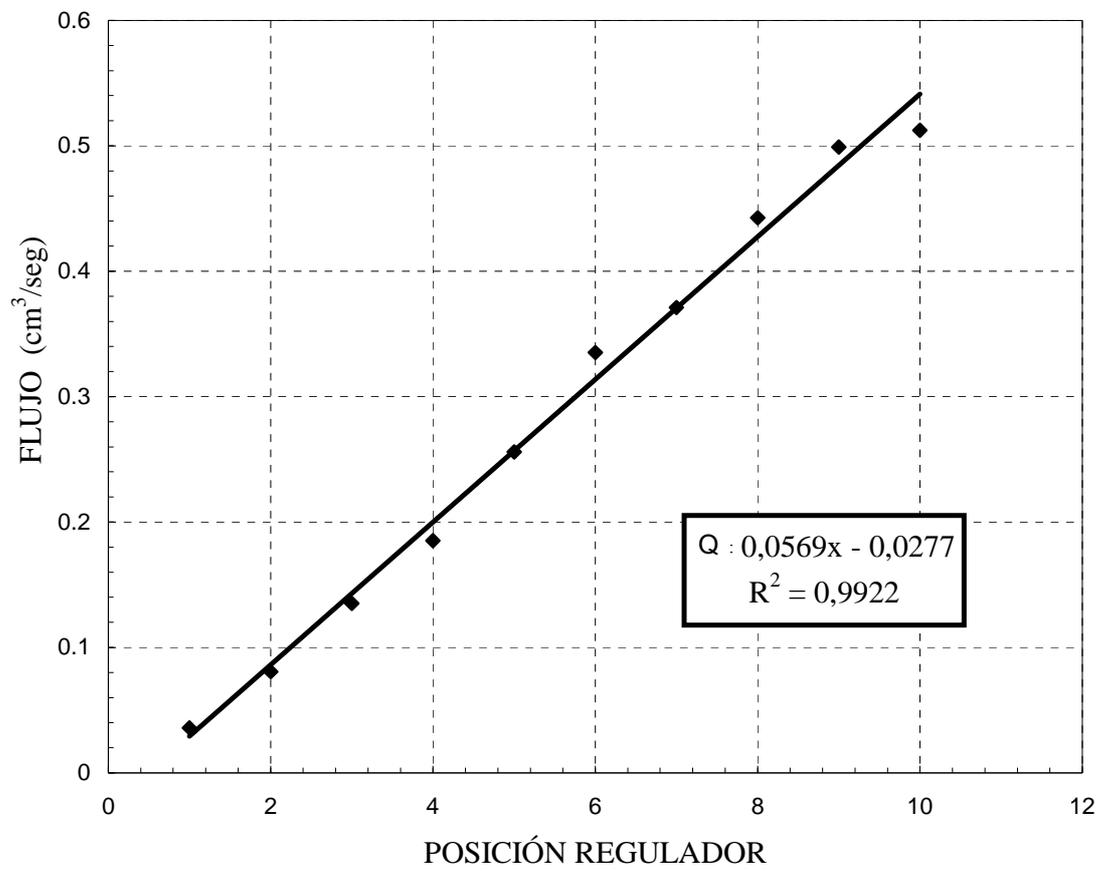


Figura B.4 Curva de Calibración para bomba peristáltica utilizando el flujo de agua y un flujo externo de aire.

APENDICE C:

DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA DE MUESTRA ORIGINAL.

En la Tabla C.1, se muestra la distribución en peso de los sólidos aglomerados en los diferentes tamices y el diámetro promedio ponderado y se comparan con los datos obtenidos con la muestra de referencia (original). Se puede notar que en general existe la tendencia a que disminuyan los sólidos retenidos en los tamices de menor abertura. Así mismo, el parámetro que más influye en el fenómeno de aglomeración, es el tiempo de atomización, es decir, a mayor tiempo se nota una tendencia a que aumente la población de sólidos aglomerados y en consecuencia, aumenta el tamaño promedio de partícula.

Tabla C.1 Distribución en peso de los sólidos aglomerados de acuerdo al diseño factorial 2³ para el bloque experimental I. **0** : muestra de referencia ; **1** :80°C, 3min, 200 g ; **2** :100°C, 3min, 200g ; **3** :80°C, 5min,300g ; **4** :100°C, 5 min,300g ; **5** :80°C, 5min, 200g ; **6** :100°C, 5min, 200g ; **7** :80°C, 3min, 300g ; **8** :100°C, 3min, 300g ; **9** :90°C, 4min, 250g

CORRIDA EXPERIMENTAL											
Malla No.	Abertura (µm)	zi (g/gtot)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
100	149.8	0.0824	0.167	0.190	0.200	0.259	0.237	0.206	0.209	0.212	0.207
150	104.1	0.2178	0.274	0.269	0.288	0.283	0.273	0.279	0.252	0.297	0.279
180	81.2	0.1602	0.179	0.193	0.189	0.180	0.175	0.189	0.181	0.180	0.182
200	73.6	0.1536	0.149	0.141	0.141	0.122	0.138	0.140	0.132	0.134	0.140
250	62.5	0.2189	0.165	0.152	0.146	0.120	0.135	0.150	0.163	0.137	0.145
300	54	0.0789	0.051	0.039	0.031	0.028	0.028	0.028	0.045	0.030	0.034
325	44	1.78E-3	6.84E-4	0.016	5.3E-4	0.007	0.016	0.007	0.018	0.001	0.013
$\bar{d}_p = (x_i / d_{pi})^{-1}$ (µm)		78.4	92.6	95.1	96.52	102.0	98.8	97.73	94.69	98.8	96.97

Tabla C.2 Distribución en peso de los sólidos aglomerados de acuerdo al diseño factorial 2^3 para el bloque experimental II. **1** :80°C, 3min, 5% ; **2** :80°C, 5min, 2% ; **3** :80°C, 5min, 5% ; **4** :80°C, 3 min, 2% ; **5** :100°C, 5min, 2% ; **6** :100°C, 5min, 5% ; **7** :100°C, 3min, 2% ; **8** :100°C, 3min, 5% ; **9** :90°C, 3 min, 3.5%.

CORRIDA EXPERIMENTAL											
Malla No.	Abertura (µm)	z _i (g/gtot)	1	2	3	4	5	6	7	8	9
100	149.8	0.0824	0.244	0.287	0.316	0.199	0.291	0.432	0.179	0.178	0.260
150	104.1	0.2178	0.285	0.272	0.271	0.275	0.247	0.194	0.274	0.278	0.278
180	81.2	0.1602	0.187	0.172	0.160	0.173	0.176	0.159	0.180	0.160	0.179
200	73.6	0.1536	0.141	0.127	0.105	0.135	0.106	0.064	0.160	0.153	0.114
250	62..5	0.2189	0.110	0.112	0.110	0.163	0.138	0.107	0.153	0.179	0.132
300	54	0.0789	0.023	0.020	0.027	0.042	0.030	0.036	0.042	0.039	0.029
325	44	1.78E-3	0.010	0.008	0.010	0.014	0.012	0.009	0.011	0.013	0.010
$\bar{d}_p = (x_i / d_{pi})^{-1}$ (µm)		78.4	101.5	103.76	105.08	95.40	101.37	109.37	94.67	93.85	101.25

APENDICE D:

VALORES DE DIÁMETRO DE GRÁNULO OBTENIDOS POR MODELOS CODIFICADOS

Tabla D.1 Valores de diámetro de partícula experimental y el obtenido por los modelos para el bloque experimental I

Temperatura	Tiempo	Masa	D_{PI}^E (μm)	D_{PI}^M (μm) (Ec.4.2)	D_{PI}^M (μm) (Ec.4.3)	D_{PI}^M (μm) (Ec.4.4)
80	3	200	92.6	93.948	95.288	92.9305
100	3	200	95.12	96.628	95.288	95.6105
80	5	200	98.85	97.488	98.828	96.4705
100	5	200	97.73	100.168	98.828	99.1505
80	3	300	94.69	93.948	95.288	94.9655
100	3	300	98.88	96.628	95.288	97.6455
80	5	300	96.87	97.488	98.828	98.5055
100	5	300	102	100.168	98.828	101.1855
Error Promedio (%)				1.55	1.70	1.09

Tabla D.2 Valores de diámetro de partícula experimental y el obtenido por los modelos para el bloque experimental II

Temperatura	tiempo	Lecitina	D_{PI}^E (μm)	D_{PI}^M (μm) Ec.4.6	D_{PI}^M (μm) Ec.4.8
80	3	2	94.67	96.36	91.33
100	3	2	103.76	96.36	94.33
80	5	2	101.37	104.9	101.73
100	5	2	101.5	104.9	97.53
80	3	5	93.85	96.36	96.79
100	3	5	105.08	96.36	92.59
80	5	5	109.37	104.9	98.79
100	5	5	95.4	104.9	100.59
Error Promedio (%)				2.42	3.8

Donde: D_{PI}^E (μm) Representan los valores de diámetro promedio obtenidos experimentalmente

D_{PI}^M (μm) Representan los valores de diámetro obtenidos por los modelos

APENDICE E:

TERMOGRAMA DEL PROCESO DE AGLOMERACIÓN

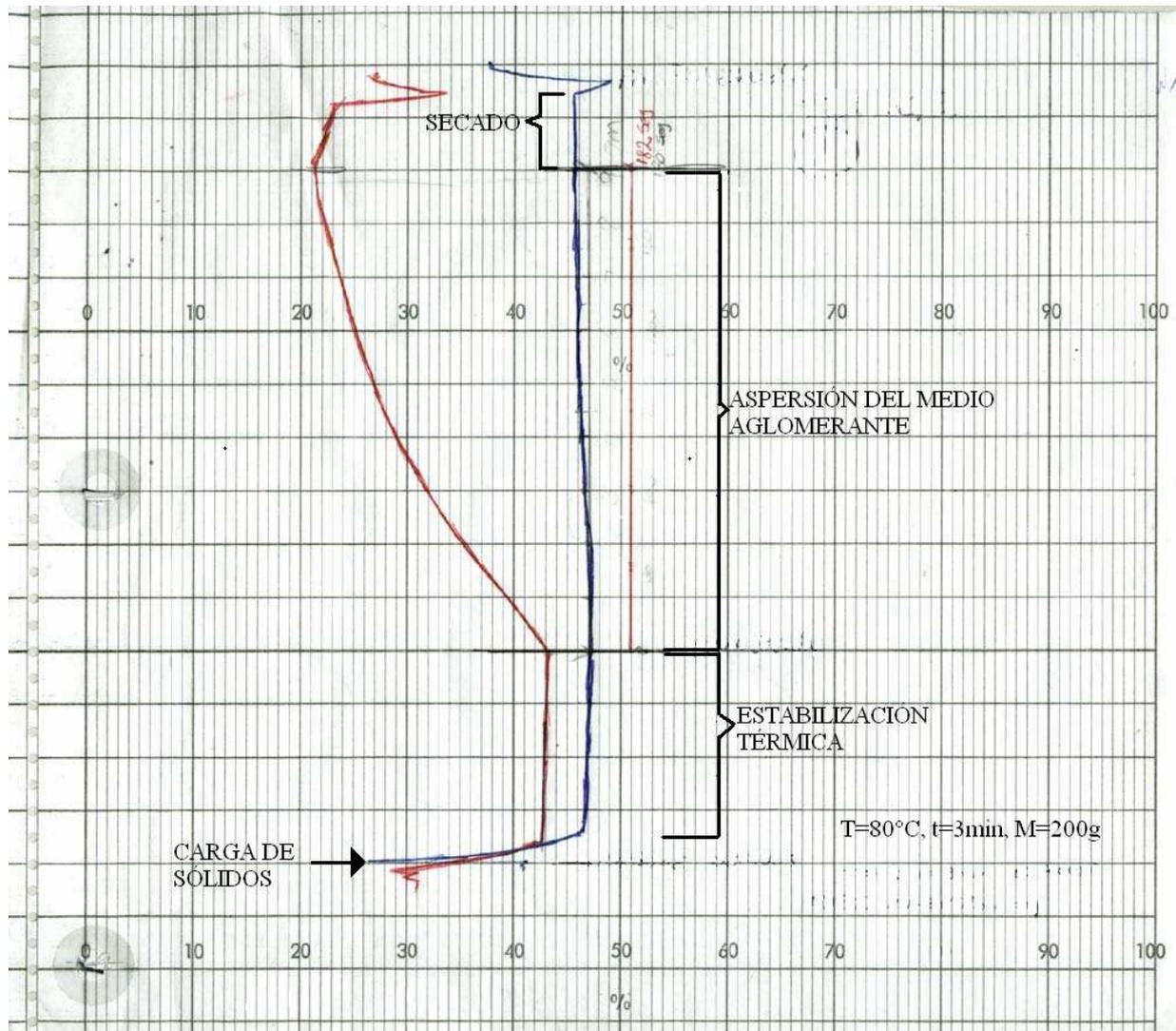


Figura E.1 Termograma de una corrida típica del proceso de aglomeración para las condiciones $T=80^{\circ}\text{C}$, $t=3\text{min}$ y $M=200\text{g}$

APENDICE F:

FOTOGRAFÍAS DE SÓLIDOS FINOS Y AGLOMERADOS



Figura F.1 Fotografía de las partículas finas de tamarindo

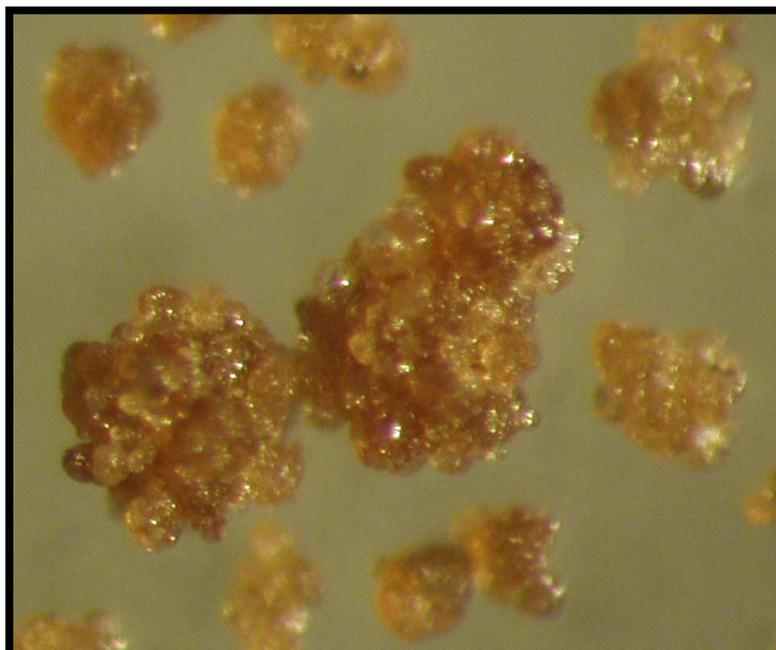


Figura F.2 Gránulos obtenidos a 100°C con un tiempo de aspersion de 5 min, y una masa de sólidos inicial de 200g.

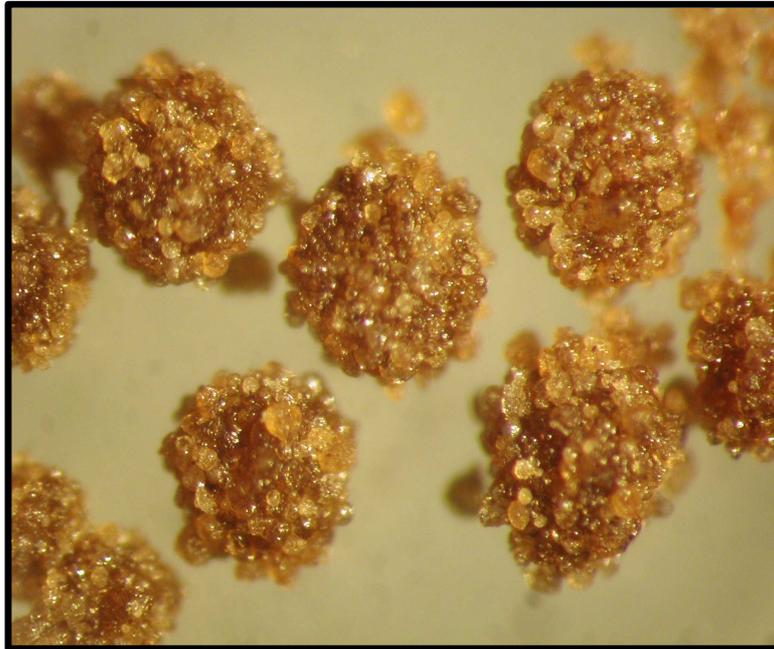


Figura F.3 Gránulos obtenidos a 80°C con un tiempo de aspersión de 5 min, y una masa de sólidos inicial de 200g.

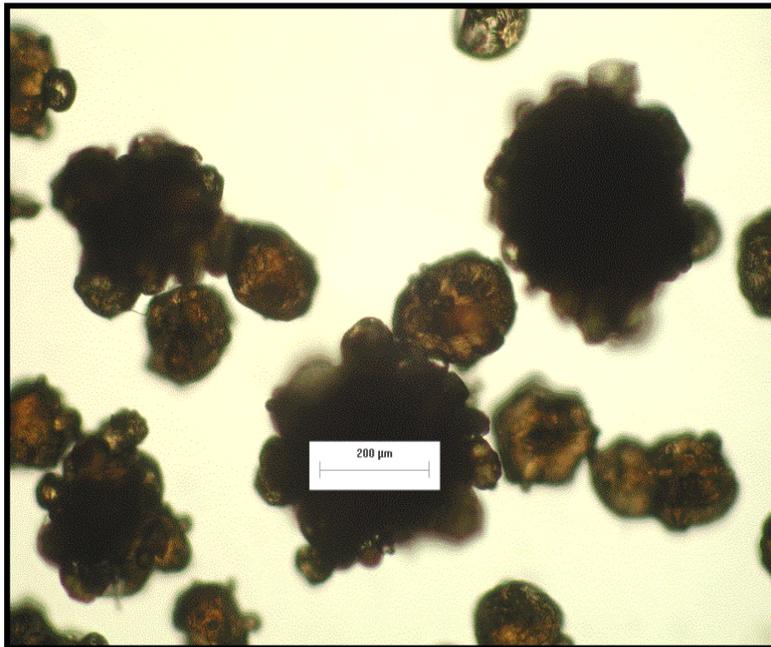


Figura F.4 Tamaño de gránulos obtenidos a 100°C con un tiempo de aspersión de 5 min, y una masa de sólidos inicial de 200g.

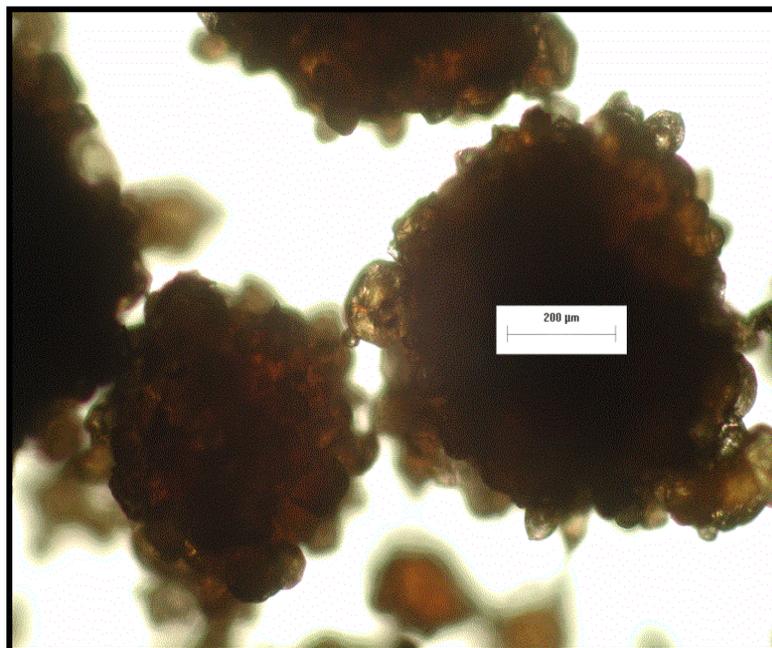


Figura F.5 Tamaño de gránulos obtenidos a 80°C con un tiempo de aspersión de 5 min, y una masa de sólidos inicial de 200g.



Figura F.6 Tamaño de gránulos obtenidos a 80°C con un tiempo de aspersión de 5 min, y un porcentaje de lecitina de 5%.



Figura F.7 Tamaño de gránulos obtenidos a 100°C con un tiempo de aspersión de 5 min, y un porcentaje de lecitina de 5%.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA

IZTAPALAPA

Tesis para obtener el grado de
Maestro en Ciencias (en Ingeniería Química)

**“Aglomeración de finos por medio de un
sistema combinado
aspersión-fluidización”**

PRESENTA

I.Q. Dagoberto Rios Morales



Casa abierta al tiempo

ASESOR DE TESIS:

Dr. Mario Gonzalo Vizcarra Mendoza

SINODALES

Dr. Richard Steve Ruiz Martínez
Dr. Guillermo Ismael Osorio Revilla

Abril-2005