



---

---

---

Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.  
FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

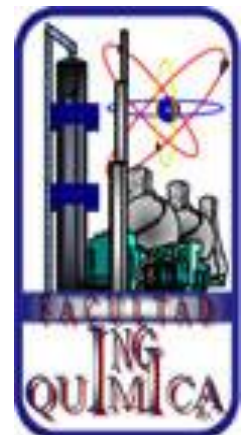
“CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE CRISTALES DE  
AZÚCAR OBTENIDOS A PARTIR DEL PROCESO DE  
CRISTALIZACIÓN POR ENFRIAMIENTO CON AGITACIÓN DE  
PASO VARIABLE”

COLOQUIO PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
INGENIERO QUÍMICO

PRESENTADO POR:  
KARLA LÓPEZ LEÓN

ASESOR:  
DR. MAYRA RUIZ REYES

FECHA:  
24/Septiembre/2014





**C. KARLA LÓPEZ LEÓN**  
**PASANTE**  
**LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA**  
**PRESENTE:**

**Oficio No. FIQ/AC/737/2014**  
**Asunto: Registro de Tema de Tesis**  
**Fecha: 30 de Junio de 2014**

Por medio del presente me permito informarle, de la aprobación del Registro de Tema de Tesis de la Licenciatura en Ingeniería Química cuyo título es el siguiente:

“CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE CRISTALES DE AZÚCAR OBTENIDOS A PARTIR DEL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN POR ENFRIAMIENTO CON AGITACIÓN DE PASO VARIABLE”

Con el siguiente contenido:

**INTRODUCCIÓN**

|                   |                               |
|-------------------|-------------------------------|
| <b>CAPÍTULO 1</b> | <b>ANTECEDENTES</b>           |
| <b>CAPÍTULO 2</b> | <b>METODOLOGÍA</b>            |
| <b>CAPÍTULO 3</b> | <b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b> |

**CONCLUSIONES**  
**BIBLIOGRAFÍA**

Directora de Tesis: Dra. Mayra Ruiz Reyes

Lo cual me permito comunicarle para su conocimiento y fines consiguientes aclarando que la vigencia de este tema será **ÚNICAMENTE POR UN AÑO**.



**ATENTAMENTE**  
**“Pensar Bien, Para Vivir Mejor”**



**M.I.C. MA. GPE. TITA VÁZQUEZ E. DE LOS MONTEROS**  
**SECRETARIA ACADÉMICA**

C.c.p. Directora de Tesis: Dra. Mayra Ruiz Reyes  
Archivo.



**Benemérita**  
**Universidad Autónoma de Puebla**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA**  
**CIUDAD UNIVERSITARIA**

LIC. Ma. Cristina Laura Gómez Aguirre.  
Directora de la Administración Escolar  
De la BUAP.  
Presente

ASUNTO:  
**AUTORIZACIÓN**  
**IMPRESIÓN DE TESIS**

Por este conducto me permito presentar a Ud. al C. pasante de la carrera de Ingeniería Química.

**Karla López León**

Quién presenta como tema de tesis:

**“CARACTERIZACIÓN MORFOLÓGICA DE CRISTALES DE AZÚCAR  
OBTENIDOS A PARTIR DEL PROCESO DE CRISTALIZACIÓN POR  
ENFRIAMIENTO CON AGITACIÓN DE PASO VARIABLE”**

La cual ha sido debidamente revisada y se autoriza para su impresión correspondiente.

Sin otro particular y para los fines que se estimen conducentes reitero mi distinción.

ATENTAMENTE

**“Pensar Bien, para Vivir Mejor”**

H. Puebla de Z., a 19 de septiembre de 2014

---

Director de Tesis  
Dr. Mayra Ruiz Reyes

# ÍNDICE

|   |          |
|---|----------|
| ÍNDICE DE TABLAS .....                            | IX       |
| ÍNDICE DE FIGURAS .....                           | XIV      |
| NOMENCLATURA .....                                | XVII     |
| CAPÍTULO 1 .....                                  | 1        |
| <b>INTRODUCCIÓN</b> .....                         | <b>1</b> |
| 1.1. <i>PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA</i> .....      | 2        |
| 1.2. <i>JUSTIFICACIÓN</i> .....                   | 2        |
| 1.3. <i>OBJETIVOS</i> .....                       | 3        |
| <b>Objetivo general</b> .....                     | 3        |
| <b>Objetivos específicos</b> .....                | 3        |
| 1.4. <i>MARCO TEÓRICO</i> .....                   | 3        |
| 1.4.1. <i>Cristalización</i> .....                | 3        |
| 1.4.2. <i>Nucleación</i> .....                    | 6        |
| 1.4.3. <i>Crecimiento del cristal</i> .....       | 6        |
| 1.4.4. <i>Agitación</i> .....                     | 10       |
| 1.4.5. <i>Velocidad de sedimentación</i> .....    | 12       |
| 1.4.6. <i>Espectrometría</i> .....                | 14       |
| 1.4.7. <i>Índice de refracción</i> .....          | 16       |
| 1.4.8. <i>Características del Azúcar</i> .....    | 16       |
| 1.4.8.1. <i>Tipos de enlace con el agua</i> ..... | 17       |
| 1.4.8.2. <i>Degradación térmica</i> .....         | 17       |
| 1.4.8.3. <i>Solubilidad</i> .....                 | 17       |
| 1.5. <i>ANTECEDENTES</i> .....                    | 19       |

|  |           |
|--|-----------|
| <b>CAPÍTULO 2</b> .....  | <b>25</b> |
| <b>METODOLOGÍA</b> .....   | <b>25</b> |
| 2.1. <i>EQUIPOS</i> .....  | 26        |
| 2.2. <i>REACTIVOS</i> .....  | 29        |
| 2.3. <i>PRUEBAS EXPERIMENTALES</i> .....   | 29        |
| 2.4. <i>CINÉTICAS DE CRISTALIZACIÓN DE AZÚCAR</i> .....  | 31        |
| 2.4.1. Índice de Refracción .....  | 32        |
| 2.5. <i>CARACTERIZACIÓN DE CRISTALES</i> .....   | 32        |
| a) Determinación de la velocidad de sedimentación .....  | 38        |
| b) Determinación de la distribución del tamaño del cristal del proceso de<br>cristalización en el estado estable del proceso de cristalización. .... | 40        |
| c) Identificación de aglomerados y unidades de partículas .....  | 42        |
| 2.6. <i>CARACTERIZACIÓN POR ANÁLISIS INSTRUMENTAL</i> .....  | 46        |
| 2.6.1. Espectroscopia.....   | 46        |
| <b>CAPÍTULO 3</b> .....  | <b>48</b> |
| <b>RESULTADOS</b> .....  | <b>48</b> |
| 3.1. <i>Concentración de solidos suspendidos</i> .....   | 49        |
| 3.2. <i>Cinéticas de cristalización</i> .....  | 51        |
| 3.3. <i>Perfiles de temperatura</i> .....  | 54        |
| 3.4. <i>Pruebas de sedimentación</i> .....   | 56        |
| 3.5. <i>Perfiles de tamaño contra tiempo</i> .....   | 61        |
| 3.6. <i>Dispersión de tamaño de partículas</i> .....   | 61        |
| 3.7. <i>Procesador de imágenes ImageJ</i> .....  | 63        |
| 3.8. <i>Determinación de impurezas en los cristales obtenidos.</i> ....  | 68        |
| 3.9. <i>Índices de refracción</i> .....  | 70        |

|                              |            |
|------------------------------|------------|
| <b>CONCLUSIONES.....</b>     | <b>71</b>  |
| <b>APÉNDICE A .....</b>      | <b>72</b>  |
| 1 EXPERIMENTO 10.....        | 73         |
| 2 EXPERIMENTO 11.....        | 74         |
| 2 EXPERIMENTO 12.....        | 75         |
| 3 EXPERIMENTO 13.....        | 76         |
| 4 EXPERIMENTO 16.....        | 77         |
| 5 EXPERIMENTO 17.....        | 78         |
| 6 EXPERIMENTO 18.....        | 79         |
| 7 EXPERIMENTO 21.....        | 80         |
| 8 EXPERIMENTO 22.....        | 81         |
| <b>APÉNDICE B.....</b>       | <b>82</b>  |
| B.1 EXPERIMENTO 14 .....     | <b>83</b>  |
| <i>B.1.1 Muestra 4.....</i>  | 83         |
| <i>B.1.1 Muestra5.....</i>   | 86         |
| <i>B.1.2 Muestra 6.....</i>  | 87         |
| <i>B.1.3 Muesrtra7 .....</i> | 89         |
| <i>B.1.4 Muestra 9.....</i>  | 90         |
| <i>B.1.5 Muestra 10.....</i> | 92         |
| <i>B 1.6 Muestra 12.....</i> | 93         |
| <i>B 1.7 Muestra 14.....</i> | 95         |
| <i>B 1.8 Muestra 16.....</i> | 96         |
| <i>B 1.9 Muestra 17.....</i> | 98         |
| B.2 EXPERIMENTO 16 .....     | <b>100</b> |
| <i>B.2.1 Muestra 3.....</i>  | 100        |

|  |            |
|--|------------|
| <i>B.2.2 Muestra 5</i> .....   | 102        |
| <i>B 2.3Muestra 7</i> .....  | 104        |
| <i>B.2.3 Muestra 9</i> .....   | 106        |
| <i>B 2.4 Muestra11</i> .....   | 108        |
| <i>B.2.5. Muestra 13</i> .....   | 110        |
| <i>B2.5. Muestra 15</i> .....  | 112        |
| <b>B.3 EXPERIMENTO 17</b> .....  | <b>114</b> |
| <i>B.3.1 Muestra 1</i> .....   | 114        |
| <i>B 3.2 Muestra 2</i> .....   | 115        |
| <i>B.3.3 Muestra 12</i> .....  | 117        |
| <i>B.3.4 Muestra 13</i> .....  | 118        |
| <i>B.3.5 Muestra 15</i> .....  | 119        |
| <i>B.3.6 Muestra 16</i> .....  | 120        |
| <i>B.3.7 Muestra 18</i> .....  | 121        |
| <b>B.4 EXPERIMENTO 18</b> .....  | <b>122</b> |
| <i>B.4.1 Muestra 2</i> .....   | 122        |
| <i>B.4.2 Muestra 3</i> .....   | 123        |
| <i>B.4.3 Muestra 5</i> .....   | 124        |
| <i>B.4.4 Muestra 6</i> .....   | 125        |
| <i>B.4.5 Muestra 8</i> .....   | 126        |
| <i>B.4.6 Muestra 11</i> .....  | 127        |
| <i>B.4.7 Muestra 12</i> .....  | 128        |
| <b>APÉNDICE C</b> .....  | <b>129</b> |
| C.1 A CONTINUACIÓN SE PRESENTAN LAS GRÁFICAS DE BARRARAS PARA EVALUAR LA<br>DISTRIBUCIÓN DE LAS PARTÍCULAS. .... | 130        |

|   |            |
|---|------------|
| C.2 ANÁLISIS DE IMAGEN (IMAGEJ) DE LOS COMPARATIVOS DESCRITOS EN LA METODOLOGÍA | 133        |
| <b>APÉNDICE D</b> .....   | <b>137</b> |
| <b>REFERENCIAS</b> .....  | <b>142</b> |

# Índice de tablas

|  |    |
|--|----|
| Tabla 1. 1 Propiedades de las redes de Bravais (Fuentes y Fuentes, 2008). .....                                | 9  |
| Tabla 1. 2 Picos característicos de absorción. (Abburra, SF). .....  | 15 |
| Tabla 2. 1 Elementos del sistema de cristalización.....  | 26 |
| Tabla 2. 2 Elementos del sistema de cristalización.....  | 27 |
| Tabla 2. 3 Equipo de análisis.....   | 28 |
| Tabla 2. 4 Selección de los puntos de muestreo para pruebas de sedimentación y procesamiento de imágenes. .... | 34 |
| Tabla 2. 5 Clasificación del cristal. ....   | 43 |
| Tabla 3. 1 Valores del experimento #14.....  | 49 |
| Tabla 3. 2 Concentración de solidos experimento 14. ....   | 50 |
| Tabla 3. 3 Estabilidad de las cinéticas.....   | 54 |
| Tabla 3. 4 Registro de cambio de nivel muestra 2 experimento 14. ....  | 56 |
| Tabla 3. 5 Velocidades de la muestra 2 experimento 14.....   | 57 |
| Tabla 3. 6 Valores de numero de partículas muestra 2 experimento 14.....                                       | 60 |

|  |    |
|--|----|
| Tabla 3. 7 Análisis Distribución de partícula comparativo #1.....                      | 63 |
| Tabla 3. 8 Análisis Morfológico comparativo #1.....                                    | 65 |
| Tabla 3. 9 Prueba IR alcohol 96%.....  | 70 |
| Tabla 3. 10 Pruebas de IR de alcohol y azúcar.....                                     | 70 |
| Tabla A. 1 Valor de la Concentración de sólidos del experimento 10.....                | 73 |
| Tabla A. 2 Valor de la Concentración de sólidos del experimento 11.....                | 74 |
| Tabla A. 3 Valor de la Concentración de sólidos del experimento 12.....                | 75 |
| Tabla A. 4 Valor de la Concentración de sólidos del experimento 13.....                | 76 |
| Tabla A. 5 Valores de concentración del experimento 16.....                            | 77 |
| Tabla A. 6 Valores de concentración del experimento 17.....                            | 78 |
| Tabla A. 7 Valores de concentración del experimento 18.....                            | 79 |
| Tabla A. 8 Valor de la Concentración de sólidos del experimento 21.....                | 80 |
| Tabla A. 9 Valor de la Concentración de sólidos del experimento 22.....                | 81 |
| Tabla B. 1 Condiciones del experimento 14.....   | 83 |
| Tabla B. 2 Diámetro de partícula, muestra 4, exp 14.....                               | 83 |
| Tabla B. 3 Numero de partículas por cada diámetro de partículas, muestra4, exp 14..... | 85 |

|   |     |
|---|-----|
| Tabla B. 4 Numero de partículas, para cada diámetro de las partículas muestra 5, exp14..... | 86  |
| Tabla B. 5 Diámetro de partícula, muestra 5, exp 14.....                                    | 87  |
| Tabla B. 6 Diámetro de partículas, muestra 6, exp 14.....                                   | 87  |
| Tabla B. 7 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 6, exp 14. ....                 | 88  |
| Tabla B. 8 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 7, exp 14. ....                 | 89  |
| Tabla B. 9 Diámetro de partícula, muestra7, exp 14.....                                     | 90  |
| Tabla B. 10 Diámetro de partícula, muestra 9, exp 14.....                                   | 90  |
| Tabla B. 11 Numero de partícula para cada diámetro, muestra 9, exp 14.....                  | 91  |
| Tabla B. 12 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 10, exp 14. ....               | 92  |
| Tabla B. 13 Diámetro de partícula, muestra 10, exp 14.....                                  | 93  |
| Tabla B. 14 Diámetro de partícula, muestra 12, exp.14.....                                  | 93  |
| Tabla B. 15 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 12, exp 14. ....               | 94  |
| Tabla B. 16 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 14, exp 14. ....               | 95  |
| Tabla B. 17. Diámetro de partícula, muestra 14, exp 14.....                                 | 96  |
| Tabla B. 18 Diámetro de partícula, muestra 16, exp 14.....                                  | 96  |
| Tabla B. 19 Numero de partícula para cada diámetro, muestra 16, exp 14.....                 | 97  |
| Tabla B. 20 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 17, exp 14. ....               | 98  |
| Tabla B. 21 Diámetro de partícula, muestra 17, exp 14.....                                  | 99  |
| Tabla B. 22 Condiciones del experimento.....  | 100 |
| Tabla B. 23 Diámetro de partícula, muestra 3, exp 16.....                                   | 100 |
| Tabla B. 24 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 3 exp 16. ....                 | 101 |
| Tabla B. 25 Diámetro de partícula, muestra5, exp 16.....                                    | 102 |

|   |     |
|---|-----|
| Tabla B. 26 Numero de partículas por cada diámetro, muestra 5, exp 16.....    | 103 |
| Tabla B. 27 Diámetro de partícula, muestra 7, exp 16.....                     | 104 |
| Tabla B. 28 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 7, exp 16. ....  | 105 |
| Tabla B. 29 Diámetro de partículas, muestra9, exp 16.....                     | 106 |
| Tabla B. 30 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 9, exp 16. ....  | 107 |
| Tabla B. 31 Diámetro de partículas, muestra 11, exp 11. ....                  | 108 |
| Tabla B. 32 Numero de partículas para cada tamaño, muestra 11, exp 16.....    | 109 |
| Tabla B. 33 Diámetro de partícula, muestra 13, exp 16.....                    | 110 |
| Tabla B. 34 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 13, exp 16. .... | 111 |
| Tabla B. 35 Diámetro de partícula, muestra 15, exp 16.....                    | 112 |
| Tabla B. 36 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 15, exp 16. .... | 113 |
| Tabla B. 37 Condiciones de enfriamiento del experimento 17.....               | 114 |
| Tabla B. 38 Diámetro de partícula, muestra 1, exp 17.....                     | 114 |
| Tabla B. 39 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 1, exp 17.....   | 115 |
| Tabla B. 40 Diámetro de partícula, muestra 2, exp 17.....                     | 115 |
| Tabla B. 41 Número de partículas para cada diámetro, muestra 2, exp 17.....   | 116 |
| Tabla B. 42 Diámetro de partículas, muestra 12, exp 17.....                   | 117 |
| Tabla B. 43 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 12, exp 17.....  | 117 |
| Tabla B. 44 Diámetro de partícula, muestra 13, exp 17.....                    | 118 |
| Tabla B. 45 Numero de partículas por cada diámetro, muestra 13, exp 17.....   | 118 |
| Tabla B. 46 Diámetro de partícula, muestra 15, exp 17.....                    | 119 |
| Tabla B. 47 Numero de partículas por cada diámetro, muestra 15, exp 17.....   | 119 |

|  |     |
|--|-----|
| Tabla B. 48 Diámetro de partículas, muestra 16, exp 17. ....                 | 120 |
| Tabla B. 49 Numero de partículas por cada diámetro, muestra 16, exp 17.....  | 120 |
| Tabla B. 50 Diámetro de partícula, muestra 18, exp 17.....                   | 121 |
| Tabla B. 51 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 18, exp 17..... | 121 |
| Tabla B. 52 Condiciones de enfriamiento del experimento 18.....              | 122 |
| Tabla B. 53 Diámetro de partícula, muestra 2 exp 18.....                     | 122 |
| Tabla B. 54 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 2 exp 18.....   | 123 |
| Tabla B. 55 Diámetro de partícula, muestra 3 exp 18.....                     | 123 |
| Tabla B. 56 Diámetro de partículas, muestra 5 exp 18.....                    | 124 |
| Tabla B. 57 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 5 exp 18.....   | 124 |
| Tabla B. 58 Diámetro de partículas, muestra 6.....                           | 125 |
| Tabla B. 59 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 6 exp 18.....   | 125 |
| Tabla B. 60 Diámetro de partículas, muestra 8 exp 18.....                    | 126 |
| Tabla B. 61 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 8 exp 18.....   | 126 |
| Tabla B. 62 Diámetro de partícula, muestra 11 exp 18.....                    | 127 |
| Tabla B. 63 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 11 exp 18.....  | 127 |
| Tabla B. 64 Diámetro de partícula, muestra 12 exp 18.....                    | 128 |
| Tabla B. 65 Numero de partículas para cada diámetro, muestra 12 exp 18.....  | 128 |

# Índice de figuras

|   |    |
|---|----|
| Figura 1. 1 Representación esquematizada de cristalización (Jones, 2002).....                     | 5  |
| Figura 1. 2 Curva de enfriamiento (Charles, 1969). .....  | 6  |
| Figura 1. 3 Crecimiento de la interface del cristal-solución (Mullin, 2001). .....                | 7  |
| Figura 1. 4 Formación de vórtice y tipo de flujo en un tanque agitado (McCabe y Smith, 2003)..... | 11 |
| Figura 1. 5 Prototipo de agitador propuesto. ....   | 12 |
| Figura 1. 6 Formula del azúcar.....   | 16 |
| Figura 1.7 Curva de solubilidad de la sacarosa (McCabe, 1991).....                                | 18 |
| Figura 1. 8 Árbol de clasificación de cristales de sacarosa.....                                  | 23 |
| Figura 2. 1 Ventana de acceso del programa ImageJ.....  | 35 |
| Figura 2. 2 Ventana de ImageJ para abrí la imagen “Filel-Open”.....                               | 35 |
| Figura 2. 3 Comando “Process-Find Edges” en ImageJ. ....  | 36 |
| Figura 2. 4 Commando “Adjust-Color Threshold” ImageJ. ....  | 36 |
| Figura 2. 5 Comando “Analyze Particles” en ImageJ.....  | 37 |
| Figura 2. 6 Comando “Distribution” en ImageJ. ....  | 37 |

|   |    |
|---|----|
| Figura 2. 7 Equipo montado para video de sedimentación. ....  | 38 |
| Figura 2. 8 Gradilla “Grid cell counter”. ....  | 39 |
| Figura 2. 9 Diagrama del tubo para determinar velocidades de sedimentación. ....  | 40 |
| Figura 2. 10 Ventana “Plugins”. ....  | 44 |
| Figura 2. 11 Ventana “Cell Counter”. ....   | 44 |
| Figura 2. 12 Ejemplo de la imagen procesada para determinar las diferentes formas y tamaños presentes en las muestras. .... | 45 |
| Figura 2. 13 Resultados de ImageJ. ....   | 46 |
| Figura 2. 14 Espectro de Sacarosa. ....   | 47 |
| Figura 3. 1 Cinéticas de cristalización paso variable ....  | 52 |
| Figura 3. 2 Cinéticas de cristalización paso constante. ....  | 53 |
| Figura 3. 3 Perfiles de Temperatura paso variable. ....   | 55 |
| Figura 3. 4 Perfiles de temperatura paso constante. ....  | 56 |
| Figura 3. 5 Perfil de tamaño de partícula. ....   | 61 |
| Figura 3. 6 Dispersión de tamaño de partículas, experimento 14. ....  | 62 |
| Figura 3. 7 espectros del azúcar, materia prima. ....   | 68 |

|  |     |
|--|-----|
| Figura 3. 8 Espectro del azúcar, producto2. ....           | 68  |
| Figura 3. 9 Espectro del azúcar, materia prima2. ....      | 69  |
| Figura 3. 10 Espectro del azúcar, producto1. ....          | 69  |
| Figura C. 1 Distribución de tamaño, experimento 16. ....   | 130 |
| Figura C. 2 Distribución de tamaño, experimento 17. ....   | 131 |
| Figura C. 3 Distribución de partícula experimento 18. .... | 132 |

# Nomenclatura

|           |                                     |              |
|-----------|-------------------------------------|--------------|
| $f_1$     | Peso del filtro                     | g            |
| $f_2$     | Peso del filtro con sólidos         | g            |
| $V_m$     | Volumen de muestra                  | ml           |
| $M_s$     | Masa de sólidos                     | g            |
| $C_s$     | Concentración de sólidos            | $g\ ml^{-1}$ |
| $h$       | Altura                              | cm           |
| $h_{ref}$ | Altura inicial de toma de muestra   | cm           |
| $h_i$     | Altura de cambio de nivel           | cm           |
| $t$       | Tiempo                              | s            |
| $t_{ref}$ | Tiempo inicial de toma de muestra   | s            |
| $t_i$     | Tiempo de cambio de nivel           | S            |
| $v_t$     | Velocidad puntal de sedimentación   | $cm\ s^{-1}$ |
| $v$       | Velocidad promedio de sedimentación | $cm\ s^{-1}$ |
| $dP$      | Diámetro de partícula               | cm           |

|               |                                       |                                  |
|---------------|---------------------------------------|----------------------------------|
| $\mu$         | Viscosidad del alcohol                | $\text{g cm}^{-1} \text{s}^{-1}$ |
| $g$           | Aceleración de la gravedad            | $\text{cm s}^{-2}$               |
| $\rho_l$      | Densidad alcohol                      | $\text{g cm}^{-3}$               |
| $\rho_p$      | Densidad de la partícula (azúcar)     | $\text{g cm}^{-3}$               |
| $m_{s,x}$     | Masa de sólidos experimental          | $\text{g}$                       |
| $V_{PE}$      | Volumen de partícula equivalente      | $\text{ml}$                      |
| $m^L$         | Masa de lecho experimental            | $\text{g}$                       |
| $X_s$         | Fracción volumétrica de sólidos (v/v) |                                  |
| $\rho^L$      | Densidad de lecho experimental        | $\text{g cm}^{-3}$               |
| $V^L$         | Volumen de lecho                      | $\text{ml}$                      |
| $\varepsilon$ | Porosidad de lecho                    | $\text{cm}^3 \text{cm}^{-3}$     |
| $h^L$         | Altura de lecho                       | $\text{cm}$                      |
| $d^L$         | Dímetro de lecho                      | $\text{cm}$                      |
| $A$           | Área de transferencia                 | $\text{cm}^2$                    |

# Capítulo 1

# INTRODUCCIÓN

---

La cristalización es un proceso de separación sólido- líquido en el que hay transferencia de masa de un soluto de la solución líquida a una fase cristalina sólida pura. Un ejemplo importante es la producción de azúcar (sacarosa) de *Saccharum officinarum*, donde la sacarosa se cristaliza de una solución acuosa (Geankoplis, 1998). La nucleación secundaria y la aglomeración de contacto se genera por la acción de una fuerza mecánica sobre los cristales que hay en la disolución sobresaturada esta se origina por el contacto con un agitador, por los choques mutuos entre cristales y el mezclador o con la pared del recipiente, durante el contacto o choques se generan pequeñas partículas desde la superficie del cristal y se inicia su crecimiento, algunos de estos cristales serán nuevas semillas y originaran nuevos cristales pero otros se depositaran en los cristales ya formados o chocaran entre ellos y se formarán aglomerados (Isern, 2007).

Con el fin de mejorar el comportamiento de la evolución del cristal, se han realizado estudios respecto a los efectos de la agitación sobre la cristalización, sin embargo, estos se han limitado a estudios empleando agitadores convencionales, y principalmente el efecto de la velocidad angular. En este trabajo de tesis se presume que modificando la inclinación de las aspas se puede afectar la eficiencia de mezclado durante el proceso de cristalización teniendo un efecto relevante sobre la morfología del cristal.

## **1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

En los sistemas de agitación tipo tanque agitado para cristalización, el movimiento de los agitadores puede ocasionar que en el impacto con las partes móviles, los cristales pueden romperse en fragmentos y así dar lugar a nuevos cristales grandes, pequeños o aglomerados, así como modificar la geometría del cristal al formar esquinas y bordes redondeados. Estos efectos degradan la calidad del producto, principalmente a velocidades altas las cuales son comúnmente empleadas para lograr la suspensión de los sólidos presentes en el sistema.

Con el fin de mejorar el comportamiento de la evolución del cristal, se han realizado estudios respecto a los efectos de la agitación sobre la cristalización, sin embargo, estos se han limitado a estudios empleando agitadores convencionales, y principalmente el efecto de la velocidad angular sin estudiar el efecto del cambio de paso de las aspas del impulsor.

## **1.2. JUSTIFICACIÓN**

Si los cristales se comercializan como un producto acabado, la aceptación por los consumidores exige cristales individuales, de tamaño uniforme y sin la formación de agregados, por lo que es vital el desarrollo de tecnología que permita inhibir estos fenómenos y encontrar el proceso ideal.

En este trabajo de tesis se pretende estudiar, la eficiencia de un prototipo de agitación mecánica sobre la morfología de los cristales de azúcar, cuya principal característica de funcionamiento es el cambio de paso en las aspas del impulsor.

### **1.3. OBJETIVOS**

#### **Objetivo general**

1. Estudiar el efecto del cambio de paso en las aspas del agitador sobre la morfología de cristales de azúcar obtenidos mediante cristalización por enfriamiento en un sistema tipo tanque agitado.

#### **Objetivos específicos**

1. Evaluar experimentalmente el efecto de la inclinación de las aspas sobre la concentración de sólidos suspendidos, tamaño y forma durante el proceso de cristalización.
2. Caracterizar los cristales en función de su tamaño y forma mediante microscopía digital y medición de velocidad de sedimentación.
3. Evaluar la distribución del tamaño del cristal en la región estable de proceso de cristalización.

### **1.4. MARCO TEÓRICO**

#### **1.4.1. Cristalización**

Se dice que en este proceso de cristalización el sistema incrementa el orden ya que pase de un sistema desordenado (la disolución) a un sistema mucho más ordenado (el cristal) (Grases, 2000).

De acuerdo con las leyes termodinámicas para que el proceso de cristalización sea espontáneo debe producirse un descenso de energía que compense el incremento de orden. Si este cambio se realiza a temperatura y volumen constantes, la función de estado en la que se consideran componentes de energía y orden es la energía de Helmholtz, como en la Ecuación 1.1.

$$F = U - TS \quad (1.1)$$

En donde U es la energía interna, T es la temperatura y S es la entropía.

Así mismo, si durante el cambio se mantienen constantes la temperatura y la presión, la función de estado característica es la energía de Gibbs como en la Ecuación 1.2 (Grases, 2000).

$$G = H - TS \quad (1.2)$$

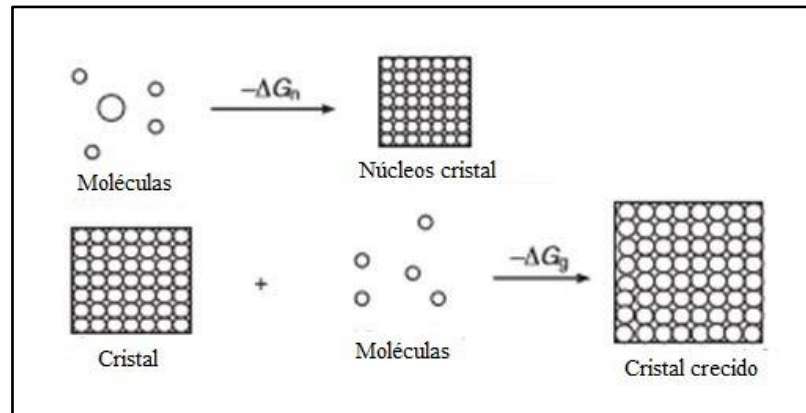
La gran mayoría de los cambios de fase ocurren a presión constante, así que para la descripción de sistemas cuyas fases están en estado de equilibrio, utilizaremos la energía de Gibbs. Por lo tanto, para que pueda tener lugar el cambio de fase en el sistema, esta acción tiene que estar unida al descenso de la energía de Gibbs del sistema, o sea  $\Delta G < 0$ , a presión y a temperatura constantes. Así, cuanto mayor sea la disminución de la energía de Gibbs, mayor será también la fuerza impulsora de la cristalización. En el estado de equilibrio en el que se obtiene el menor valor de G, en el cual el sistema se caracteriza por mantener constante, la composición y la cantidad de cada fase.

El valor absoluto de  $\Delta G$  depende de la disminución del sistema que cristaliza. Con el fin de eliminar esta restricción, es preferible la introducción de una magnitud relacionada con  $\Delta G$  pero independientemente de la disminución del sistema y esta será la variación del potencial químico, se puede demostrar que para el potencial químico es una función de la llamada sobre saturación,  $\sigma$ , definida para una disolución como se muestra en la Ecuación 1.3:

$$\sigma = \frac{c}{c_{eq}} \quad (1.3)$$

En donde c es la concentración actual de la disolución y  $c_{eq}$  representa la concentración de una disolución saturada a la misma temperatura (Grases, 2000). Por lo tanto, la solubilidad y la saturación del soluto es un parámetro importante en la cristalización.

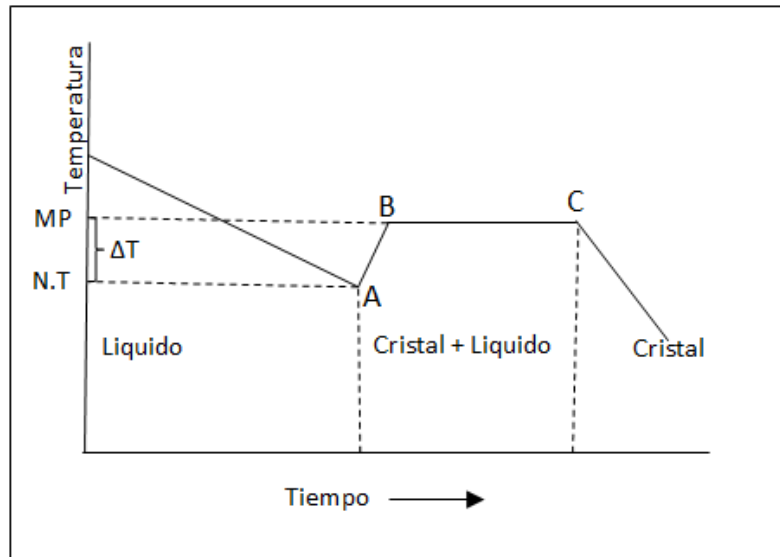
La cristalización es un proceso de dos pasos; la nucleación y el crecimiento del cristal que requiere un cambio de energía libre de Gibbs, como se muestra la Figura 1. 1.



**Figura 1. 1** Representación geométrica para la cristalización (Jones, 2002).

Tanto la nucleación y el crecimiento de cristales dependen del grado de sobresaturación. Los procesos de formación de partículas que se producen durante la cristalización y precipitación son en primer lugar la nucleación, que determina la formación inicial de cristales.

Como se observa en la Figura 1. 2, el enfriamiento rápido produce la formación de núcleos, en el punto A, mientras que el enfriamiento lento (después del punto C) produce partículas gruesas a las que se les denomina cristales. En el punto A, donde ocurre la formación del núcleo se alcanza una temperatura por debajo de la temperatura de saturación (subenfriamiento). Posteriormente mientras el núcleo crece, la temperatura se eleva debido a la liberación de calor latente por la formación del sólido hasta alcanzar una nueva temperatura (punto B). Es aquí en donde el sistema entra a un nuevo estado de equilibrio en donde se da el crecimiento del cristal a temperatura constante. Al proceso que ocurre entre los puntos A y C se le denomina “crecimiento de cristal”.



**Figura 1. 2** Curva de enfriamiento (Charles, 1969).

### 1.4.2. Nucleación

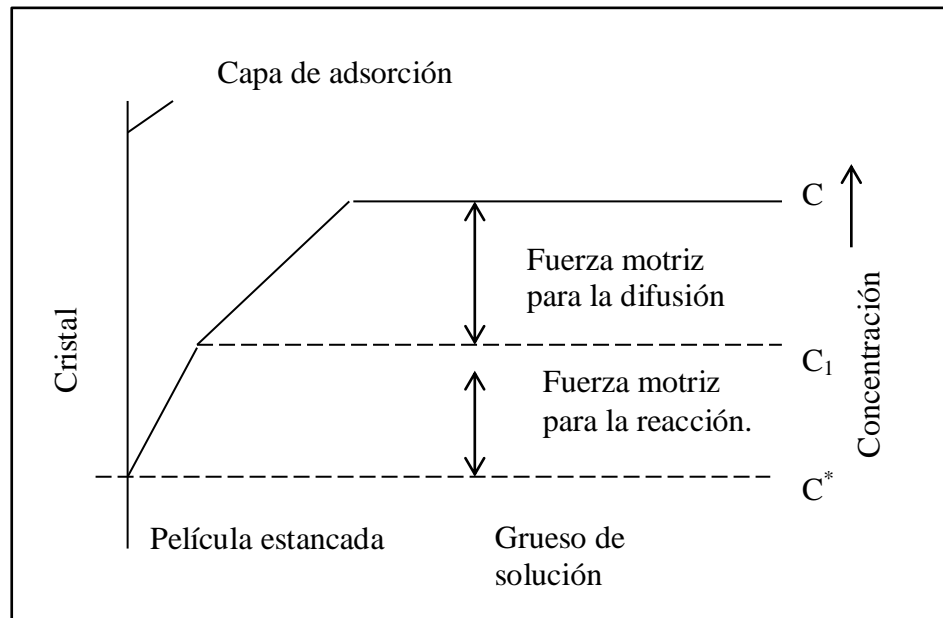
Se llama nucleación al comienzo de la transformación de una fase inestable a otra más estable (Charles, 1969), llamaremos núcleos a los embriones formados primero de sólo unos pocos nanómetros de tamaño, que posteriormente crecen para producir cristales tangibles.

Es así, que el núcleo es la primera etapa de formación de la fase sólida, producido por la agrupación y agregación de moléculas o iones en una masa fundida sobresaturada permitiendo que dichas entidades crezcan en lugar de disolverse (Mullin, 2001).

### 1.4.3. Crecimiento del cristal

El crecimiento del cristal es un proceso de difusión y de integración de la solución madre, modificado por el efecto de la superficie sólida sobre la que se producirá (Figura 1. 3). Durante el crecimiento del cristal, moléculas de soluto o iones llegan a las caras de un cristal por difusión a través de la fase líquida. La tasa de crecimiento de los cristales se puede expresar como la velocidad de incremento de una superficie del cristal en dirección perpendicular a la cara. Las

variaciones que se producen en la forma del cristal ocurren cuando las caras individuales crecen a ritmos diferentes (Mullin, 2001).



**Figura 1. 3** Crecimiento de la interfase del cristal-solución (Mullin, 2001).

Los cristales con dimensiones críticas originados en el sistema por medio de la nucleación son demasiado pequeños para poder ser detectados por métodos experimentales (Luna, 2012). Sin embargo, debido a que estas partículas se encuentran en un sistema sobresaturado se pueden unir a ellas otras unidades y con ello aumentan su volumen. Los cristales más grandes que están en contacto con la disolución sobresaturada se comportan de forma similar. Las unidades constructivas que se unen al cristal aumentan el volumen de este, salvo que el proceso sea impedido por razones específicas, como la presencia de impurezas. Así, un cristal en contacto con una fase saturada crece (Grases, 2000).

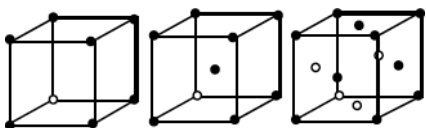
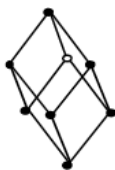
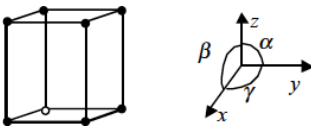
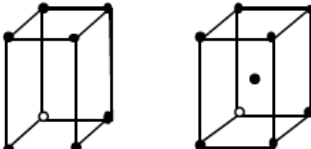
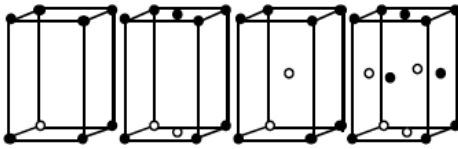
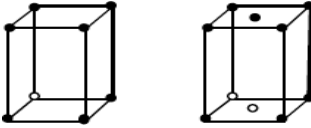

En el crecimiento de los cristales concurren dos procesos cinéticos, que son:

1. Transporte de masa a unidades constructivas desde el volumen de la disolución sobresaturada hacia el cristal por difusión y/o convección.
2. Incorporación de estas unidades a los cristales hasta el seno de la disolución.

Debido a que el crecimiento del cristal es un proceso capa por capa éste sólo puede ocurrir en la superficie del cristal, es necesario transportar masa desde la solución a la superficie del cristal. Por lo que es importante considerar la resistencia a la transferencia de masa por difusión en el desplazamiento de las moléculas (o iones) hacia la cara creciente del cristal y la resistencia a la integración de estas moléculas a la cara en el estudio del proceso o diseño de equipo. Caras iguales pueden tener velocidades de crecimiento distintas, así mismo se pueden alterar en forma selectiva mediante la adición o eliminación de impurezas.

Para el estudio de cristales, es fundamental entender el concepto de cristal perfecto. Los cristales perfectos son agrupamientos de átomo o moléculas perfectamente ordenados ligados entre sí (Charles, 1969), formando redes cristalinas a las que también se les conoce redes de Bravais. Actualmente se conocen 14 tipos diferentes agrupadas en 7 sistemas cristalinos como se muestra en la Tabla 1. 1.

**Tabla 1. 1** Propiedades de las redes de Bravais.

| Sistema      | Redes  | Malla  | Redes de Bravais  |
|--------------|--|--|---|
| Cúbico       | Simple<br>Centrado en cuerpo<br>Centrado en caras                      | $a = b = c$<br>$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$                      |     |
| Trigonal     | Romboédrico  | $a = b = c$<br>$\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$                   |    |
| Hexagonal    | Simple   | $a = b \neq c$<br>$\alpha = \beta = 90^\circ$<br>$\gamma \neq 120^\circ$ |     |
| Tetragonal   | Simple<br>Centrado en cuerpo   | $a = b \neq c$<br>$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$                   |    |
| Ortorrómbico | Simple<br>Centrado en bases<br>Centrado en cuerpo<br>Centrado en caras | $a \neq b \neq c$<br>$\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$                |   |
| Monoclínico  | Simple<br>Centrado en bases  | $a \neq b \neq c$<br>$\alpha = \beta = 90^\circ \neq \gamma$             |   |
| Triclínico   | Simple   | $a \neq b \neq c$<br>$\alpha \neq \beta \neq \gamma$                     |  |

(Fuentes y Fuentes, 2008).

#### 1.4.4. Agitación

La mayor parte de los equipos empleados para procesos de cristalización utilizan alguna forma de agitación para mejorar la velocidad de crecimiento, para prevenir la segregación de la disolución sobresaturada que da lugar a una nucleación excesiva y para mantener los cristales en suspensión en la zona de cristalización.

El objetivo del agitador es crear un flujo dentro del sistema, dando lugar a que el líquido circule por todo el recipiente. Los agitadores se clasifican de acuerdo al tipo de flujo que generan, para lo cual se distinguen en dos tipos:

1.-Agitador de flujo axial, los cuales generan corrientes paralelas al eje del agitador.

2.-Agitadores de flujo radial, los cuales dan origen a corrientes en dirección tangencial o radial.

Actualmente existen tres tipos principales de impulsores: hélice, paletas y turbina. En algunos casos de acuerdo al uso y la sustancia se diseñan agitadores especiales. En este trabajo de tesis nos enfocaremos en los impulsores tipo paletas.

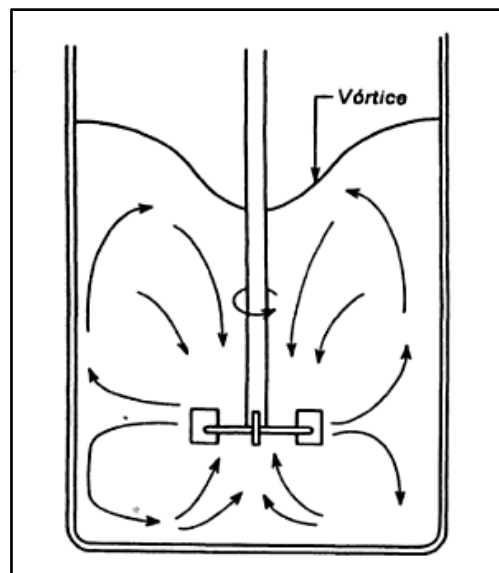
El tipo de flujo que se produce en un tanque agitado, depende del tipo de aspas, de las características del fluido, del tamaño y proporciones del tanque, placas y agitador. La velocidad del fluido en un punto del tanque tiene tres componentes:

1. Será radial y actúa en dirección perpendicular al eje del rodete.
2. Es longitudinal y actúa en dirección paralela al eje.
3. Es tangencial o rotacional y actúa en dirección tangencial a la trayectoria circular descrita por las aspas.

El flujo tangencial sigue una trayectoria circular alrededor del eje y según se representa en la Figura 1. 4, crea un vórtice en la superficie del líquido que debido a la circulación en flujo laminar.

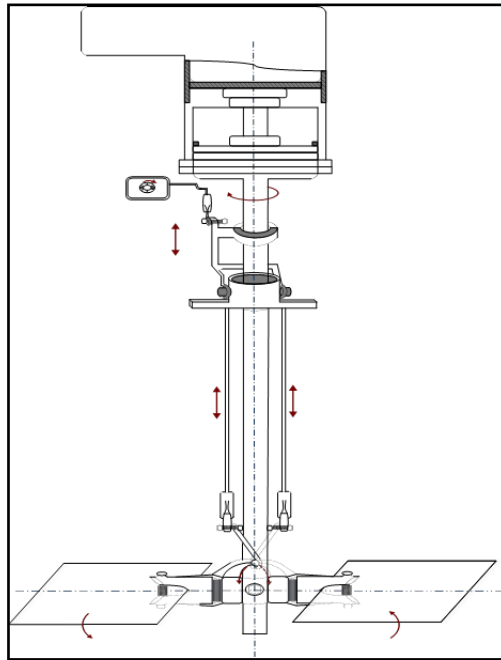
Las paletas giran a velocidades bajas o moderadas en el centro del tanque, impulsando al líquido radial y tangencialmente. Las corrientes de líquido que se originan se dirigen hacia la pared del tanque y después siguen hacia arriba o hacia abajo.

Si están presentes partículas sólidas, las corrientes producidas por el desplazamiento del fluido tienden a lanzar las partículas contra la pared del tanque, debido a la fuerza centrífuga, desde donde caen acumulándose en la parte central del fondo del tanque (McCabe y Smith, 2003).



**Figura 1. 4** Formación de vórtice y tipo de flujo en un tanque agitado (McCabe y Smith, 2003).

Para este proyecto de tesis se usó un prototipo de agitador propuesto en el trabajo de Aguirre, et. al (2014) (Figura 1. 5), el cual permite el cambio de paso en el agitador. El diseño preliminar del agitador está conformado por un eje que tiene 0.2 cm de diámetro y un impulsor conformado por dos paletas de paso variable, de 2.3 cm de largo, 1.8 cm de ancho y 0.1 cm de espesor, cuyo material de construcción preliminar es aluminio y el eje de acero al carbón.



**Figura 1. 5** Prototipo de agitador propuesto.

#### **1.4.5. Velocidad de sedimentación**

Una de las técnicas empleadas para la determinación del tamaño y distribución de tamaño de partículas en sistemas sólido-líquido o sólido-gas es mediante pruebas de sedimentación.

Tomando como base teórica la Ley de Stokes, cuando el número de Reynolds es inferior a 1, interviene el término flujo deslizante para describir el flujo a velocidades bajas. Este tipo de flujo es aplicable a la caída o sedimentación de partículas pequeñas a través de un fluido. La ley de Stokes se deduce de este tipo de flujo en problemas de asentamiento y sedimentación. La ecuación para determinar el diámetro de las partículas a partir de la velocidad terminal de sedimentación en sistemas fluidizados gas-sólido está dada por la Ecuación 1.1 (Jones, 2002)

$$dp = \sqrt{\frac{18 \cdot \mu_g \cdot v_g \cdot H}{g \cdot \rho_p \cdot L}} \quad (1.1)$$

En donde:

$\mu_g$  : viscosidad del gas. ( $\text{g cm}^{-1} \text{s}^{-1}$ )

$v_g$ : velocidad superficial del gas. ( $\text{g cm}^{-3}$ )

$\rho_p$  : densidad de la partícula. ( $\text{g cm}^{-3}$ )

$g$ : aceleración de la gravedad. ( $\text{g cm}^{-2}$ )

H: longitud de desplazamiento vertical. (cm)

L: longitud de desplazamiento horizontal. (cm)

Cabe mencionar que en el presente trabajo de tesis, la fase fluida es un líquido, representada por la Ecuación 1.2.

$$\frac{\mu}{\rho_p \cdot g} = \frac{v \cdot H}{L} \quad (1.2)$$

(1.2)

Donde

$\mu$  : viscosidad del líquido (etanol). ( $\text{g cm}^{-1} \text{s}^{-1}$ )

$\rho_p$  : Densidad de la partícula (azúcar). ( $\text{g cm}^{-3}$ )

$\rho$ : Densidad del líquido (etanol). ( $\text{g cm}^{-3}$ )

$v$ : Velocidad de sedimentación. ( $\text{cm s}^{-1}$ )

$g$ : Aceleración de la gravedad. ( $\text{g cm}^{-2}$ )


Una partícula ideal se mueve en relación al fluido con la velocidad, esta depende de viscosidad y densidad (propiedades del líquido), densidad de partícula sólida y tamaño característico (propiedades de la partícula), sujeto a la flotabilidad y fricción. La relación entre estas variables

es requerida para predecir la variación de la velocidad en diferentes circunstancias se observa que a medida que una partícula se mueve a través de un fluido experimenta arrastre y viceversa, como las moléculas de fluido se mueve alrededor de la superficie de la partícula hay una interacción fluido-partícula debido a la fricción entre estas (Jones, 2002).

#### **1.4.6. Espectrometría**

La espectroscopia infrarroja es una herramienta que requiere máxima precisión, la naturaleza única de los espectros de infrarrojo proporciona un grado de selectividad en análisis cuantitativos. Un espectro de absorción infrarroja, incluso el de un compuesto relativamente sencillo, contiene una gama muy numerosa de bandas bien definidas y mínimos. Las bandas de absorción útiles para la identificación de grupos funcionales se localizan en la región de longitud de onda más corta que el infrarrojo (entre 2.5 y 2.8  $\mu\text{m}$ ), donde las posiciones de los máximos de absorción se ven poco afectadas por la estructura de carbono a la que están unidos los grupos. Así, el estudio de esta región del espectro proporciona abundante información sobre la composición global de la molécula investigada en la Tabla 1. 2 se reportan las posiciones de los máximos de absorción características de algunos grupos funcionales. La identificación de grupos funcionales pocas veces basta por sí sola para identificar el compuesto, se debe además comparar el espectro completo entre 2.5 y 15  $\mu\text{m}$  con el de compuestos conocidos (Skoog, 2004).

**Tabla 1mxcsn. 2** Picos característicos de absorción.

| Grupo funcional  | Banda ( $\text{cm}^{-1}$ ) | Intensidad    |
|--|----------------------------|---------------|
| C-H  | 2960-2850                  | Media         |
| C=C-H  | 3100-3020                  | Media         |
| C=C  | 16880-1620                 | Media         |
| C $\equiv$ C-H   | 3350-3300                  | Fuerte        |
| R-C $\equiv$ C-R'  | 2260-2100                  | Media         |
| Ar-H   | 3030-3000                  | Media         |
|  | 1600-1500                  | Fuerte        |
| OH-R   | 3650-3400                  | Fuerte, ancha |
| -C-O-  | 1150-1050                  | Fuerte        |
| C=O  | 1780-1640                  | Fuerte        |
| R <sub>2</sub> N-H   | 3500-3300                  | Media, ancha  |
| -C-N-  | 1230-1030                  | Mediana       |
| -C $\equiv$ N  | 2260-2210                  | Mediana       |
| RNO <sub>2</sub>   | 1540                       | Mediana       |

(Abburra, SF).

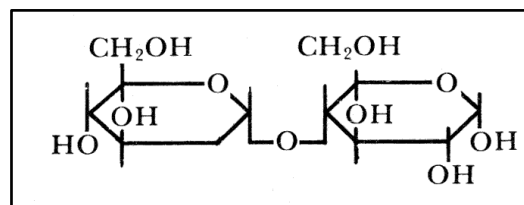
### 1.4.7. Índice de refracción

El fenómeno de la refracción se rige de acuerdo con dos leyes de las cuales la primera afirma que tanto el rayo incidente como el refractado y la normal a la superficie de refracción están contenidos en un mismo plano. La segunda ley, llamada también Ley de Snell, afirma que para una luz con una frecuencia determinada, el cociente entre el seno del ángulo de incidencia y el seno del ángulo de refracción es constante e igual al índice relativo de ambos medios. Esta ley constituye el fundamento del funcionamiento de los instrumentos llamados refractómetros empleados para la determinación de los índices de refracción de los diversos materiales a partir de la medición precisa de los ángulos de incidencia y refracción.

El índice de refracción es una medida de la magnitud de la interacción de la radiación electromagnética con el medio por el medio, se define como el cociente entre la velocidad  $c$  de la luz en el vacío y la velocidad  $v$  de la luz en el medio (Stook, 2004).

### 1.4.8. Características del Azúcar

La sacarosa es una combinación de glucosa y fructosa, la cual es conocida como un disacárido, nombrada así por la forma de sus enlaces, un enlace formado entre dos azúcares simples, con un átomo de carbono de uno de los azúcares unido con el grupo hidroxilo de otro como se muestra en la Figura 1. 6, (Lacoma, SF).



**Figura 1. 6** Formula del azúcar.

#### 1.4.8.1. Tipos de enlace con el agua

La sacarosa es un disacárido de tipo heterogéneo que se encuentra formado por una glucosa, la cual aparece en forma de piranosa, es decir, un anillo con seis miembros y una fructosa a modo de furanosa o anillo de cinco miembros. Dichos monosacáridos se encuentran enlazados por el carbono 1 en el caso de la glucosa y por el carbono 2 cuando se trata de la fructosa. El enlace que los une es de tipo glucosídico, siendo  $\alpha$  para la glucosa y  $\beta$  para la fructosa. Así, podemos decir que la sacarosa es una  $\alpha$ -D-glucopiranososa (1  $\rightarrow$ 2)  $\beta$ -D-fructofuranósido. La característica más notable de la sacarosa es su solubilidad en el agua. A través de hidrólisis ácida consigue liberar glucosa y fructosa. Se trata de un azúcar que no es de tipo reductor, pues tiene el carbono numérico de la glucosa enlazado (Méndez, 2010).

#### 1.4.8.2. Degradación térmica

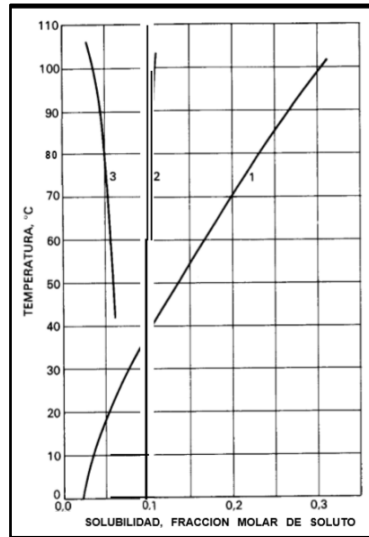
Al aumentar la temperatura de 186°C la estructura del azúcar tendrá un cambio en su estructura física.

#### 1.4.8.3. Solubilidad

El alto grado de solubilidad es esencial en la preparación de conservas, jaleas, mermeladas, bebidas y jarabes.

El equilibrio en los procesos de cristalización se alcanza cuando la disolución está saturada y la relación de equilibrio para los cristales grandes es la curva de solubilidad.

En la Figura.1.7 se presentan curvas de solubilidad en función de la temperatura: curva 1, KNO<sub>3</sub>, curva 2, NaCl; curva 3, MnSO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O (todas en disolución acuosa).



**Figura 1.7** Curva de solubilidad de la sacarosa (McCabe, 1991).

## 1.5. ANTECEDENTES

Ramírez, et. al (2014), describe que, en el proceso de cristalización durante la formación de cristales comúnmente se presentan períodos de suspensión y sedimentación de partículas durante el cual se pueden presentar deficiencias en el transporte de materia y energía. Con el fin de mejorar el comportamiento de la suspensión durante la evolución del proceso de cristalización, en el presente trabajo se presenta el diseño preliminar y pruebas experimentales de un agitador de paso variable para el proceso de cristalización de azúcar. Para el dimensionamiento del agitador se consideraron reglas heurísticas y especificaciones del código ASME, así mismo se diseñó el mecanismo que permite el cambio de paso en el agitador. Para el diseño del agitador se realizaron pruebas de cristalización de azúcar por enfriamiento de 80°C a 20°C, mediante los cuales se determinó la densidad y viscosidad de la mezcla durante el proceso de cristalización, a partir de las cuales se determinaron los números adimensionales de Reynolds ( $N_{Re}$ ) y potencia ( $N_p$ ), así como tensores de agitador, paleta y eje. Una vez construido el prototipo, se realizaron pruebas experimentales para evaluar el efecto de paso variable en la cristalización.

Ruiz, et. al (2013), evaluaron parámetros correspondientes de relaciones consecutivas que describen la cristalización de azúcar a diferentes condiciones, por lo que describen el fenómeno de la cristalización más allá de condiciones comúnmente consideradas por el proceso de cristalización. Ya que existen modelos que describen las cinéticas de cristalización de azúcar, la gran mayoría se basan en un conjunto de relaciones constitutivas, ya que ha resultado ser acertadas y definen la velocidad de nucleación y crecimiento; sin embargo existen parámetros en dichas expresiones que son características para cada una de las condiciones de cristalización.

Han (2006), en este trabajo, se han estudiado los efectos de memoria en las películas de cristal líquido de polímero disperso. Encontramos que las respuestas ópticas, tales como los efectos de memoria de las películas dependen fuertemente de la morfología. Por ejemplo, se observó efecto de memoria para las películas con morfologías de poliméricos de bolas. Sin embargo, sólo se observaron efectos de histéresis débiles para los archivos con morfologías de gotas. En particular, se observó un efecto de memoria más fuerte para películas con más complicadas estructuras de polímero de bolas. Por consecuencia, la temperatura a la que el estado de la memoria se borra

térmicamente, era generalmente postobligatoria para las películas que exhiben un efecto de memoria fuerte. Además, los estudios de la evolución temporal de las películas muestran que los efectos de memoria se vuelven más fuertes después que las películas se han mantenido en el estante por un periodo de tiempo. Esta para cambiar es probable que se asocie con una modificación de propiedades de la superficie de anclaje en la interfaz LC-polímero.

Castro (SF), explica que en muchos ingenios ocurren variaciones importantes en la pureza de las cañas que se muelen y la pureza del jarabe obtenido de las mismas desde el inicio al final de la zafra y que es necesario conocer qué medidas tomar para mantener el tamaño del cristal, dentro de las normas de calidad exigidas por el cliente, esto constituye un análisis de las relaciones existentes entre las variables del proceso de fabricación que determinan el tamaño del

Genck (2003). En el artículo, se exploró cómo afecta parámetro de mezclado en el proceso de cristalización y las formas de mejorar la probabilidad de éxito escalado recomendado. Se presentarán los conceptos de la nucleación y crecimiento de los tipos de mezcla, considerando parámetros del agitador. Además, se demostró una simulación por ordenador para el sistema de líquido-sólido La cristalización se ha convertido cada vez más popular como una operación de unidad en las industrias químicas debido a su capacidad de purificar a la vez que produce un sólido con las propiedades físicas deseadas. El aumento de los requisitos de mayor pureza del producto han planteado nuevas demandas en este proceso, especialmente en la industria farmacéutica, que se enfrenta a la producción de moléculas más complejas, así como el endurecimiento de las especificaciones tanto para el descubrimiento de fármacos nuevos y existentes en el mercado introducción es una preocupación inherente. Por otra parte, más del 90% de los productos básicos, productos de química fina como especiales, y los productos farmacéuticos fabricados hoy en día están optimizados por primera vez en la escala de laboratorio o en planta piloto.

Toledo, et. al (SF), propone una solución que facilite las decisiones al operario, basada en la utilización de herramientas de procesado de imagen. En particular la detección de las diferentes fases del proceso se lleva a cabo generando patrones a partir de una descomposición wavelet de las imágenes del proceso. Los patrones son entonces clasificados utilizando una red neuronal.

Una de las partes más importantes del proceso de producción de azúcar en la industria azucarera es el proceso de cristalización. Actualmente este proceso es supervisado manualmente por un operario siguiendo unas reglas heurísticas basadas en la observación a través de un microscopio.

Fariaa, et. al (2008), realizaron un modelo para simular la evolución temporal de la distribución de grado aglomeración de cristales de sacarosa se validado frente a datos experimentales obtenidos a través de una técnica de análisis de imagen. Se describen los laboratorios de cristalización de las instalaciones, los procedimientos y los datos experimentales resultantes. El modelo empleado incluye la nucleación, el crecimiento, la dispersión de la tasa de crecimiento y la cinética de aglomeración. Los datos experimentales se compone de perfiles de temperatura y contenido de azúcar en línea, además de fuera de línea mediciones de análisis de imágenes de tamaño de los cristales y el grado de aglomeración. Se obtiene un buen acuerdo entre los resultados experimentales y simulados. Este nuevo modelo representa una herramienta más relevante para la adquisición de nuevos conocimientos de los mecanismos de cristalización y aglomeración.

Kumar y Rocha (2010), llevaron a cabo experimentos por lotes para estudiar el efecto de Hodag CB6, un agente tensoactivo no iónico, sobre la cinética de crecimiento de los cristales de sacarosa como una función de sobresaturación, la concentración de impurezas y la temperatura. El efecto promotor del crecimiento de la impureza añadida, se estudió usando un modelo de nucleación espiral recientemente introducido (SNM), se debe a la disminución en la energía libre superficial inducida por el agente tensoactivo añadido. El proceso de crecimiento fue influenciado por tanto efecto cinético y termodinámico, siendo este último predominante. La cobertura de las moléculas de impurezas sobre la superficie de sacarosa seguida de un tipo de expresión de acuerdo con Henry isoterma de Langmuir a temperaturas estudiadas. En el caso de un sistema puro, la densidad total de tensoactivo se encontró que era alrededor de  $10^{16}$  pliegues /  $m^2$ . Se encontró que los sitios de crecimiento activos en la superficie de cristal para ser dos órdenes de magnitud menor que el número total de moléculas de sacarosa.

Laos, et. al (2007). Realizaron estudios en el que encontraron que la cristalización de soluciones sobresaturadas de sacarosa a 20°C en presencia de fructosa, glucosa y jarabe de maíz, el tiempo

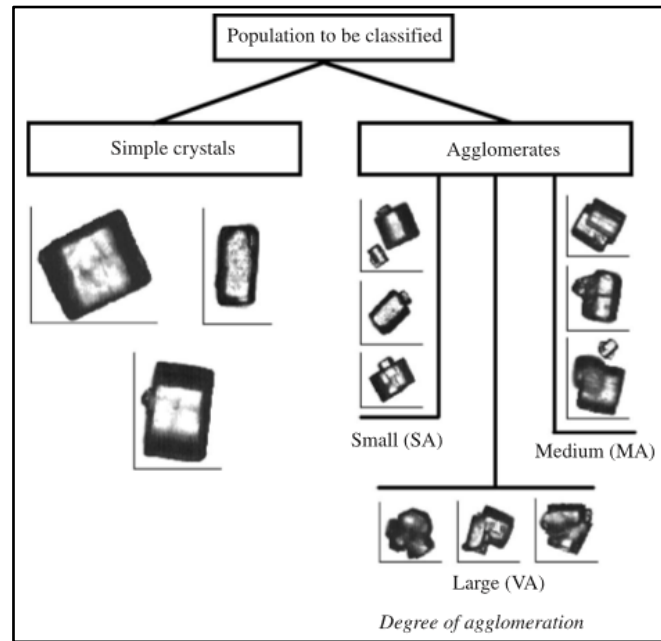
de cristalización aumentó con la concentración del aditivo (fructosa, glucosa y jarabe de maíz). Hay una gran diferencia entre la actividad de agua de la solución de mezcla caliente de azúcar y la misma composición cuando se cristalizó. Así la medición de la actividad de agua se utilizó con éxito para caracterizar el proceso de cristalización. El microscopio equipado con filtros polarizadores se utiliza para ver los cambios estructurales en la cristalización.

Mathlouthi y Genotelle (1998), describen que se conoce la tasa de cristalización de la sacarosa en soluciones sobresaturadas para incluir al menos dos etapas: la difusión de la sacarosa de la solución a granel a la capa fina en la interface del cristal-solución y la incorporación de moléculas de sacarosa en el cristal después de la liberación de su hidratación agua. Entre las barreras de energía se encuentran en la "carrera de obstáculos" del proceso de cristalización, la viscosidad parece ser un obstáculo de menor importancia y la disociación del agua de hidratación una mayor. Haremos lo posible para demostrar que la deshidratación de moléculas de sacarosa antes de su incorporación en el cristal juega un papel importante en el proceso de cristalización y proponer a concebir el mecanismo de crecimiento de los cristales en base como principalmente en la liberación de las moléculas de agua y su difusión en el mayor solución en lugar de una migración de la sacarosa de la solución para el cristal.

Gros, et. al (2001). En este trabajo, se elaboró un modelo para simular el comportamiento de los cristales de crecimiento lento en los sistemas de alta viscosidad en un cristalizador torre. Este tipo de cristalizador, idealmente, es una aplicación del concepto de flujo de pistón. Condiciones flujo pistón son una ventaja cuando una distribución de tamaño de cristal estrecho es el objetivo deseado. El modelo se basa en los siguientes supuestos: funcionamiento en estado estacionario, sin dispersión de velocidad de nucleación o crecimiento, sin roturas, el crecimiento dependiente del tamaño y la sedimentación de los cristales. Un ejemplo de simulación para la sacarosa se presenta aunque el modelo se aplica a otros sistemas similares.

En el artículo escrito por Fariaa, et. al (2003), describen procedimientos de análisis de imágenes automatizados combinados con análisis factorial discriminante (DFA), estos estudios han sido utilizados para clasificar los cristales de sacarosa aglomerados de acuerdo a su forma. Los cristales se observaron por microscopía óptica. De acuerdo entre las clasificaciones manuales y

automatizadas es de 90% el promedio de aglomerados. Cada cristal se caracteriza por su propio grado de aglomeración, calculado a partir del resultado de la clasificación propuesta. Monocristales se clasifican en dos tipos de acuerdo al tipo de silueta proyectada. El uso de estas técnicas se muestran en sacarosa comercial y partículas de proceso por lotes-cristalizado obtenidos en un reactor a escala de laboratorio en presencia de impurezas (dextrano, rafinosa, glucosa, carbonato de sodio) conocido para modificar el hábito cristalino sacarosa (Figura 1. 8).



**Figura 1. 8** Árbol de clasificación de cristales de sacarosa.

Howell y Hartel (2001); realizaron estudios de cristalización de sacarosa en películas delgadas, en este se trabajó las películas delgadas de sacarosa se secaron sobre períodos de 30 minutos durante los cuales las tasas de crecimiento de cristales de sacarosa fueron monitoreados por microscopía de vídeo. Los parámetros de secado y propiedades de la solución de sacarosa se variaron para determinar su efecto sobre las tasas de crecimiento de cristales de sacarosa iniciales. Las tasas de crecimiento aumentaron en un factor de 4.5 cuando la temperatura aumentó de 40 a 70°C. Se realizaron variaciones en la concentración inicial de sacarosa (70 a 80%) y la velocidad del aire de secado (2 a 5 m/s) las cuales no mostraron ningún cambio en las tasas de crecimiento de cristal. Los aumentos de espesor de la película 150 a 450 micras y la presencia de

humedad en el aire de secado redujeron las velocidades crecimiento en un 33% a 70 ° C La adición de azúcar (hasta 5%) redujo las tasas de crecimiento por un factor de 2 a 3.

Maruoka, et. al (2010), estudiaron las velocidades de nucleación tridimensionales ( $J$ ) y los tiempos de inducción ( $\tau$ ) de cristales de isómerasa de glucosa (GI), el cual se mide contando el número de cristales observables con el tiempo bajo alta presión. Encontrando que la cinética de nucleación de los cristales de GI se acelera con la presión.

Muñoz y Labia (2008), evaluaron la formación de cristales de azúcar en la elaboración de cremas escarchadas. Los ensayos de cristalización mostraron que mezclas con reducción del 5% de azúcar respecto a la mezcla patrón mejoran la solubilidad del soluto y favorecen las condiciones de sobresaturación de la solución en la formación y estabilidad de cristales. Se encontró que la estabilidad de los cristales en la rama de cristalización en el licor es afectada por el comportamiento del contenido de azúcar a diferentes temperaturas a través del tiempo. Este mejoramiento en la estabilidad del soluto se da por la acción del calor suministrado, el cual actúa en la red tridimensional que forma el cristal de azúcar fortaleciendo los enlaces entre átomos, generando nuevos enlaces para formar los procesos disfuncionales del soluto en la mezcla hacia la rama de cristalización. Así el tipo de cristal formado y la adherencia en la rama de nucleación mantiene su estabilidad en el producto durante la comercialización.

# Capítulo 2

## METODOLOGÍA


---

Se llevaron a cabo en el Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería Química, veintitrés pruebas de cristalización de azúcar por enfriamiento en un reactor. Las pruebas experimentales se realizaron en un tanque enchaquetado de geometría cilíndrica, cuyo material es de vidrio boro silicato y de capacidad de 1000 cm<sup>3</sup>. El flujo de agua por el enchaquetado es controlado por una válvula que regula el paso de agua de calentamiento (85±2 °C) a un flujo de 4.2723x10<sup>-6</sup> m<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>, o agua de enfriamiento (22°C o 8±2 °C) a un flujo de 1.66 x10<sup>-5</sup> m<sup>3</sup> s<sup>-1</sup>, según se requiera. El tanque cuenta con un sensor de temperatura ubicado a 8 cm por debajo del nivel de la solución y a 3 cm alejado de la pared del recipiente; el puerto de muestreo se encuentra equidistante al sensor de temperatura. Para todas las pruebas experimentales se emplearon soluciones de azúcar-agua a una concentración de 3.62g ml-agua<sup>-1</sup> preparadas con 1050g de azúcar disueltas en 255ml de agua desionizada, la solución se preparó adicionando de poco a poco azúcar hasta completar 1050g, esto para evitar quemar la solución hasta alcanzar la temperatura deseada 80°C. Posteriormente se alimenta la solución al tanque previamente acondicionado a un temperatura aproximadamente mayor a 85°C y con agitación constante de 120 rpm y se selecciona la inclinación de las aspas de la propela para paso constante 0°, 45° y 90° y paso variable 0 a 45° y 0 a 90° dependiendo del experimento a realizar; al interactuar la solución con el medio ambiente y el tanque esta se enfría de manera natural a una temperatura aproximadamente de 81°C y en este momento se tomara la primera muestra para establecer la concentración inicial de sólidos suspendidos. Después, se inicia el enfriamiento de la solución a través de agua de enfriamiento aproximadamente 8°C, la cual se hace circular por la chaqueta; durante todo el enfriamiento se toman muestras de la solución a diferentes intervalos de temperatura hasta alcanzar una temperatura final de 8°C en la solución.

## 2.1. EQUIPOS

Para llevar a cabo la obtención y el análisis de las muestras se usaron los siguientes equipos, los se encuentran en las instalaciones de la facultad de ingeniería química de la BUAP, como se muestra en las Tablas 2. 1, 2 y 3.

**Tabla 2. 1** Elementos del sistema de cristalización.

| Equipo  | Especificaciones   |
|---|--|
|    | <p><b>Motor del agitador</b><br/>           Marca: WiseStir® Digital Overhead Stirrer<br/>           Modelo: HT-20DX</p>           |
|   | <p><b>Controlador del agitador</b><br/>           Marca: Wisd Digital Overhead Stirrer<br/>           Modelo: HT-50T</p>           |
|  | <p><b>Sensor de temperatura</b><br/>           Marca: HANNA<br/>           Modelo: HI 2223</p>                                     |
|  | <p><b>Reactor enchaquetado tipo tanque agitado de vidrio boro silicato</b><br/>           Marca: SEV<br/>           Modelo: 1L</p> |
|  | <p><b>Bomba peristáltica</b><br/>           Marca: Cole Parmer<br/>           Modelo: 7518-10</p>                                  |

**Tabla 2. 2** Elementos del sistema de cristalización.

| Equipo  | Especificaciones   |
|---|--|
|    | <p><b>Sistema de ultra filtración:</b> embudo de porcelana (1) acoplado a un matraz Erlenmeyer de 500 ml (2) conectado a una bomba de vacío (5).</p> |
|    | <p><b>Bomba de vacío 500 mHg</b><br/>         Marca: Felisa<br/>         Modelo: FE-1500I, serie 100-1076</p>  |
|   | <p><b>Parilla eléctrica</b><br/>         Equipo: Parilla Eléctrica<br/>         Marca: Thermo Scientific<br/>         Modelo: SP131325</p>           |
|  | <p><b>Balanza analítica</b><br/>         Marca: Adventure Pro<br/>         Modelo: Av 812</p>  |
|  | <p><b>Secador de placas</b><br/>         Marca: Lumistell<sup>MR</sup><br/>         Modelo: HTP-72</p>   |

**Tabla 2. 3** Equipo de análisis.

| <b>Equipo</b>  | <b>Especificaciones</b>   |
|--|---|
|  A digital microscope with a black body and a silver base, mounted on a red rectangular base. It has a lens and a camera lens at the top. | <p><b>Microscopio digital</b></p> <p>Marca: Honyu</p> <p>Modelo: S02</p>                              |
|  A binocular optical microscope with a white base and a black body. It has two eyepieces and a large objective lens.                     | <p><b>Microscopio óptico</b></p> <p>Marca: QUASAR</p> <p>Modelo: Binocular 2000X</p>                  |
|  A large, white FT-IR spectrometer with a control panel on the right side. It is sitting on a white surface.                            | <p><b>Espectrómetro</b></p> <p>Marca: Perkin Elmer Precisely</p> <p>Modelo: One FT-IR</p>             |
|  A digital refractometer with a white body and a black top. It has a circular lens at the top and a digital display on the front.       | <p><b>Refractómetro digital de alta precisión</b></p> <p>Marca: Reichert</p> <p>Modelo: 1310499SA</p> |

## **2.2. REACTIVOS**

Azúcar. El azúcar se obtuvo del Ingenio Emiliano Zapata (Zacatepec, Morelos) zafra 2012-2013.

Agua desionizada. Se obtuvo del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Facultad de Ingeniería Química (LOU).

## **2.3. PRUEBAS EXPERIMENTALES**

Para las pruebas experimentales se desarrollaron veintitrés experimentos, cuyas condiciones de muestran en la Tabla 2. 4. En cada experimento se empleando 950 cm<sup>3</sup> de una solución acuosa de azúcar a una concentración inicial de 3.62 g por cada mililitro de agua, a una temperatura de 85°C. La solución de azúcar se alimentó a un tanque de previamente acondicionado a una temperatura 85°C en el enchaquetado y agitación de 120 rpm.

**Tabla 2. 4** Diseño de experimentos.

| <b>No. de experimento</b> | <b>Fecha</b> | <b>Inclinación</b> |
|---------------------------|--------------|--------------------|
| 1                         | 07-feb       | 90                 |
| 2                         | 11-feb       | 90                 |
| 3                         | 12-feb       | 180                |
| 4                         | 13-feb       | 180                |
| 5                         | 18-feb       | 45                 |
| 6                         | 25-feb       | 90                 |
| 7                         | 25-feb       | 180                |
| 8                         | 27-feb       | 45                 |
| 9                         | 04-mar       | 90                 |
| 10                        | 05-mar       | 180                |
| 11                        | 12-mar       | 0-45               |
| 12                        | 13-mar       | 0-90               |
| 13                        | 19-mar       | 0-45               |
| 14                        | 25-mar       | 0-45               |
| 15                        | 27-mar       | 0-90               |
| 16                        | 03-abr       | 0-90               |
| 17                        | 09-abr       | 0-45               |
| 18                        | 10-abr       | 0-90               |
| 19                        | 22-may       | 0-45               |
| 20                        | 28-may       | 0-90               |
| 21                        | 04-jun       | 90                 |
| 22                        | 06-jun       | 45                 |
| 23                        | 12-jun       | 0-90               |

## 2.4. CINÉTICAS DE CRISTALIZACIÓN DE AZÚCAR

Para evaluar experimentalmente el efecto de la inclinación de las aspas sobre la concentración de sólidos suspendidos el tamaño y forma del cristal, se realizaron cinéticas que establecieron a qué condición en la inclinación de la paleta permite una mejor estabilidad en la concentración de sólidos suspendido. La cual se determinó mediante gravimetría, para ello se tomaron muestras de 2 ml durante el proceso de cristalización, las cuales fueron filtradas empleando etanol como medio de lavado, posteriormente secadas en un secador de placas a una temperatura aproximadamente de 40°C, después del proceso de secado las muestras se pesaron en balanza analítica. A continuación se indican el procedimiento realizado para la determinación de sólidos suspendidos:

Procedimiento:

1. Pesar los filtros de celulosa ( $f_1$ ).
2. Se colocan 2 ml de muestra en los filtros
3. Los filtros con la muestra son lavados y filtrados con etanol al 96% de pureza.
4. Los filtros con los sólidos obtenidos se llevan a un proceso de secado a 45°C por 6 horas.
5. Los filtros con los sólidos debidamente secados se pesan ( $f_2$ ).
6. Se obtiene la masa de sólidos ( $M_s$ ) presentes en la muestra por diferencia de peso del filtro y el peso del filtro con sólidos secos, empleando la Ecuación 2.1.

$$M_s = f_2 - f_1 \quad (2.1)$$

7. Se calcula la concentración de sólidos suspendidos ( $C_s$ ), mediante la Ecuación 2.2, la cual será la masa de sólidos ( $M_s$ ) por unidad de volumen de la muestra ( $V_m$ ).

$$C_s = \frac{M_s}{V_m} \quad (2.2)$$

8. A partir de los datos de concentración de sólidos suspendidos de los experimentos 11, 12, 13, 14, 16, 17 y 18 paso variable y para fin comparativo 10, 21 y 22 paso constante se generaron gráficos para mostrar las cinéticas experimentales del proceso de cristalización, y se determinó la media y la desviación estándar de la concentración de sólidos suspendidos en la fase estable de cada cinética.

#### 2.4.1. Índice de Refracción

Para verificar que el azúcar no es diluido en etanol en la parte de lavado y filtrado de los sólidos, se analizó instrumentalmente el IR del etanol.

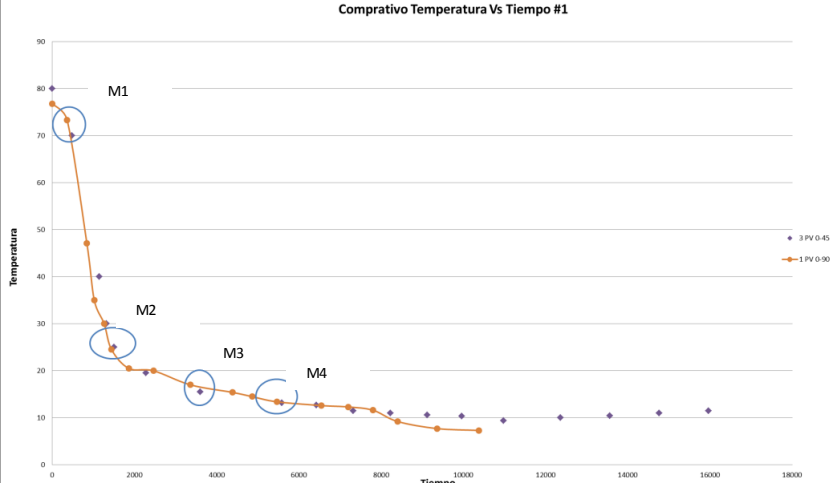
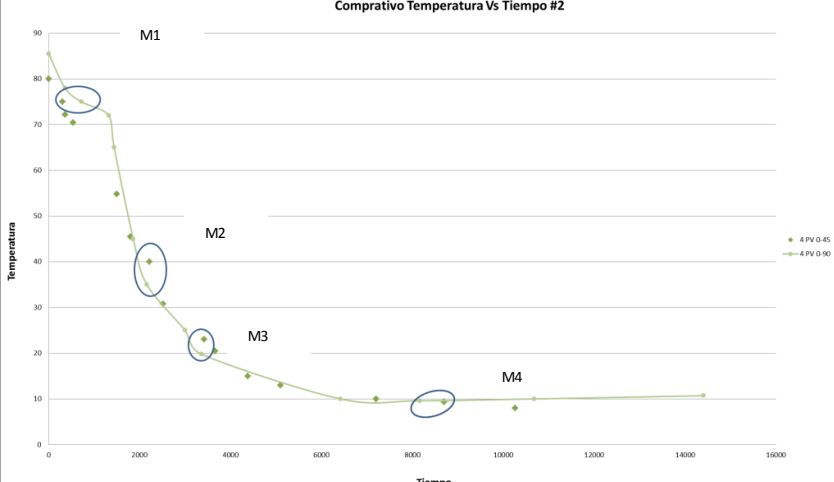
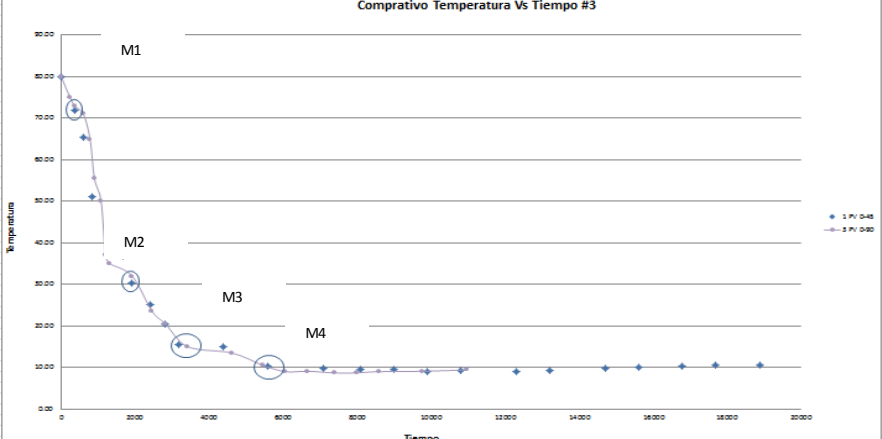
1. Se toma una gota del etanol usado en el tratamiento de la muestra para la caracterización del cristal y el usado para filtración de los sólidos suspendidos.
2. Se coloca en el refractómetro.
3. Se analiza y se registra el valor obtenido.
4. Se mezcla 1 g de azúcar con 13 ml de etanol.
5. Esperar a que asiente el azúcar.
6. Tomar una gota de esta solución.
7. Se repite paso 2 y 3.
8. Registrar datos de Índice de refracción y comprar.

## 2.5. CARACTERIZACIÓN DE CRISTALES

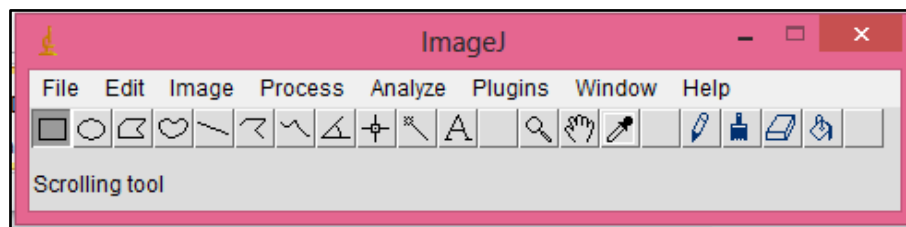
Con el fin de caracterizar los cristales en función de su tamaño y formar se obtienen imágenes de los cristales a partir de microscopía óptica. Por medio del software ImageJ se analizó su forma y por gravimetría y pruebas de velocidad de sedimentación se determinó la distribución de tamaño en la fase estable del proceso de cristalización.

De los mismos experimentos anteriormente mencionados se obtuvieron los perfiles de temperatura para identificar los experimentos que presentaron las mismas velocidades de enfriamiento, y se seleccionaron los pares de experimentos de paso variable de 0-45°, 0-90°, 0°. 45° y 90° para el análisis de la morfología de los cristales, mostrados en la Tabla 2. 4.

**Tabla 2. 4** Selección de los puntos de muestreo para pruebas de sedimentación y procesamiento de imágenes.

| Perfil de temperatura  | Condiciones (°C, s)  |
|--|--|
|    | <p>M1 (72, 440)</p> <p>M2 (25, 1470)</p> <p>M3 (15.7, 3480)</p> <p>M4 (13.3, 8560)</p> |
|   | <p>M1 (75, 510)</p> <p>M2 (42.5, 2190)</p> <p>M3 (21.4, 3390)</p> <p>M4 (10, 8940)</p> |
|  | <p>M1 (71, 480)</p> <p>M2 (31, 1920)</p> <p>M3 (15, 3300)</p> <p>M4 (10, 5520)</p>     |

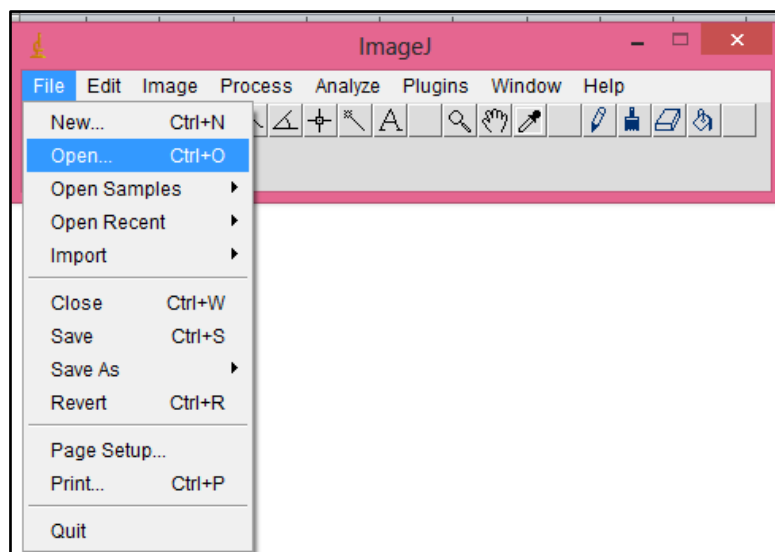
Para los puntos seleccionados de la Tabla 2. 5 se tomaron imágenes de los cristales presentes en las muestras y se realizó el procesamiento de imágenes mediante el programa ImageJ (ver Figura 2.1), como se describe a continuación.



**Figura 2. 1** Ventana de acceso del programa ImageJ.

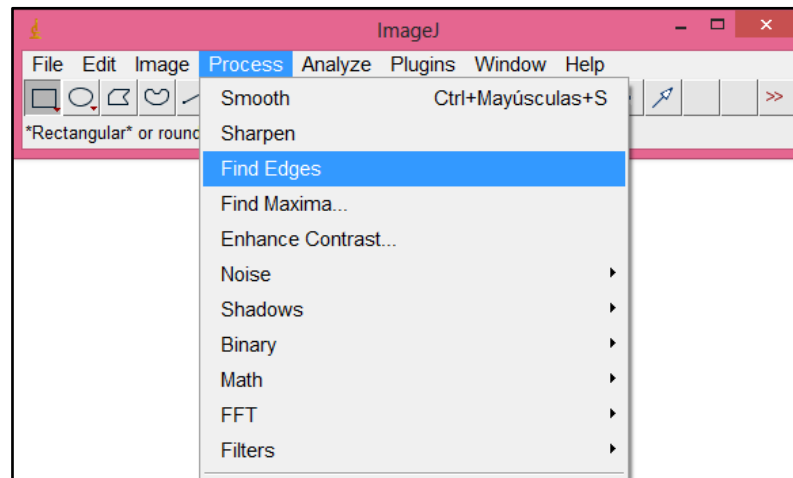
Procedimiento para el uso del programa ImageJ:

- 1.- Hacer clic en el menú File para abrir la imagen con la que se trabajara, como se muestra en la Figura 2. 2.



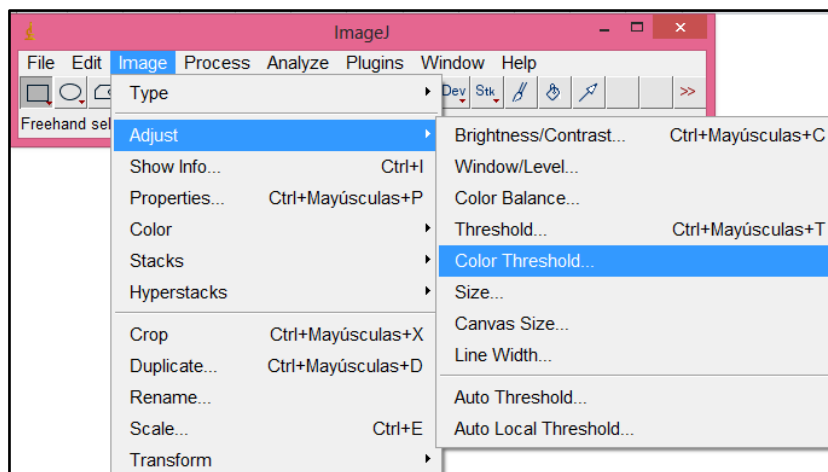
**Figura 2. 2** Ventana de ImageJ para abri la imagen “File-Open”.

2.- Se identifican los contornos predominantes de cada cristal mediante la herramienta “Find Edges” (ver Figura 2. 3), que se encuentra dentro del menú process.



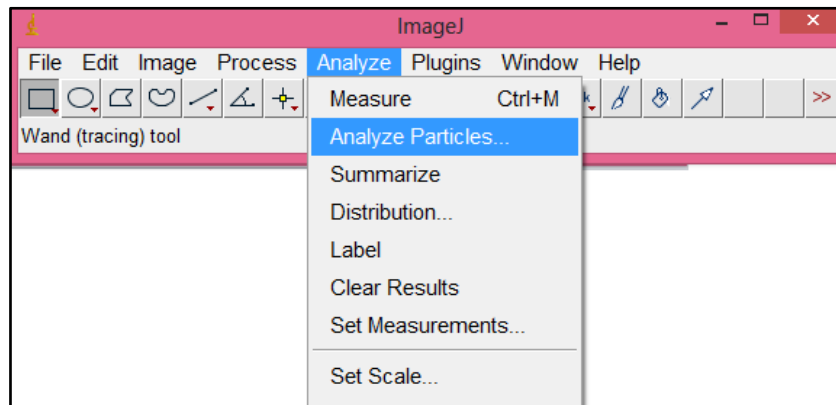
**Figura 2. 3** Comando “Process-Find Edges” en ImageJ.

3.- Mediante la herramienta “Color Threshold” (ver Figura 2. 4) se convierte la imagen original a una imagen de 8 bits (en escala de grises).



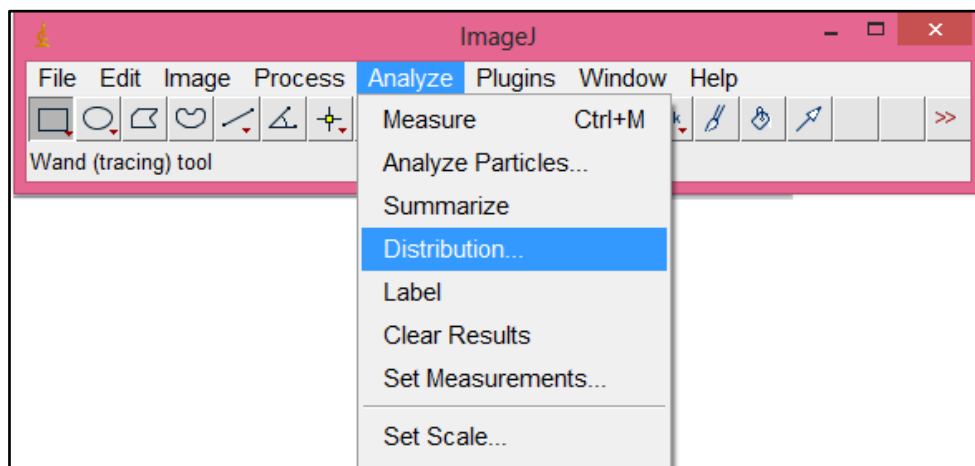
**Figura 2. 4** Commando “Adjust-Color Threshold” ImageJ.

4.-Posteriormente mediante la herramienta “Analyze Particles” (ver Figura 2. 17) se obtiene los diferentes tamaños de las partículas analizadas, a partir de los contornos identificados.



**Figura 2. 5** Comando “Analyze Particles” en ImageJ.

5.- Finalmente mediante la herramienta “Distribution” (Ver Figura 2. 6) se obtiene la distribución de tamaños (áreas) identificados en el paso anterior.

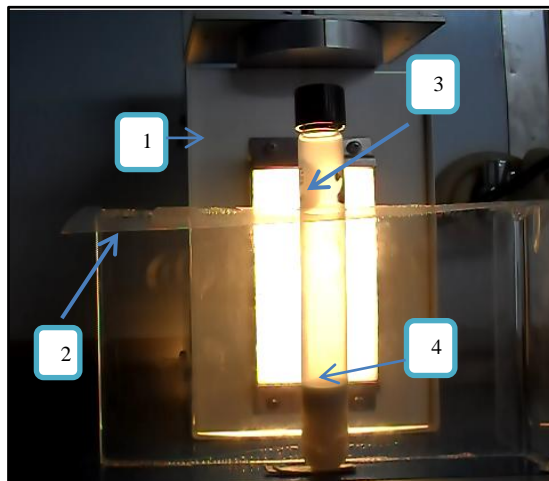


**Figura 2. 6** Comando “Distribution” en ImageJ.

a) Determinación de la velocidad de sedimentación

Para validar la información obtenida en el procesamiento de imágenes mediante el programa ImageJ se realizaron pruebas de sedimentación a los experimentos 14 y 17 para 0 a 45°, 16 y 18 para 0 a 90°, 21 para 90° y 22 para 45° con lo cual también se obtendrá el tamaño y distribución de tamaños de partículas.

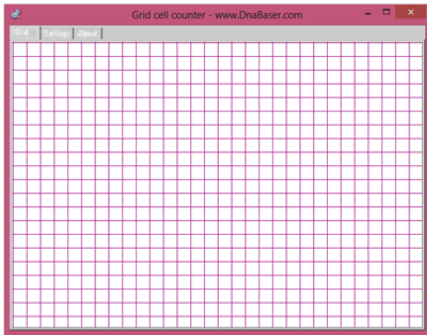
Para realizar las pruebas, se tomaron muestras de 1 ml cada 10°C de temperatura en descenso, a lo largo del proceso de cristalización a 8 cm por debajo del nivel de la solución y a 3 cm alejado de la pared del recipiente. Las muestras se depositaron en tubos de ensayo con tapón de baquelita, a cada tubo se le agregaron 17 ml alcohol etílico 96% de pureza. Posteriormente la muestra se agito manualmente, permitiendo que todos los cristales se dispersen. El tubo es colocado en un soporte para mantener el tubo en posición vertical e inmediatamente registró a través de video digital el cambio de nivel en los sólidos sedimentados a lo largo de la prueba. Cabe mencionar que al soporte empleado se acopló una lámpara, que permite la distribución homogénea de luz a lo largo de la muestra facilitando la determinación de los cambio de nivel y el registro de cambio de nivel fue mediante video.



**Figura 2. 7** Equipo montado para video de sedimentación.

1) Lámpara, 2) Soporte, 3) Tubo de vidrio, y 4) Nivel de sedimentación de la muestra.

Mediante el software *Grid cell counter* (Figura 2.8), a cada video se acopló una rejilla virtual para cuantificar los cambios de nivel, por intervalos de tiempo.

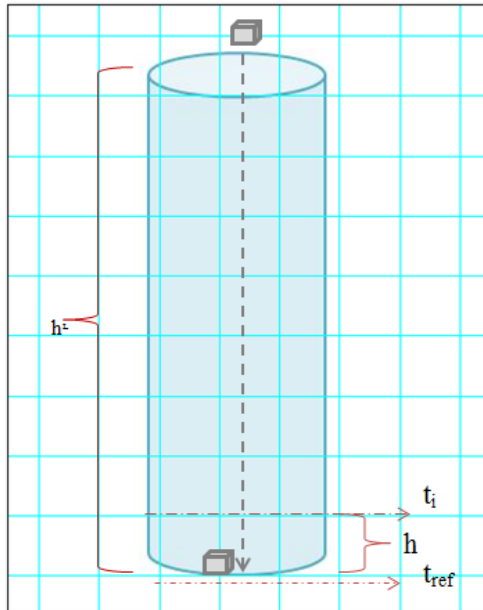


**Figura 2. 8** Gradilla “Grid cell counter”.

El video con el registro de nivel se reproduce en la computadora para su análisis, con ayuda del software Grid cell counter se cuantifican los cambios de nivel, por intervalos de tiempo. Los cambios de nivel por intervalo de tiempo para cada muestra permite el cálculo de velocidad de sedimentación puntual, empleando la ecuación 2.3.

$$v_i = \frac{h}{t_i - t_{ref}} \quad (2.3)$$

En dónde h es la altura del cambio de nivel alcanzado por los cristales,  $t_{ref}$  es el tiempo en el cual inicia el video y  $t_i$  es el tiempo en el que se cumple el cambio de nivel, ver Figura 2. 9.



**Figura 2. 9** Diagrama del tubo para determinar velocidades de sedimentación.

Para cada intervalo en el cambio de nivel, se determina el promedio de la velocidad de sedimentación empleando la Ecuación 2.4.

$$v = \frac{v_t + v_{t_{i+1}}}{2} \quad (2.4)$$

- b) Determinación de la distribución del tamaño del cristal del proceso de cristalización en el estado estable del proceso de cristalización.

Por medio de ecuación 2.5 se determina el diámetro de la partícula en función de la velocidad de sedimentación usando la ecuación de Stock (Jones, 2002).

$$\text{---}$$

$$\text{---}$$

(2.5)

Donde

$\mu$ : viscosidad del alcohol \*0.012 g cm<sup>-1</sup> s<sup>-1</sup>

$\rho_P$ : Densidad de la partícula (azúcar) \*1.587 g cm<sup>-3</sup>

$\rho_L$ : Densidad del líquido (etanol) \*0.791 g cm<sup>-3</sup>

$v$ : Velocidad de sedimentación cm s<sup>-1</sup>

$g$ : Aceleración de la gravedad \*980.7 g cm<sup>-2</sup>

\*Datos obtenidos en Manual del Ingeniero químico volumen 1, Perry 2010.

\*Las velocidades de sedimentación que se emplearon para la obtención de estos datos, se calcularon a través de la metodología descrita anteriormente (apartado “a” “determinación de velocidades de sedimentación”).

Se generaron perfiles de cambio de tamaño de partículas con respecto al tiempo para cada experimento esto permitirá identificar la condición de agitación que favorece el crecimiento del cristal.

Se calculó el número de partículas presentes en cada muestra a partir del diámetro de partículas obtenidas anteriormente, mediante el siguiente análisis matemático:

1. Altura de lecho

$$h^L = h_{ref} - h_i \quad (2.6)$$

2. Volumen de lecho

$$V^L = h^L * A \quad (2.7)$$

donde  $A$  = área de transferencia de masa

$$A = \pi * \left(\frac{d^L}{2}\right)^2 \quad d^L = \text{diámetro del lecho } 1.4\text{cm}$$

3. Porosidad de lecho

$$\varepsilon = 1 * 0.356 * \log \quad dp * 1000 - 1 \quad (2.8)$$

4. Densidad de lecho

$$\rho^{LE} = \rho_P * (1 - \varepsilon) + \rho_L * \varepsilon \quad (2.9)$$

5. Masa de lecho

$$m^L = \rho^{LE} * V^L \quad (2.10)$$

6. Masa de sólidos experimental

$$msx = m^l * 1 - \varepsilon \quad (2.11)$$

7. Volumen de partícula equivalente

$$V_{PE} = \frac{4}{3} * \pi * \frac{dp}{2}^3 \quad (2.12)$$

8. Numero de partículas

$$\#p = \frac{ms}{\rho p * V_{PE}} \quad (2.13)$$

c) Identificación de aglomerados y unidades de partículas

Se tomaron muestras de 1ml durante el enfriamiento cada 10°C a descenso. Con la aza bacteriológica se tomó una gota y se colocó en un porta objetos, el resto se depositó en frascos de vidrio, se adiciona 13 ml de alcohol etílico con el fin de diluir la solución de azúcar-agua y evitar que los sólidos suspendidos en la mezcla crezcan al contacto con la solución de azúcar y los cristales se separen y peguen en las paredes del cristal, se agita bien la solución y se dejar reposar la muestra. A continuación se describe el procedimiento realizado para la determinación de sólidos suspendidos.

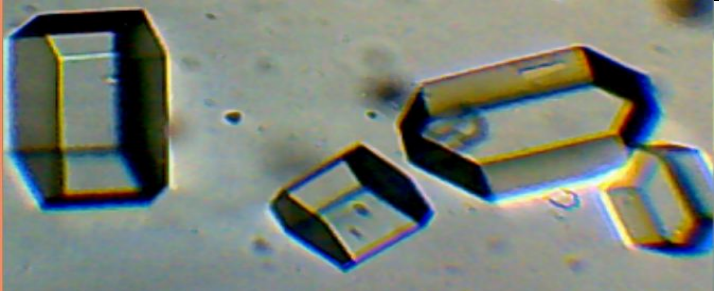



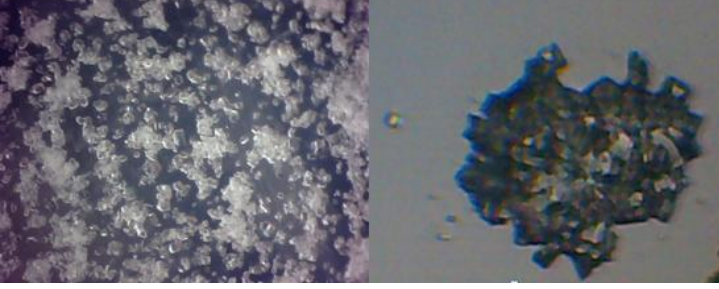
Procedimiento:

1. Se toma 1ml de muestra cada 10 grados.
2. Con aza bacteriológica se toma gota y se analiza en el microscopio.
3. Con ayuda del microscopio digital se toman imágenes representativas de cada muestra.
4. Se deposita el resto de la muestra en frascos de vidrio.
5. Se adiciona 13ml de etanol a los frascos de vidrio con las muestras.
6. Se deja reposar 2 minutos aproximadamente.
7. Se toman fotografías representativas de cada muestra.

Con ayuda del microscopio se tomaron fotografías para determinar la morfología de las partículas formadas, identificando presencia de aglomerados formados y unidades simples mediante el programa ImageJ en los experimentos de paso variable (0-45° y de 0-90°) para las temperaturas 80°C descendiendo de 10 en 10 hasta llegar a su temperatura máxima de enfriamiento  $8 \pm 2^\circ$ , en

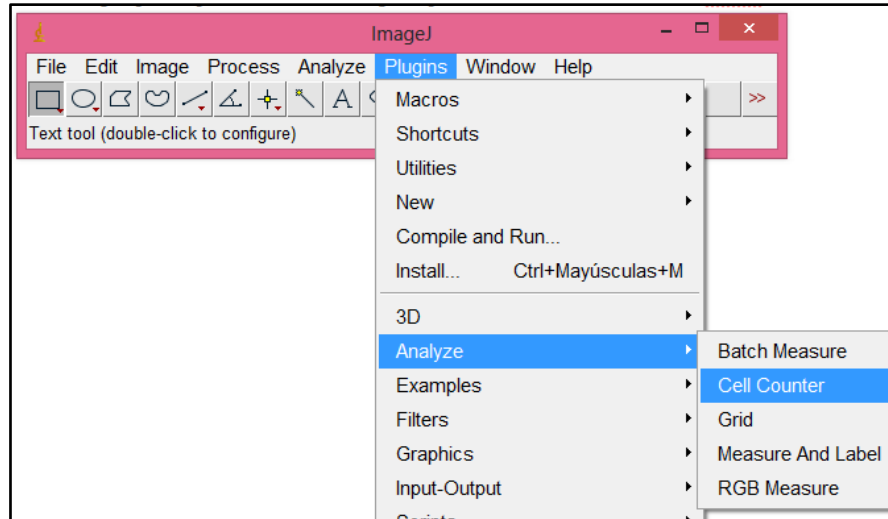
las cuales comprenden la fase de crecimiento, y la fase estable en las cinéticas de cristalización. En la Tabla 2.6 se clasifico los diferentes tipos de cristales presentes en las pruebas.

**Tabla 2. 5** Clasificación del cristal.

|  |  |
|--|--|
| <p>Tipo 1: Unidad simple perfecto<br/>(monoclínico, hexagonal)</p>       |    |
| <p>Tipo 2: Unidad simple, nucleación, secundaria, fractura, semilla.</p> |   |
| <p>Tipo 3: Unidad simple en formación.</p>                               |  |
| <p>Tipo 4: Aglomeración simple</p>                                       |  |
| <p>Tipo 5: Aglomeración compleja.</p>                                    |  |

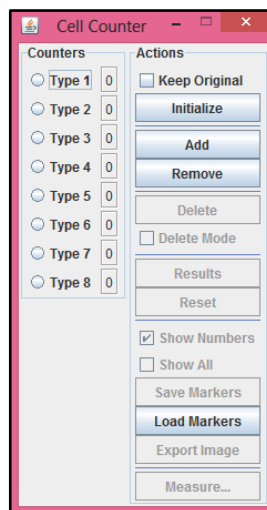
Pasos a seguir para el procesamiento de imágenes para identificar las formas de los cristales.

1.- Después de abrir la ventana de inicio de ImageJ, seleccionamos la pestaña “plugins” en la cual seleccionaremos “Analyze” y posteriormente “cell counter”, como la muestra la Figura 2. 10.



**Figura 2. 10** Ventana “Plugins”.

2.- Se desplegará una ventana llamada “Cell Counter” (Figura 2. 11), daremos clic en “Type X” que será el tipo de cristal presente en la imagen. Se puede seleccionar número infinito de cristales presentes en la imagen.



**Figura 2. 11** Ventana “Cell Counter”.

3.- La imagen quedara como lo muestra en la Figura 2.12, con el número del tipo de cristal encima del mismo.



**Figura 2. 12** Ejemplo de la imagen procesada para determinar las diferentes formas y tamaños presentes en las muestras.

4.- En la ventana Cell Counter daremos clic en “Measure”, el cual nos desplegara los resultados en el cual encontraremos la distribución de los cristales en la muestra, el valor de intensidad de cada cristal, ver Figura 2. 13

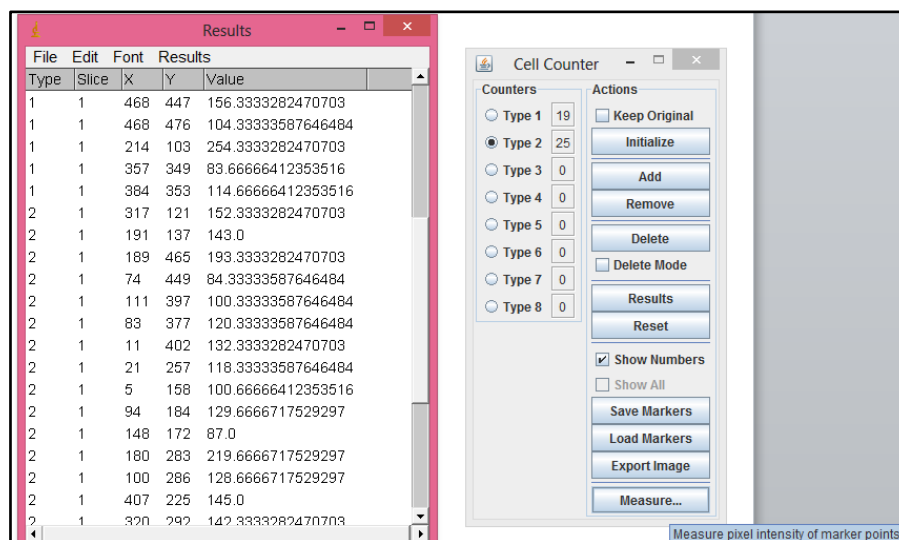


Figura 2. 13 Resultados de ImageJ.

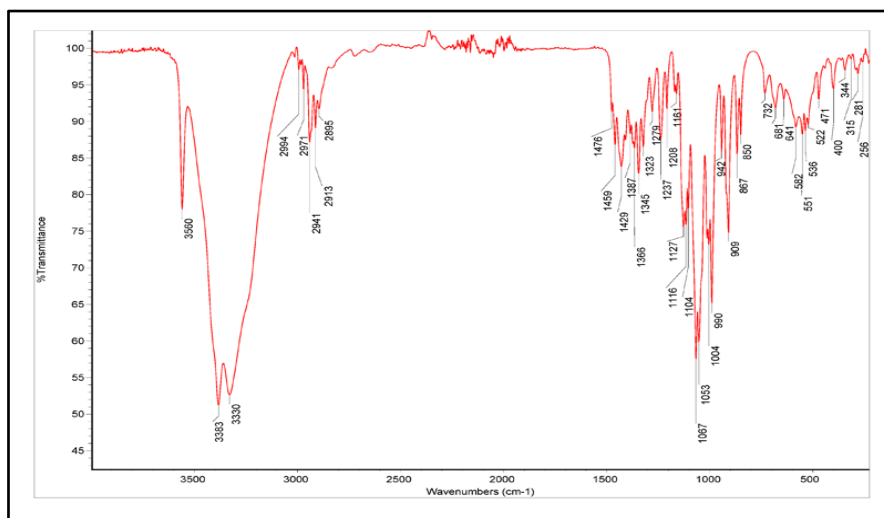
## 2.6. CARACTERIZACIÓN POR ANÁLISIS INSTRUMENTAL

Para determinar posibles cambios en la composición final de los cristales en comparación con la muestra inicial, debido a posibles impurezas en los disolventes empleado o procesamiento de las muestras que pudieran alterar su morfología o estructura de la partícula se realizaron determinaciones analíticas por Espectroscopia. A continuación se describe el procedimiento empleado.

### 2.6.1. Espectroscopia

1. Se pesa 1g de:
  - Azúcar (materia prima) con la que se realizó la solución.
  - Azúcar (producto1) solidos pesados en los filtros.
  - Azúcar (producto2) solución filtrada al final de los experimentos.
  - Azúcar (materia prima2) pruebas de volumen exceso y soluciones para experimentos faltantes.
2. Con un mortero se pulveriza el gramo de azúcar.

3. Se coloca una pequeña parte de la muestra pulverizada en el espectrómetro para ser analizado.
4. Se utilizó el software Sepctrum V5.3 para obtener los espectros de la muestra.
5. Se repite el procedimiento para cada muestra diferente de azúcar.
6. Se compran los picos con los picos funcionales reportados en la Figura 1.5.
7. Se comparan con el espectro reportado en el página web IR-Spectra (Figura 2.14)



**Figura 2. 14** Espectro de Sacarosa.

# Capítulo 3

## RESULTADOS

---

### 3.1. Concentración de sólidos suspendidos

Con el fin de ejemplificar, se presenta los cálculos de la muestra 1 del experimento 14 tomando en cuenta que para los demás experimentos se realizara lo mismo y estos se encuentran cotejados en tablas del Apéndice A.

A continuación en la Tabla 3.1 se encuentran los valores de todas las muestras del experimento.

**Tabla 3. 1** Valores del experimento #14.

| Muestra | Tiempo [t] (s) | Temperatura [T] (°C) | Peso filtro [f1] (g) | Peso filtro con sólidos [f2] (g) | Volumen de muestra [Vm] (ml) |
|---------|----------------|----------------------|----------------------|----------------------------------|------------------------------|
| 0       | 0              | 80                   | 0.0000               | 0                                | 1.0                          |
| 1       | 480            | 70                   | 0.3100               | 0.43                             | 1.0                          |
| 2       | 1140           | 40                   | 0.3100               | 0.45                             | 1.0                          |
| 3       | 1320           | 30                   | 0.3100               | 0.57                             | 1.0                          |
| 4       | 1500           | 25                   | 0.3100               | 0.8                              | 2.0                          |
| 5       | 2280           | 19.5                 | 0.3100               | 0.76                             | 1.0                          |
| 6       | 3600           | 15.5                 | 0.3200               | 1                                | 1.5                          |
| 7       | 5580           | 13.2                 | 0.3100               | 1.45                             | 2.0                          |
| 8       | 6420           | 12.7                 | 0.3200               | 1.37                             | 2.0                          |
| 9       | 7320           | 11.5                 | 0.3200               | 1.4                              | 2.0                          |
| 10      | 8220           | 11                   | 0.3200               | 1.59                             | 2.0                          |
| 11      | 9120           | 10.6                 | 0.3200               | 1.35                             | 2.0                          |
| 12      | 9960           | 10.3                 | 0.3100               | 1.57                             | 2.0                          |
| 13      | 10980          | 9.4                  | 0.3100               | 0.9                              | 1.0                          |
| 14      | 12360          | 10                   | 0.3100               | 1.5                              | 2.0                          |
| 15      | 13560          | 10.4                 | 0.3000               | 1.35                             | 2.0                          |
| 16      | 14760          | 11                   | 0.3100               | 1.33                             | 2.0                          |
| 17      | 15960          | 11.5                 | 0.3100               | 0.96                             | 1.0                          |

Condiciones:

|                                    |
|------------------------------------|
| Temperatura: 70°C                  |
| Tiempo: 1140 segundos              |
| Peso del filtro: 0.31g             |
| Peso del filtro con sólidos: 0.43g |
| Volumen de la muestra: 1ml         |

Para la Ecuación (2.1) se sustituyen los valores de  $f_1$  y  $f_2$  para obtener la masa de los sólidos presentes en la muestra.

$$M_s = 0.43g - 0.31g = 0.12 g$$

Con el valor de  $M_s$ , el  $V_m$  y la Ecuación (2.2) se conocerán la concentración de sólidos.

$$C_s = \frac{0.12g}{1 ml} = 0.12 g ml^{-1}$$

En la Tabla 3. 2 se muestra los valores obtenidos para el resto del experimento 14.

**Tabla 3. 2** Concentración de solidos experimento 14.

| Masa de solidos [Ms] (g) | Concentración solidos [Cs] (g/ml) |
|--------------------------|-----------------------------------|
| 0.0000                   | 0.000                             |
| 0.1200                   | 0.120                             |
| 0.1400                   | 0.140                             |
| 0.2600                   | 0.260                             |
| 0.4900                   | 0.245                             |
| 0.4500                   | 0.450                             |
| 0.6800                   | 0.453                             |
| 1.1400                   | 0.570                             |
| 1.0500                   | 0.525                             |
| 1.0800                   | 0.540                             |
| 1.2700                   | 0.635                             |
| 1.0300                   | 0.515                             |
| 1.2600                   | 0.630                             |
| 0.5900                   | 0.590                             |
| 1.1900                   | 0.595                             |
| 1.0500                   | 0.525                             |
| 1.0200                   | 0.510                             |
| 0.6500                   | 0.650                             |

Los resultados de los experimentos restantes se muestran en el apéndice A.

### **3.2. Cinéticas de cristalización.**

En la Figura 3.1 se muestra el gráfico de la concentración de sólidos obtenidos con respecto al tiempo de los experimentos 10 paso constante  $0^\circ$ , 11, 13, 16 y 18 paso variable 0 a  $45^\circ$ , 12, 14 y 17 paso variable 0 a  $90^\circ$ , 21 paso constante  $90^\circ$  y 22 paso constante  $45^\circ$ .

A partir de las cinéticas de cristalización se identifica la región estable del proceso de cristalización que es cuando el  $C_s$  tiene un comportamiento asíntota con respecto a la abscisa.

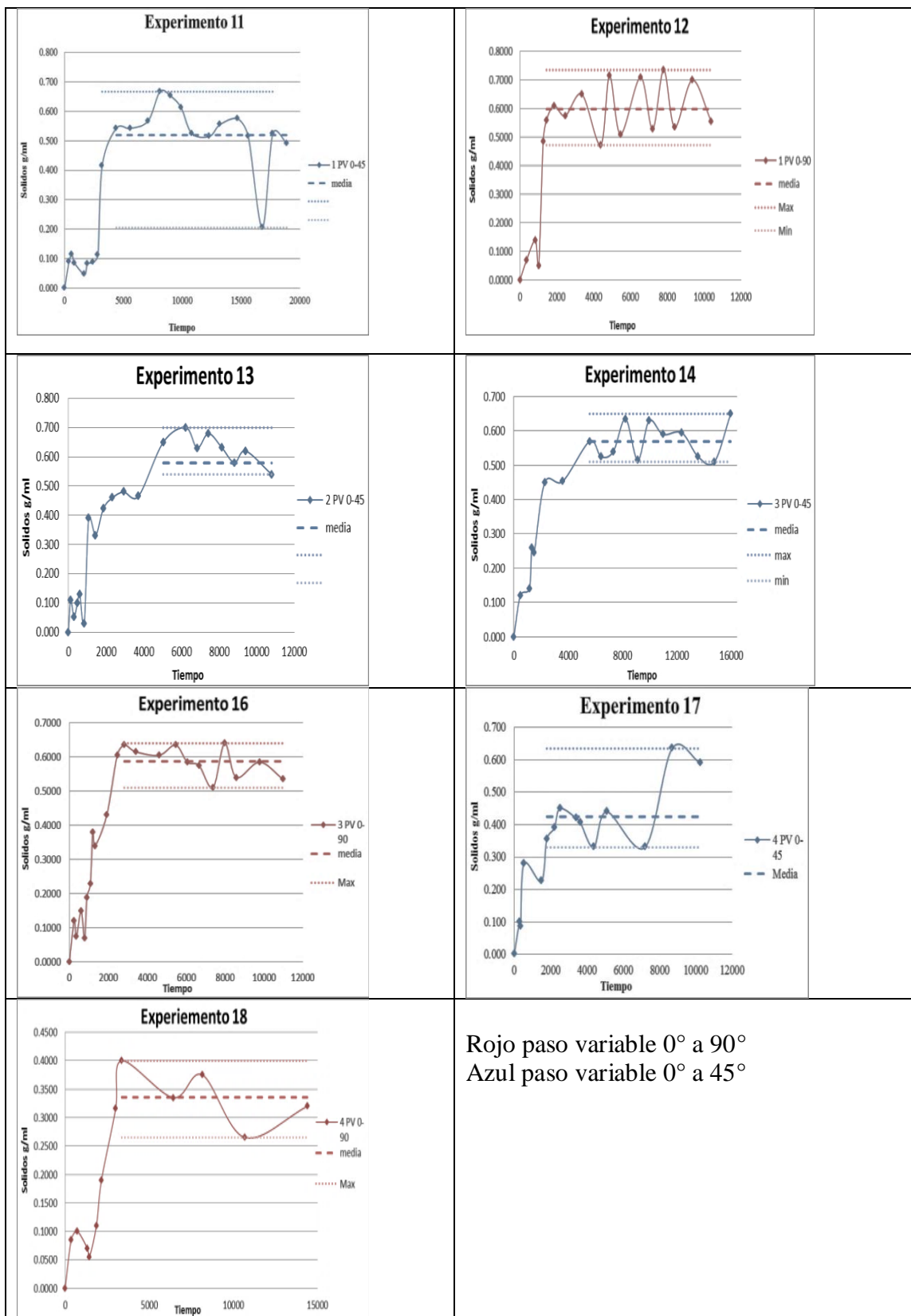
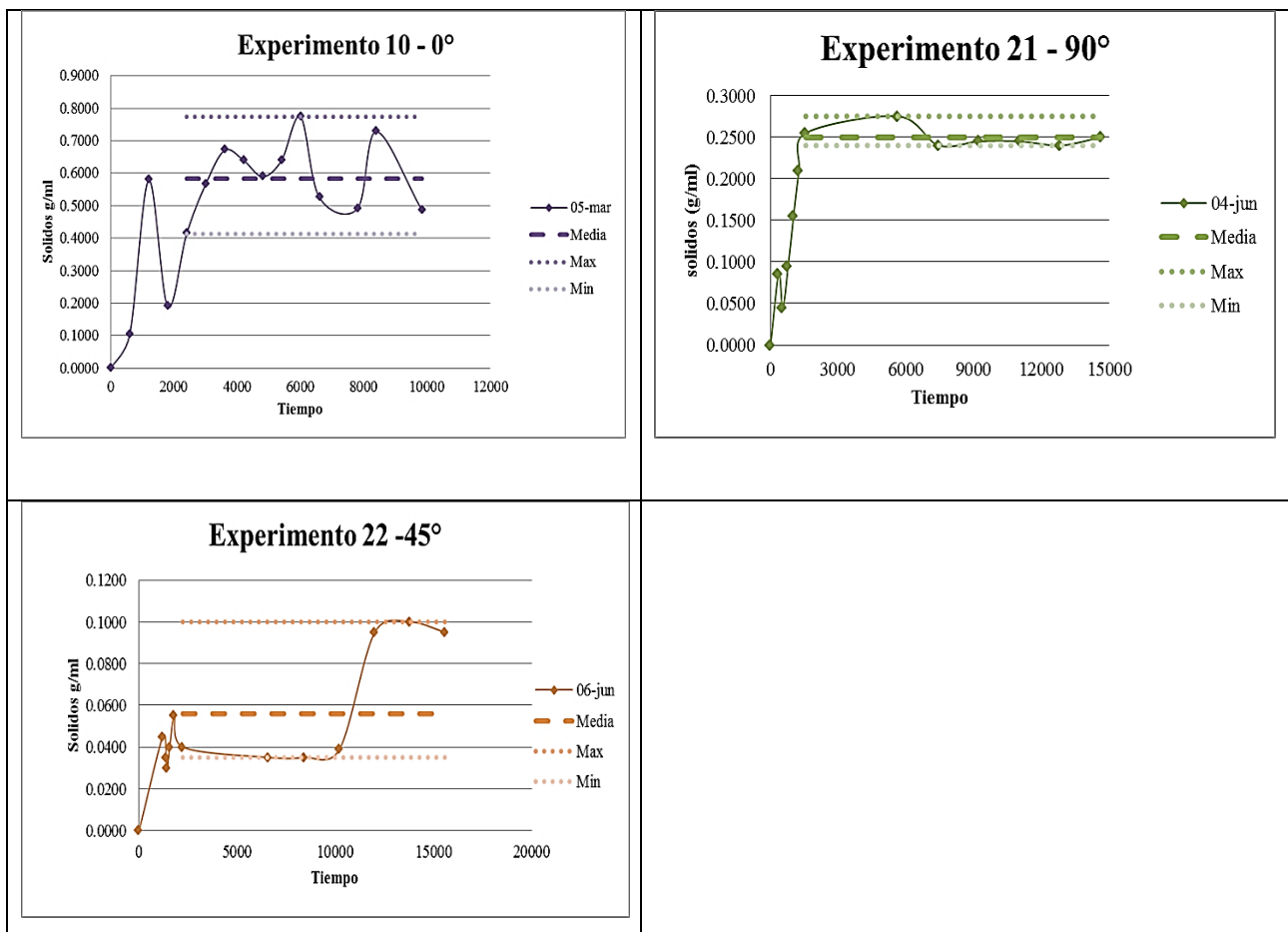


Figura 3. 1 Cinéticas de cristalización paso variable



**Figura 3. 2** Cinéticas de cristalización paso constante.

Para identificar la estabilidad en la concentración de sólidos suspendidos, se identifica el valor máximo y mínimo de la región estable del proceso de cristalización que delimitara la inestabilidad en la suspensión de los sólidos no disueltos.

En una hoja de Excel se calculó la media que será la concentración promedio de la fase estable, los datos para este experimento son:

Concentración promedio de la fase estable: 0.56925 g/ml

Desviación estándar: 0.05177

Valor máximo: 0.650

Valor mínimo: 0.510

Oscilación: 0.14 (valor máximo – valor Mínimo).

En la Tabla 3.3 se muestra la oscilación que tienen los experimentos.

**Tabla 3. 3** Estabilidad de las cinéticas.

| Experimento | Concentración promedio de la fase estable | Desviación estándar | Máximo | Mínimo | Oscilación |
|-------------|---|---------------------|--------|--------|------------|
| 10          | 0.583497683                               | 0.110077839         | 0.774  | 0.413  | 0.3608     |
| 11          | 0.5194                                    | 0.10819             | 0.667  | 0.205  | 0.462      |
| 12          | 0.5984                                    | 0.09084             | 0.735  | 0.472  | 0.263      |
| 13          | 0.5790                                    | 0.08658             | 0.700  | 0.540  | 0.16       |
| 16          | 0.58731                                   | 0.042433            | 0.640  | 0.510  | 0.13       |
| 17          | 0.42455                                   | 0.103211            | 0.635  | 0.330  | 0.305      |
| 18          | 0.335665251                               | 0.052129646         | 0.400  | 0.265  | 0.135      |
| 21          | 0.24975239                                | 0.01224745          | 0.275  | 0.240  | 0.0350     |
| 22          | 0.055965981                               | 0.03187138          | 0.100  | 0.035  | 0.0650     |

Al analizar la Tabla 3.3 nos muestra que la inclinación de aspas de 0 – 90° tiene las regiones más estables de cristalización teniendo una menor oscilación.

### 3.3. Perfiles de temperatura

Se graficó la temperatura contra el tiempo para cada experimento como se muestra en la Figura 3.2, posteriormente se seleccionaron los perfiles de aquellos experimentos que presentaron similar velocidad de enfriamiento los cuáles serán comparativo #1, #2 y #3 como lo muestra en la Tabla 2.5.

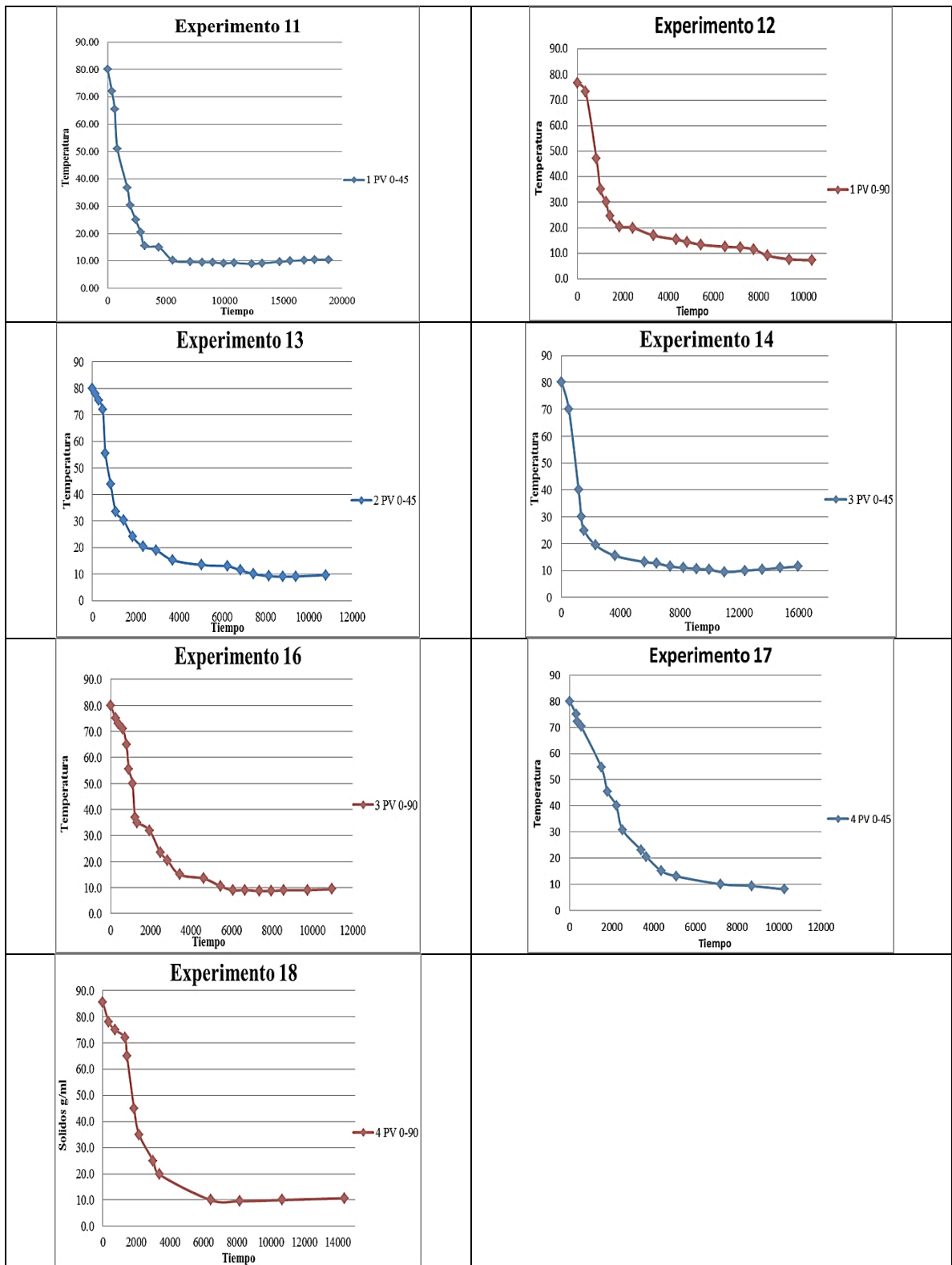
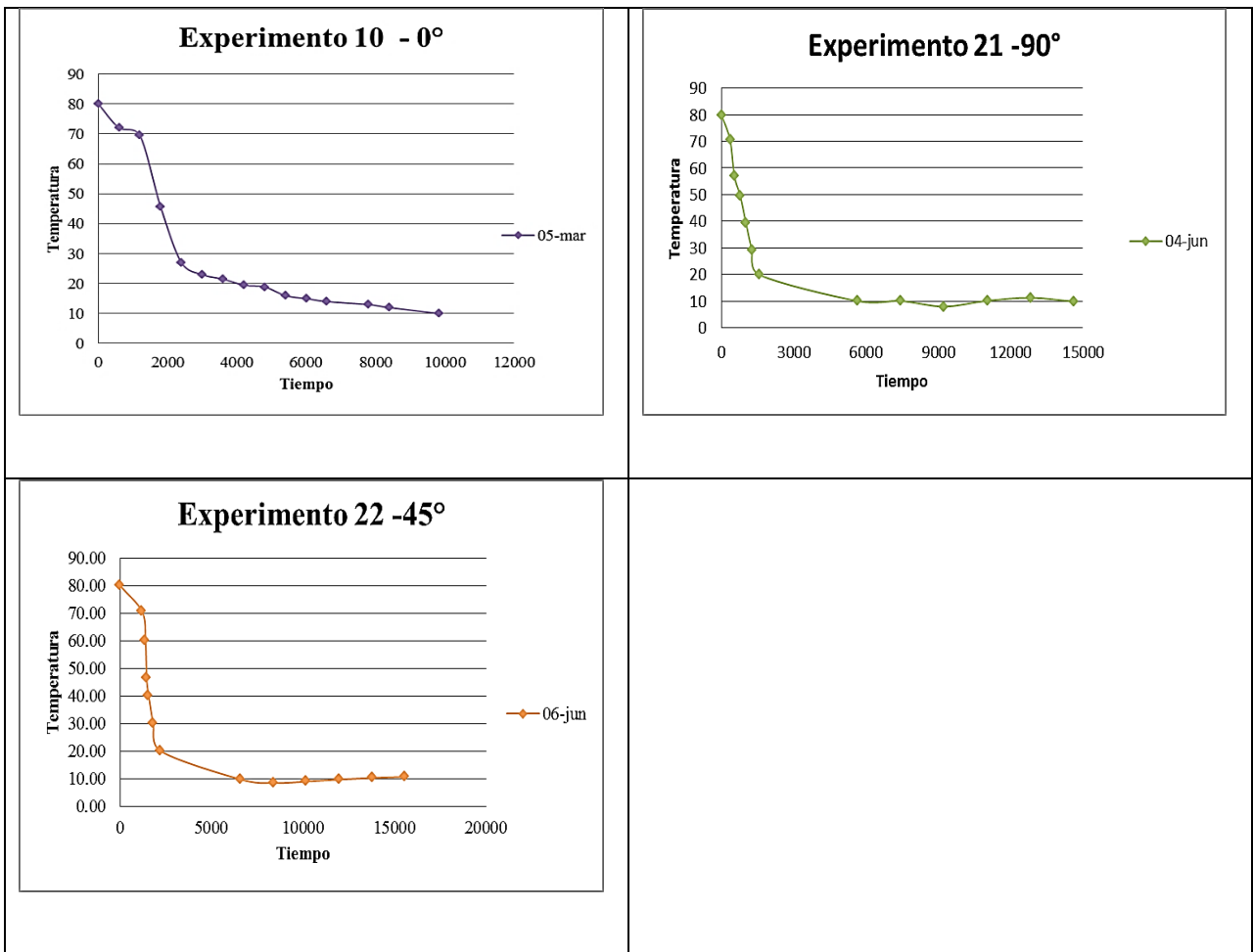


Figura 3. 3 Perfiles de Temperatura paso variable.



**Figura 3. 4** Perfiles de temperatura paso constante.

### 3.4. Pruebas de sedimentación

Se tomara como punto a analizar la muestra 2 del experimento 14 y de los videos obtenidos a través de las pruebas de sedimentación se registra el intervalo de tiempo por cada cambio de la altura del tubo, como lo muestra en la Tabla 3.4. Los experimentos posteriores se encontrar en el Apéndice B.

**Tabla 3. 4** Registro de cambio de nivel muestra 2 experimento 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |
|------------|--------------------------|
| 6.1        | 12                       |
| 6.8        | 11.57142857              |
| 7.9        | 11.14285714              |
| 8.7        | 10.71428571              |
| 9.6        | 10.28571429              |
| 27.8       | 9.857142857              |
| 70.4       | 9.428571429              |
| 228.6      | 9                        |

Con el los tiempos y las distancias recorridas se calcula las velocidades puntuales para cada cambio de nivel con ayuda de la ecuación (2.3) al sustituir los datos:

$$v_t = \frac{12 \text{ cm}}{6.8 \text{ s} - 6.1 \text{ s}} = 16.53 \text{ cm s}^{-1}$$

Como ya conocemos el valor de  $v_t$ , se obtendrá las velocidades promedio por medio de la ecuación (2.4), al sustituir los datos:

$$v = \frac{0 + 16.53 \text{ cm/s}}{2} = 8.2653 \text{ cm s}^{-1}$$

Los datos de las velocidades de la muestra 2 se encuentran en la Tabla 3.5.

**Tabla 3. 5** Velocidades de la muestra 2 experimento 14.

| Velocidades puntuales (cm/s) | Velocidad promedio (cm/s) |
|------------------------------|---------------------------|
| 16.53061224                  | 8.26530612                |
| 6.19047619                   | 11.3605442                |
| 4.120879121                  | 5.15567766                |
| 2.93877551                   | 3.52982732                |
| 0.454246215                  | 1.69651086                |
| 0.146634081                  | 0.30044015                |
| 0.040449438                  | 0.09354176                |

A partir de la ecuación (2.5) se calcula el diámetro de partículas expresado en centímetros:

$$\frac{\text{-----}}{\text{-----}} = \frac{\text{-----}}{\text{-----}} \quad \Xi \quad 0.0478 \text{ cm}$$

Para el cálculo del número de partículas, se realiza la siguiente secuencia de cálculo.

Ecuación (2.6)

$$h^L = 12 \text{ cm} - 11.57 = 0.4286 \text{ cm}$$

Ecuación (2.7)

$$\text{Área transversal: } A = \pi * \left(\frac{1.4}{2}\right)^2 = 1.54 \text{ cm}^2$$

$$\text{Volumen del lecho: } V^L = 0.4386 \text{ cm} * 1.54 \text{ cm}^2 = 0.660 \text{ cm}^3$$

Ecuación (2.8)

Se necesita el diámetro de particular en milímetros así que  $0.0478 * 10 = 0.478 \text{ mm}$

$$\text{Porosidad: } \varepsilon = 1 * 0.356 * \log \quad 0.478 * 1000 - 1 = 0.402$$

Ecuación (2,9)

Densidad del lecho:

$$\rho^L = 1.587 \frac{g}{cm^3} * 1 - 0.402 + 0.781 \frac{g}{cm^3} * 0.402 = 1.267 \frac{g}{cm^3}$$

Ecuación 2.10

$$\text{Masa del lecho: } m^L = 1.267 \frac{g}{cm^3} * 0.660 cm^3 = 0.836 g$$

Ecuación 2.11

$$\text{Masa de solidos experimental: } m_{sx} = 0.836g * 1 - 0.402 = 0.500g$$

Ecuación 2.12

$$\text{Volumen de partícula equivalente: } V_{PE} = \frac{4}{3} * \pi * \left(\frac{0.0487 cm}{2}\right)^3 = 0.0000573 cm^3$$

Ecuación 2.13

$$\text{Numero de partículas: } \#p = \frac{.500g}{1.267 \frac{g}{cm^3} * 0.0000573 cm^3} = 5,499.55 \text{ partículas}$$

Los datos de número de partículas (dP) se encuentran cotejados en la siguiente Tabla 3. 6.

**Tabla 3. 6** Valores de numero de partículas muestra 2 experimento 14.

| Diámetro de<br>partícula<br>promedio [dP]<br>(cm) | Diámetro de<br>partícula<br>promedio<br>(mm) | altura del<br>lecho<br>[h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d<br>lecho [V <sup>L</sup> ]<br>(cm <sup>3</sup> ) | porosidad<br>[ε] | densidad<br>de lecho<br>[ρ <sup>L</sup> ]<br>(g/cm <sub>3</sub> ) | masa de<br>lecho [m <sup>L</sup> ]<br>(g) | masa de<br>solidos<br>experimentales<br>[m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de<br>partícula<br>equivalente<br>[V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de<br>partículas |
|---|--|---|--|------------------|---|---|--|--|-------------------------|
| 0.0478  | 0.478  | 0.429   | 0.660  | 0.402            | 1.267   | 0.836                                     | 0.500  | 0.0000572657   | 5,499.55                |
| 0.0561  | 0.561  | 0.857   | 1.319  | 0.377            | 1.287   | 1.698                                     | 1.057  | 0.0000922795   | 7,216.16                |
| 0.0378  | 0.378  | 1.286   | 1.979  | 0.439            | 1.238   | 2.450                                     | 1.376  | 0.0000282121   | 30,725.18               |
| 0.0313  | 0.313  | 1.714   | 2.639  | 0.468            | 1.215   | 3.205                                     | 1.706  | 0.0000159822   | 67,252.67               |
| 0.0217  | 0.217  | 2.143   | 3.299  | 0.524            | 1.170   | 3.858                                     | 1.835  | 0.0000053253   | 217,078.44              |
| 0.0091  | 0.091  | 2.571   | 3.958  | 0.658            | 1.063   | 4.208                                     | 1.438  | 0.0000003969   | 2,282,989.37            |
| 0.0051  | 0.051  | 3.000   | 4.618  | 0.748            | 0.991   | 4.578                                     | 1.151  | 0.0000000689   | 10,522,162.36           |
|   |  |   |  |                  |   |   | 9.062  |  | 13,132,923.73           |

### 3.5. Perfiles de tamaño contra tiempo

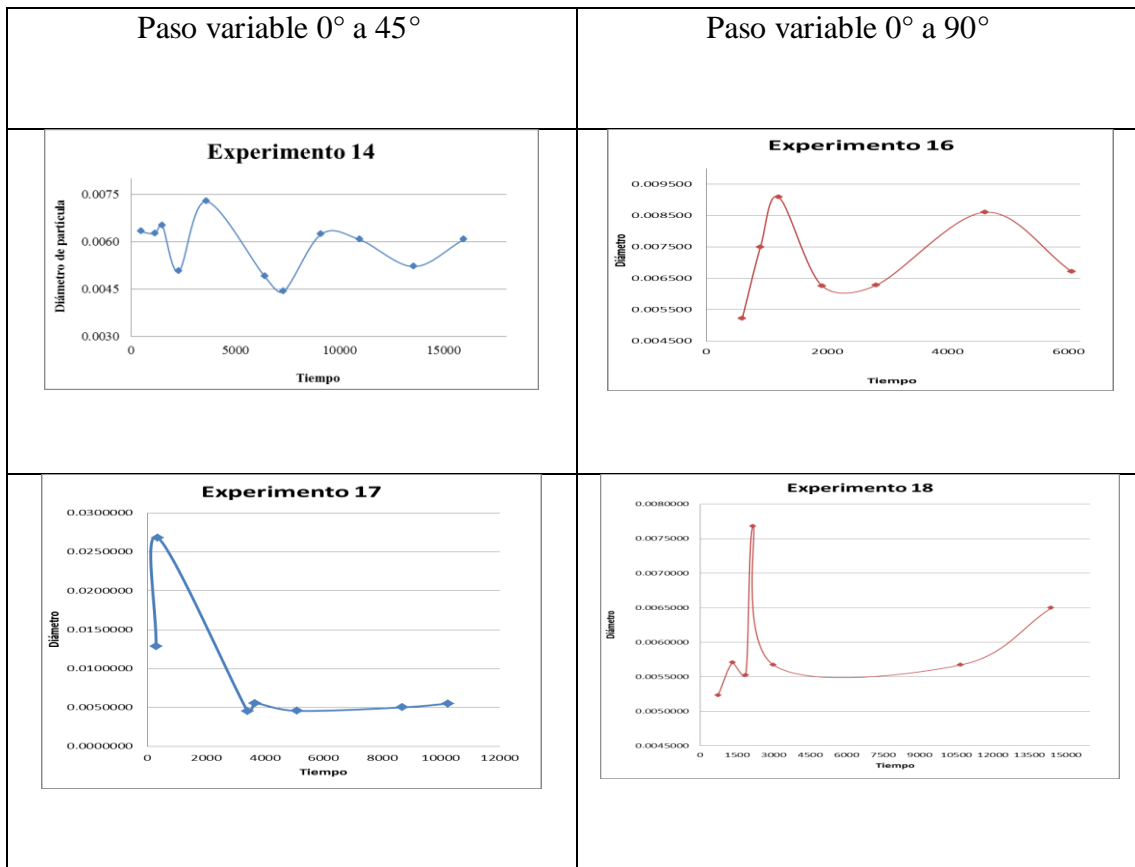
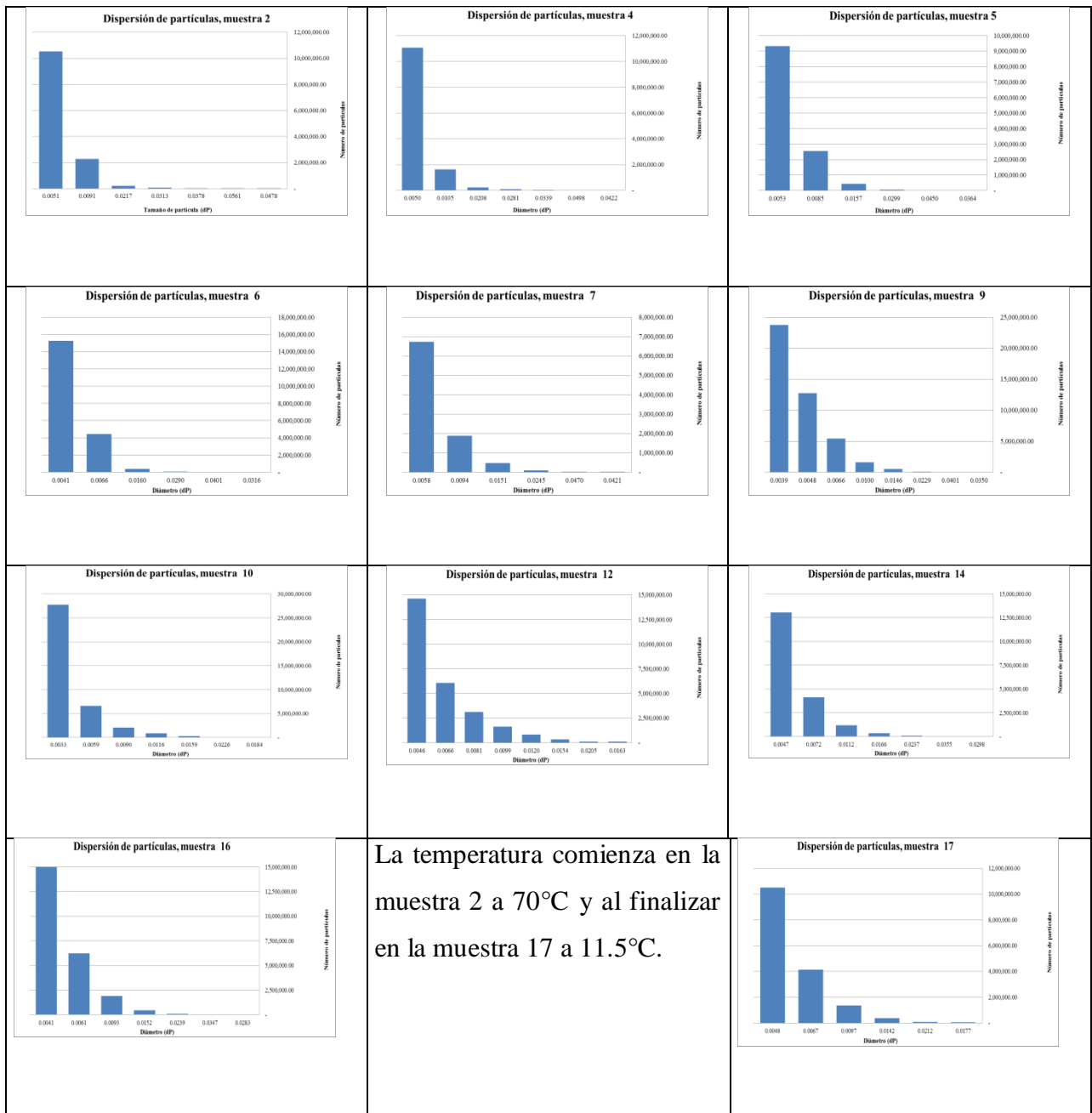


Figura 3. 5 Perfil de tamaño de partícula.

### 3.6. Dispersión de tamaño de partículas

Se realizó una gráfica de barras para analizar la dispersión de tamaño de partículas alrededor del experimento 14 (Figura 3.4), con la finalidad de comprar este gráfico con el obtenido a través del programa ImageJ. Para los experimentos 16, 17, 18 se encuentran en el Apéndice C.1.




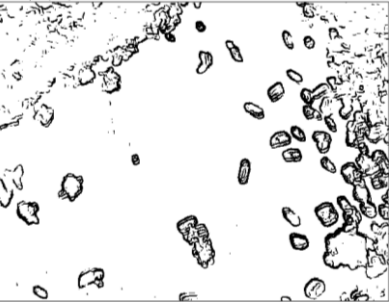
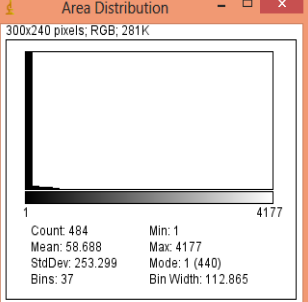

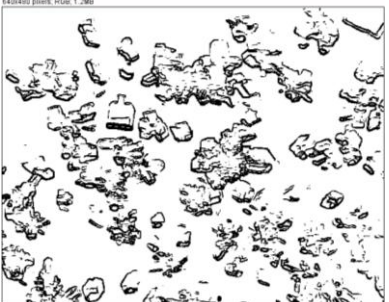
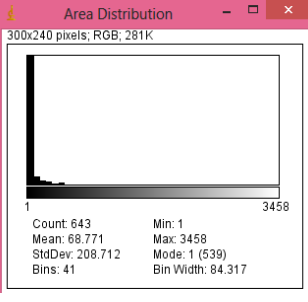
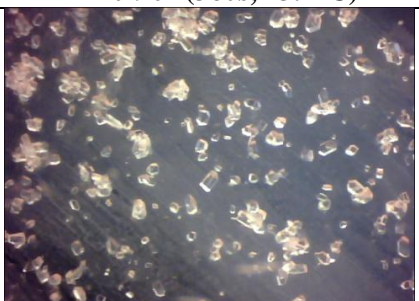
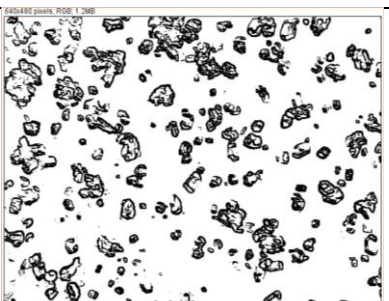
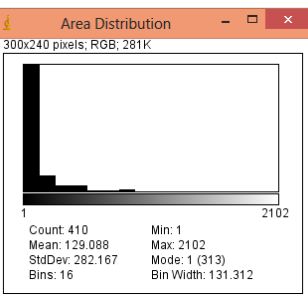
**Figura 3. 6** Dispersión de tamaño de partículas, experimento 14.

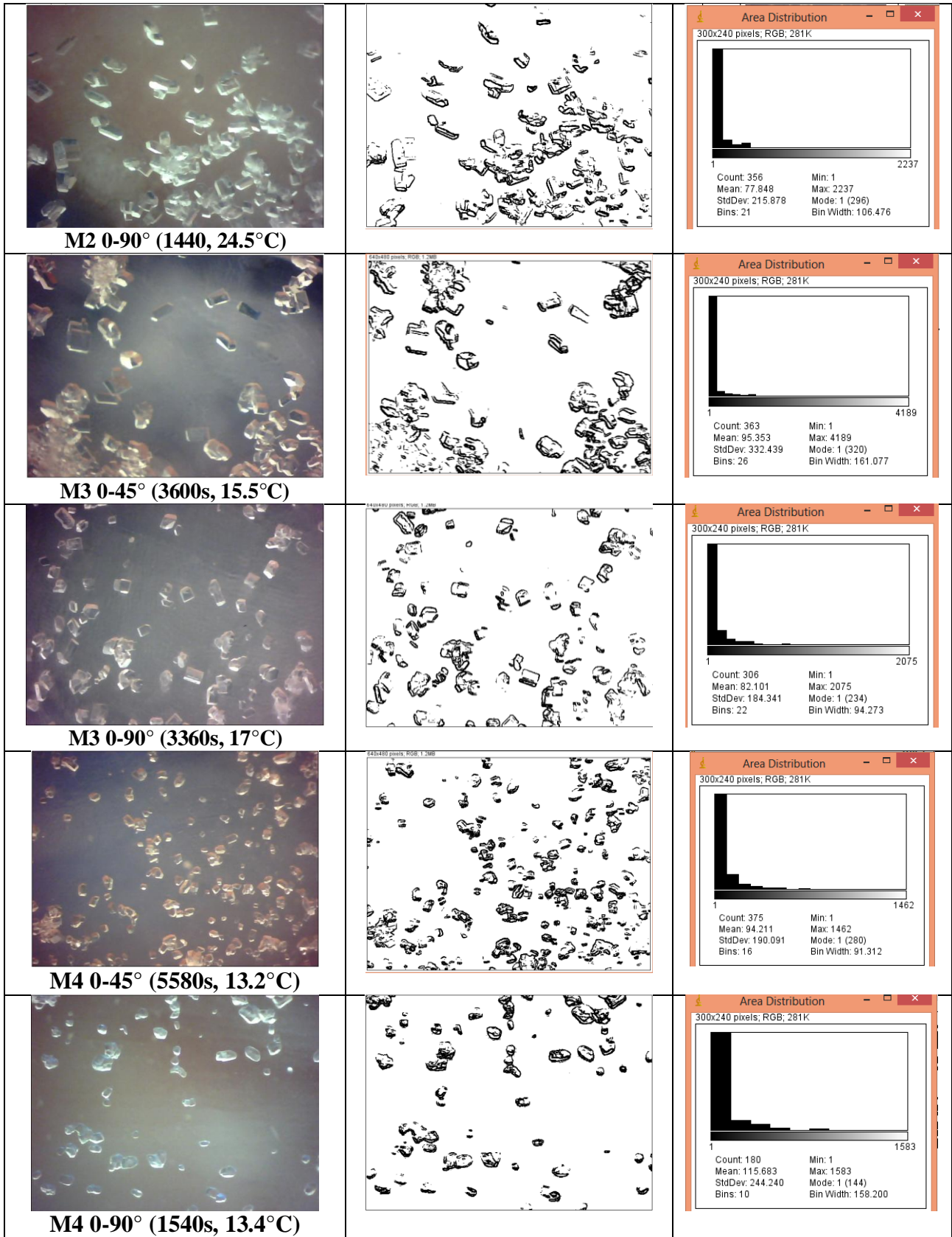
Observamos que va aumentando el diámetro de partículas conforme aumenta el número de partículas presentes, así mismo se observa que va aumentado la dispersión de tamaños conforme se va enfriando la solución.

### 3.7. Procesador de imágenes ImageJ

- a. En el Tabla 3. 7 se muestra el análisis de la distribución de tamaño de partícula de aquellos experimentos cuyas velocidades de enfriamiento son similares para el comparativo #1, los otros comparativos se encuentran en el Apéndice C.2.


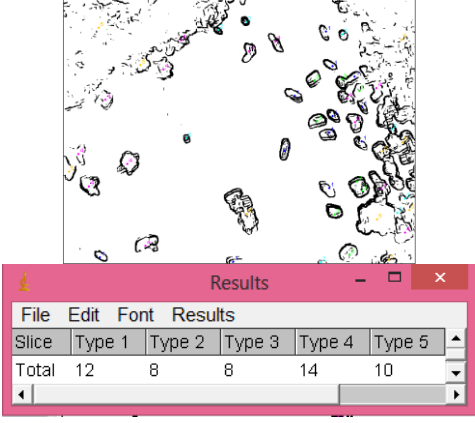

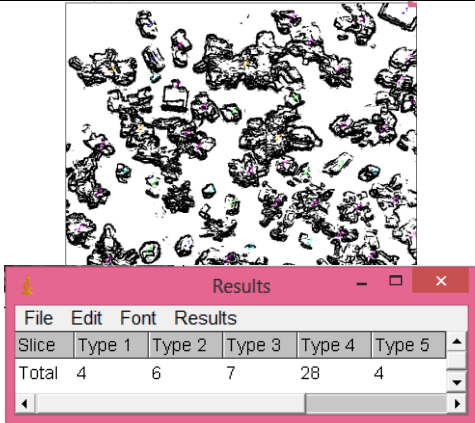
**Tabla 3. 7** Análisis Distribución de partícula comparativo #1.

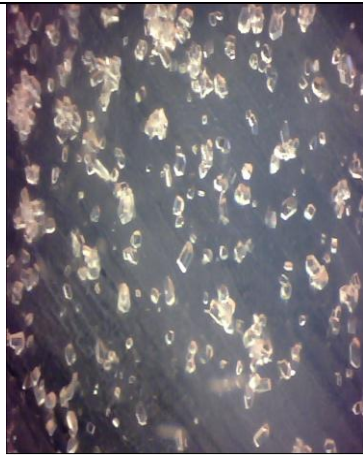
| Foto inicial  | Foto ajustada por el programa  | Distribución de tamaño  |
|---|--|---|
|  <p data-bbox="256 991 542 1016"><b>M1 0-45° (480s, 70°C)</b></p>      |    |  <p data-bbox="1104 688 1396 987">           Area Distribution<br/>           300x240 pixels, RGB, 281K<br/>           Count: 484      Min: 1<br/>           Mean: 58.688    Max: 4177<br/>           StdDev: 253.299    Mode: 1 (440)<br/>           Bins: 37      Bin Width: 112.865         </p>      |
|  <p data-bbox="256 1327 542 1352"><b>M1 0-90° (360s, 73.7°C)</b></p> |  |  <p data-bbox="1104 1024 1396 1323">           Area Distribution<br/>           300x240 pixels, RGB, 281K<br/>           Count: 643      Min: 1<br/>           Mean: 68.771    Max: 3458<br/>           StdDev: 208.712    Mode: 1 (539)<br/>           Bins: 41      Bin Width: 84.317         </p>   |
|  <p data-bbox="256 1663 542 1703"><b>M2 0-45° (1500s, 25°C)</b></p>  |  |  <p data-bbox="1104 1360 1396 1659">           Area Distribution<br/>           300x240 pixels, RGB, 281K<br/>           Count: 410      Min: 1<br/>           Mean: 129.088    Max: 2102<br/>           StdDev: 282.167    Mode: 1 (313)<br/>           Bins: 16      Bin Width: 131.312         </p> |



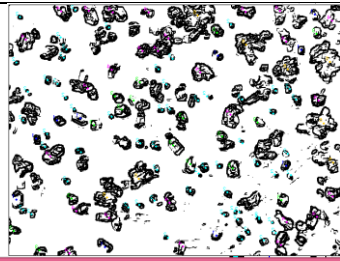
- b. En la Tabla 3.8 se muestra el análisis morfológico, señalando las diferentes formas, tamaño y aglomerados de las partículas de aquellos experimentos cuyas velocidades de enfriamiento son similares (tal como se indicó en la metodología) para el comparativo #1, los otros comparativos se encuentran en el Apéndice C.2

**Tabla 3. 8** Análisis Morfológico comparativo #1.

| Foto inicial  | Conteo de partículas  |        |        |        |        |        |        |       |    |   |   |    |    |
|---|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|----|---|---|----|----|
|  <p data-bbox="418 1024 706 1056"><b>M1 0-45° (480s, 70°C)</b></p>    |  <table border="1" data-bbox="885 871 1356 1024"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>12</td> <td>8</td> <td>8</td> <td>14</td> <td>10</td> </tr> </tbody> </table> | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 12 | 8 | 8 | 14 | 10 |
| Slice   | Type 1  | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |       |    |   |   |    |    |
| Total   | 12  | 8      | 8      | 14     | 10     |        |        |       |    |   |   |    |    |
|  <p data-bbox="414 1476 709 1503"><b>M1 0-90° (360s, 73.7°C)</b></p> |  <table border="1" data-bbox="885 1323 1356 1476"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>4</td> <td>6</td> <td>7</td> <td>28</td> <td>4</td> </tr> </tbody> </table> | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 4  | 6 | 7 | 28 | 4  |
| Slice   | Type 1  | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |       |    |   |   |    |    |
| Total   | 4   | 6      | 7      | 28     | 4      |        |        |       |    |   |   |    |    |



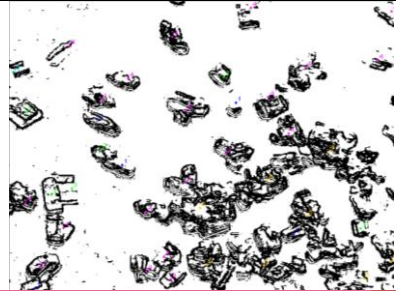
**M2 0-45° (1500s, 25°C)**



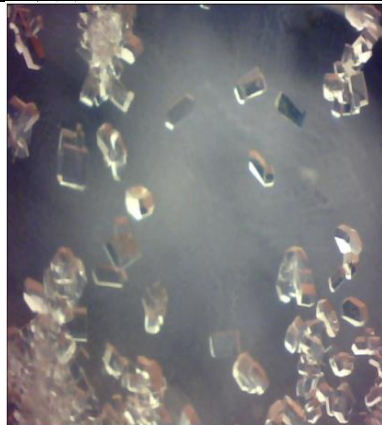
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 10     | 61     | 17      | 27     | 8      |



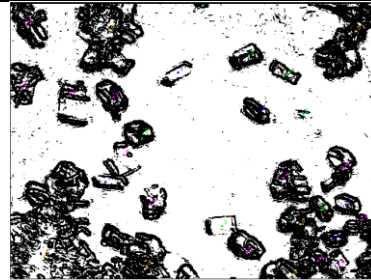
**M2 0-90° (1440s, 24.5°C)**



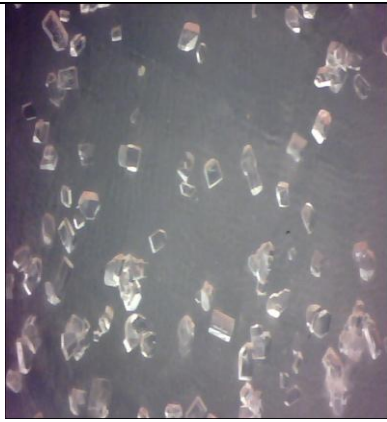
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 5      | 1      | 6       | 20     | 8      |



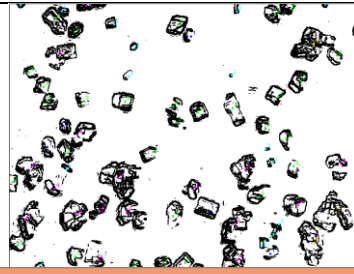
**M3 0-45° (3600s, 15.5°C)**



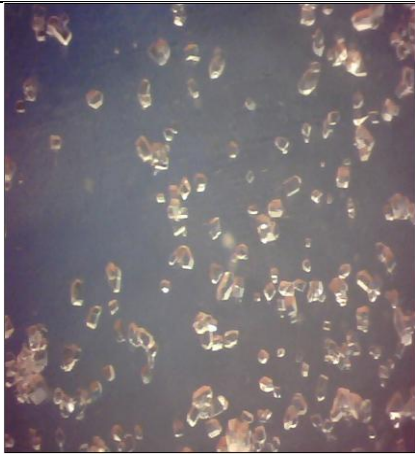
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 5      | 2      | 5       | 12     | 6      |



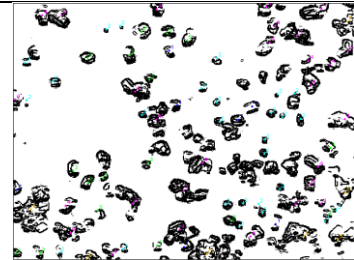
**M3 0-90° (3360s, 17°C)**



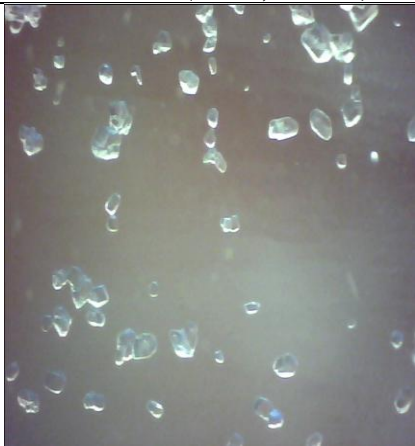
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 5      | 15     | 31      | 17     | 3      |



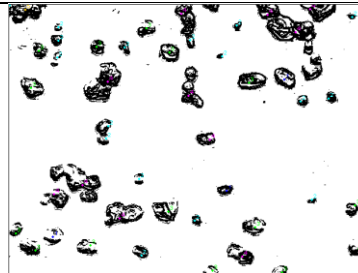
**M4 0-45° (5580s, 13.2°C)**



| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 7      | 27     | 17      | 28     | 7      |



**M4 0-90° (1540s, 13.4°C)**



| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 3      | 16     | 16      | 11     | 1      |

### 3.8. Determinación de impurezas en los cristales obtenidos.

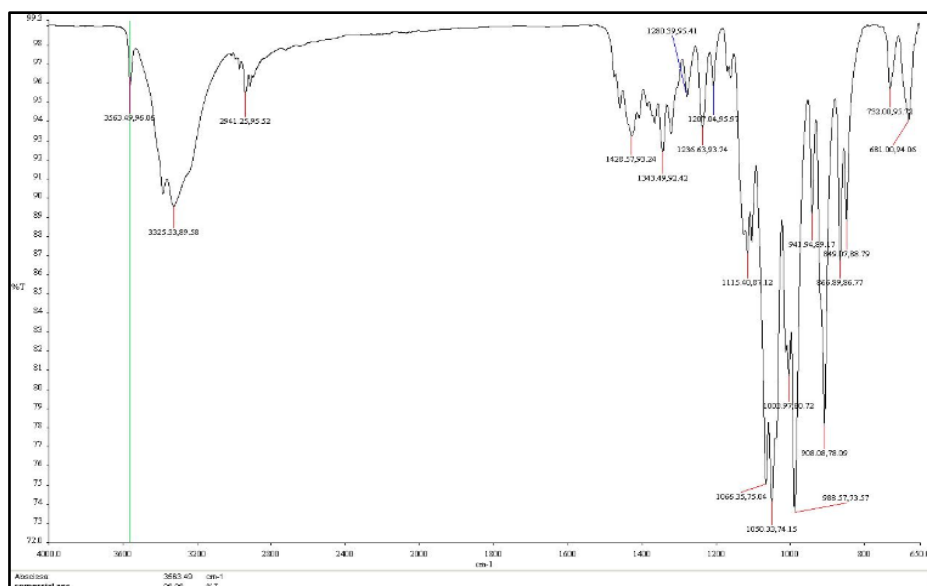


Figura 3. 7 espectros del azúcar, materia prima.

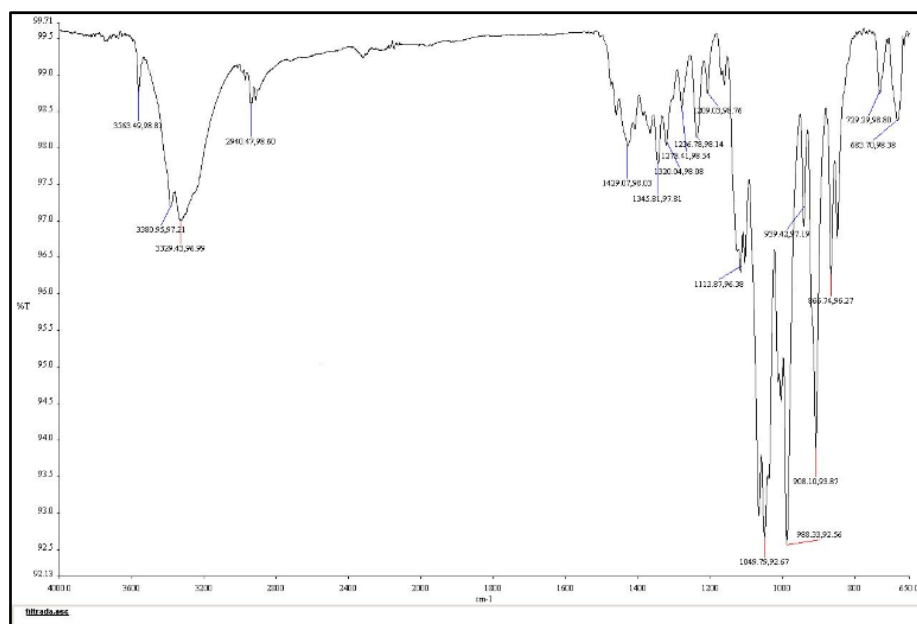


Figura 3. 8 Espectro del azúcar, producto2.

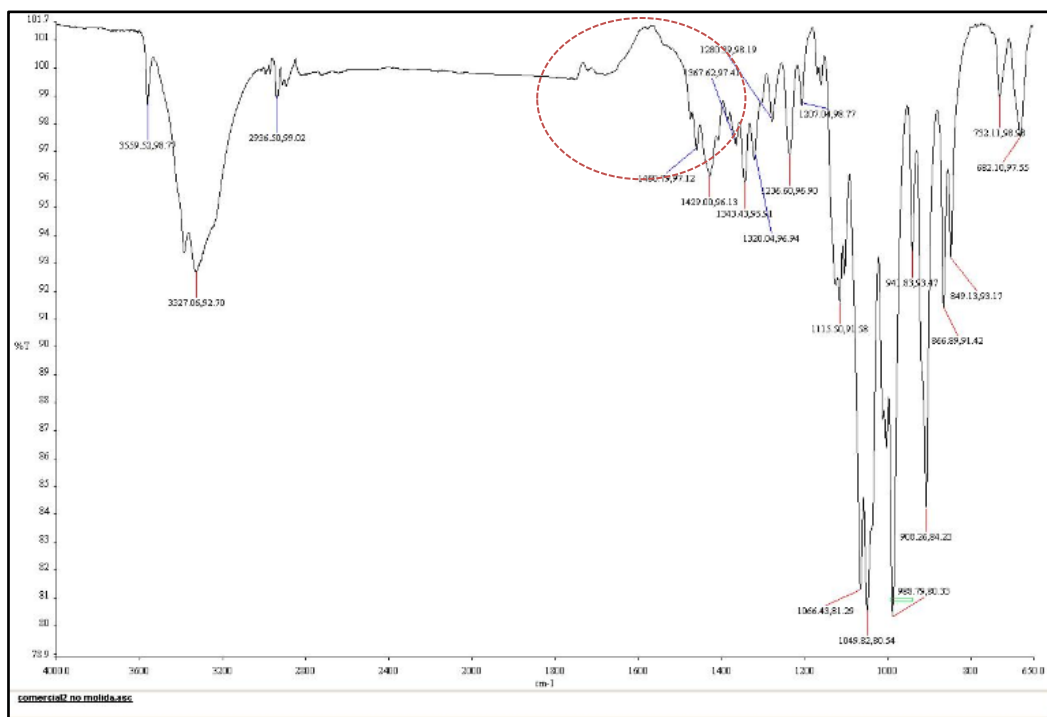


Figura 3. 9 Espectro del azúcar, materia prima2.



Figura 3. 10 Espectro del azúcar, producto 1.

Los espectros demuestran que no hay impurezas adquiridas en el experimento, instrumentos o medio ambiente que puedan afectar en el producto final de los sólidos obtenidos ya que los espectros antes y después tienen los mismos picos.

### 3.9. Índices de refracción

Alcohol

**Tabla 3. 9** Prueba IR alcohol 96%.

| Replica | IR      |
|---------|---------|
| 1       | 1.36389 |
| 2       | 1.36381 |
| 3       | 1.36389 |

Alcohol y azúcar

**Tabla 3. 10** Pruebas de IR de alcohol y azúcar.

| Replica | IR      |
|---------|---------|
| 1       | 1.36254 |
| 2       | 1.36253 |
| 3       | 1.36255 |
| 4       | 1.36253 |
| 5       | 1.36253 |

Comparando con el valor de 1,361 (Perry, 2010) demuestra que no hay variación significativa en la concentración del etanol antes y después del proceso de lavado.

# CONCLUSIONES

---

A partir de la caracterización de la mezcla durante el proceso de cristalización se observa:

1. En las cinéticas de cristalización en la fase de equilibrio los experimentos que tuvieron mejor estabilidad en la fase de equilibrio, menor rango entre los valores máximos y mínimos de concentración de sólidos suspendidos fue paso variable de  $0^\circ$  a  $90^\circ$ .
2. En el cálculo de sólidos suspendidos demostró que a paso variable de  $0^\circ$  a  $45^\circ$  se encuentran mayor concentración de sólidos.
3. En la distribución de partículas obtenidas a través de velocidades de sedimentación, los gráficos de barras demuestran que a medida que el diámetro de partícula crece el número de partículas disminuye, por lo tanto mayor número de partículas indica menor tamaño de partícula.
4. En el análisis de distribución de partículas a partir de las imágenes analizadas pro ImageJ demuestra que a medida que el sistema se enfría van aumentando el número de partículas del mismo modo que en los datos obtenidos a través de hojas de cálculo.
5. En el análisis de imagen la morfología del cristal demostró que hay mayor número de partículas tipo2 (partículas pequeñas) y tipo3 (partículas en formación).
6. En el análisis morfológico indica que en el paso variable de  $0^\circ$  a  $90^\circ$  el tamaño de cristales es pequeño en comparación con el diámetro de paso variable de  $0^\circ$  a  $45^\circ$ , los dos demostrando que al principio nacen los cristales llega un momento en el que los cristales ya no crecen más y sucede la nucleación secundaria y/o la sedimentación de grandes partículas.

Por lo tanto se concluye en este proyecto de tesis que si se busca la estabilidad del proceso, a paso variable de  $0$  a  $90^\circ$  tendrá un crecimiento de cristal uniforme a lo largo de la etapa de equilibrio. Mientras si lo que se requiere son partículas de gran tamaño y forma característica del cristal (monoclínico) será el paso variable de  $0$  a  $45^\circ$  la inclinación favorable para esto.

# APÉNDICE A

---

Se realizó una hoja de cálculo elaborada en Excel, donde se presentan los valores necesarios para conocer las cinéticas de cristalización y realizar los perfiles a evaluar.

## 1 Experimento 10

Se realizó el 05 de marzo del 2014 con inclinación de aspas de 0°.

**Tabla A. 1** Valor de la Concentración de sólidos del experimento 10.

| Muestra | Tiempo [t] (s) | Temperatura [T] (°C) | Peso filtro [f1] (g) | Peso filtro con solidos [f2] (g) | Volumen de muestra [Vm] (ml) | Masa de solidos [Ms] (g) | Concentración solidos [Cs] (g/ml) | volumen solidos | fracción solido (V/V) |
|---------|----------------|----------------------|----------------------|----------------------------------|------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|-----------------|-----------------------|
| 0       | 0              | 80                   | 0.00                 | 0.00                             | 1.00                         | 0.0000                   | 0.0000                            | 0.0000          | 0.0000                |
| 1       | 600            | 72                   | 0.2978               | 0.401                            | 1.00                         | 0.1032                   | 0.1032                            | 0.0650          | 0.0650                |
| 2       | 1200           | 69.5                 | 0.316                | 0.8952                           | 1.00                         | 0.5792                   | 0.5792                            | 0.3650          | 0.3650                |
| 3       | 1800           | 45.6                 | 0.3168               | 0.5059                           | 1.00                         | 0.1891                   | 0.1891                            | 0.1192          | 0.1192                |
| 4       | 2400           | 27                   | 0.3071               | 0.7205                           | 1.00                         | 0.4134                   | 0.4134                            | 0.2605          | 0.2605                |
| 5       | 3000           | 23                   | 0.3056               | 0.8713                           | 1.00                         | 0.5657                   | 0.5657                            | 0.3565          | 0.3565                |
| 6       | 3600           | 21.5                 | 0.303                | 0.9736                           | 1.00                         | 0.6706                   | 0.6706                            | 0.4226          | 0.4226                |
| 7       | 4200           | 19.5                 | 0.3236               | 0.9634                           | 1.00                         | 0.6398                   | 0.6398                            | 0.4032          | 0.4032                |
| 8       | 4800           | 18.9                 | 0.3063               | 0.8958                           | 1.00                         | 0.5895                   | 0.5895                            | 0.3715          | 0.3715                |
| 9       | 5400           | 16                   | 0.304                | 0.9436                           | 1.00                         | 0.6396                   | 0.6396                            | 0.4030          | 0.4030                |
| 10      | 6000           | 15                   | 0.3191               | 1.0933                           | 1.00                         | 0.7742                   | 0.7742                            | 0.4878          | 0.4878                |
| 11      | 6600           | 14                   | 0.3068               | 0.8312                           | 1.00                         | 0.5244                   | 0.5244                            | 0.3304          | 0.3304                |
| 12      | 7800           | 13                   | 0.3097               | 0.8007                           | 1.00                         | 0.4910                   | 0.4910                            | 0.3094          | 0.3094                |
| 13      | 8400           | 12                   | 0.316                | 1.0445                           | 1.00                         | 0.7285                   | 0.7285                            | 0.4590          | 0.4590                |
| 14      | 9840           | 10                   | 0.3038               | 0.7897                           | 1.00                         | 0.4859                   | 0.4859                            | 0.3062          | 0.3062                |

## 2 Experimento 11

Se realizó el 12 de marzo del 2014, con inclinación de aspas de 0° a 45° por lo que será nuestro primero experimento de paso variable (1PV0-45).

**Tabla A. 2** Valor de la Concentración de sólidos del experimento 11.

| Muestra | Tiempo [t] (s) | Temperatura [T] (°C) | Peso filtro [f1] (g) | Peso filtro con solidos [f2] (g) | Volumen de muestra [Vm] (ml) | Masa de solidos [Ms] (g) | Concentración solidos [Cs] (g/ml) |
|---------|----------------|----------------------|----------------------|----------------------------------|------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|
| 0       | 0              | 80.00                | 0.0                  | 0                                | 2.0                          | 0                        | 0.000                             |
| 1       | 360            | 72                   | 0.3000               | 0.39                             | 1.0                          | 0.0900                   | 0.090                             |
| 2       | 600            | 65.5                 | 0.3058               | 0.4200                           | 1.0                          | 0.1142                   | 0.114                             |
| 3       | 840            | 51                   | 0.3058               | 0.3900                           | 1.0                          | 0.0842                   | 0.084                             |
| 4       | 1680           | 36.7                 | 0.3058               | 0.4000                           | 2.0                          | 0.0942                   | 0.047                             |
| 5       | 1920           | 30.4                 | 0.3058               | 0.4700                           | 2.0                          | 0.1642                   | 0.082                             |
| 6       | 2400           | 25                   | 0.3058               | 0.4800                           | 2.0                          | 0.1742                   | 0.087                             |
| 7       | 2820           | 20.4                 | 0.3058               | 0.5300                           | 2.0                          | 0.2242                   | 0.112                             |
| 8       | 3180           | 15.5                 | 0.3058               | 1.0100                           | 1.7                          | 0.7042                   | 0.414                             |
| 9       | 4380           | 15                   | 0.3058               | 1.3900                           | 2.0                          | 1.0842                   | 0.542                             |
| 10      | 5580           | 10.2                 | 0.3058               | 1.3900                           | 2.0                          | 1.0842                   | 0.542                             |
| 11      | 7080           | 9.7                  | 0.3058               | 1.4400                           | 2.0                          | 1.1342                   | 0.567                             |
| 12      | 8100           | 9.5                  | 0.3058               | 1.6400                           | 2.0                          | 1.3342                   | 0.667                             |
| 13      | 9000           | 9.5                  | 0.3058               | 1.6100                           | 2.0                          | 1.3042                   | 0.652                             |
| 14      | 9900           | 9.1                  | 0.3058               | 1.5300                           | 2.0                          | 1.2242                   | 0.612                             |
| 15      | 10800          | 9.3                  | 0.3300               | 1.38                             | 2.0                          | 1.0500                   | 0.525                             |
| 16      | 12300          | 8.9                  | 0.3000               | 1.33                             | 2.0                          | 1.0300                   | 0.515                             |
| 17      | 13200          | 9.2                  | 0.3100               | 1.42                             | 2.0                          | 1.1100                   | 0.555                             |
| 18      | 14700          | 9.7                  | 0.3000               | 1.45                             | 2.0                          | 1.1500                   | 0.575                             |
| 19      | 15600          | 10                   | 0.3000               | 1.33                             | 2.0                          | 1.0300                   | 0.515                             |
| 20      | 16800          | 10.3                 | 0.3100               | 0.72                             | 2.0                          | 0.4100                   | 0.205                             |
| 21      | 17700          | 10.5                 | 0.3200               | 1.37                             | 2.0                          | 1.0500                   | 0.525                             |
| 22      | 18900          | 10.5                 | 0.3100               | 1.29                             | 2.0                          | 0.9800                   | 0.490                             |

## 2 Experimento 12

Se realizó el 13 de marzo del 2014, con inclinación de aspas de 0° a 90° por lo que será nuestro primero experimento de paso variable (1PV0-90).

**Tabla A. 3** Valor de la Concentración de sólidos del experimento 12.

| Muestra | Tiempo [t]<br>(s) | Temperatura<br>[T] (°C) | Peso filtro<br>[f1] (g) | Peso filtro con<br>sólidos [f2]<br>(g) | Volumen de<br>muestra [Vm]<br>(ml) | Masa de<br>sólidos [Ms]<br>(g) | Concentración<br>sólidos [Cs] (g/ml) |
|---------|-------------------|-------------------------|-------------------------|--|------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 0       | 0                 | 76.8                    | 0.00                    | 0.00                                   | 2.00                               | 0.0000                         | 0.0000                               |
| 1       | 360               | 73.3                    | 0.33                    | 0.40                                   | 1.00                               | 0.0700                         | 0.0700                               |
| 2       | 840               | 47.1                    | 0.31                    | 0.45                                   | 1.00                               | 0.1400                         | 0.1400                               |
| 3       | 1020              | 35.0                    | 0.31                    | 0.36                                   | 1.00                               | 0.0500                         | 0.0500                               |
| 4       | 1260              | 30.0                    | 0.31                    | 1.28                                   | 2.00                               | 0.9700                         | 0.4850                               |
| 5       | 1440              | 24.5                    | 0.31                    | 1.43                                   | 2.00                               | 1.1200                         | 0.5600                               |
| 6       | 1860              | 20.5                    | 0.30                    | 1.52                                   | 2.00                               | 1.2200                         | 0.6100                               |
| 7       | 2460              | 20.0                    | 0.31                    | 1.46                                   | 2.00                               | 1.1500                         | 0.5750                               |
| 8       | 3360              | 17.0                    | 0.31                    | 1.61                                   | 2.00                               | 1.3000                         | 0.6500                               |
| 9       | 4380              | 15.4                    | 0.30                    | 1.15                                   | 1.80                               | 0.8500                         | 0.4722                               |
| 10      | 4860              | 14.5                    | 0.32                    | 1.75                                   | 2.00                               | 1.4300                         | 0.7150                               |
| 11      | 5460              | 13.4                    | 0.30                    | 1.32                                   | 2.00                               | 1.0200                         | 0.5100                               |
| 12      | 6540              | 12.6                    | 0.32                    | 1.74                                   | 2.00                               | 1.4200                         | 0.7100                               |
| 13      | 7200              | 12.3                    | 0.32                    | 1.27                                   | 1.80                               | 0.9500                         | 0.5278                               |
| 14      | 7800              | 11.6                    | 0.31                    | 1.56                                   | 1.70                               | 1.2500                         | 0.7353                               |
| 15      | 8400              | 9.2                     | 0.30                    | 1.37                                   | 2.00                               | 1.0700                         | 0.5350                               |
| 16      | 9360              | 7.7                     | 0.31                    | 1.01                                   | 1.00                               | 0.7000                         | 0.7000                               |
| 17      | 10380             | 7.3                     | 0.31                    | 1.31                                   | 1.80                               | 1.0000                         | 0.5556                               |

### 3 Experimento 13

Se realizó el 19 de marzo del 2014, con inclinación de aspas de 0° a 45° por lo que será 2PV0-45.

**Tabla A. 4** Valor de la Concentración de sólidos del experimento 13.

| Muestra | Tiempo [t]<br>(s) | Temperatura<br>[T] (°C) | Peso filtro<br>[f1] (g) | Peso filtro con<br>sólidos [f2]<br>(g) | Volumen de<br>muestra [Vm]<br>(ml) | Masa de<br>sólidos [Ms]<br>(g) | Concentración<br>sólidos [Cs] (g/ml) |
|---------|-------------------|-------------------------|-------------------------|--|------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 0       | 0                 | 80.0                    | 0.00                    | 0.00                                   | 2.00                               | 0.0000                         | 0.0000                               |
| 1       | 240               | 78.0                    | 0.32                    | 0.39                                   | 1.00                               | 0.0700                         | 0.0700                               |
| 2       | 480               | 75.0                    | 0.32                    | 0.41                                   | 1.00                               | 0.0900                         | 0.0900                               |
| 3       | 720               | 73.0                    | 0.32                    | 0.37                                   | 2.00                               | 0.0500                         | 0.0250                               |
| 4       | 960               | 65.0                    | 0.32                    | 0.41                                   | 1.50                               | 0.0900                         | 0.0600                               |
| 5       | 1020              | 60.0                    | 0.32                    | 0.44                                   | 2.00                               | 0.1200                         | 0.0600                               |
| 6       | 1200              | 50.0                    | 0.33                    | 0.53                                   | 2.00                               | 0.2000                         | 0.1000                               |
| 7       | 1380              | 47.0                    | 0.32                    | 0.86                                   | 2.00                               | 0.5400                         | 0.2700                               |
| 8       | 2100              | 43.0                    | 0.31                    | 1.03                                   | 2.00                               | 0.7200                         | 0.3600                               |
| 9       | 2460              | 37.0                    | 0.27                    | 0.86                                   | 2.00                               | 0.5900                         | 0.2950                               |
| 10      | 2580              | 35.0                    | 0.26                    | 0.85                                   | 1.60                               | 0.5900                         | 0.3688                               |
| 11      | 2940              | 25.5                    | 0.27                    | 1.04                                   | 2.00                               | 0.7700                         | 0.3850                               |
| 12      | 3600              | 20.5                    | 0.26                    | 1.08                                   | 2.00                               | 0.8200                         | 0.4100                               |
| 13      | 4980              | 15.5                    | 0.27                    | 1.11                                   | 2.00                               | 0.8400                         | 0.4200                               |
| 14      | 6660              | 12.5                    | 0.27                    | 1.19                                   | 2.00                               | 0.9200                         | 0.4600                               |
| 15      | 7980              | 10.0                    | 0.27                    | 1.08                                   | 2.00                               | 0.8100                         | 0.4050                               |
| 16      | 8400              | 8.7                     | 0.28                    | 0.67                                   | 1.50                               | 0.3900                         | 0.2600                               |
| 17      | 9960              | 7.3                     | 0.28                    | 0.63                                   | 1.00                               | 0.3500                         | 0.3500                               |
| 18      | 11160             | 7.6                     | 0.28                    | 1.05                                   | 2.00                               | 0.7700                         | 0.3850                               |
| 19      | 12060             | 8.3                     | 0.28                    | 1.06                                   | 2.00                               | 0.7800                         | 0.3900                               |
| 20      | 12960             | 8.7                     | 0.26                    | 1.11                                   | 2.00                               | 0.8500                         | 0.4250                               |
| 21      | 14160             | 9.4                     | 0.28                    | 1.11                                   | 2.00                               | 0.8300                         | 0.4150                               |

## 4 Experimento 16

Se realizó el 03 de abril del 2014, con inclinación de aspas de 0° a 90° por lo que será 3PV0-90.

**Tabla A. 5** Valores de concentración del experimento 16.

| Muestra | Tiempo [t]<br>(s) | Temperatura<br>[T] (°C) | Peso filtro<br>[f1] (g) | Peso filtro con<br>solidos [f2]<br>(g) | Volumen de<br>muestra [Vm]<br>(ml) | Masa de<br>solidos [Ms]<br>(g) | Concentración<br>solidos [Cs] (g/ml) |
|---------|-------------------|-------------------------|-------------------------|--|------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 0       | 0                 | 80.0                    | 0.00                    | 0.00                                   | 2.00                               | 0.0000                         | 0.0000                               |
| 1       | 240               | 75.0                    | 0.27                    | 0.39                                   | 1.00                               | 0.1200                         | 0.1200                               |
| 2       | 360               | 73.0                    | 0.26                    | 0.41                                   | 2.00                               | 0.1500                         | 0.0750                               |
| 3       | 600               | 71.0                    | 0.26                    | 0.41                                   | 1.00                               | 0.1500                         | 0.1500                               |
| 4       | 780               | 65.0                    | 0.26                    | 0.4                                    | 2.00                               | 0.1400                         | 0.0700                               |
| 5       | 900               | 55.5                    | 0.26                    | 0.61                                   | 1.85                               | 0.3500                         | 0.1892                               |
| 6       | 1080              | 50.0                    | 0.27                    | 0.73                                   | 2.00                               | 0.4600                         | 0.2300                               |
| 7       | 1200              | 37.0                    | 0.26                    | 0.83                                   | 1.50                               | 0.5700                         | 0.3800                               |
| 8       | 1320              | 35.0                    | 0.26                    | 0.94                                   | 2.00                               | 0.6800                         | 0.3400                               |
| 9       | 1920              | 32.0                    | 0.25                    | 1.11                                   | 2.00                               | 0.8600                         | 0.4300                               |
| 10      | 2460              | 23.5                    | 0.27                    | 1.48                                   | 2.00                               | 1.2100                         | 0.6050                               |
| 11      | 2820              | 20.5                    | 0.26                    | 1.53                                   | 2.00                               | 1.2700                         | 0.6350                               |
| 12      | 3420              | 15.0                    | 0.27                    | 1.5                                    | 2.00                               | 1.2300                         | 0.6150                               |
| 13      | 4620              | 13.5                    | 0.27                    | 1.48                                   | 2.00                               | 1.2100                         | 0.6050                               |
| 14      | 5460              | 10.5                    | 0.27                    | 1.54                                   | 2.00                               | 1.2700                         | 0.6350                               |
| 15      | 6060              | 9.0                     | 0.27                    | 1.44                                   | 2.00                               | 1.1700                         | 0.5850                               |
| 16      | 6660              | 9.1                     | 0.29                    | 1.44                                   | 2.00                               | 1.1500                         | 0.5750                               |
| 17      | 7380              | 8.7                     | 0.28                    | 1.3                                    | 2.00                               | 1.0200                         | 0.5100                               |
| 18      | 7980              | 8.7                     | 0.28                    | 1.56                                   | 2.00                               | 1.2800                         | 0.6400                               |
| 19      | 8580              | 9.0                     | 0.27                    | 1.35                                   | 2.00                               | 1.0800                         | 0.5400                               |
| 20      | 9780              | 9.1                     | 0.27                    | 1.44                                   | 2.00                               | 1.1700                         | 0.5850                               |
| 21      | 10980             | 9.4                     | 0.27                    | 1.34                                   | 2.00                               | 1.0700                         | 0.5350                               |

## 5 Experimento 17

Se realizó el 09 de abril del 2014, con inclinación de aspas de 0° a 45° por lo que será 4PV0-45.

**Tabla A. 6** Valores de concentración del experimento 17.

| Muestra | Tiempo [t] (s) | Temperatura [T] (°C) | Peso filtro [f1] (g) | Peso filtro con solidos [f2] (g) | Volumen de muestra [Vm] (ml) | Masa de solidos [Ms] (g) | Concentración solidos [Cs] (g/ml) |
|---------|----------------|----------------------|----------------------|----------------------------------|------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|
| 0       | 0              | 80                   | 0.0000               | 0                                | 1.0                          | 0.0000                   | 0.000                             |
| 1       | 300            | 75                   | 0.2700               | 0.37                             | 1.0                          | 0.1000                   | 0.100                             |
| 2       | 360            | 72.2                 | 0.2800               | 0.45                             | 2.0                          | 0.1700                   | 0.085                             |
| 3       | 540            | 70.4                 | 0.2600               | 0.68                             | 1.5                          | 0.4200                   | 0.280                             |
| 4       | 1500           | 54.8                 | 0.2900               | 0.56                             | 1.2                          | 0.2700                   | 0.225                             |
| 5       | 1800           | 45.5                 | 0.2800               | 0.99                             | 2.0                          | 0.7100                   | 0.355                             |
| 6       | 2220           | 40                   | 0.2700               | 1.05                             | 2.0                          | 0.7800                   | 0.390                             |
| 7       | 2520           | 30.8                 | 0.2800               | 1                                | 1.6                          | 0.7200                   | 0.450                             |
| 8       | 3420           | 23                   | 0.2700               | 1.11                             | 2.0                          | 0.8400                   | 0.420                             |
| 9       | 3660           | 20.5                 | 0.2900               | 1.1                              | 2.0                          | 0.8100                   | 0.405                             |
| 10      | 4380           | 15                   | 0.2700               | 0.93                             | 2.0                          | 0.6600                   | 0.330                             |
| 11      | 5100           | 13                   | 0.2600               | 1.14                             | 2.0                          | 0.8800                   | 0.440                             |
| 12      | 7200           | 10                   | 0.2800               | 0.61                             | 1.0                          | 0.3300                   | 0.330                             |
| 13      | 8700           | 9.3                  | 0.2800               | 1.55                             | 2.0                          | 1.2700                   | 0.635                             |
| 14      | 10260          | 8                    | 0.2700               | 1.45                             | 2.0                          | 1.1800                   | 0.590                             |

## 6 Experimento 18

Se realizó el 10 de abril del 2014, con inclinación de aspas de 0° a 90° por lo que será 4PV0-90.

**Tabla A. 7** Valores de concentración del experimento 18.

| Muestra | Tiempo [t]<br>(s) | Temperatura<br>[T] (°C) | Peso filtro<br>[f1] (g) | Peso filtro con<br>solidos [f2]<br>(g) | Volumen de<br>muestra [Vm]<br>(ml) | Masa de<br>solidos [Ms]<br>(g) | Concentración<br>solidos [Cs] (g/ml) |
|---------|-------------------|-------------------------|-------------------------|--|------------------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 0       | 0                 | 85.5                    | 0.00                    | 0.00                                   | 2.00                               | 0.0000                         | 0.0000                               |
| 1       | 360               | 78.0                    | 0.28                    | 0.45                                   | 2.00                               | 0.1700                         | 0.0850                               |
| 2       | 720               | 75.0                    | 0.28                    | 0.38                                   | 1.00                               | 0.1000                         | 0.1000                               |
| 3       | 1320              | 72.0                    | 0.29                    | 0.36                                   | 1.00                               | 0.0700                         | 0.0700                               |
| 4       | 1440              | 65.0                    | 0.29                    | 0.4                                    | 2.00                               | 0.1100                         | 0.0550                               |
| 5       | 1860              | 45.0                    | 0.28                    | 0.5                                    | 2.00                               | 0.2200                         | 0.1100                               |
| 6       | 2160              | 35.0                    | 0.28                    | 0.66                                   | 2.00                               | 0.3800                         | 0.1900                               |
| 7       | 3000              | 25.0                    | 0.29                    | 0.89                                   | 1.90                               | 0.6000                         | 0.3158                               |
| 8       | 3360              | 19.8                    | 0.29                    | 1.09                                   | 2.00                               | 0.8000                         | 0.4000                               |
| 9       | 6420              | 10.0                    | 0.27                    | 0.94                                   | 2.00                               | 0.6700                         | 0.3350                               |
| 10      | 8160              | 9.6                     | 0.26                    | 1.01                                   | 2.00                               | 0.7500                         | 0.3750                               |
| 11      | 10680             | 10.0                    | 0.27                    | 0.8                                    | 2.00                               | 0.5300                         | 0.2650                               |
| 12      | 14400             | 10.7                    | 0.28                    | 0.92                                   | 2.00                               | 0.6400                         | 0.3200                               |

## 7 Experimento 21

Se realizó el 04 de junio del 2014 con una inclinación de 90°.

**Tabla A. 8** Valor de la Concentración de sólidos del experimento 21.

| Muestra | Tiempo [t] (s) | Temperatura [T] (°C) | Peso filtro [f1] (g) | Peso filtro con solidos [f2] (g) | Volumen de muestra [Vm] (ml) | Masa de solidos [Ms] (g) | Concentración solidos [Cs] (g/ml) | volumen solidos | fracción solido (V/V) |
|---------|----------------|----------------------|----------------------|----------------------------------|------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|-----------------|-----------------------|
| 0       | 0              | 80                   | 0.00                 | 0.00                             | 2.00                         | 0.0000                   | 0.0000                            | 0.0000          | 0.0000                |
| 1       | 360            | 70.6                 | 0.28                 | 0.45                             | 2.00                         | 0.1700                   | 0.0850                            | 0.1071          | 0.0536                |
| 2       | 540            | 57                   | 0.26                 | 0.35                             | 2.00                         | 0.0900                   | 0.0450                            | 0.0567          | 0.0284                |
| 3       | 780            | 49.6                 | 0.27                 | 0.46                             | 2.00                         | 0.1900                   | 0.0950                            | 0.1197          | 0.0599                |
| 4       | 1020           | 39.4                 | 0.26                 | 0.57                             | 2.00                         | 0.3100                   | 0.1550                            | 0.1953          | 0.0977                |
| 5       | 1260           | 29.3                 | 0.25                 | 0.67                             | 2.00                         | 0.4200                   | 0.2100                            | 0.2647          | 0.1323                |
| 6       | 1560           | 20                   | 0.25                 | 0.76                             | 2.00                         | 0.5100                   | 0.2550                            | 0.3214          | 0.1607                |
| 7       | 5640           | 10.1                 | 0.25                 | 0.8                              | 2.00                         | 0.5500                   | 0.2750                            | 0.3466          | 0.1733                |
| 8       | 7440           | 10.1                 | 0.27                 | 0.75                             | 2.00                         | 0.4800                   | 0.2400                            | 0.3025          | 0.1512                |
| 9       | 9240           | 8                    | 0.27                 | 0.76                             | 2.00                         | 0.4900                   | 0.2450                            | 0.3088          | 0.1544                |
| 10      | 11040          | 10.2                 | 0.27                 | 0.76                             | 2.00                         | 0.4900                   | 0.2450                            | 0.3088          | 0.1544                |
| 11      | 12840          | 11.3                 | 0.27                 | 0.75                             | 2.00                         | 0.4800                   | 0.2400                            | 0.3025          | 0.1512                |
| 12      | 14640          | 9.9                  | 0.27                 | 0.77                             | 2.00                         | 0.5000                   | 0.2500                            | 0.3151          | 0.1575                |

## 8 Experimento 22

Se realizó el 06 de junio de 2014 con una inclinación de 45°.

**Tabla A. 9** Valor de la Concentración de sólidos del experimento 22.

| Muestra | Tiempo [t] (s) | Temperatura [T] (°C) | Peso filtro [f1] (g) | Peso filtro con solidos [f2] (g) | Volumen de muestra [Vm] (ml) | Masa de solidos [Ms] (g) | Concentración solidos [Cs] (g/ml) | volumen solidos | fracción solido (V/V) |
|---------|----------------|----------------------|----------------------|----------------------------------|------------------------------|--------------------------|-----------------------------------|-----------------|-----------------------|
| 0       | 0              | 80.00                | 0.00                 | 0.00                             | 1.00                         | 0.0000                   | 0.0000                            | 0.0000          | 0.0000                |
| 1       | 1200           | 70.6                 | 0.26                 | 0.35                             | 2                            | 0.0900                   | 0.0450                            | 0.0567          | 0.0284                |
| 2       | 1380           | 60                   | 0.27                 | 0.34                             | 2                            | 0.0700                   | 0.0350                            | 0.0441          | 0.0221                |
| 3       | 1440           | 46.3                 | 0.27                 | 0.33                             | 2                            | 0.0600                   | 0.0300                            | 0.0378          | 0.0189                |
| 4       | 1560           | 39.9                 | 0.28                 | 0.36                             | 2                            | 0.0800                   | 0.0400                            | 0.0504          | 0.0252                |
| 5       | 1800           | 30                   | 0.25                 | 0.36                             | 2                            | 0.1100                   | 0.0550                            | 0.0693          | 0.0347                |
| 6       | 2220           | 20                   | 0.26                 | 0.34                             | 2                            | 0.0800                   | 0.0400                            | 0.0504          | 0.0252                |
| 7       | 6600           | 9.7                  | 0.26                 | 0.33                             | 2                            | 0.0700                   | 0.0350                            | 0.0441          | 0.0221                |
| 8       | 8400           | 8.4                  | 0.26                 | 0.33                             | 2                            | 0.0700                   | 0.0350                            | 0.0441          | 0.0221                |
| 9       | 10200          | 9                    | 0.26                 | 0.33                             | 1.8                          | 0.0700                   | 0.0389                            | 0.0441          | 0.0245                |
| 10      | 12000          | 9.7                  | 0.25                 | 0.44                             | 2                            | 0.1900                   | 0.0950                            | 0.1197          | 0.0599                |
| 11      | 13800          | 10.3                 | 0.26                 | 0.45                             | 1.9                          | 0.1900                   | 0.1000                            | 0.1197          | 0.0630                |
| 12      | 15600          | 10.7                 | 0.26                 | 0.45                             | 2                            | 0.1900                   | 0.0950                            | 0.1197          | 0.0599                |

# APÉNDICE B

---

A continuación se presentan las tablas de datos para el cálculo de las velocidades de sedimentación y número de partículas, de los experimentos analizados.

## B.1 Experimento 14

Paso variable con inclinación de aspas de 0° a 45°.

**Tabla B. 1** Condiciones del experimento 14.

| Muestra | Tiempo<br>(s) | Temperatura<br>(°C) |
|---------|---------------|---------------------|
| 2       | 480           | 70                  |
| 4       | 1140          | 30                  |
| 5       | 1500          | 25                  |
| 6       | 2280          | 19.5                |
| 7       | 3600          | 15.5                |
| 9       | 6420          | 12.7                |
| 10      | 7320          | 11.5                |
| 12      | 9120          | 10.6                |
| 14      | 10980         | 9.4                 |
| 16      | 13560         | 10.4                |
| 17      | 15960         | 11.5                |

### B.1.1 Muestra 4

**Tabla B. 2** Diámetro de partícula, muestra 4, exp 14.

| Tiempo<br>(s) | Distancia<br>recorrida<br>(cm) | Velocidades<br>puntuales<br>[v1s] (cm/s) | Velocidad<br>promedio<br>[v2s]<br>(cm/s) | Diámetro de<br>partícula<br>promedio [dP]<br>(cm) | Diámetro de<br>partícula<br>promedio (mm) |
|---------------|--------------------------------|--|--|---|---|
| 4.5           | 12                             |  |  |   |   |
| 5.4           | 11.5714286                     | 12.8571429                               | 6.4285714                                | 0.0422  | 0.422                                     |
| 6.7           | 11.1428571                     | 5.06493506                               | 8.961039                                 | 0.0498  | 0.498                                     |
| 7.8           | 10.7142857                     | 3.24675325                               | 4.1558442                                | 0.0339  | 0.339                                     |
| 8.7           | 10.2857143                     | 2.44897959                               | 2.8478664                                | 0.0281  | 0.281                                     |
| 19.1          | 9.85714286                     | 0.67514677                               | 1.5620632                                | 0.0208  | 0.208                                     |
| 82.6          | 9.42857143                     | 0.12072435                               | 0.3979356                                | 0.0105  | 0.105                                     |
| 158.7         | 9                              | 0.05836576                               | 0.0895451                                | 0.0050  | 0.050                                     |



**Tabla B. 3** Numero de partículas por cada diámetro de partículas, muestra4, exp 14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.429                                   | 0.660  | 0.421         | 1.252  | 0.826                               | 0.478   | 0.0000392806  | 7,662.41             |
| 0.857                                   | 1.319  | 0.396         | 1.272  | 1.678                               | 1.014   | 0.0000646463  | 9,883.79             |
| 1.286                                   | 1.979  | 0.455         | 1.225  | 2.424                               | 1.321   | 0.0000204172  | 40,753.90            |
| 1.714                                   | 2.639  | 0.484         | 1.201  | 3.170                               | 1.635   | 0.0000115821  | 88,930.79            |
| 2.143                                   | 3.299  | 0.531         | 1.164  | 3.841                               | 1.802   | 0.0000047049  | 241,348.36           |
| 2.571                                   | 3.958  | 0.637         | 1.080  | 4.276                               | 1.554   | 0.0000006050  | 1,618,823.95         |
| 3.000                                   | 4.618  | 0.752         | 0.989  | 4.565                               | 1.133   | 0.0000000646  | 11,053,604.31        |
|   |  |               |  |                                     | 8.936   |   | 13,061,007.50        |

B.1.1 Muestra5

**Tabla B. 4** Numero de partículas, para cada diámetro de las partículas muestra 5, exp14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.480                                   | 0.739  | 0.444         | 1.234  | 0.911                               | 0.507   | 0.0000253436  | 12,598.44            |
| 0.960                                   | 1.478  | 0.412         | 1.259  | 1.861                               | 1.095   | 0.0000476213  | 14,491.34            |
| 1.440                                   | 2.217  | 0.475         | 1.209  | 2.680                               | 1.407   | 0.0000139417  | 63,608.85            |
| 1.920                                   | 2.956  | 0.574         | 1.130  | 3.340                               | 1.423   | 0.0000020376  | 440,052.82           |
| 2.400                                   | 3.695  | 0.670         | 1.054  | 3.894                               | 1.287   | 0.0000003187  | 2,543,605.49         |
| 2.880                                   | 4.433  | 0.743         | 0.996  | 4.414                               | 1.135   | 0.0000000767  | 9,315,395.63         |
|   |  |               |  |                                     | 6.854   |   | 12,389,752.56        |

**Tabla B. 5** Diámetro de partícula, muestra 5, exp 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
|            |                          | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 3.9        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 5.1        | 11.52                    | 9.6                                | 4.8                             | 0.0364                                   | 0.364                               |
| 6.1        | 11.04                    | 5.01818182                         | 7.3090909                       | 0.0450                                   | 0.450                               |
| 11.3       | 10.56                    | 1.42702703                         | 3.2226044                       | 0.0299                                   | 0.299                               |
| 31.8       | 10.08                    | 0.36129032                         | 0.8941587                       | 0.0157                                   | 0.157                               |
| 64.7       | 9.6                      | 0.15789474                         | 0.2595925                       | 0.0085                                   | 0.085                               |
| 215.8      | 9.12                     | 0.04303917                         | 0.100467                        | 0.0053                                   | 0.053                               |

*B.1.2 Muestra 6***Tabla B. 6** Diámetro de partículas, muestra 6, exp 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
|            |                          | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 5.1        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 6.7        | 11.5384615               | 7.21153846                         | 3.6057692                       | 0.0316                                   | 0.316                               |
| 7.6        | 11.0769231               | 4.43076923                         | 5.8211538                       | 0.0401                                   | 0.401                               |
| 11.6       | 10.6153846               | 1.63313609                         | 3.0319527                       | 0.0290                                   | 0.290                               |
| 51.9       | 10.1538462               | 0.21696252                         | 0.9250493                       | 0.0160                                   | 0.160                               |
| 103.7      | 9.69230769               | 0.09829927                         | 0.1576309                       | 0.0066                                   | 0.066                               |
| 360.46     | 9.23076923               | 0.02597583                         | 0.0621375                       | 0.0041                                   | 0.041                               |

**Tabla B. 7** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 6, exp 14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>s,x</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|--|---|----------------------|
| 0.462                                   | 0.710  | 0.466         | 1.216  | 0.864                               | 0.461  | 0.0000165007  | 17,610.69            |
| 0.923                                   | 1.421  | 0.429         | 1.245  | 1.770                               | 1.010  | 0.0000338470  | 18,806.80            |
| 1.385                                   | 2.131  | 0.480         | 1.205  | 2.569                               | 1.337  | 0.0000127230  | 66,213.21            |
| 1.846                                   | 2.842  | 0.571         | 1.132  | 3.218                               | 1.379  | 0.0000021441  | 405,337.43           |
| 2.308                                   | 3.552  | 0.708         | 1.023  | 3.635                               | 1.061  | 0.0000001508  | 4,432,607.16         |
| 2.769                                   | 4.263  | 0.780         | 0.966  | 4.118                               | 0.906  | 0.0000000373  | 15,286,102.16        |
|   |  |               |  |                                     | 6.154  |   | 20,226,677.45        |

B.1.3 Muestra 7

**Tabla B. 8** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 7, exp 14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.462                                   | 0.710  | 0.422         | 1.251  | 0.889                               | 0.514   | 0.0000391129  | 8,282.89             |
| 0.923                                   | 1.421  | 0.405         | 1.265  | 1.797                               | 1.070   | 0.0000544559  | 12,382.16            |
| 1.385                                   | 2.131  | 0.506         | 1.185  | 2.525                               | 1.248   | 0.0000076806  | 102,410.39           |
| 1.846                                   | 2.842  | 0.580         | 1.125  | 3.198                               | 1.343   | 0.0000018136  | 466,722.73           |
| 2.308                                   | 3.552  | 0.653         | 1.067  | 3.791                               | 1.315   | 0.0000004391  | 1,887,495.92         |
| 2.538                                   | 3.908  | 0.730         | 1.006  | 3.932                               | 1.063   | 0.0000000995  | 6,731,543.59         |
|   |  |               |  |                                     | 6.554   |   | 9,208,837.69         |

**Tabla B. 9** Diámetro de partícula, muestra7, exp 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
|            |                          | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 5.5        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 6.4        | 11.5384615               | 12.8205128                         | 6.4102564                       | 0.0421                                   | 0.421                               |
| 9          | 11.0769231               | 3.16483516                         | 7.992674                        | 0.0470                                   | 0.470                               |
| 14.6       | 10.6153846               | 1.16652578                         | 2.1656805                       | 0.0245                                   | 0.245                               |
| 26.3       | 10.1538462               | 0.48816568                         | 0.8273457                       | 0.0151                                   | 0.151                               |
| 68.2       | 9.69230769               | 0.15458226                         | 0.321374                        | 0.0094                                   | 0.094                               |
| 117.6      | 9.46153846               | 0.08440266                         | 0.1194925                       | 0.0058                                   | 0.058                               |

*B.1.4 Muestra 9***Tabla B. 10** Diámetro de partícula, muestra 9, exp 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
|            |                          | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 3          | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 4.3        | 11.5384615               | 8.87573964                         | 4.4378698                       | 0.0350                                   | 0.350                               |
| 7          | 11.0769231               | 2.76923077                         | 5.8224852                       | 0.0401                                   | 0.401                               |
| 13.3       | 10.6153846               | 1.03061987                         | 1.8999253                       | 0.0229                                   | 0.229                               |
| 22.8       | 10.1538462               | 0.51282051                         | 0.7717202                       | 0.0146                                   | 0.146                               |
| 48.5       | 9.69230769               | 0.21301775                         | 0.3629191                       | 0.0100                                   | 0.100                               |
| 97.4       | 9.23076923               | 0.09778357                         | 0.1554007                       | 0.0066                                   | 0.066                               |
| 127.3      | 8.76923077               | 0.07054892                         | 0.0841662                       | 0.0048                                   | 0.048                               |
| 226.8      | 8.30769231               | 0.03712106                         | 0.053835                        | 0.0039                                   | 0.039                               |

**Tabla B. 11** Numero de partícula para cada diámetro, muestra 9, exp 14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.462                                   | 0.710  | 0.450         | 1.229  | 0.873                               | 0.480   | 0.0000225304  | 13,425.10            |
| 0.923                                   | 1.421  | 0.429         | 1.245  | 1.770                               | 1.010   | 0.0000338586  | 18,801.15            |
| 1.385                                   | 2.131  | 0.516         | 1.176  | 2.508                               | 1.214   | 0.0000063112  | 121,250.85           |
| 1.846                                   | 2.842  | 0.585         | 1.121  | 3.186                               | 1.321   | 0.0000016338  | 509,500.42           |
| 2.308                                   | 3.552  | 0.644         | 1.075  | 3.818                               | 1.360   | 0.0000005269  | 1,626,783.43         |
| 2.769                                   | 4.263  | 0.709         | 1.022  | 4.359                               | 1.267   | 0.0000001476  | 5,408,896.52         |
| 3.231                                   | 4.973  | 0.757         | 0.985  | 4.897                               | 1.192   | 0.0000000588  | 12,761,529.49        |
| 3.692                                   | 5.684  | 0.791         | 0.957  | 5.441                               | 1.136   | 0.0000000301  | 23,780,135.94        |
|   |  |               |  |                                     | 8.981   |   | 44,240,322.90        |

B.1.5 Muestra 10

**Tabla B. 12** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 10, exp 14.

| altura del lecho [ $h^L$ ] (cm) | volumen d lecho [ $V^L$ ] ( $cm^3$ ) | porosidad [ $\epsilon$ ] | densidad de lecho [ $\rho^L$ ] ( $g/cm_3$ ) | masa de lecho [ $m^L$ ] (g) | masa de solidos experimentales [ $m_{sx}$ ] (g) | volumen de partícula equivalente [ $V_{PE}$ ] ( $cm_3$ ) | Número de partículas |
|---------------------------------|--------------------------------------|--------------------------|---|-----------------------------|---|--|----------------------|
| 0.444                           | 0.684                                | 0.549                    | 1.150                                       | 0.787                       | 0.354   | 0.0000032847   | 67,998.52            |
| 0.889                           | 1.368                                | 0.518                    | 1.175                                       | 1.608                       | 0.776   | 0.0000060815   | 80,357.80            |
| 1.333                           | 2.053                                | 0.572                    | 1.132                                       | 2.323                       | 0.994   | 0.0000021171   | 295,892.36           |
| 1.778                           | 2.737                                | 0.621                    | 1.093                                       | 2.990                       | 1.133   | 0.0000008181   | 872,888.11           |
| 2.222                           | 3.421                                | 0.661                    | 1.061                                       | 3.630                       | 1.232   | 0.0000003794   | 2,046,065.76         |
| 2.667                           | 4.105                                | 0.725                    | 1.010                                       | 4.146                       | 1.140   | 0.0000001088   | 6,602,867.98         |
| 3.111                           | 4.789                                | 0.815                    | 0.938                                       | 4.492                       | 0.829   | 0.0000000188   | 27,771,022.86        |
|                                 |                                      |                          |   |                             | 6.459   |  | 37,737,093.39        |

**Tabla B. 13** Diámetro de partícula, muestra 10, exp 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
|            |                          | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 3.5        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 8.2        | 11.5555556               | 2.45862884                         | 1.2293144                       | 0.0184                                   | 0.184                               |
| 12.4       | 11.1111111               | 1.24843945                         | 1.8535341                       | 0.0226                                   | 0.226                               |
| 21.7       | 10.6666667               | 0.58608059                         | 0.91726                         | 0.0159                                   | 0.159                               |
| 29.9       | 10.2222222               | 0.38720539                         | 0.486643                        | 0.0116                                   | 0.116                               |
| 53.4       | 9.7777778                | 0.19594745                         | 0.2915764                       | 0.0090                                   | 0.090                               |
| 165.4      | 9.3333333                | 0.05764875                         | 0.1267981                       | 0.0059                                   | 0.059                               |
| 425.7      | 8.8888889                | 0.02105374                         | 0.0393512                       | 0.0033                                   | 0.033                               |

*B 1.6 Muestra 12***Tabla B. 14** Diámetro de partícula, muestra 12, exp.14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
|            |                          | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 8.1        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 14.1       | 11.5555556               | 1.92592593                         | 0.962963                        | 0.0163                                   | 0.163                               |
| 18.2       | 11.1111111               | 1.10011001                         | 1.513018                        | 0.0205                                   | 0.205                               |
| 25.4       | 10.6666667               | 0.61657033                         | 0.8583402                       | 0.0154                                   | 0.154                               |
| 32         | 10.2222222               | 0.42770804                         | 0.5221392                       | 0.0120                                   | 0.120                               |
| 43.4       | 9.7777778                | 0.27699087                         | 0.3523495                       | 0.0099                                   | 0.099                               |
| 54.2       | 9.3333333                | 0.20245842                         | 0.2397246                       | 0.0081                                   | 0.081                               |
| 89.2       | 8.8888889                | 0.10960406                         | 0.1560312                       | 0.0066                                   | 0.066                               |
| 205.8      | 8.6666667                | 0.04383746                         | 0.0767208                       | 0.0046                                   | 0.046                               |

**Tabla B. 15** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 12, exp 14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.444                                   | 0.684  | 0.568         | 1.135  | 0.776                               | 0.335   | 0.0000022773  | 92,742.97            |
| 0.889                                   | 1.368  | 0.533         | 1.162  | 1.591                               | 0.742   | 0.0000044851  | 104,293.86           |
| 1.333                                   | 2.053  | 0.577         | 1.128  | 2.314                               | 0.979   | 0.0000019164  | 321,790.68           |
| 1.778                                   | 2.737  | 0.616         | 1.097  | 3.002                               | 1.154   | 0.0000009093  | 799,844.37           |
| 2.222                                   | 3.421  | 0.646         | 1.073  | 3.670                               | 1.299   | 0.0000005040  | 1,624,292.63         |
| 2.667                                   | 4.105  | 0.676         | 1.049  | 4.307                               | 1.396   | 0.0000002829  | 3,110,903.75         |
| 3.111                                   | 4.789  | 0.709         | 1.023  | 4.898                               | 1.426   | 0.0000001485  | 6,047,838.38         |
| 3.333                                   | 5.131  | 0.764         | 0.979  | 5.024                               | 1.187   | 0.0000000512  | 14,598,972.25        |
|   |  |               |  |                                     | 8.518   |   | 26,700,678.90        |

B 1.7 Muestra 14

**Tabla B. 16** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 14, exp 14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>s,x</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|--|---|----------------------|
| 0.444                                   | 0.684  | 0.475         | 1.209  | 0.827                               | 0.434  | 0.0000138592  | 19,733.76            |
| 0.889                                   | 1.368  | 0.448         | 1.230  | 1.684                               | 0.929  | 0.0000235045  | 24,917.61            |
| 1.333                                   | 2.053  | 0.511         | 1.181  | 2.423                               | 1.186  | 0.0000069709  | 107,198.93           |
| 1.778                                   | 2.737  | 0.566         | 1.136  | 3.110                               | 1.350  | 0.0000023761  | 357,902.76           |
| 2.222                                   | 3.421  | 0.626         | 1.088  | 3.723                               | 1.391  | 0.0000007382  | 1,187,801.35         |
| 2.667                                   | 4.105  | 0.694         | 1.034  | 4.246                               | 1.299  | 0.0000001978  | 4,137,377.40         |
| 3.111                                   | 4.789  | 0.761         | 0.981  | 4.700                               | 1.124  | 0.0000000543  | 13,043,626.48        |
|   |  |               |  |                                     | 7.714  |   | 18,878,558.30        |

**Tabla B. 17.** Diámetro de partícula, muestra 14, exp 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
|            |                          | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 3.2        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 5          | 11.5555556               | 6.41975309                         | 3.2098765                       | 0.0298                                   | 0.298                               |
| 7.3        | 11.1111111               | 2.7100271                          | 4.5648901                       | 0.0355                                   | 0.355                               |
| 11.1       | 10.6666667               | 1.35021097                         | 2.030119                        | 0.0237                                   | 0.237                               |
| 19.4       | 10.2222222               | 0.63100137                         | 0.9906062                       | 0.0166                                   | 0.166                               |
| 38.4       | 9.7777778                | 0.2777778                          | 0.4543896                       | 0.0112                                   | 0.112                               |
| 96.6       | 9.3333333                | 0.09992862                         | 0.1888532                       | 0.0072                                   | 0.072                               |
| 152.2      | 8.8888889                | 0.05965697                         | 0.0797928                       | 0.0047                                   | 0.047                               |

*B 1.8 Muestra 16***Tabla B. 18** Diámetro de partícula, muestra 16, exp 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
|            |                          | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 5.6        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 7.6        | 11.5555556               | 5.7777778                          | 2.8888889                       | 0.0283                                   | 0.283                               |
| 9.4        | 11.1111111               | 2.92397661                         | 4.3508772                       | 0.0347                                   | 0.347                               |
| 14.4       | 10.6666667               | 1.21212121                         | 2.0680489                       | 0.0239                                   | 0.239                               |
| 28.4       | 10.2222222               | 0.44834308                         | 0.8302321                       | 0.0152                                   | 0.152                               |
| 61.9       | 9.7777778                | 0.17367278                         | 0.3110079                       | 0.0093                                   | 0.093                               |
| 106.4      | 9.3333333                | 0.09259259                         | 0.1331327                       | 0.0061                                   | 0.061                               |
| 339.7      | 8.8888889                | 0.02660547                         | 0.059599                        | 0.0041                                   | 0.041                               |

**Tabla B. 19** Numero de partícula para cada diámetro, muestra 16, exp 14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>s,x</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|--|---|----------------------|
| 0.444                                   | 0.684  | 0.483         | 1.202  | 0.823                               | 0.425  | 0.0000118332  | 22,631.74            |
| 0.889                                   | 1.368  | 0.452         | 1.227  | 1.680                               | 0.921  | 0.0000218712  | 26,534.60            |
| 1.333                                   | 2.053  | 0.509         | 1.182  | 2.425                               | 1.191  | 0.0000071672  | 104,669.06           |
| 1.778                                   | 2.737  | 0.580         | 1.126  | 3.080                               | 1.295  | 0.0000018231  | 447,466.73           |
| 2.222                                   | 3.421  | 0.656         | 1.065  | 3.644                               | 1.255  | 0.0000004180  | 1,891,681.73         |
| 2.667                                   | 4.105  | 0.721         | 1.013  | 4.158                               | 1.159  | 0.0000001171  | 6,239,837.64         |
| 3.111                                   | 4.789  | 0.783         | 0.963  | 4.614                               | 1.000  | 0.0000000351  | 17,966,130.04        |
|   |  |               |  |                                     | 7.245  |   | 26,698,951.53        |

B 1.9 Muestra 17

**Tabla B. 20** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 17, exp 14.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.444                                   | 0.684  | 0.556         | 1.145  | 0.783                               | 0.348   | 0.0000029060  | 75,453.10            |
| 0.889                                   | 1.368  | 0.528         | 1.167  | 1.597                               | 0.754   | 0.0000050103  | 94,873.12            |
| 1.333                                   | 2.053  | 0.590         | 1.118  | 2.294                               | 0.941   | 0.0000014998  | 395,341.30           |
| 1.778                                   | 2.737  | 0.649         | 1.071  | 2.930                               | 1.029   | 0.0000004784  | 1,356,076.22         |
| 2.222                                   | 3.421  | 0.706         | 1.025  | 3.506                               | 1.030   | 0.0000001563  | 4,149,747.80         |
| 2.667                                   | 4.105  | 0.756         | 0.985  | 4.043                               | 0.985   | 0.0000000591  | 10,494,695.30        |
|   |  |               |  |                                     | 5.087   |   | 16,566,186.85        |

**Tabla B. 21** Diámetro de partícula, muestra 17, exp 14.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 15.6       | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 20.7       | 11.5555556               | 2.26579521                         | 1.1328976                       | 0.0177                                   | 0.177                               |
| 26.8       | 11.1111111               | 0.99206349                         | 1.6289293                       | 0.0212                                   | 0.212                               |
| 38.5       | 10.6666667               | 0.4657933                          | 0.7289284                       | 0.0142                                   | 0.142                               |
| 63.2       | 10.2222222               | 0.21475257                         | 0.3402729                       | 0.0097                                   | 0.097                               |
| 106        | 9.77777778               | 0.10816126                         | 0.1614569                       | 0.0067                                   | 0.067                               |
| 169.3      | 9.33333333               | 0.06072435                         | 0.0844428                       | 0.0048                                   | 0.048                               |

## B.2 Experimento 16

Realizado el 09 de abril del 2014 con inclinación de 0° a 45°,

**Tabla B. 22** Condiciones del experimento.

| Muestra | Tiempo (s) | Temperatura (°C) |
|---------|------------|------------------|
| 3       | 600        | 71               |
| 5       | 900        | 55.5             |
| 7       | 1200       | 37               |
| 9       | 1920       | 32               |
| 11      | 2820       | 20.5             |
| 13      | 4620       | 13.5             |
| 15      | 6060       | 9                |

### B.2.1 Muestra 3

**Tabla B. 23** Diámetro de partícula, muestra 3, exp 16.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 5.7        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 7.9        | 11.6471                  | 5.29411765                         | 2.64705882                      | 0.0270635                                | 0.270635055                         |
| 9.6        | 11.2941                  | 2.8959276                          | 4.09502262                      | 0.0336613                                | 0.33661263                          |
| 11.9       | 10.9412                  | 1.76470588                         | 2.33031674                      | 0.0253927                                | 0.253927497                         |
| 19.2       | 10.5882                  | 0.78431373                         | 1.2745098                       | 0.0187791                                | 0.187790598                         |
| 43.3       | 10.2353                  | 0.27221527                         | 0.5282645                       | 0.0120900                                | 0.120900464                         |
| 98.6       | 9.88235                  | 0.10637624                         | 0.18929576                      | 0.0072372                                | 0.072372353                         |
| 120.37     | 9.52941                  | 0.08310292                         | 0.09473958                      | 0.0051200                                | 0.051199767                         |
| 223        | 9.17647                  | 0.0422295                          | 0.06266621                      | 0.0041641                                | 0.041640791                         |

**Tabla B. 24** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 3 exp 16.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.352941176                             | 0.543529412  | 0.49007128    | 1.196903263  | 0.650552126                         | 0.331735214   | 1.03789E-05   | 20140.1574           |
| 0.705882353                             | 1.087058824  | 0.45634158    | 1.223752106  | 1.330290525                         | 0.723223651   | 1.99706E-05   | 22819.4323           |
| 1.058823529                             | 1.630588235  | 0.49992334    | 1.189061025  | 1.938868918                         | 0.969583102   | 8.57292E-06   | 71265.4904           |
| 1.411764706                             | 2.174117647  | 0.54657211    | 1.151928599  | 2.504428296                         | 1.135577634   | 3.46754E-06   | 206356.7753          |
| 1.764705882                             | 2.717647059  | 0.61465564    | 1.097734107  | 2.983253868                         | 1.149580041   | 9.25302E-07   | 782850.3526          |
| 2.117647059                             | 3.261176471  | 0.69399212    | 1.034582271  | 3.37395536                          | 1.032456922   | 1.9848E-07  | 3277761.1103         |
| 2.470588235                             | 3.804705882  | 0.7475006     | 0.991989524  | 3.774228378                         | 0.952990409   | 7.02754E-08   | 8544920.2490         |
| 2.823529412                             | 4.348235294  | 0.77945125    | 0.966556808  | 4.202816424                         | 0.926925922   | 3.78056E-08   | 15449397.7359        |
|   |  |               |  |                                     | 7.222072896   |   | 28375511.3031        |

B.2.2 Muestra 5

**Tabla B. 25** Diámetro de partícula, muestra5, exp 16.

| Tiempo<br>(s) | Distancia<br>recorrida<br>(cm) | Velocidades<br>puntuales [v1s]<br>(cm/s) | Velocidad<br>promedio [v2s]<br>(cm/s) | Diámetro de<br>partícula promedio<br>[dP] (cm) | Diámetro de<br>partícula<br>promedio (mm) |
|---------------|--------------------------------|--|---------------------------------------|--|---|
| 5.6           | 12                             |  |                                       |  |   |
| 9             | 11.6471                        | 3.42560554                               | 1.71280277                            | 0.0217699                                      | 0.217698748                               |
| 12.3          | 11.2941                        | 1.6856892                                | 2.55564737                            | 0.0265921                                      | 0.265921051                               |
| 17.4          | 10.9412                        | 0.92721834                               | 1.30645377                            | 0.0190129                                      | 0.1901294                                 |
| 23.9          | 10.5882                        | 0.57859209                               | 0.75290522                            | 0.0144335                                      | 0.14433525                                |
| 50.4          | 10.2353                        | 0.22846639                               | 0.40352924                            | 0.0105667                                      | 0.105667093                               |
| 70.4          | 9.88235                        | 0.15250545                               | 0.19048592                            | 0.0072600                                      | 0.07259951                                |
| 90.4          | 9.52941                        | 0.11237514                               | 0.13244029                            | 0.0060536                                      | 0.060535805                               |

**Tabla B. 26** Numero de partículas por cada diámetro, muestra 5, exp 16.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.352941176                             | 0.543529412  | 0.52372329    | 1.170116263  | 0.635992604                         | 0.302908466   | 5.40216E-06   | 35331.9047           |
| 0.705882353                             | 1.087058824  | 0.49278803    | 1.194740726  | 1.298753448                         | 0.658743292   | 9.84595E-06   | 42158.1442           |
| 1.058823529                             | 1.630588235  | 0.54465846    | 1.153451868  | 1.880805046                         | 0.856408672   | 3.59872E-06   | 149953.5177          |
| 1.411764706                             | 2.174117647  | 0.58726342    | 1.119538315  | 2.434008008                         | 1.004604134   | 1.57441E-06   | 402069.5400          |
| 1.764705882                             | 2.717647059  | 0.63547745    | 1.081159953  | 2.938211166                         | 1.071044239   | 6.17759E-07   | 1092475.1552         |
| 2.117647059                             | 3.261176471  | 0.69350761    | 1.034967945  | 3.375213111                         | 1.034477146   | 2.00355E-07   | 3253443.4734         |
| 2.470588235                             | 3.804705882  | 0.72160361    | 1.012603523  | 3.852658581                         | 1.072566225   | 1.16155E-07   | 5818494.0221         |
|   |  |               |  |                                     | 6.000752174   |   | 10793925.7573        |

B 2.3 Muestra 7

**Tabla B. 27** Diámetro de partícula, muestra 7, exp 16.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 5.1        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 6.4        | 11.6571                  | 8.96703297                         | 4.48351648                      | 0.0352218                                | 0.352218075                         |
| 7.5        | 11.3143                  | 4.71428571                         | 6.84065934                      | 0.0435062                                | 0.435062084                         |
| 8.4        | 10.9714                  | 3.32467532                         | 4.01948052                      | 0.0333493                                | 0.333493381                         |
| 9.8        | 10.6286                  | 2.26139818                         | 2.79303675                      | 0.0277997                                | 0.277997301                         |
| 24.1       | 10.2857                  | 0.54135338                         | 1.40137578                      | 0.0196915                                | 0.196915344                         |
| 43         | 9.94286                  | 0.26234452                         | 0.40184895                      | 0.0105447                                | 0.105446865                         |
| 89.7       | 9.6                      | 0.11347518                         | 0.18790985                      | 0.0072107                                | 0.072106933                         |

**Tabla B. 28** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 7, exp 16.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.342857143                             | 0.528  | 0.44933506    | 1.229329295  | 0.649085868                         | 0.357428833   | 2.28789E-05   | 9844.1472            |
| 0.685714286                             | 1.056  | 0.41667576    | 1.255326095  | 1.325624356                         | 0.77326882  | 4.31175E-05   | 11300.5668           |
| 1.028571429                             | 1.584  | 0.45778095    | 1.222606364  | 1.93660848                          | 1.050066009   | 1.94205E-05   | 34070.4902           |
| 1.371428571                             | 2.112  | 0.48592155    | 1.200206443  | 2.534836008                         | 1.303104556   | 1.12492E-05   | 72992.9576           |
| 1.714285714                             | 2.64   | 0.53923648    | 1.157767764  | 3.056506897                         | 1.408326884   | 3.99796E-06   | 221966.9079          |
| 2.057142857                             | 3.168  | 0.63580001    | 1.08090319   | 3.424301306                         | 1.247130493   | 6.13904E-07   | 1280071.7557         |
| 2.4                                     | 3.696  | 0.69456018    | 1.034130097  | 3.822144838                         | 1.167435232   | 1.96305E-07   | 3747357.8047         |
|   |  |               |  |                                     | 7.306760828   |   | 5377604.6301         |

B.2.3 Muestra 9

**Tabla B. 29** Diámetro de partículas, muestra9, exp 16.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 10.8       | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 12.2       | 10.6286                  | 7.59183673                         | 3.79591837                      | 0.0324086                                | 0.32408631                          |
| 13.5       | 11.3143                  | 4.19047619                         | 5.89115646                      | 0.0403741                                | 0.403740701                         |
| 14.8       | 10.9714                  | 2.74285714                         | 3.46666667                      | 0.0309712                                | 0.309712188                         |
| 23.6       | 10.6286                  | 0.83035714                         | 1.78660714                      | 0.0222340                                | 0.222339583                         |
| 33         | 10.2857                  | 0.46332046                         | 0.6468388                       | 0.0133783                                | 0.133782802                         |
| 58.2       | 9.94286                  | 0.20976492                         | 0.33654269                      | 0.0096499                                | 0.096498894                         |
| 114.4      | 9.6                      | 0.09266409                         | 0.15121451                      | 0.0064684                                | 0.064684315                         |
| 132.3      | 9.25714                  | 0.07619048                         | 0.08442728                      | 0.0048333                                | 0.04833299                          |

**Tabla B. 30** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 9, exp 16.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 1.371428571                             | 2.112  | 0.4622048     | 1.219084983  | 2.574707483                         | 1.384665337   | 1.7823E-05  | 48953.7761           |
| 0.685714286                             | 1.056  | 0.4282275     | 1.246130911  | 1.315914242                         | 0.752403578   | 3.44594E-05   | 13758.3607           |
| 1.028571429                             | 1.584  | 0.46921885    | 1.213501798  | 1.922186848                         | 1.020260553   | 1.55552E-05   | 41329.4515           |
| 1.371428571                             | 2.112  | 0.52046202    | 1.172712229  | 2.476768228                         | 1.187704423   | 5.75506E-06   | 130041.3436          |
| 1.714285714                             | 2.64   | 0.5990015     | 1.110194808  | 2.930914292                         | 1.175292241   | 1.25372E-06   | 590702.0048          |
| 2.057142857                             | 3.168  | 0.64951005    | 1.069990001  | 3.389728324                         | 1.188065716   | 4.70508E-07   | 1591097.8624         |
| 2.4                                     | 3.696  | 0.71135556    | 1.020760972  | 3.772732553                         | 1.088978265   | 1.41709E-07   | 4842233.2303         |
| 2.742857143                             | 4.224  | 0.75640926    | 0.984898233  | 4.160210135                         | 1.013388684   | 5.91195E-08   | 10801112.5804        |
|   |  |               |  |                                     | 8.810758796   |   | 18059228.6098        |

B 2.4 Muestra 11

**Tabla B. 31** Diámetro de partículas, muestra 11, exp 11.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 8.1        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 10.9       | 11.6129                  | 4.14746544                         | 2.07373272                      | 0.0239540                                | 0.23954033                          |
| 13.4       | 11.2258                  | 2.11807669                         | 3.13277106                      | 0.0294420                                | 0.294419509                         |
| 15.9       | 10.8387                  | 1.38957816                         | 1.75382743                      | 0.0220290                                | 0.220290456                         |
| 24.2       | 10.4516                  | 0.6491685                          | 1.01937333                      | 0.0167946                                | 0.1679457                           |
| 37.6       | 10.0645                  | 0.34117004                         | 0.49516927                      | 0.0117052                                | 0.11705207                          |
| 50.5       | 9.67742                  | 0.22824102                         | 0.28470553                      | 0.0088757                                | 0.088756508                         |
| 93         | 9.29032                  | 0.10942665                         | 0.16883384                      | 0.0068349                                | 0.068348974                         |
| 177.8      | 8.90323                  | 0.0524645                          | 0.08094558                      | 0.0047326                                | 0.047325892                         |

**Tabla B. 32** Numero de partículas para cada tamaño, muestra 11, exp 16.

| altura del lecho<br>[h <sup>t</sup> ] (cm) | volumen d<br>lecho [V <sup>t</sup> ]<br>(cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de<br>lecho [ρ <sup>t</sup> ]<br>(g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>t</sup> ]<br>(g) | masa de solidos<br>experimentales [m <sub>sx</sub> ]<br>(g) | volumen de<br>partícula<br>equivalente<br>[V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de<br>partículas |
|--|--|---------------|--|--|---|--|-------------------------|
| 0.387096774                                | 0.596129032  | 0.5089412     | 1.181882803  | 0.704554651                            | 0.34597776  | 7.19674E-06  | 30292.5397              |
| 0.774193548                                | 1.192258065  | 0.4770479     | 1.207269875  | 1.439377244                            | 0.752725358   | 1.33629E-05  | 35494.4321              |
| 1.161290323                                | 1.788387097  | 0.52189354    | 1.171572745  | 2.095225579                            | 1.001740891   | 5.5974E-06   | 112769.5349             |
| 1.548387097                                | 2.384516129  | 0.56383988    | 1.138183459  | 2.714016815                            | 1.183745911   | 2.48031E-06  | 300728.9670             |
| 1.935483871                                | 2.980645161  | 0.61965704    | 1.093752995  | 3.260089572                            | 1.239952113   | 8.39725E-07  | 930445.7531             |
| 2.322580645                                | 3.576774194  | 0.66244073    | 1.059697182  | 3.790297532                            | 1.27945008  | 3.661E-07  | 2202146.2795            |
| 2.709677419                                | 4.172903226  | 0.70283541    | 1.027543015  | 4.287837561                            | 1.274193497   | 1.67184E-07  | 4802449.6966            |
| 3.096774194                                | 4.769032258  | 0.75966482    | 0.982306801  | 4.68465282                             | 1.125886864   | 5.55004E-08  | 12782675.1804           |
|  |  |               |  |  | 8.203672474   |  | 21197002.3834           |

B.2.5. Muestra 13

**Tabla B. 33** Diámetro de partícula, muestra 13, exp 16.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 4.5        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 8.8        | 11.6129                  | 2.70067517                         | 1.35033758                      | 0.0193296                                | 0.193296251                         |
| 10.2       | 11.2258                  | 1.96943973                         | 2.33505745                      | 0.0254186                                | 0.254185656                         |
| 12.5       | 10.8387                  | 1.35483871                         | 1.66213922                      | 0.0214455                                | 0.21445489                          |
| 23.2       | 10.4516                  | 0.55890978                         | 0.95687425                      | 0.0162716                                | 0.162715785                         |
| 31.9       | 10.0645                  | 0.36731811                         | 0.46311394                      | 0.0113200                                | 0.113199936                         |
| 67.5       | 9.67742                  | 0.15360983                         | 0.26046397                      | 0.0084894                                | 0.084893821                         |
| 100.3      | 9.29032                  | 0.09697623                         | 0.12529303                      | 0.0058880                                | 0.058879716                         |

**Tabla B. 34** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 13, exp 16.

| altura del lecho<br>[h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d<br>lecho [V <sup>L</sup> ]<br>(cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de<br>lecho [ρ <sup>L</sup> ]<br>(g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ]<br>(g) | masa de solidos<br>experimentales [m <sub>sx</sub> ]<br>(g) | volumen de<br>partícula<br>equivalente<br>[V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de<br>partículas |
|--|--|---------------|--|--|---|--|-------------------------|
| 0.387096774                                | 0.596129032  | 0.54210446    | 1.155484851  | 0.688818066                            | 0.315406722   | 3.78155E-06  | 52556.2154              |
| 0.387096774                                | 0.596129032  | 0.49976623    | 1.189186081  | 0.708908348                            | 0.354619895   | 8.5991E-06   | 25985.6399              |
| 0.387096774                                | 0.596129032  | 0.5260444     | 1.168268657  | 0.696438864                            | 0.330081099   | 5.16425E-06  | 40275.0635              |
| 0.387096774                                | 0.596129032  | 0.56873103    | 1.134290099  | 0.676183259                            | 0.291616857   | 2.25574E-06  | 81460.4865              |
| 0.387096774                                | 0.596129032  | 0.62483076    | 1.089634716  | 0.649562889                            | 0.243696016   | 7.59518E-07  | 202177.7301             |
| 0.387096774                                | 0.596129032  | 0.66932012    | 1.054221188  | 0.628451857                            | 0.207816388   | 3.20352E-07  | 408766.2055             |
| 0.387096774                                | 0.596129032  | 0.72589221    | 1.009189803  | 0.60160734                             | 0.16490526  | 1.0688E-07   | 972211.6428             |
|  |  |               |  |  | 1.908142236   |  | 1783432.9837            |

B2.5. Muestra 15

**Tabla B. 35** Diámetro de partícula, muestra 15, exp 16.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 4.4        | 12                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 7.5        | 11.6129                  | 3.74609781                         | 1.87304891                      | 0.0227655                                | 0.227654801                         |
| 12.1       | 11.2258                  | 1.45789694                         | 2.60199738                      | 0.0268322                                | 0.268321629                         |
| 16.6       | 10.8387                  | 0.88841883                         | 1.17315788                      | 0.0180169                                | 0.180169173                         |
| 22.3       | 10.4516                  | 0.58388899                         | 0.73615391                      | 0.0142721                                | 0.142720568                         |
| 31.2       | 10.0645                  | 0.37554165                         | 0.47971532                      | 0.0115211                                | 0.115211027                         |
| 50.2       | 9.67742                  | 0.21129737                         | 0.29341951                      | 0.0090105                                | 0.090104555                         |
| 76.4       | 9.29032                  | 0.12903226                         | 0.17016481                      | 0.0068618                                | 0.068617854                         |
| 152.8      | 8.90323                  | 0.05999478                         | 0.09451352                      | 0.0051139                                | 0.051138646                         |

**Tabla B. 36** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 15, exp 16.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.387096774                             | 0.596129032  | 0.51680945    | 1.175619674  | 0.700821019                         | 0.33863009  | 6.17775E-06   | 34539.6986           |
| 0.774193548                             | 1.192258065  | 0.49139858    | 1.195846732  | 1.425757911                         | 0.725142502   | 1.0115E-05  | 45173.0851           |
| 1.161290323                             | 1.788387097  | 0.55297775    | 1.146829713  | 2.050975462                         | 0.916831672   | 3.06225E-06   | 188656.4185          |
| 1.548387097                             | 2.384516129  | 0.58900278    | 1.118153785  | 2.666255735                         | 1.095823687   | 1.52216E-06   | 453632.7746          |
| 1.935483871                             | 2.980645161  | 0.62210812    | 1.091801937  | 3.254274161                         | 1.229763783   | 8.00722E-07   | 967749.5829          |
| 2.322580645                             | 3.576774194  | 0.66011016    | 1.061552314  | 3.79693292                          | 1.290538927   | 3.83036E-07   | 2123021.0945         |
| 2.709677419                             | 4.172903226  | 0.70222838    | 1.028026209  | 4.289853884                         | 1.277396738   | 1.69165E-07   | 4758146.8207         |
| 3.096774194                             | 4.769032258  | 0.74768528    | 0.99184252   | 4.730128974                         | 1.193481186   | 7.00241E-08   | 10739679.9532        |
|   |  |               |  |                                     | 8.067608585   |   | 19310599.4281        |

### B.3 Experimento 17

Se realizó el 09 de abril del 2014, será con una inclinación de 0°-45.

**Tabla B. 37** Condiciones de enfriamiento del experimento 17.

| Muestra | Tiempo (s) | Temperatura (°C) |
|---------|------------|------------------|
| 1       | 300        | 75               |
| 2       | 360        | 72.5             |
| 12      | 3420       | 23               |
| 13      | 3660       | 20.5             |
| 15      | 5100       | 13               |
| 16      | 8700       | 9                |
| 18      | 10260      | 8                |

#### B.3.1 Muestra 1

**Tabla B. 38** Diámetro de partícula, muestra 1, exp 17.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 4.5        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 6.5        | 13.5625                  | 6.78125                            | 3.390625                        | 0.0306297                                | 0.30629657                          |
| 17.8       | 13.125                   | 0.98684211                         | 3.8840461                       | 0.0327827                                | 0.32782679                          |
| 209.7      | 12.6875                  | 0.06182992                         | 0.524336                        | 0.0120450                                | 0.12045008                          |

**Tabla B. 39** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 1, exp 17.

| altura del lecho [h <sup>t</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>t</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>t</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>s,x</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|--|---|----------------------|
| 0.4375                                  | 0.67375  | 0.47093       | 1.21213701<br>3  | 0.81667731<br>3                     | 0.432076689  | 1.50462E-05   | 18094.9701           |
| 0.875                                   | 1.3475   | 0.46043       | 1.21213701<br>3  | 1.63335462<br>6                     | 0.864153378  | 1.84473E-05   | 72174.4658           |
| 1.3125                                  | 2.02125  | 0.61523       | 1.21213701<br>3  | 2.45003193<br>8                     | 1.296230067  | 9.15E-07  | 2182663.879<br>9     |
|   |  |               |  |                                     | 2.592460133  |   | 2272933.315<br>8     |

*B 3.2 Muestra 2*

**Tabla B. 40** Diámetro de partícula, muestra 2, exp 17.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v <sub>1s</sub> ] (cm/s) | Velocidad promedio [v <sub>2s</sub> ] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|---|--|--|-------------------------------------|
| 4.5        | 14                       |   |  |  |                                     |
| 5.6        | 13.5484                  | 12.3167155                                      | 6.1583578                                    | 0.0412795                                | 0.41279527                          |
| 7.7        | 13.0968                  | 4.09274194                                      | 8.2047287                                    | 0.0476469                                | 0.47646869                          |
| 236.3      | 12.6452                  | 0.05455203                                      | 2.073647                                     | 0.0239535                                | 0.23953538                          |

**Tabla B. 41** Número de partículas para cada diámetro, muestra 2, exp 17.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.451612903                             | 0.695483871  | 0.4248        | 1.24886044   | 0.868562293                         | 0.499598384   | 3.68302E-05   | 8547.5239            |
| 0.903225806                             | 1.390967742  | 0.40262       | 1.266514667  | 1.761681046                         | 1.013321682   | 5.66373E-05   | 11273.7310           |
| 1.35483871                              | 2.086451613  | 0.50894       | 1.181880259  | 2.465935972                         | 1.418410211   | 7.19629E-06   | 124198.4814          |
|   |  |               |  |                                     | 2.931330277   |   | 144019.7363          |

B.3.3 Muestra 12

**Tabla B. 42** Diámetro de partículas, muestra 12, exp 17.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 3.5        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 4          | 13.5484                  | 27.0967742                         | 13.548387                       | 0.0612274                                | 0.61227433                          |
| 38.1       | 13.0968                  | 0.37851949                         | 13.737647                       | 0.0616536                                | 0.61653598                          |
| 175.4      | 12.6452                  | 0.07356115                         | 0.2260403                       | 0.0079085                                | 0.0790852                           |
| 312.9      | 12.1935                  | 0.03941031                         | 0.0564857                       | 0.0039534                                | 0.03953408                          |

**Tabla B. 43** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 12, exp 17.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.451612903                             | 0.695483871  | 0.36385       | 1.297377625  | 0.902305212                         | 0.574003982   | 0.000120182   | 3009.5404            |
| 0.903225806                             | 1.390967742  | 0.36277       | 1.298231259  | 1.805797803                         | 1.150699867   | 0.000122709   | 5908.9486            |
| 1.35483871                              | 2.086451613  | 0.68028       | 1.045498628  | 2.181382298                         | 0.697435679   | 2.58991E-07   | 1696844.2233         |
| 1.806451613                             | 2.781935484  | 0.78748       | 0.960167428  | 2.671123838                         | 0.567672298   | 3.2353E-08  | 11056210.4713        |
|   |  |               |  |                                     | 2.989811827   |   | 12761973.1837        |

B.3.4 Muestra 13

**Tabla B. 44** Diámetro de partícula, muestra 13, exp 17.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 5.3        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 9.5        | 13.5625                  | 3.22916667                         | 1.6145833                       | 0.0211365                                | 0.21136471                          |
| 36.6       | 13.125                   | 0.41932907                         | 1.8242479                       | 0.0224670                                | 0.22466953                          |
| 111.4      | 12.6875                  | 0.11958058                         | 0.2694548                       | 0.0086347                                | 0.0863466                           |
| 301.8      | 12.25                    | 0.04131535                         | 0.080448                        | 0.0047180                                | 0.0471802                           |

**Tabla B. 45** Numero de partículas por cada diámetro, muestra 13, exp 17.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.4375                                  | 0.67375  | 0.52829       | 1.166482406  | 0.785917521                         | 0.370726384   | 4.94421E-06   | 47247.5693           |
| 0.875                                   | 1.3475   | 0.51885       | 1.173995183  | 1.581958509                         | 0.761158905   | 5.93789E-06   | 80773.0039           |
| 1.3125                                  | 2.02125  | 0.6667        | 1.056309431  | 2.135065437                         | 0.711624367   | 3.37082E-07   | 1330266.1108         |
| 1.75                                    | 2.695  | 0.76014       | 0.981927353  | 2.646294216                         | 0.634736118   | 5.49894E-08   | 7273396.9530         |
|   |  |               |  |                                     | 2.478245775   |   | 8731683.6369         |

B.3.5 Muestra 15

**Tabla B. 46** Diámetro de partícula, muestra 15, exp 17.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 5.6        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 11.1       | 13.5758                  | 2.46831956                         | 1.2341598                       | 0.0184794                                | 0.18479404                          |
| 29.4       | 13.1515                  | 0.55258467                         | 1.5104521                       | 0.0204435                                | 0.20443523                          |
| 95.9       | 12.7273                  | 0.14094433                         | 0.3467645                       | 0.0097953                                | 0.09795341                          |
| 173.6      | 12.303                   | 0.07323232                         | 0.1070883                       | 0.0054434                                | 0.05443438                          |
| 423.3      | 11.8788                  | 0.02843856                         | 0.0508354                       | 0.0037505                                | 0.03750469                          |

**Tabla B. 47** Numero de partículas por cada diámetro, muestra 15, exp 17.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.424242424                             | 0.653333333  | 0.54906       | 1.149948964  | 0.75129999                          | 0.338791901   | 3.30418E-06   | 64608.9390           |
| 0.848484848                             | 1.306666667  | 0.53344       | 1.162380042  | 1.518843255                         | 0.708628231   | 4.4737E-06  | 99810.1437           |
| 1.272727273                             | 1.96   | 0.6472        | 1.071831161  | 2.100789076                         | 0.741164618   | 4.92106E-07   | 949028.8367          |
| 1.696969697                             | 2.613333333  | 0.73803       | 0.999528837  | 2.612102028                         | 0.684294721   | 8.44539E-08   | 5105598.6720         |
| 2.121212121                             | 3.266666667  | 0.79563       | 0.95368207   | 3.115361429                         | 0.636700309   | 2.76221E-08   | 14524520.7717        |
|   |  |               |  |                                     | 3.10957978  |   | 20743567.3632        |

B.3.6 Muestra 16

**Tabla B. 48** Diámetro de partículas, muestra 16, exp 17.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 5.2        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 7.8        | 13.5758                  | 5.22144522                         | 2.6107226                       | 0.0268771                                | 0.26877113                          |
| 12.1       | 13.1515                  | 1.90601669                         | 3.563731                        | 0.0314018                                | 0.31401812                          |
| 46.9       | 12.7273                  | 0.30521038                         | 1.1056135                       | 0.0174906                                | 0.17490569                          |
| 145.6      | 12.303                   | 0.08762842                         | 0.1964194                       | 0.0073722                                | 0.07372155                          |
| 323.8      | 11.8788                  | 0.03728433                         | 0.0624564                       | 0.0041571                                | 0.04157102                          |

**Tabla B. 49** Numero de partículas por cada diámetro, muestra 16, exp 17.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.424242424                             | 0.653333333  | 0.49114       | 1.196052729  | 0.781421116                         | 0.397634115   | 1.01659E-05   | 24646.7248           |
| 0.848484848                             | 1.306666667  | 0.46708       | 1.215201038  | 1.587862689                         | 0.846197236   | 1.6213E-05  | 32887.5038           |
| 1.272727273                             | 1.96   | 0.55756       | 1.143180806  | 2.240634379                         | 0.991342237   | 2.80163E-06   | 222964.2656          |
| 1.696969697                             | 2.613333333  | 0.69114       | 1.036855443  | 2.709648891                         | 0.83691197  | 2.09789E-07   | 2513737.2780         |
| 2.121212121                             | 3.266666667  | 0.77971       | 0.966350418  | 3.156744698                         | 0.695397615   | 3.76159E-08   | 11648894.1331        |
|   |  |               |  |                                     | 3.767483173   |   | 14443129.9053        |

B.3.7 Muestra 18

**Tabla B. 50** Diámetro de partícula, muestra 18, exp 17.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 6.2        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 13.7       | 13.5758                  | 1.81010101                         | 0.9050505                       | 0.0158248                                | 0.15824816                          |
| 43.5       | 13.1515                  | 0.35258754                         | 1.0813443                       | 0.0172975                                | 0.17297536                          |
| 132.7      | 12.7273                  | 0.10061085                         | 0.2265992                       | 0.0079183                                | 0.07918291                          |
| 234.6      | 12.303                   | 0.05386616                         | 0.0772385                       | 0.0046229                                | 0.0462295                           |

**Tabla B. 51** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 18, exp 17.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.424242424                             | 0.653333333  | 0.57304       | 1.130863793  | 0.738831011                         | 0.31545466  | 2.07499E-06   | 95795.3433           |
| 0.848484848                             | 1.306666667  | 0.55928       | 1.141815024  | 1.491971631                         | 0.657545306   | 2.70989E-06   | 152896.0894          |
| 1.272727273                             | 1.96   | 0.68009       | 1.045650582  | 2.04947514                          | 0.655653312   | 2.59952E-07   | 1589290.8739         |
| 1.696969697                             | 2.613333333  | 0.76329       | 0.979422138  | 2.559556521                         | 0.605875769   | 5.17318E-08   | 7379882.9495         |
|   |  |               |  |                                     | 2.234529047   |   | 9217865.2561         |

## B.4 Experimento 18

Se realizó el día 10 de abril de 2014 con una inclinación de aspas de 0° a 90°.

**Tabla B. 52** Condiciones de enfriamiento del experimento 18.

| Muestra | Tiempo<br>(s) | Temperatura<br>(°C) |
|---------|---------------|---------------------|
| 2       | 720           | 75                  |
| 3       | 1320          | 72                  |
| 5       | 1860          | 45                  |
| 6       | 2160          | 35                  |
| 8       | 3000          | 25                  |
| 11      | 10680         | 10                  |
| 12      | 14400         | 10.7                |

### B.4.1 Muestra 2

**Tabla B. 53** Diámetro de partícula, muestra 2 exp 18.

| Tiempo<br>(s) | Distancia<br>recorrida<br>(cm) | Velocidades<br>puntuales [v1s]<br>(cm/s) | Velocidad<br>promedio<br>[v2s] (cm/s) | Diámetro de<br>partícula<br>promedio [dP]<br>(cm) | Diámetro de<br>partícula<br>promedio<br>(mm) |
|---------------|--------------------------------|--|---------------------------------------|---|--|
| 3.9           | 14                             |  |                                       |   |  |
| 15            | 13.5757576                     | 1.223041223                              | 0.611520612                           | 0.0130079   | 0.130079184                                  |
| 71.1          | 13.5757576                     | 0.202020202                              | 0.712530713                           | 0.0140412   | 0.140411943                                  |
| 139.3         | 12.7272727                     | 0.093997583                              | 0.148008892                           | 0.0063995   | 0.063995017                                  |
| 231.7         | 12.3030303                     | 0.054008035                              | 0.074002809                           | 0.0045251   | 0.04525081                                   |

**Tabla B. 54** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 2 exp 18.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>s,x</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|--|---|----------------------|
| 0.424242424                             | 0.653333333  | 0.60334202    | 1.106739751  | 0.72306997                          | 0.286811473  | 1.15245E-06   | 156818.228           |
| 0.424242424                             | 0.653333333  | 0.59152416    | 1.11614677   | 0.729215889                         | 0.297867074  | 1.44948E-06   | 129489.272           |
| 1.272727273                             | 1.96   | 0.71301197    | 1.019442474  | 1.998107249                         | 0.573432868  | 1.37227E-07   | 2633101.145          |
| 1.696969697                             | 2.613333333  | 0.76659702    | 0.976788774  | 2.552674663                         | 0.59580188   | 4.85153E-08   | 7738312.017          |
|   |  |               |  |                                     | 1.753913295  |   | 10657720.662         |

*B.4.2 Muestra 3*

**Tabla B. 55** Diámetro de partícula, muestra 3 exp 18.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v <sub>1s</sub> ] (cm/s) | Velocidad promedio [v <sub>2s</sub> ] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [d <sub>P</sub> ] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|---|--|---|-------------------------------------|
| 12.9       | 14                       |   |  |   |                                     |
| 14.5       | 13.5882353               | 8.492647059                                     | 4.246323529                                  | 0.0342775   | 0.342774727                         |
| 22.3       | 13.5882353               | 1.445556946                                     | 4.969102003                                  | 0.0370801   | 0.370801267                         |
| 76.3       | 12.7647059               | 0.201336055                                     | 0.823446501                                  | 0.0150945   | 0.150945423                         |
| 130.8      | 12.3529412               | 0.104774734                                     | 0.153055395                                  | 0.0065077   | 0.065076858                         |
| 185.9      | 11.9411765               | 0.069024141                                     | 0.086899438                                  | 0.0049036   | 0.049035515                         |

### B.4.3 Muestra 5

**Tabla B. 56** Diámetro de partículas, muestra 5 exp 18.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 4.7        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 8.1        | 13.5882353               | 3.996539792                        | 1.998269896                     | 0.0235142                                | 0.235141523                         |
| 16.2       | 13.5882353               | 1.181585678                        | 2.589062735                     | 0.0267654                                | 0.267653878                         |
| 127        | 12.7647059               | 0.104372084                        | 0.642978881                     | 0.0133383                                | 0.133383039                         |
| 196.3      | 12.3529412               | 0.064472553                        | 0.084422319                     | 0.0048332                                | 0.048331569                         |

**Tabla B. 57** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 5 exp 18.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.51180676    | 1.179601819  | 0.74800633                          | 0.365171634   | 6.8075E-06  | 33801.229            |
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.49178382    | 1.19554008   | 0.758113062                         | 0.385285325   | 1.00397E-05   | 24181.614            |
| 1.235294118                             | 1.902352941  | 0.59946418    | 1.10982651   | 2.111281725                         | 0.84564395  | 1.24251E-06   | 428853.695           |
| 1.647058824                             | 2.536470588  | 0.7564138     | 0.984894613  | 2.498156219                         | 0.608516374   | 5.91143E-08   | 6486389.570          |
|   |  |               |  |                                     | 2.204617283   |   | 6973226.108          |

B.4.4 Muestra 6

**Tabla B. 58** Diámetro de partículas, muestra 6.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) |                                    |                                 |  |                                     |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 5          | 14                       | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
| 11.6       | 13.5882353               | 2.058823529                        | 1.029411765                     | 0.0168771                                | 0.168770609                         |
| 65.7       | 13.5882353               | 0.223858901                        | 1.141341215                     | 0.0177709                                | 0.177709238                         |
| 103.6      | 12.7647059               | 0.129459492                        | 0.176659196                     | 0.0069915                                | 0.069915003                         |

**Tabla B. 59** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 6 exp 18.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>ss</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.56308233    | 1.138786463  | 0.722124592                         | 0.315508992   | 2.51704E-06   | 78985.018            |
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.55510324    | 1.145137822  | 0.726152101                         | 0.323062718   | 2.93853E-06   | 69275.595            |
| 1.235294118                             | 1.902352941  | 0.69933294    | 1.030330976  | 1.960053162                         | 0.589323412   | 1.78941E-07   | 2075228.829          |
|   |  |               |  |                                     | 1.227895123   |   | 2223489.443          |

B.4.5 Muestra 8

**Tabla B. 60** Diámetro de partículas, muestra 8 exp 18.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 7.4        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 8.7        | 13.5882353               | 10.45248869                        | 5.226244344                     | 0.0380274                                | 0.380274417                         |
| 10.7       | 13.5882353               | 4.117647059                        | 7.285067873                     | 0.0448972                                | 0.448971791                         |
| 33.8       | 12.7647059               | 0.483511586                        | 2.300579323                     | 0.0252302                                | 0.252302097                         |
| 106.1      | 12.3529412               | 0.125156446                        | 0.304334016                     | 0.0091765                                | 0.091765092                         |
| 299.4      | 11.9411765               | 0.04089444                         | 0.083025443                     | 0.0047930                                | 0.047930047                         |

**Tabla B. 61** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 8 exp 18.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.43748543    | 1.238761598  | 0.78552059                          | 0.441866778   | 2.87933E-05   | 9669.933             |
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.41181002    | 1.259199227  | 0.798480451                         | 0.469658203   | 4.73867E-05   | 6245.226             |
| 1.235294118                             | 1.902352941  | 0.50091617    | 1.188270726  | 2.26051031                          | 1.128184135   | 8.40935E-06   | 84535.834            |
| 1.647058824                             | 2.536470588  | 0.65728681    | 1.0637997  | 2.698296651                         | 0.924741855   | 4.04606E-07   | 1440162.315          |
| 2.058823529                             | 3.170588235  | 0.7577036     | 0.983867931  | 3.119440088                         | 0.755829091   | 5.76532E-08   | 8260826.031          |
|   |  |               |  |                                     | 2.964450971   |   | 9801439.340          |

B.4.6 Muestra 11

**Tabla B. 62** Diámetro de partícula, muestra 11 exp 18.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 3.1        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 5.5        | 13.5882353               | 5.661764706                        | 2.830882353                     | 0.0279874                                | 0.279874393                         |
| 7.2        | 13.5882353               | 3.31420373                         | 4.487984218                     | 0.0352394                                | 0.352393521                         |
| 21.2       | 12.7647059               | 0.705232369                        | 2.00971805                      | 0.0235814                                | 0.235814128                         |
| 195.4      | 12.3529412               | 0.064237864                        | 0.384735116                     | 0.0103177                                | 0.103177065                         |

**Tabla B. 63** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 11 exp 18.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.48488111    | 1.201034634  | 0.761597256                         | 0.392313131   | 1.14786E-05   | 21536.086            |
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.44925806    | 1.229390582  | 0.779578263                         | 0.429346443   | 2.29131E-05   | 11807.217            |
| 1.235294118                             | 1.902352941  | 0.51136514    | 1.179953345  | 2.244687717                         | 1.09683266  | 6.86608E-06   | 100659.402           |
| 1.647058824                             | 2.536470588  | 0.63916439    | 1.078225144  | 2.734886365                         | 0.986844384   | 5.75108E-07   | 1081241.248          |
|   |  |               |  |                                     | 2.905336617   |   | 1215243.954          |

B.4.7 Muestra 12

**Tabla B. 64** Diámetro de partícula, muestra 12 exp 18.

| Tiempo (s) | Distancia recorrida (cm) | Velocidades puntuales [v1s] (cm/s) | Velocidad promedio [v2s] (cm/s) | Diámetro de partícula promedio [dP] (cm) | Diámetro de partícula promedio (mm) |
|------------|--------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-------------------------------------|
| 4.5        | 14                       |                                    |                                 |  |                                     |
| 5.9        | 13.5882353               | 9.705882353                        | 4.852941176                     | 0.0366442                                | 0.366441597                         |
| 13.2       | 13.5882353               | 1.561866126                        | 5.633874239                     | 0.0394826                                | 0.394826077                         |
| 59.2       | 12.7647059               | 0.233358426                        | 0.897612276                     | 0.0157597                                | 0.157596528                         |
| 231.5      | 12.3529412               | 0.054418243                        | 0.143888334                     | 0.0063098                                | 0.063097921                         |

**Tabla B. 65** Numero de partículas para cada diámetro, muestra 12 exp 18.

| altura del lecho [h <sup>L</sup> ] (cm) | volumen d lecho [V <sup>L</sup> ] (cm <sup>3</sup> ) | porosidad [ε] | densidad de lecho [ρ <sup>L</sup> ] (g/cm <sub>3</sub> ) | masa de lecho [m <sup>L</sup> ] (g) | masa de solidos experimentales [m <sub>sx</sub> ] (g) | volumen de partícula equivalente [V <sub>P E</sub> ] (cm <sub>3</sub> ) | Número de partículas |
|---|--|---------------|--|-------------------------------------|---|---|----------------------|
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.4432143     | 1.234201415  | 0.782628897                         | 0.444784027   | 2.5764E-05  | 10878.232            |
| 0.411764706                             | 0.634117647  | 0.43167953    | 1.243383098  | 0.788451164                         | 0.336137709   | 3.22268E-05   | 6572.388             |
| 1.235294118                             | 1.902352941  | 0.57367339    | 1.130355978  | 2.15033602                          | 0.612427217   | 2.04946E-06   | 188294.650           |
| 1.647058824                             | 2.536470588  | 0.71519464    | 1.017705064  | 2.581378962                         | 2.581378962   | 1.31536E-07   | 12366023.333         |
|   |  |               |  |                                     | 3.974727914   |   | 12571768.6           |

# APÉNDICE C

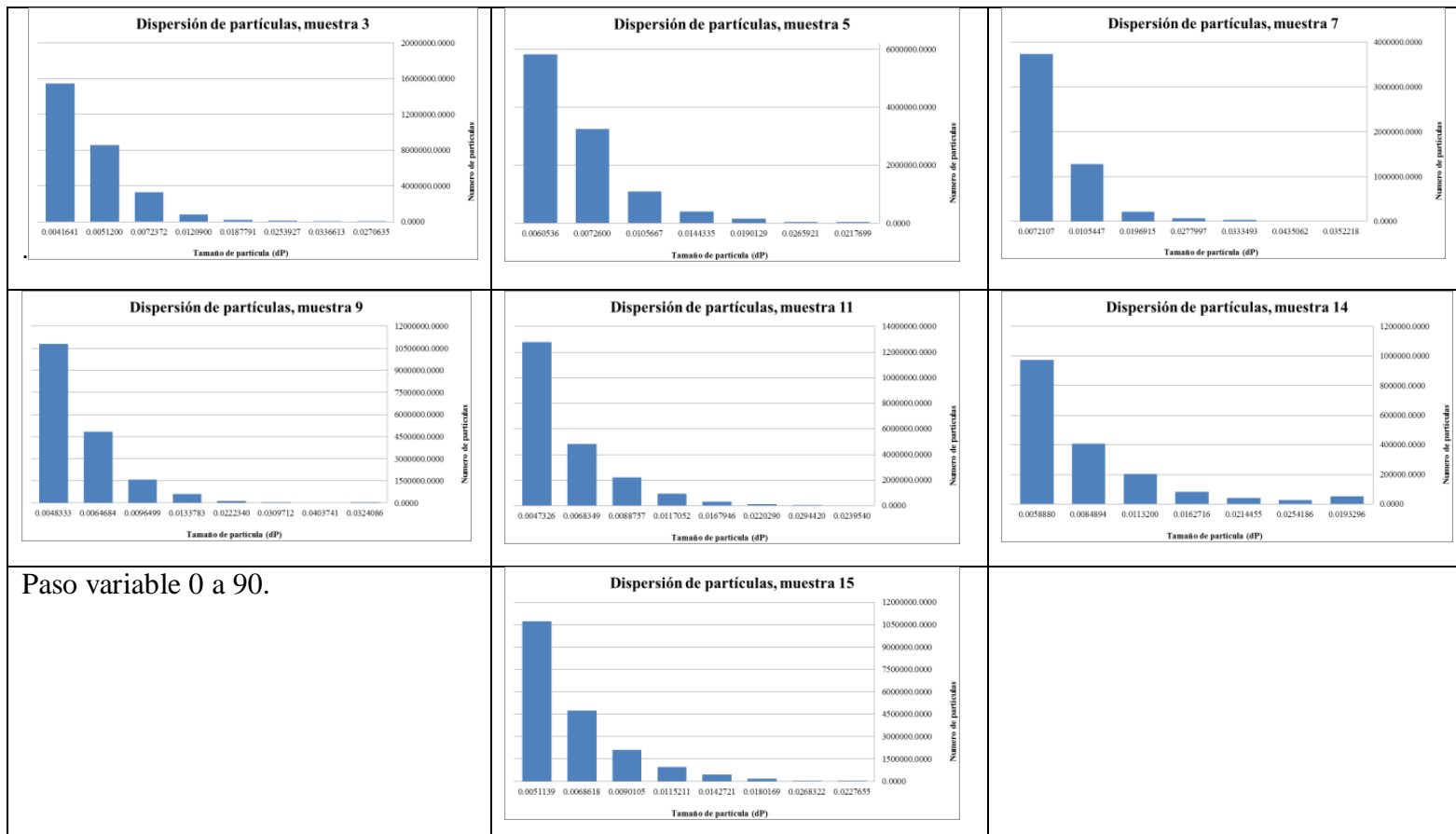
---

## **Distribución de Partículas**

C.1 Se presentan gráficos de barras en los que se representa la distribución de partículas a lo largo del experimento, calculados con la ecuación de stock.

C.2 Con el software ImageJ se obtuvo la distribución de partículas mediante el análisis microscópico de los puntos críticos en los perfiles de enfriamiento.

**C.1 A continuación se presentan las gráficas de barras para evaluar la distribución de las partículas.**



**Figura C. 1** Distribución de tamaño, experimento 16.

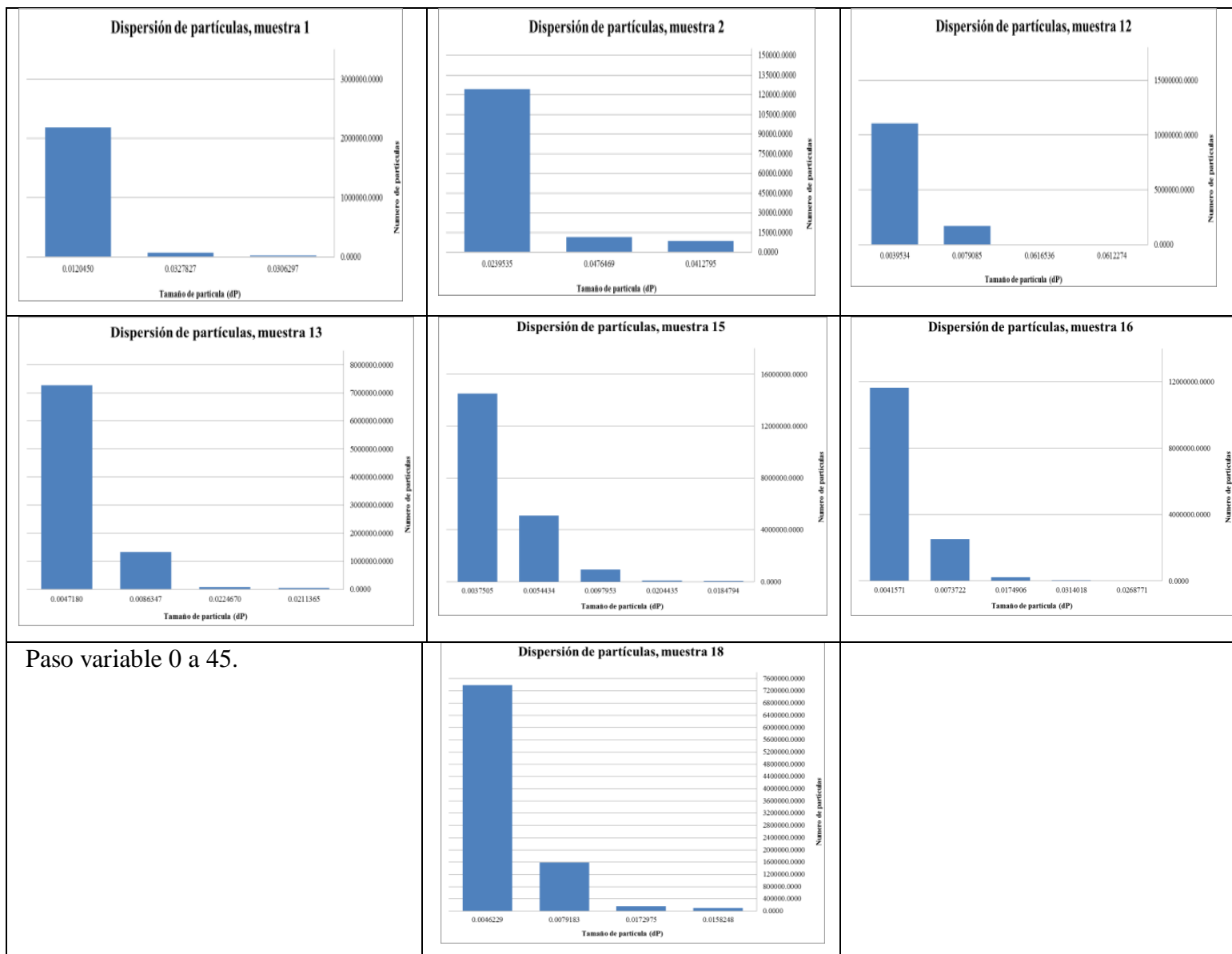


Figura C. 2 Distribución de tamaño, experimento 17.

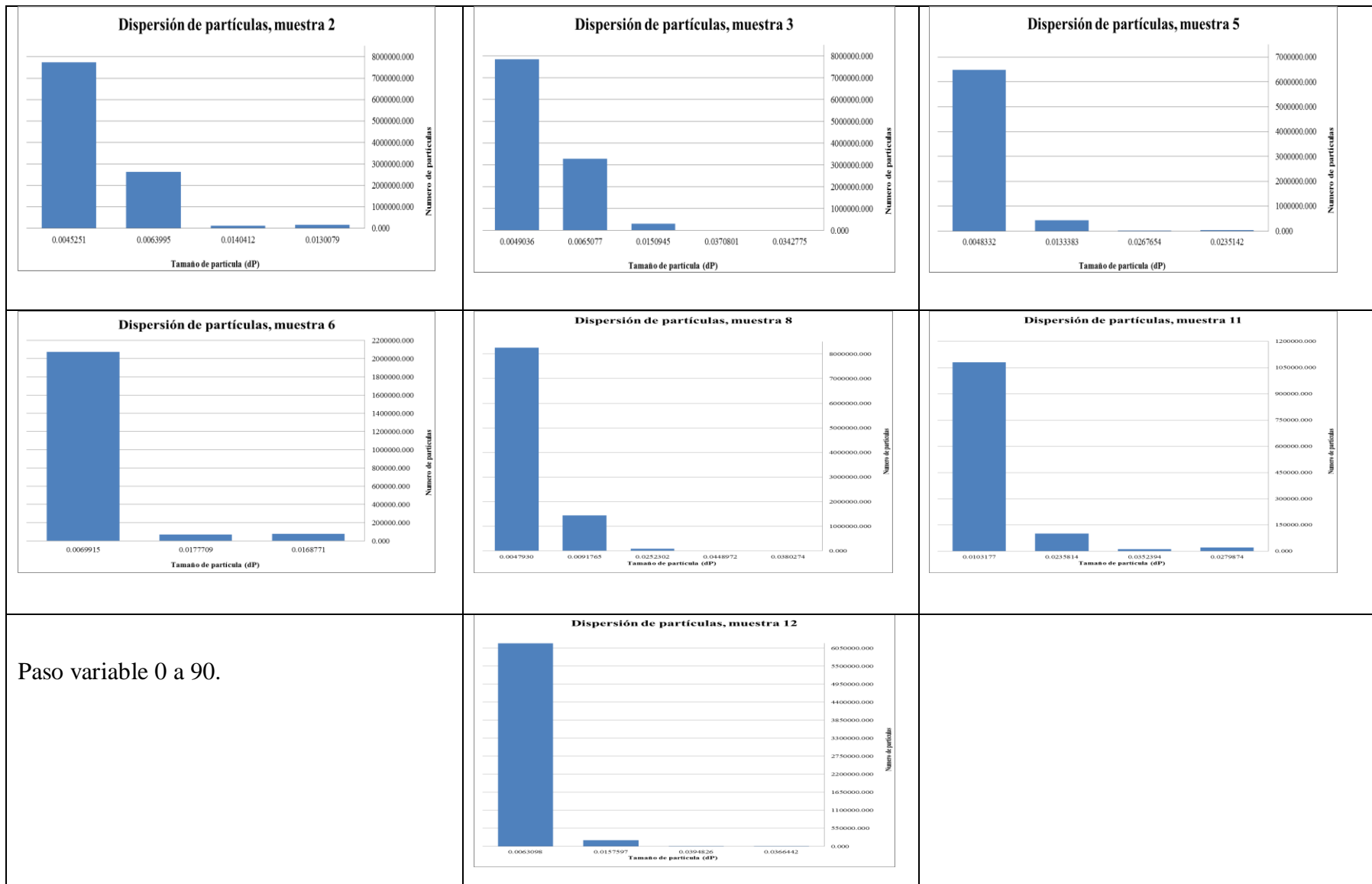

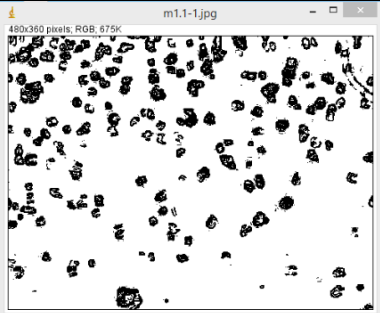
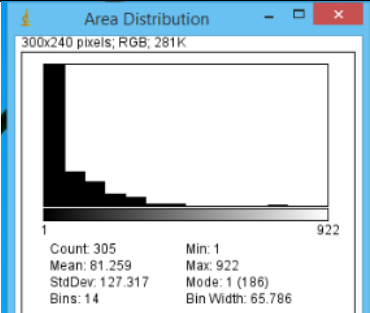
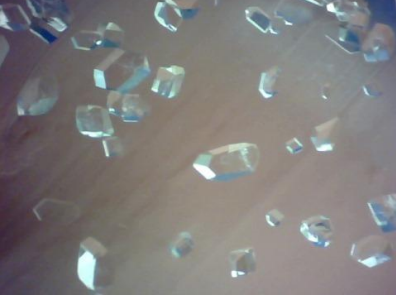
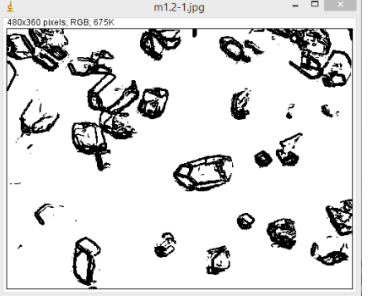
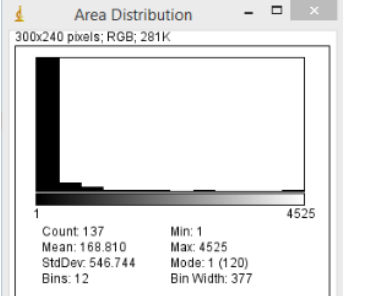
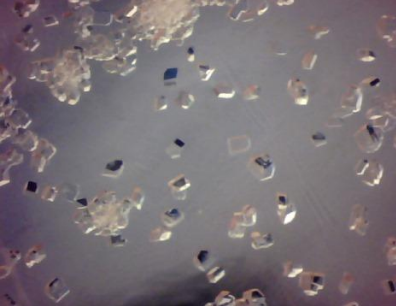
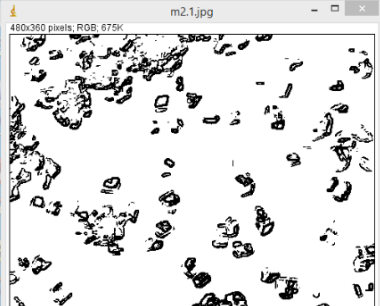
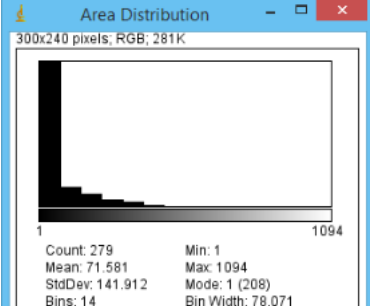
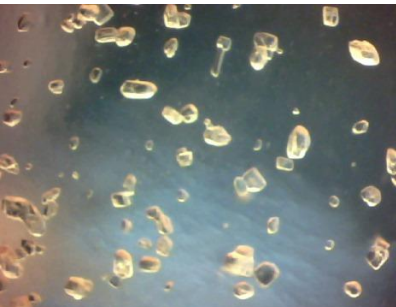
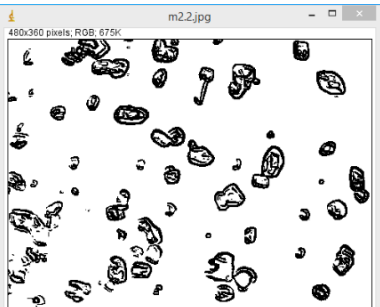
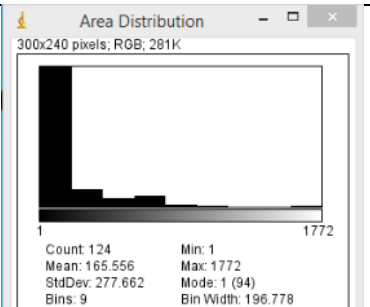


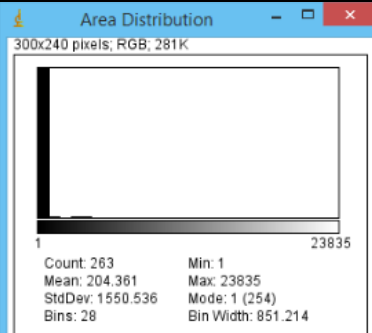
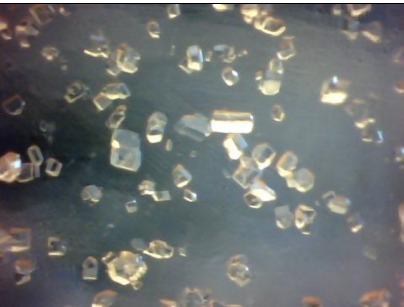
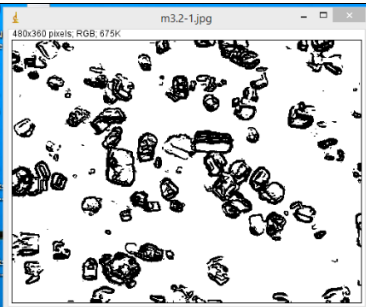
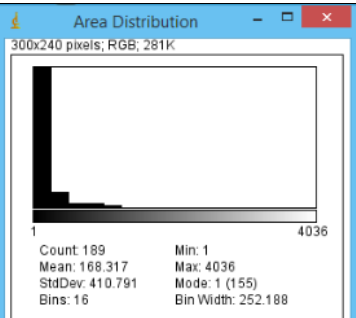
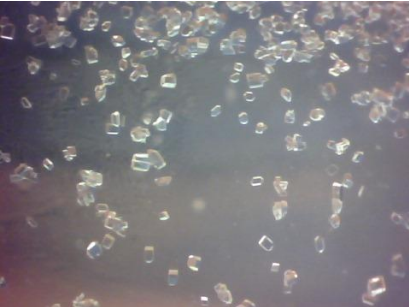
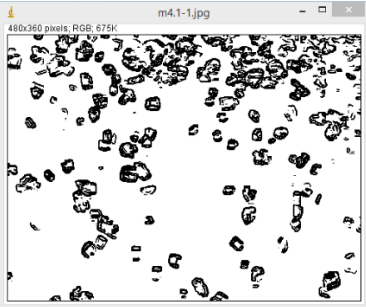
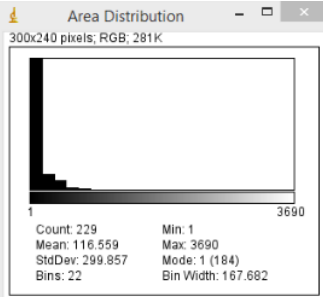
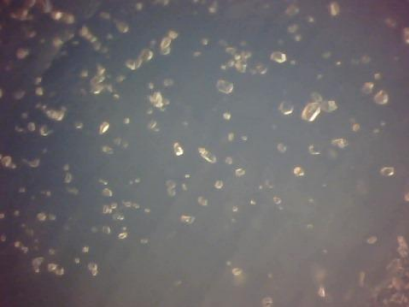
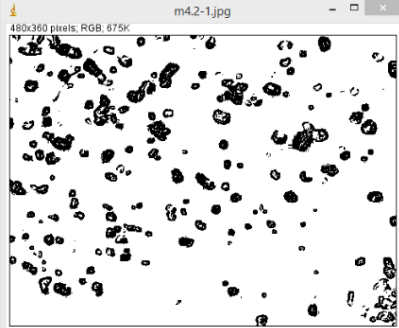
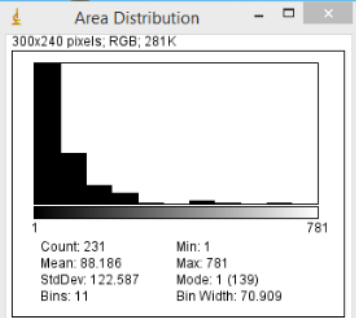


Figura C. 3 Distribución de partícula experimento 18.


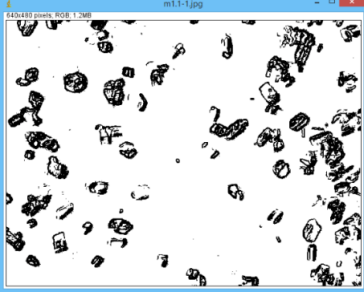
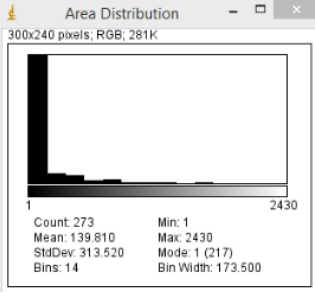

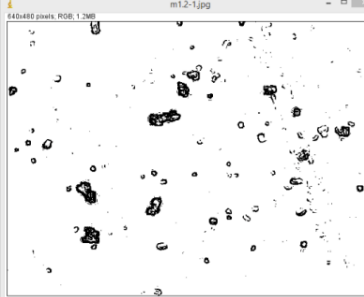
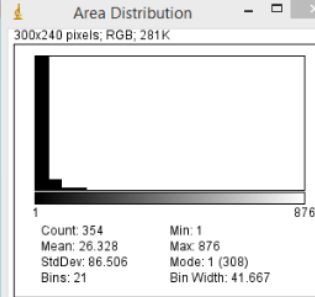
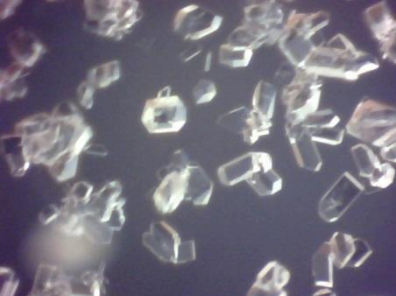
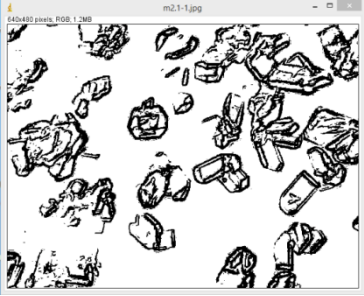
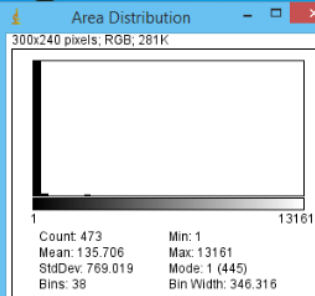

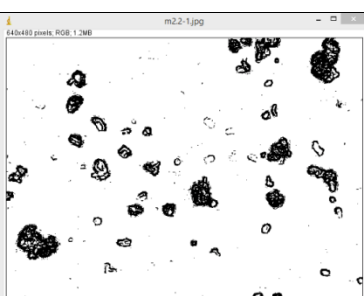
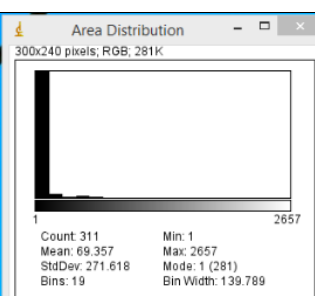
C.2 Análisis de imagen (ImageJ) de los comparativos descritos en la metodología “2.5 Cinéticas de cristalización, Tabla 2.5”.

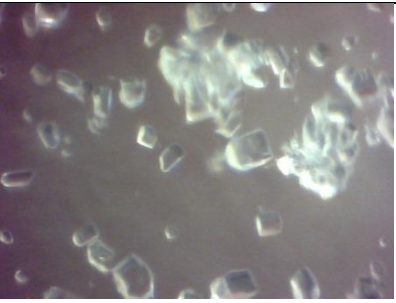
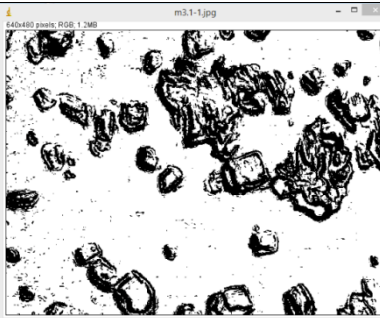
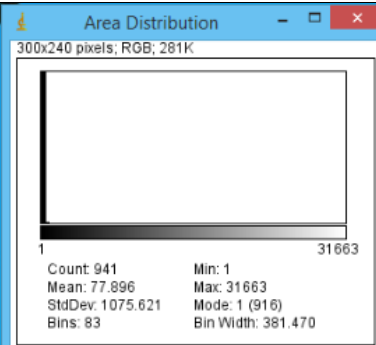

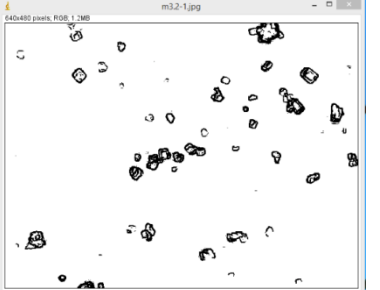
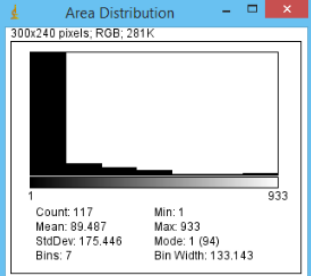
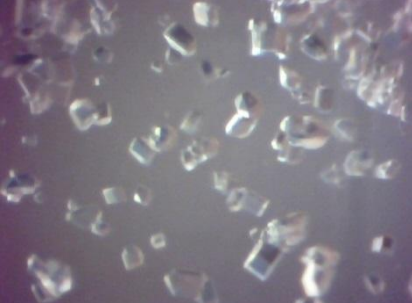
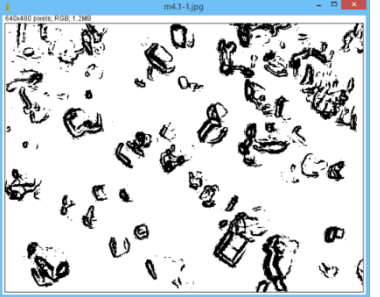
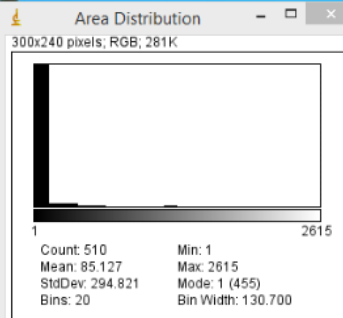
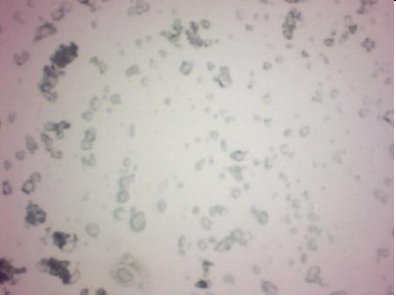
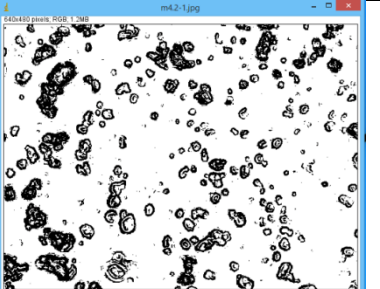
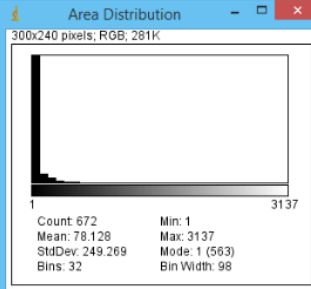
**Tabla C. 1** Comparativo #2: experimento 17 y experimento 18.

| M1: 0° a 90° (720s, 75°C)   | Análisis   | Distribución  |
|---|--|---|
|    |    |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <p>Count: 305      Min: 1<br/>Mean: 81.259    Max: 922<br/>StdDev: 127.317    Mode: 1 (186)<br/>Bins: 14      Bin Width: 65.786</p>    |
| M1: 0° a 45° (300s, 75°C)   |  |   |
|   |   |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <p>Count: 137      Min: 1<br/>Mean: 168.810    Max: 4525<br/>StdDev: 546.744    Mode: 1 (120)<br/>Bins: 12      Bin Width: 377</p>    |
| M2: 0° a 90° (2160s, 35°C)  |  |   |
|  |  |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <p>Count: 279      Min: 1<br/>Mean: 71.581    Max: 1094<br/>StdDev: 141.912    Mode: 1 (208)<br/>Bins: 14      Bin Width: 78.071</p> |
| M2: 0° a 45° (2220s, 40°C)  |  |   |
|  |  |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <p>Count: 124      Min: 1<br/>Mean: 165.556    Max: 1772<br/>StdDev: 277.662    Mode: 1 (94)<br/>Bins: 9      Bin Width: 196.778</p> |

|  |  |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
|--|--|--|------------|--------|---------------|------------|------------------|---------------|----------|--------------------|
| <p>M3: 0° a 90° (3360s, 19.8°C)</p>   |    |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <table border="1"> <tr> <td>Count: 263</td> <td>Min: 1</td> </tr> <tr> <td>Mean: 204.361</td> <td>Max: 23835</td> </tr> <tr> <td>StdDev: 1550.536</td> <td>Mode: 1 (254)</td> </tr> <tr> <td>Bins: 28</td> <td>Bin Width: 851.214</td> </tr> </table> | Count: 263 | Min: 1 | Mean: 204.361 | Max: 23835 | StdDev: 1550.536 | Mode: 1 (254) | Bins: 28 | Bin Width: 851.214 |
| Count: 263   | Min: 1   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| Mean: 204.361  | Max: 23835   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| StdDev: 1550.536   | Mode: 1 (254)  |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| Bins: 28   | Bin Width: 851.214   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| <p>M3: 0° a 45° (3420s, 23°C)</p>     |    |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <table border="1"> <tr> <td>Count: 189</td> <td>Min: 1</td> </tr> <tr> <td>Mean: 168.317</td> <td>Max: 4036</td> </tr> <tr> <td>StdDev: 410.791</td> <td>Mode: 1 (155)</td> </tr> <tr> <td>Bins: 16</td> <td>Bin Width: 252.188</td> </tr> </table>   | Count: 189 | Min: 1 | Mean: 168.317 | Max: 4036  | StdDev: 410.791  | Mode: 1 (155) | Bins: 16 | Bin Width: 252.188 |
| Count: 189   | Min: 1   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| Mean: 168.317  | Max: 4036  |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| StdDev: 410.791  | Mode: 1 (155)  |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| Bins: 16   | Bin Width: 252.188   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| <p>M4: 0° a 90° (10680s, 10°C)</p>  |  |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <table border="1"> <tr> <td>Count: 229</td> <td>Min: 1</td> </tr> <tr> <td>Mean: 116.559</td> <td>Max: 3690</td> </tr> <tr> <td>StdDev: 299.957</td> <td>Mode: 1 (184)</td> </tr> <tr> <td>Bins: 22</td> <td>Bin Width: 167.682</td> </tr> </table> | Count: 229 | Min: 1 | Mean: 116.559 | Max: 3690  | StdDev: 299.957  | Mode: 1 (184) | Bins: 22 | Bin Width: 167.682 |
| Count: 229   | Min: 1   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| Mean: 116.559  | Max: 3690  |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| StdDev: 299.957  | Mode: 1 (184)  |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| Bins: 22   | Bin Width: 167.682   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| <p>M4: 0 a 45° (10260s, 8°C)</p>    |  |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <table border="1"> <tr> <td>Count: 231</td> <td>Min: 1</td> </tr> <tr> <td>Mean: 88.186</td> <td>Max: 781</td> </tr> <tr> <td>StdDev: 122.587</td> <td>Mode: 1 (139)</td> </tr> <tr> <td>Bins: 11</td> <td>Bin Width: 70.909</td> </tr> </table>    | Count: 231 | Min: 1 | Mean: 88.186  | Max: 781   | StdDev: 122.587  | Mode: 1 (139) | Bins: 11 | Bin Width: 70.909  |
| Count: 231   | Min: 1   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| Mean: 88.186   | Max: 781   |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| StdDev: 122.587  | Mode: 1 (139)  |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |
| Bins: 11   | Bin Width: 70.909  |  |            |        |               |            |                  |               |          |                    |

**Tabla C. 2** Comparativo #3 Experimento 11 y experimento 16.

| M1: 0° a 45° (360s, 72°C)   | Análisis   | Distribución   |
|---|--|--|
|    |    |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels, RGB, 281K</p> <p>Count: 273      Min: 1<br/>Mean: 139.810    Max: 2430<br/>StdDev: 313.520    Mode: 1 (217)<br/>Bins: 14          Bin Width: 173.500</p>    |
| M1: 0° a 90° (1920, 30.4°C)   |  |  |
|    |    |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels, RGB, 281K</p> <p>Count: 354      Min: 1<br/>Mean: 26.328    Max: 876<br/>StdDev: 86.506    Mode: 1 (308)<br/>Bins: 21          Bin Width: 41.667</p>        |
| M2: 0° a 45° (3180s, 15.5°C)  |  |  |
|  |  |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels, RGB, 281K</p> <p>Count: 473      Min: 1<br/>Mean: 135.706    Max: 13161<br/>StdDev: 769.019    Mode: 1 (445)<br/>Bins: 38          Bin Width: 346.316</p> |
| M2: 0° a 90° (1920s, 32°C)  |  |  |
|  |  |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels, RGB, 281K</p> <p>Count: 311      Min: 1<br/>Mean: 69.357    Max: 2657<br/>StdDev: 271.618    Mode: 1 (281)<br/>Bins: 19          Bin Width: 139.789</p>   |
| M3: 0° a 45° (3180s, 15.5°C)  |  |  |

|   |  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
|---|--|---|------------|--------|--------------|------------|------------------|---------------|----------|--------------------|
|    |    |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <table border="1"> <tr> <td>Count: 941</td> <td>Min: 1</td> </tr> <tr> <td>Mean: 77.896</td> <td>Max: 31663</td> </tr> <tr> <td>StdDev: 1075.621</td> <td>Mode: 1 (916)</td> </tr> <tr> <td>Bins: 83</td> <td>Bin Width: 381.470</td> </tr> </table> | Count: 941 | Min: 1 | Mean: 77.896 | Max: 31663 | StdDev: 1075.621 | Mode: 1 (916) | Bins: 83 | Bin Width: 381.470 |
| Count: 941  | Min: 1   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| Mean: 77.896  | Max: 31663   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| StdDev: 1075.621  | Mode: 1 (916)  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| Bins: 83  | Bin Width: 381.470   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| <p>M3: 0° a 90° (3420s, 15°C)</p>   |  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
|    |    |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <table border="1"> <tr> <td>Count: 117</td> <td>Min: 1</td> </tr> <tr> <td>Mean: 89.487</td> <td>Max: 933</td> </tr> <tr> <td>StdDev: 175.446</td> <td>Mode: 1 (94)</td> </tr> <tr> <td>Bins: 7</td> <td>Bin Width: 133.143</td> </tr> </table>      | Count: 117 | Min: 1 | Mean: 89.487 | Max: 933   | StdDev: 175.446  | Mode: 1 (94)  | Bins: 7  | Bin Width: 133.143 |
| Count: 117  | Min: 1   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| Mean: 89.487  | Max: 933   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| StdDev: 175.446   | Mode: 1 (94)   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| Bins: 7   | Bin Width: 133.143   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| <p>M4: 0° a 45° (5580s, 10.2°C)</p>   |  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
|   |   |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <table border="1"> <tr> <td>Count: 510</td> <td>Min: 1</td> </tr> <tr> <td>Mean: 85.127</td> <td>Max: 2615</td> </tr> <tr> <td>StdDev: 294.821</td> <td>Mode: 1 (455)</td> </tr> <tr> <td>Bins: 20</td> <td>Bin Width: 130.700</td> </tr> </table>  | Count: 510 | Min: 1 | Mean: 85.127 | Max: 2615  | StdDev: 294.821  | Mode: 1 (455) | Bins: 20 | Bin Width: 130.700 |
| Count: 510  | Min: 1   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| Mean: 85.127  | Max: 2615  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| StdDev: 294.821   | Mode: 1 (455)  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| Bins: 20  | Bin Width: 130.700   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| <p>M4: 0° a 90° (5460s, 10.5°C)</p>   |  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
|  |  |  <p>Area Distribution<br/>300x240 pixels; RGB; 281K</p> <table border="1"> <tr> <td>Count: 672</td> <td>Min: 1</td> </tr> <tr> <td>Mean: 78.128</td> <td>Max: 3137</td> </tr> <tr> <td>StdDev: 249.269</td> <td>Mode: 1 (563)</td> </tr> <tr> <td>Bins: 32</td> <td>Bin Width: 98</td> </tr> </table>      | Count: 672 | Min: 1 | Mean: 78.128 | Max: 3137  | StdDev: 249.269  | Mode: 1 (563) | Bins: 32 | Bin Width: 98      |
| Count: 672  | Min: 1   |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| Mean: 78.128  | Max: 3137  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| StdDev: 249.269   | Mode: 1 (563)  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |
| Bins: 32  | Bin Width: 98  |   |            |        |              |            |                  |               |          |                    |

# APÉNDICE D

---


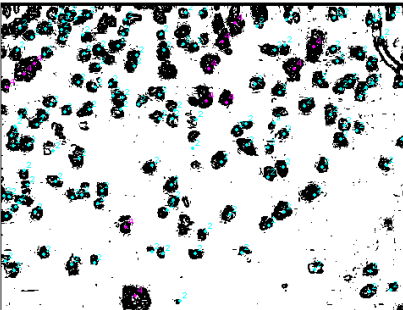
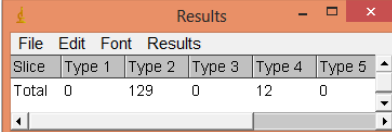

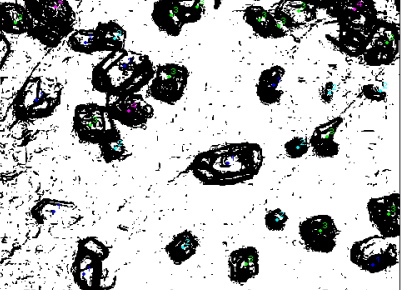
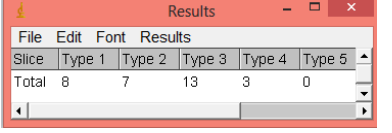
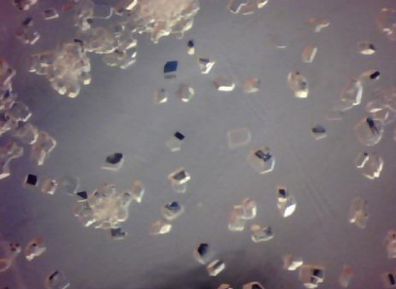
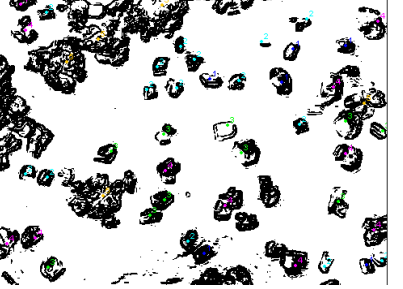
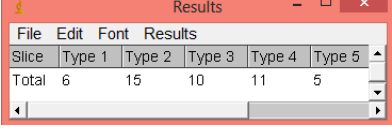

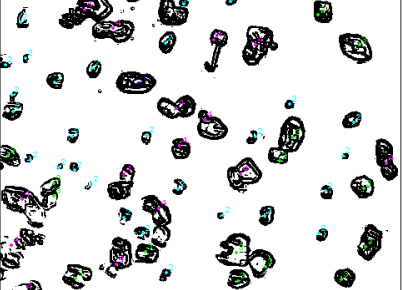
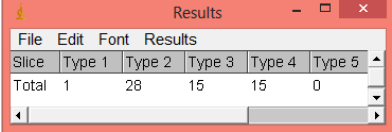
## **Análisis morfológico**

Mediante ImageJ, se realizó el conteo de cristales y se clasificó los diferentes tipos de tamaño y forma del cristal predominantes, en los comparativos de los perfiles de temperatura.

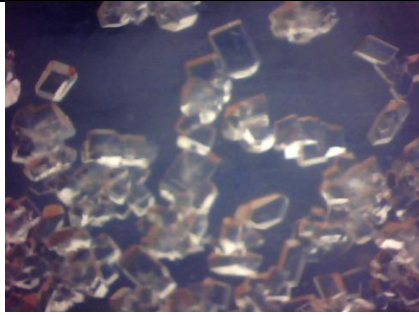
En el comparativo 2 se analizaron los experimentos 17 y 18 de 0° a 45° y 0° a 90°, respectivamente.

Para el comparativo 3 se realizó el análisis a los experimentos 11 y 16 con inclinación de 0° a 45° y 0° a 90°, respectivamente.

**Tabla D. 1** Análisis morfológico, comparativo #2.

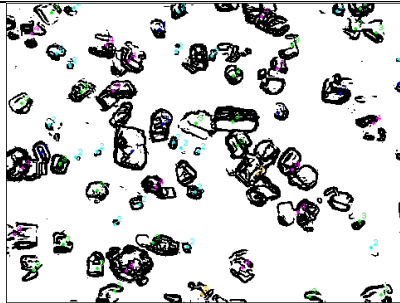
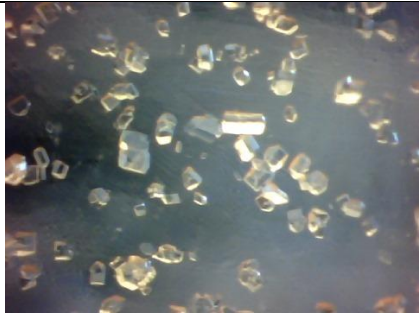
| M1: 0° a 90° (720s, 75°C)   | Conteo   | Resultados  |        |        |        |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
|---|--|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|---|-----|----|----|---|
|    |    |  <table border="1"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>0</td> <td>129</td> <td>0</td> <td>12</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>   | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 0 | 129 | 0  | 12 | 0 |
| Slice   | Type 1   | Type 2  | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
| Total   | 0  | 129   | 0      | 12     | 0      |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
| M1: 0° a 45° (300s, 75°C)   |  |   |        |        |        |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
|    |    |  <table border="1"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>8</td> <td>7</td> <td>13</td> <td>3</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>     | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 8 | 7   | 13 | 3  | 0 |
| Slice   | Type 1   | Type 2  | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
| Total   | 8  | 7   | 13     | 3      | 0      |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
| M2: 0° a 90° (2160s, 35°C)  |  |   |        |        |        |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
|  |  |  <table border="1"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>6</td> <td>15</td> <td>10</td> <td>11</td> <td>5</td> </tr> </tbody> </table> | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 6 | 15  | 10 | 11 | 5 |
| Slice   | Type 1   | Type 2  | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
| Total   | 6  | 15  | 10     | 11     | 5      |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
| M2: 0° a 45° (3320s, 40°C)  |  |   |        |        |        |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
|  |  |  <table border="1"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>1</td> <td>28</td> <td>15</td> <td>15</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table> | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 1 | 28  | 15 | 15 | 0 |
| Slice   | Type 1   | Type 2  | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |        |       |   |     |    |    |   |
| Total   | 1  | 28  | 15     | 15     | 0      |        |        |        |       |   |     |    |    |   |

M3: 0° a 90° (3360s, 19.3°C)



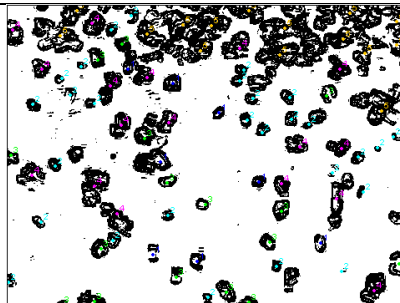
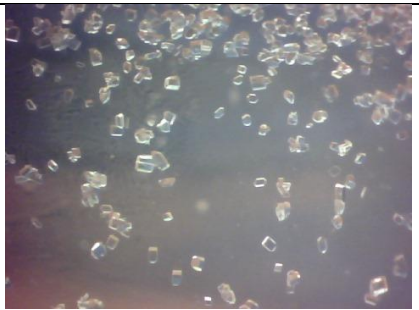
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 1      | 0      | 3       | 5      | 15     |

M3: 0° a 45° (3420s, 23°C)



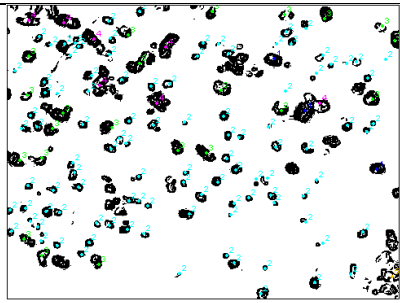
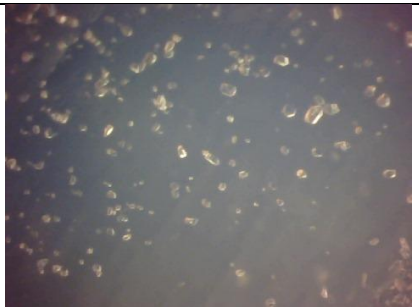
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 7      | 19     | 21      | 14     | 2      |

M4: 0° a 90° (10680s, 10°C)



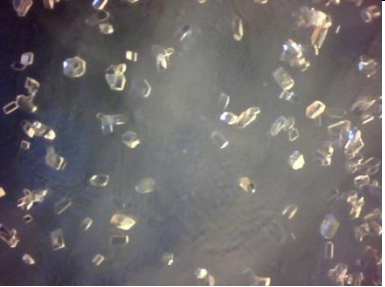
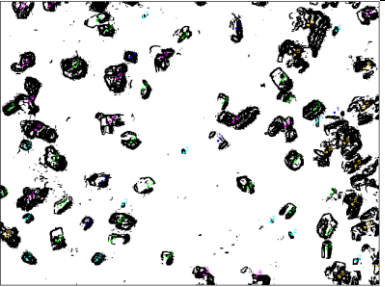
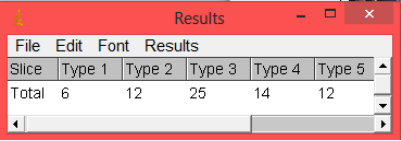

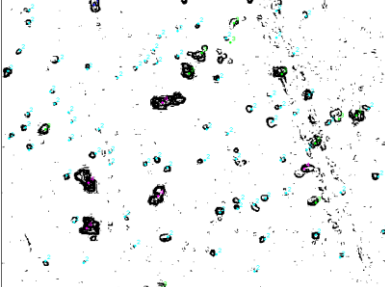
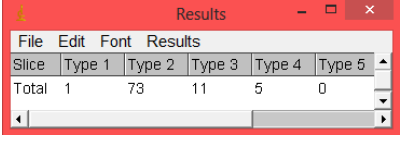
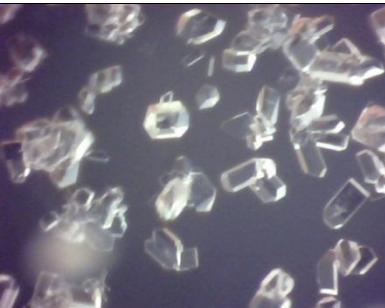

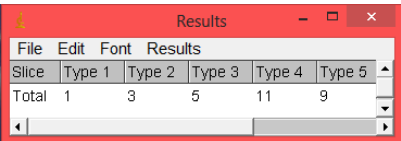

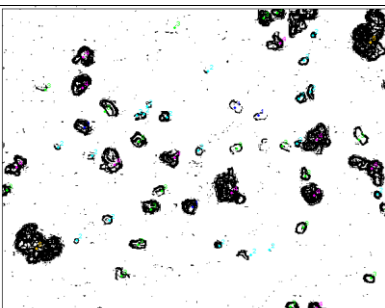
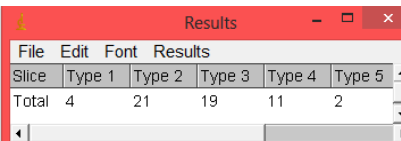
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 8      | 28     | 16      | 18     | 15     |

M4: 0° a 45° (10260s, 8°C)

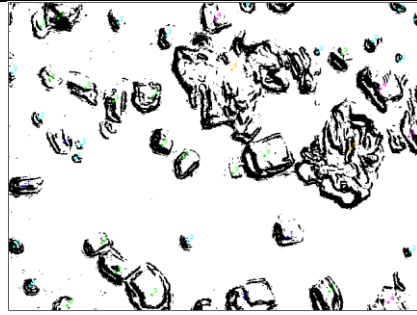
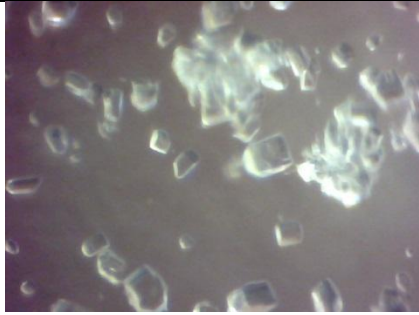


| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 3      | 104    | 22      | 7      | 1      |

**Tabla D. 2** Análisis Morfológico, comparativo #3.

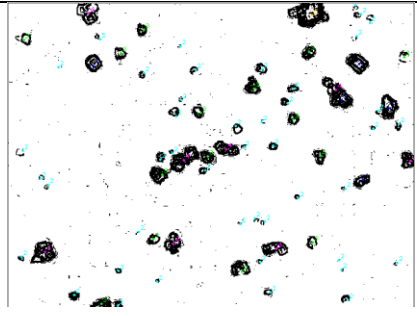
| M1: 0° a 45° (360s, 72°C)   | Conteo   | Resultados  |        |        |        |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
|---|--|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|---|----|----|----|----|
|    |    |  <table border="1"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>6</td> <td>12</td> <td>25</td> <td>14</td> <td>12</td> </tr> </tbody> </table>  | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 6 | 12 | 25 | 14 | 12 |
| Slice   | Type 1   | Type 2  | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
| Total   | 6  | 12  | 25     | 14     | 12     |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
| M1: 0° a 90° (360s, 73°C)   |  |   |        |        |        |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
|    |    |  <table border="1"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>1</td> <td>73</td> <td>11</td> <td>5</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>    | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 1 | 73 | 11 | 5  | 0  |
| Slice   | Type 1   | Type 2  | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
| Total   | 1  | 73  | 11     | 5      | 0      |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
| M2: 0° a 45° (1920s, 30.4°C)  |  |   |        |        |        |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
|   |   |  <table border="1"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>1</td> <td>3</td> <td>5</td> <td>11</td> <td>9</td> </tr> </tbody> </table>   | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 1 | 3  | 5  | 11 | 9  |
| Slice   | Type 1   | Type 2  | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
| Total   | 1  | 3   | 5      | 11     | 9      |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
| M2: 0° a 90° (1920s, 32°C)  |  |   |        |        |        |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
|  |  |  <table border="1"> <thead> <tr> <th>Slice</th> <th>Type 1</th> <th>Type 2</th> <th>Type 3</th> <th>Type 4</th> <th>Type 5</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Total</td> <td>4</td> <td>21</td> <td>19</td> <td>11</td> <td>2</td> </tr> </tbody> </table> | Slice  | Type 1 | Type 2 | Type 3 | Type 4 | Type 5 | Total | 4 | 21 | 19 | 11 | 2  |
| Slice   | Type 1   | Type 2  | Type 3 | Type 4 | Type 5 |        |        |        |       |   |    |    |    |    |
| Total   | 4  | 21  | 19     | 11     | 2      |        |        |        |       |   |    |    |    |    |

M3: 0° a 45° (3180s, 15.5°C)



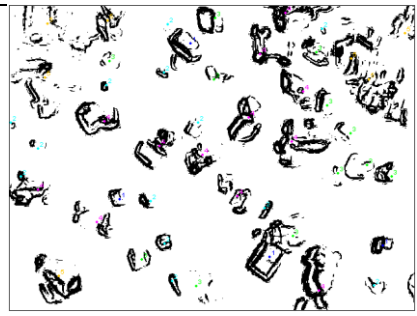
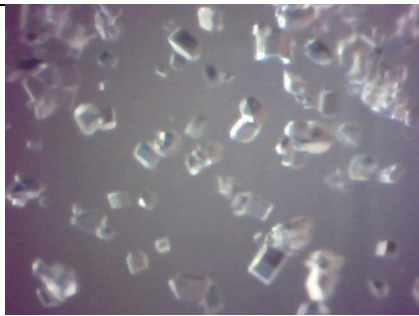
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 4      | 16     | 16      | 4      | 2      |

M3: 0° a 90° (3420s, 15°C)



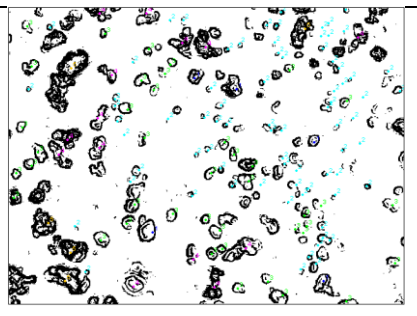
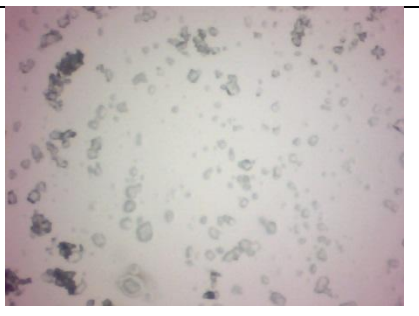
| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 5      | 44     | 15      | 8      | 1      |

M4: 0° a 45° (5580s, 10.2°C)



| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 4      | 13     | 12      | 12     | 7      |

M4: 0° a 90° (5460s, 10.5°C)



| Results |        |        |         |        |        |
|---------|--------|--------|---------|--------|--------|
| File    | Edit   | Font   | Results |        |        |
| Slice   | Type 1 | Type 2 | Type 3  | Type 4 | Type 5 |
| Total   | 5      | 76     | 41      | 14     | 5      |

# REFERENCIAS

---

- 1) Abburra Rogelio (SF). Evaluación y control de los impactos generados por materiales y residuos no convencionales. *Editorial Burbujas & Encuentro*. Argentina.
- 2) Araujo Andrade, Campos Cantón, Ortega Zaragoza. (2004). Modelo de predicción basado en análisis multivariable para la determinación de concentración de azúcar en solución. *Revista Mexicana de Física*. San Luis Potosí, México.
- 3) De Castro Reyes José Tomas. (SF). Control de las variables que determinan el tamaño del cristal en la fabricación de azúcar. Azucarera El Palmar, S.A.
- 4) Durst Dupont y Gokel George (2007). Química Orgánica Experimental. *Edición Reverte*. Barcelona, España.
- 5) F. Grases Freixedas, A. Costa Bauzá y O. Sohnel. (2000). Cristalización en disolución conceptos básicos. *Editorial Reverté*. S. A. Barcelona, España.
- 6) Faria N, Feyo de Azevedo, Rocha F.A., Pons M.N. (2008). Grado de aglomeración Modelado en la cristalización de sacarosa. *Chemical Engineering and Processing 47 (2008) 1666–1677*. Elsevier.
- 7) Fariaa N., Ponsb N. M., Feyo de Azevedoa S., y Rochaa A. F., Vivierc H. (2003) Cuantificación de la morfología de los cristales de sacarosa mediante análisis de imagen. *Powder Technology*, 53. Doi: 10.1016/S0032-5910(03)00078-0.
- 8) Fuentes C. Luis E. y Fuentes M. María E. (2008). La relación estructura-simetría-propiedades en cristales y policristales. *Reverté ediciones*. México.
- 9) Geankoplis Christie J. (1998).Proceso de transporte y operaciones unitarias (3ª Edición). *Editorial Continental*. México.
- 10) Gros H., Kilpio T., Nurmi J. (2001). Cristalización por enfriamiento continuo de la solución. *Powder Technology 121 Ž2001. 106–115*. ELSEVIER. Finlandia.
- 11) Han Jinwoo (2006). Estudio de los efectos de memoria en polímero disperso en películas de cristal líquido. *Journal of the Korea Physical Society, Vol.49*.
- 12) Howell T. y Hartel R. (2001). Secado y Cristalización de soluciones de sacarosa en Películas Delgadas a temperaturas elevadas. *Journal of food science, Vol. 66, No. 7*.

- 13) Isern A. Bernat. (2007). Estudios cinéticos implicados en la litiasis renal oxalocálcica: nucleación heterogénea e inhibidores de la cristalización. Tesis para obtener grado Doctoral. *Universitat de les Illes*. Baleras, España.
- 14) Jones G. A. (2002). Crystallization process systems. *Butterworth-Heinemann*. Oxford.
- 15) King Charles. (1969). The freezing of supercooled liquids. *Van Nostrand Company, Inc.* Nueva York.
- 16) Kumar Vasanth y Rocha F. (2010). Cinética y termodinámica de crecimiento de los cristales de sacarosa en presencia de un tensoactivo no iónico. *Surface Science 604 (2010) 981–987. ELSEVIER*. Portugal.
- 17) Laos Katrin, Kris Evelin, Kikkas Anna, y Paalme Toomas. (2007). La cristalización de las soluciones de sacarosa sobresaturadas en la presencia de fructosa, glucosa y jarabe de maíz. *Proceedings of European Congress of Chemical Engineering (ECCE-6)*. Copenhagen.
- 18) Luna Pérez Estefanía. (2012). Caracterización y evaluación de parámetros de calidad en la miel de abeja de tres regiones del país para su cristalización inducida. Trabajo de Tesis. *Universidad Veracruzana*. Orizaba. México.
- 19) Mathlouthi M. y Genotelle J. (1998). Papel del agua en la cristalización de sacarosa. *Carbohydrate Polymers 37 (1998) 335–342. ELSEVIER*. Francia.
- 20) Mc Cabe y Smith. (2003). Operaciones básicas de ingeniería química. *McGraw-Hill*. España.
- 21) Mullin, J.W. (2001). Crystallization (4<sup>a</sup> ED). *Butterworth – Heinemann*. Gran Bretaña.
- 22) Muñoz Muñoz Deyanira y Labia Alexandra. (2008). Formación de cristales de azúcar en el proceso de licores escarchados. Facultad de Ciencias Agropecuarias.
- 23) Perry Robert y Green Don. (2010). Manual del Ingeniero Químico volumen 1. *Mc Graw Hill*.
- 24) Quintana Hernández, Uribe Martínez, Rico Ramírez y Bolaños Reynoso. (2008). Análisis comparativo de ecuaciones cinéticas tipo ley de potencia y difusión-integración en la cristalización por enfriamiento de azúcar de caña. *Revista Mexicana de Ingeniería Química, Vol. 7, Núm. 2, pp. 171-182*. Universidad Autónoma Metropolitana - Iztapalapa México.
- 25) Ramírez Ramos Celia, Ruiz Reyes Mayra, Pacheco Aguirre Francisco Manuel y Sampieri Croda Álvaro. (2014). Diseño de agitador de paso variable y su aplicación en el proceso

- de cristalización de azúcar. Memorias del XXXV Encuentro Nacional de la AMIDIQ. *Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química (AMIDIQ)* (607-95593).
- 26) Ramírez Ramos Celia. (2012). Obtención de una correlación semi-empírica entre las condiciones de operación: agitación y enfriamiento, en el proceso de cristalización de azúcar en un sistema de mezcla completa. Tesis para obtener grado Ingeniero Químico. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.
- 27) Ruiz Reyes Mayra, Pacheco Aguirre Francisco Manuel y Ramírez Ramos Celia. (2013). Determinación de parámetros cinéticos de cristalización de Azúcar en solución, con variación de temperatura en sistemas agitados. Memorias del XXXIV Encuentro Nacional de la AMIDIQ. *Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química ISBN: 978-607-95593-1-1*. Mazatlán Sinaloa México.
- 28) Schroeder T.A y Wayman C.M. (2003). La formación de martensita y el mecanismo del efecto de memoria en la forma de los cristales individuales de aleaciones de Cu-Zn. DOI: 10.1016/0001-6160(77)90069-4. *Acta Metallurgica ELSEVIER*.
- 29) Skoog Douglas, West Donald, Holler James y Crouch Stanley. (2004). Fundamentos de química analítica. *Cengage learning*. México.
- 30) Tadeo Fernando, Álvarez Teresa y Gonzáles. (SF) Seguimiento de la cristalización de azúcar mediante procesador de imagen con WAVELOTS. Dpto. Ingeniería de Sistemas y Automática. Facultad de Ciencias, Universidad de Valladolid, 47005 Valladolid, España.
- 31) Velázquez Camilo O., Álvarez Ramírez J. y Bolaños-Reynoso E. (2007). Análisis comparativo de la dinámica de un cristizador continuo tipo tanque agitado: casos isotérmico y por enfriamiento. *Revista Mexicana de Ingeniería Química, Vol. 8, Núm. 1, sin mes, pp. 127-133*. Universidad Autónoma Metropolitana - Iztapalapa México.
- 32) Warren L. McCabe, Julian C. Smith, y Peter Harriott Cornell. (1991). Operaciones unitarias en ingeniería química. (4ª Edición). *McGraw-Hill /interamericana*. España.
- 33) Espectro de la sacarosa. Database of ATR-IR spectra of materials related to paints and coatings. [http://tera.chem.ut.ee/IR\\_spectra/index.php?option=com\\_content&view=article&id=114&Itemid=82](http://tera.chem.ut.ee/IR_spectra/index.php?option=com_content&view=article&id=114&Itemid=82).
- 34) Genck Wayne J. (2003). Comprender el impacto de la mezcla sobre la dinámica de cristalización y determinar las condiciones óptimas para la escala. *Genk International*, [www.cepmagazine.org](http://www.cepmagazine.org).

- 35) Lacom Tyler. (SF). Estructura de la sacarosa. Versión electrónica: [http://www.ehowenespanol.com/estructura-sacarosa-como\\_358738/](http://www.ehowenespanol.com/estructura-sacarosa-como_358738/).
- 36) Maruoka T., Suzuki Y. y Tamara K. (2010). Efectos de la alta presión en velocidades 3D de nucleación de cristales de glucosa isómera. *IOP Publishing*. Recuperado de <http://iopscience.iop.org/1742-6596/215/1/012158>.
- 37) Méndez Ángeles. (2010). Sacarosa. La Guía de Química. Versión electrónica: <http://quimica.laguia2000.com/enlaces-quimicos/sacarosa#ixzz2xtjGVoiH>