



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**EVALUACIÓN DE PROCEDIMIENTOS DE MOLIENDA DE SÓLIDOS PARA ESTANDARIZAR
LA FINEZA CRÍTICA EN LA FORMULACIÓN DE SUSPENSIONES CONCENTRADAS EN
UNA PLANTA DE AGROQUÍMICOS**

Pablo Emilio Rocha Juárez

Asesorado por el Ing. Carlos Daniel Gómez Chicas y
coasesorado por el Ing. Erick Fernando Velásquez Tobar

Guatemala, julio de 2021

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**EVALUACIÓN DE PROCEDIMIENTOS DE MOLIENDA DE SÓLIDOS PARA ESTANDARIZAR
LA FINEZA CRÍTICA EN LA FORMULACIÓN DE SUSPENSIONES CONCENTRADAS EN
UNA PLANTA DE AGROQUÍMICOS**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA

POR

PABLO EMILIO ROCHA JUÁREZ

ASESORADO POR EL ING. CARLOS DANIEL GOMEZ CHICAS Y
COASESORADO POR EL ING. ERICK FERNANDO VELÁSQUEZ TOBAR

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, JULIO DE 2021

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
VOCAL I	Ing. José Francisco Gómez Rivera
VOCAL II	Ing. Mario Renato Escobedo Martínez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Christian Moisés de la Cruz Leal
VOCAL V	Br. Kevin Armando Cruz Lorente
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
EXAMINADORA	Inga. Adela María Marroquín González
EXAMINADOR	Ing. Carlos Salvador Wong Davi
EXAMINADOR	Ing. Manuel Emilio Figueroa Solares
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

EVALUACIÓN DE PROCEDIMIENTOS DE MOLIENDA DE SÓLIDOS PARA ESTANDARIZAR LA FINEZA CRÍTICA EN LA FORMULACIÓN DE SUSPENSIONES CONCENTRADAS EN UNA PLANTA DE AGROQUÍMICOS

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 10 de julio de 2020.

Pablo Emilio Rocha Juárez

Guatemala, 26 de octubre de 2020

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela Ingeniería Química
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Le saludo cordialmente, deseándole éxitos en sus actividades. Por medio de la presente hago constar que he revisado y aprobado el Informe Final del trabajo de graduación titulado: "Evaluación de procedimientos de molienda de sólidos para estandarizar la fineza crítica en la formulación de suspensiones concentradas en una planta de agroquímicos", elaborado por el estudiante de la carrera de Ingeniería Química, Pablo Emilio Rocha Juárez, quien se identifica con el registro académico 2015-04524 y con el CUI 2994 36896 01 01.

Agradeciendo la atención a la presente, me suscribo de usted,

Atentamente,



Carlos Daniel Gomez Chicas
ASESOR
Ingeniero Químico
Colegiado activo no. 1881



Guatemala, 26 de octubre de 2020

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela Ingeniería Química
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Le saludo cordialmente, deseándole éxitos en sus actividades. Por medio de la presente hago constar que he revisado y aprobado el Informe Final del trabajo de graduación titulado: "Evaluación de procedimientos de molienda de sólidos para estandarizar la fineza crítica en la formulación de suspensiones concentradas en una planta de agroquímicos", elaborado por el estudiante de la carrera de Ingeniería Química, Pablo Emilio Rocha Juárez, quien se identifica con el registro académico 2015-04524 y con el CUI 2994 36896 01 01.

Agradeciendo la atención a la presente, me suscribo de usted,

Atentamente,



Erick Fernando Velásquez Tobar
COASESOR
Ingeniero Industrial
Colegiado activo no. 15401



Guatemala, 06 de mayo de 2021.
Ref. EIQ.TG-IF.018.2021.

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el registro de evaluación, correlativo 070-2019, le informo que reunidos los Miembros de la Tema nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL

Solicitado por el estudiante universitario: Pablo Emilio Rocha Juárez.
Identificado con número de carné: 2994368960101.
Identificado con registro académico: 201504524.
Previo a optar al título de la carrera: Ingeniería Química.
En la modalidad: Informe Final, Seminario de Investigación.

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Tema han procedido a APROBARLO con el siguiente título:

EVALUACIÓN DE PROCEDIMIENTOS DE MOLIENDA DE SÓLIDOS PARA ESTANDARIZAR LA FINEZA CRÍTICA EN LA FORMULACIÓN DE SUSPENSIONES CONCENTRADAS EN UNA PLANTA DE AGROQUÍMICOS

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por:

Carlos Daniel Gómez Chicas, profesional de la Ingeniería Química
Erick Fernando Velásquez Tobar, profesional de la Ingeniería Industrial

Habiendo encontrado el referido trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

César Alfonso García Guerra
profesional de la Ingeniería Química
COORDINADOR DE TEMA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación

C.c.: archivo



Guatemala, 16 de julio de 2021.

Ref. EIQ.129.2021

Aprobación del informe final del trabajo de graduación

Ingeniera
Aurelia Anabela Cordova Estrada
Decana
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala

Revisado el INFORME FINAL DEL TRABAJO DE GRADUACIÓN (TESIS), DENOMINADO **EVALUACIÓN DE PROCEDIMIENTOS DE MOLIENDA DE SÓLIDOS PARA ESTANDARIZAR LA FINEZA CRÍTICA EN LA FORMULACIÓN DE SUSPENSIONES CONCENTRADAS EN UNA PLANTA DE AGROQUÍMICOS** del(la) estudiante Pablo Emilio Rocha Juarez, se conceptúa que el documento presentado, reúne todas las condiciones de calidad en materia administrativa y académica (rigor, pertinencia, secuencia y coherencia metodológica), por lo tanto, se procede a la autorización del mismo, para que el(la) estudiante pueda optar al título de Ingeniería Química.

"Id y Enseñad a Todos"


Ing. William E. Alvarez Mejía, M.I.Q., M.U.I.E.
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química



Cc. Archivo
WGAM/wgam



ACAAI

Agencia Centroamericana de Asesoría de
Ingeniería de Alimentos y de Alimentos



DTG. 301-2021

La Decana de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al Trabajo de Graduación titulado: **EVALUACIÓN DE PROCEDIMIENTOS DE MOLIENDA DE SÓLIDOS PARA ESTANDARIZAR LA FINEZA CRÍTICA EN LA FORMULACIÓN DE SUSPENSIONES CONCENTRADAS EN UNA PLANTA DE AGROQUÍMICOS**, presentado por el estudiante universitario: **Pablo Emilio Rocha Juárez**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:



Inga. Anabela Cordova Estrada
Decana

Guatemala, julio de 2021

AACE/cc

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Por ser la fuente de iluminación, sabiduría y guía en mi vida y por permitirme culminar esta fase de mi vida.
Mi madre	Xenia Juárez, por todo el esfuerzo, dedicación, apoyo incondicional, sacrificios y consejos que me ha brindado a lo largo de mi vida para que llegue a cumplir mis metas.
Mi padre	Carlos Rocha, por todo el esfuerzo, apoyo, enseñanzas y motivación que me ha transmitido a lo largo de mi vida y ha hecho posible este logro.
Mi hermana	Paola Rocha, por el apoyo, ayuda y motivación que me ha brindado.
Mi abuela	Edith Estévez, por el ejemplo de persona, el constante apoyo y motivación.
Toda mi familia	Por su apoyo incondicional en todo momento.

AGRADECIMIENTOS A:

Dios	Por ser luz en mi camino, darme fortaleza, sabiduría y guiarme en la culminación de esta fase de mi vida.
Mi madre	Xenia Juárez, por su incondicional apoyo, enseñanzas, consejos y todo el sacrificio realizado para poder hacer realidad este logro. Todo se lo debo a ella.
Mi padre	Carlos Rocha, por todo el esfuerzo, enseñanzas, apoyo y consejos que me han permitido hacer realidad esta meta. Todo se lo debo a él.
Mi hermana	Paola Rocha, por su apoyo, motivación y cariño.
Mi abuela	Edith Estévez, por su constante apoyo, motivación, consejos y enseñanzas.
Toda mi familia	Por sus muestras de apoyo incondicional, apoyo y motivación.
Mis amigos	Por todo el apoyo brindado a lo largo de estos años, motivación y amistad sincera.

**Universidad de San Carlos
de Guatemala y Facultad de
Ingeniería**

Por los conocimientos brindados que me permitieron convertirme en profesional.

Mis asesores

Ing. Carlos Gómez e Ing. Erick Velásquez, por el tiempo, ayuda brindada, consejos y enseñanzas compartidas para mi formación profesional.

Planta Agroquímicos

Por la oportunidad de realizar este trabajo de graduación en sus instalaciones, por el apoyo que me brindo cada persona en la planta.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	V
LISTA DE SÍMBOLOS	XI
GLOSARIO	XIII
RESUMEN.....	XVII
OBJETIVOS.....	XIX
INTRODUCCIÓN	XXI
1. MARCO CONCEPTUAL.....	1
1.1. Antecedentes.....	1
1.2. Justificación	4
1.3. Delimitación del problema	5
1.3.1. Definición	5
1.3.2. Delimitación	5
2. MARCO TEÓRICO.....	7
2.1. Agroquímico	7
2.1.1. Definición	7
2.1.2. Clasificación de los agroquímicos.....	7
2.1.3. Ingrediente activo en plaguicidas.....	8
2.1.4. Composición y formulación de los agroquímicos.....	9
2.1.4.1. Suspensión concentrada	10
2.2. Operaciones unitarias.....	12
2.2.1. Definición	12
2.2.2. Clasificación de las operaciones unitarias	13
2.3. Manejo de sólidos.....	16

2.3.1.	Caracterización de partículas sólidas, forma y distribución de tamaño de partículas	16
2.3.2.	Molienda.....	18
2.3.2.1.	Definición.....	18
2.3.2.2.	Molienda en húmedo	20
2.3.2.3.	Molino.....	20
	2.3.2.3.1. Molino de perlas.....	21
	2.3.2.3.2. Energía específica de entrada.....	22
	2.3.2.3.3. Eficiencia del molino de perlas	23
2.3.3.	Granulometría	24
2.3.3.1.	Métodos de medición	24
	2.3.3.1.1. Difracción láser	24
	2.3.3.1.2. Tamizado	26
3.	DISEÑO METODOLÓGICO.....	29
3.1.	Variables	29
3.2.	Delimitación de campo de estudio	30
3.3.	Recursos humanos disponibles	30
3.4.	Recursos materiales disponibles.....	30
3.5.	Metodología del experimento	32
3.6.	Técnica cualitativa o cuantitativa.....	34
3.6.1.	Mezcla de ingrediente activo y materias primas para realizar suspensión concentrada.....	34
3.6.2.	Molienda de suspensión concentrada en molino de perlas a escala laboratorio	35
3.6.3.	Análisis granulométrico de muestras de molienda ..	36
3.7.	Recolección y ordenamiento de la información	38

3.8.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información	40
3.9.	Análisis estadístico	41
3.9.1.	Análisis factorial.....	41
3.9.1.1.	Análisis de varianza y tabla de coeficientes codificados.....	41
3.9.1.2.	Diagrama de Pareto.....	44
3.9.1.3.	Optimizador de respuesta y gráfica de contorno.....	46
3.10.	Plan de análisis de los resultados	48
3.10.1.	Métodos y modelos de los datos según el tipo de variables	48
3.10.2.	Programas utilizados para el análisis de datos.....	49
4.	RESULTADOS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	51
4.1.	Parámetros con mayor incidencia	51
4.2.	Interpretación de resultados de parámetros con mayor incidencia.....	54
4.3.	Resultados mezcla 1A.....	56
4.4.	Interpretación de resultados de mezcla 1A.....	66
4.5.	Resultados mezcla 2A.....	67
4.6.	Interpretación de resultados de mezcla 2A.....	77
4.7.	Resultados de mezcla 1B.....	79
4.8.	Interpretación de resultados de mezcla 1B.....	88
4.9.	Resultados de mezcla 2B.....	89
4.10.	Interpretación de resultados de mezcla 2B.....	99
4.11.	Comparación de los resultados obtenidos de las mezclas	100
4.12.	Interpretación de resultados de la comparación de las mezclas	109

CONCLUSIONES..... 113
RECOMENDACIONES 115
BIBLIOGRAFÍA..... 117
APÉNDICES..... 119

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Suspensión concentrada de un agroquímico	11
2.	Diagrama operación unitaria de molienda del sólido activo	13
3.	Dispositivo que utiliza el método de difracción láser para medición del tamaño de partícula.....	26
4.	Metodología del experimento	33
5.	Diagrama de Pareto de los resultados iniciales	45
6.	Diagrama de Pareto de los factores significativos.....	46
7.	Optimización de tamaño de partícula	47
8.	Gráfica de contorno de tamaño de partícula inicial, concentración de sólidos y tamaño de partícula final	48
9.	Diagrama de Pareto de parámetros de operación con mayor incidencia en el tamaño de partícula final	51
10.	Tamaño de partícula óptimo.....	52
11.	Gráfica de contorno de tamaño de partícula inicial, concentración de sólidos y tamaño de partícula final	53
12.	Tamaño de partícula en función del paso por el molino de mezcla 1A concentración al 62 %.....	57
13.	Porcentaje de sólidos retenidos en tamices en función del paso por el molino de mezcla 1A concentración al 62 %	58
14.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del primer paso por el molino de perlas	60

15.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del primer paso por el molino de perlas	61
16.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del segundo paso por el molino de perlas	62
17.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del segundo paso por el molino de perlas.....	63
18.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del tercer paso por el molino de perlas	64
19.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del tercer paso por el molino de perlas	65
20.	Tamaño de partícula en función del paso por el molino de mezcla 2A concentración al 62 %	68
21.	Porcentaje de sólidos retenidos en tamices en función del paso por el molino de mezcla 2A concentración al 62 %.....	69
22.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del primer paso por el molino de perlas	71
23.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del primer paso por el molino de perlas	72
24.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del segundo paso por el molino de perlas	73
25.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del segundo paso por el molino de perlas.....	74
26.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del tercer paso por el molino de perlas	75

27.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del tercer paso por el molino de perlas.....	76
28.	Tamaño de partícula en función del paso por el molino de mezcla 1B concentración al 59 %.....	79
29.	Porcentaje de sólidos retenidos en tamices en función del paso por el molino de mezcla 1B concentración al 59 %.....	80
30.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del primer paso por el molino de perlas	82
31.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del primer paso por el molino de perlas.....	83
32.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del segundo paso por el molino de perlas	84
33.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del segundo paso por el molino de perlas	85
34.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del tercer paso por el molino de perlas	86
35.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del tercer paso por el molino de perlas.....	87
36.	Tamaño de partícula en función del paso por el molino de mezcla 2B Concentración al 59 %.....	90
37.	Porcentaje de sólidos retenidos en tamices en función del paso por el molino de mezcla 2B concentración al 59 %.....	91
38.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del primer paso por el molino de perlas	93

39.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del primer paso por el molino de perlas	94
40.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del segundo paso por el molino de perlas	95
41.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del segundo paso por el molino de perlas.....	96
42.	Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del tercer paso por el molino de perlas	97
43.	Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del tercer paso por el molino de perlas	98
44.	Comparación del tamaño de partícula D90 en función del paso por el molino de perlas a parámetros de operación bajo del molino de perlas	101
45.	Comparación del tamaño de partícula D90 en función del paso por el molino de perlas a parámetros de operación alto del molino de perlas	102
46.	Comparación del tamaño de partícula D50 en función del paso por el molino de perlas a parámetros de operación bajo del molino de perlas	103
47.	Comparación del tamaño de partícula D50 en función del paso por el molino de perlas a parámetros de operación alto del molino de perlas	104
48.	Comparación porcentaje de sólidos retenidos por tamiz de 0,045 mm a parámetros bajos de operación del molino de perlas.....	105
49.	Comparación porcentaje de sólidos retenidos por tamiz de 0,045 mm a parámetros altos de operación del molino de perlas.....	106

50.	Comparación porcentaje de sólidos retenidos por tamiz de 0,150 mm a parámetros bajos de operación del molino de perlas	107
51.	Comparación porcentaje de sólidos retenidos por tamiz de 0,150 mm a parámetros altos de operación del molino de perlas	108

TABLAS

I.	Materiales de las perlas	21
II.	Variables independientes y dependientes en el proceso de molienda de sólidos.....	29
III.	Pasos para la formulación de suspensión concentrada A.....	34
IV.	Registro tamaño de partícula de entrada	38
V.	Toma de datos para análisis de tamizado para muestras de experimentos.....	39
VI.	Toma de datos de tamaño de partícula y porcentaje de sólidos retenidos para experimentos.....	39
VII.	Tabla para análisis estadístico en Minitab.....	40
VIII.	Análisis de varianza de resultados iniciales	42
IX.	Tabla de coeficientes codificados de resultados iniciales	43
X.	Análisis de varianza de factores significativos	44
XI.	Tabla de coeficientes codificados de factores significativos.....	44
XII.	Programas utilizados en el trabajo de investigación	49
XIII.	Datos de tamaño de partícula y porcentajes de sólidos retenidos de mezcla 1A concentración al 62 %	59
XIV.	Datos de tamaño de partícula y porcentajes de sólidos retenidos de mezcla 2A concentración al 62 %	70
XV.	Datos de tamaño de partícula y porcentajes de sólidos retenidos de mezcla 1B concentración al 59 %	81

XVI.	Datos de tamaño de partícula y porcentajes de sólidos retenidos de mezcla 2B concentración al 59 %.....	92
------	---	----

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
bar	Unidad de medición de la presión
<i>m</i>	Flujo másico
°C	Grado centígrado (unidad de medición de la temperatura)
g	Gramos
μm	Micrómetro
mL	Mililitro
mm	Milímetro
min	Minutos
%	Porcentaje
P	Presión
D50	Probabilidad del 50 % que el tamaño de partícula se encuentre en un tamaño de partícula determinado.
D90	Probabilidad del 90 % que el tamaño de partícula se encuentre en un tamaño de partícula determinado.
RPM	Revoluciones por minuto
s	Segundos
T	Temperatura

GLOSARIO

Aglomeración	Proceso de formación de aglomerados, en la cual las partículas finamente divididas de los sólidos experimentan un aumento en el tamaño de partícula.
Agroquímico	Sustancia química utilizada para optimizar el rendimiento de los suelos y, controlar o eliminar organismos y vegetación perjudicial para el cultivo de interés.
Fineza de un sólido	Término empleado para referirse al tamaño de partícula de un material.
Formulación	Parte del proceso de manufactura que consiste en la asociación y mezcla de la materia prima (ingredientes activos e inertes), para preparar un producto.
Granulometría	Estudio estadístico de la distribución del tamaño de partículas de una muestra.
Ingrediente activo	Sustancia química biológicamente activa responsable de las propiedades farmacológicas de un producto.

Ingrediente inerte	Sustancia o sustancias químicas que no son biológicamente activos, es decir, son químicos que buscan cambiar o modificar las propiedades físicas de un producto.
Intercambiador de calor	Equipo diseñado para que ocurra la transferencia de calor entre dos o más fluidos.
Laterita	Mineral caracterizado por su elevada concentración en hierro y alúmina.
Micronización	Proceso de reducción de tamaño de partícula en cosméticos.
Molienda	Operación unitaria cuyo objetivo principal es la de reducir el tamaño de las partículas de un sólido.
Molino	Dispositivo utilizado para reducir el tamaño de partícula de un material.
Mullita	Denominado también como porcelanita, es un silicato de alúmina.
Operación unitaria	Conjunto de procedimientos que tiene como objetivo modificar o alterar las propiedades de un material y adecuarlo a una forma útil respecto al proceso de interés.

Pesticida	Agroquímico utilizado para proteger los cultivos en contra de ciertas plagas.
Reología	Rama de la física que estudia la viscosidad, plasticidad y elasticidad de los fluidos.
Suspensión concentrada	Tipo de formulación en donde el ingrediente activo, un sólido insoluble en agua, se encuentra disperso en la fase continua.

RESUMEN

El presente trabajo de graduación consistió en un estudio del proceso de molienda del ingrediente sólido activo de una suspensión concentrada en un molino de perlas a escala laboratorio. La finalidad era determinar los parámetros del molino de perlas con mayor incidencia en el tamaño de partícula final del sólido molido para obtener sólidos con la fineza adecuada establecida por casa matriz.

Se llevó a cabo siguiendo un modelo experimental 2k factorial de dos niveles, parámetro alto y parámetro bajo. Se seleccionó dos concentraciones de sólidos, dos temperaturas, dos flujos de bomba y revoluciones por minuto del molino de perlas para tener un total de 4 experimentos a diferentes configuraciones.

Antes de iniciar la molienda, a cada experimento se le realizó un análisis por difracción laser para obtener el tamaño de partícula inicial. Posteriormente cada uno de los 4 experimentos se molió un total de 3 veces en el molino de perlas a escala laboratorio.

Se obtuvo una muestra de cada paso por el molino para cada experimento. A las muestras molidas se les realizó en el laboratorio fisicoquímico de la planta de agroquímicos un análisis granulométrico completo para determinar el tamaño de partícula y los sólidos retenidos en el juego de tamices de 0,045 mm y 0,150 mm.

A través de un análisis estadístico se determinó que los factores con mayor incidencia en el tamaño de partícula es la concentración de sólidos y el tamaño de partícula inicial, con lo cual para minimizar el tamaño de partícula y cumplir con especificaciones de casa matriz se debe tener una partícula inicial de 161 μm y concentración de sólidos del 62 %.

OBJETIVOS

General

Evaluar el proceso de molienda a escala laboratorio para determinar los parámetros óptimos del molino de perlas que permitan obtener sólidos con la fineza adecuada establecida por casa matriz en la producción de una suspensión concentrada (SC).

Específicos

1. Determinar los parámetros de operación del molino de perlas con mayor incidencia en la fineza final de los sólidos de la suspensión concentrada por medio de un análisis estadístico.
2. Analizar la evolución del tamaño de partícula y tamizado en función de los pasos a través del molino de perlas para determinar en qué punto se alcanza la fineza requerida según especificaciones.
3. Evaluar a través de pruebas a escala laboratorio la incidencia en la variación de los parámetros de operación del molino de perlas sobre el tamaño de partícula y tamizado de la suspensión concentrada.
4. Analizar el desarrollo de la temperatura de la mezcla dentro del molino y la presión de la bomba en función del tiempo de operación del molino de perlas para determinar la mejor práctica de molienda.

INTRODUCCIÓN

La molienda es una operación unitaria cuyo objetivo principal es la de reducir el tamaño de las partículas del ingrediente activo sólido hasta un tamaño apto a los requerimientos de cada proceso posterior. La molienda del sólido activo constituye una etapa clave para obtener el tamaño de partícula adecuado, y así asegurar una suspensión concentrada de alta calidad y rendimiento.

Las suspensiones concentradas (SC), son un tipo de formulación en donde el ingrediente activo, un sólido insoluble en agua, se encuentra disperso en la fase continua. Este tipo de formulación es ampliamente utilizado en la producción de agroquímicos, entre los cuales se puede mencionar: Insecticidas, herbicidas, fungicidas, acaricidas y nematocidas.

En la actualidad en la planta de agroquímicos en el área de formulación se elaboran una gran cantidad de productos del tipo suspensión concentrada (SC), cada una de las cuales utilizan diferentes ingredientes activos sólidos a diferente concentración. Esto resulta en diferentes propiedades químicas y físicas, influyendo directamente en los parámetros de operación de los molinos de perlas. Esta es la razón principal por la que no hay parámetros predefinidos para la producción de cada producto del tipo suspensión concentrada.

Esto afecta principalmente la eficiencia de la molienda, ya que en algunas ocasiones se debe de reprocesar las formulaciones hasta cumplir con el tamaño de partícula y sólidos retenidos en tamices especificado por casa matriz.

El desarrollo de este estudio de investigación se ha planteado debido a la necesidad de evaluar y estudiar el proceso de molienda en un molino de perlas a escala laboratorio, con el objetivo de obtener información que servirá para mejorar el proceso de molienda de sólidos de suspensiones concentradas a escala industrial.

En la presente investigación se determinará cuál de los parámetros de molienda del ingrediente activo sólido tales como; concentración de sólidos, temperatura de la mezcla, tamaño de partícula inicial o flujo de la bomba, ejerce una mayor influencia en la fineza final de los sólidos en suspensión.

De manera que se analizará la respuesta de dichos parámetros en relación a la fineza de los sólidos, la evolución del tamaño de partícula en función de los pasos por el molino, así como la evolución de la temperatura de la mezcla en el molino y la presión de la bomba en función del tiempo de operación. Por último, se evaluará la eficiencia del molino de perlas.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1. Antecedentes

Se han efectuado y presentado diferentes estudios sobre agroquímicos, suspensiones concentradas, su granulometría, proceso de formulación y molienda.

En la Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia, se efectuó un estudio para determinar la influencia del tipo de dispersión mecánica en la síntesis de mullita cristalina. Se evaluó dos métodos de dispersión mecánica; usando primero un molino tipo rotor-estator y el segundo un molino de perlas, buscando obtener mullita bien cristalizada a menores temperaturas y tiempos de los requeridos. Se buscó optimizar el proceso y así lograr disminuir las temperaturas del procesamiento.

El método de dispersión a utilizar es de vital importancia en la síntesis del material, debido a que la técnica de dispersión usada para preparar los polvos afecta la forma y el tamaño de las partículas, el comportamiento de la sinterización, la homogeneidad de la estructura entre otras. Existen otros parámetros que afectan las características de la dispersión comentan Ribero y otros autores, como lo son fenómenos físicos y químicos, entre estos se pueden mencionar las interacciones químicas entre la superficie de las partículas y el medio, mediante la mezcla y posterior dispersión de la materia prima con adición de un agente dispersante en dos tipos de equipos de alta cizalla, el molino tipo rotor-estator y el molino de perlas, en el cual se obtuvieron los parámetros de operación del molino de perlas.

En el estudio titulado Un recorrido por la micronización de pigmentos cerámicos, se evaluó el efecto de la micronización sobre el tamaño de partícula de los pigmentos. Se buscó determinar la influencia del color y la distribución de tamaño de partícula de los pigmentos micronizados, de igual forma la eficiencia y el rendimiento real del proceso de molienda, esto con el objetivo de analizar qué ocurre con el tamaño de la partícula y la composición en el campo submicrométrico.

Los pigmentos se micronizaron en una planta piloto, observando la carga de sólidos, el tipo y concentración del dispersante, la velocidad de rotación, la cantidad y el tamaño de los elementos de molienda y el tiempo de molienda. Los pigmentos fueron determinados a través de la caracterización de la distribución del tamaño de partícula. Los resultados obtenidos muestran un comportamiento distinto durante la micronización comentaron en el año 2014 Zanelli y otros autores, la eficiencia de la molienda disminuye desde el circón hasta el rutilo y la espinela. De igual manera se estableció que los cambios en el tamaño y forma de las partículas durante la micronización, pueden influenciar el rendimiento de la molienda del pigmento y las características de la tinta.

En la Universidad del Oriente, Cuba, se llevó a cabo un estudio que pretendió evaluar el efecto de la granulometría y de las propiedades superficiales sobre la reología de las suspensiones concentradas de laterita. En la investigación se estudian los efectos de la composición mineralógica, del tamaño y distribución de tamaño de las partículas, y del pH de las suspensiones sobre las propiedades de flujo de estas. Se propuso un modelo de correlación para describir la distribución de tamaño.

De igual manera se mostró que el tamaño de las partículas ejerce una influencia importante sobre las propiedades de flujo de las suspensiones. La

reología de las suspensiones comenta Pérez y Garcell, que debido a su alto contenido de partículas finas es influenciada por factores como la concentración de la fase dispersa, temperatura, tamaño, forma y distribución de tamaño de las partículas suspendidas, y las propiedades de la interfase sólido-agua.

En el trabajo de graduación con el título *Diseño de un sistema de control multivariable para un circuito de molienda en húmedo*, elaborado por Ospina se determinó el comportamiento de la granulometría y de la humedad, efectuando ensayos variando el flujo de mineral alimentado al molino y el flujo de agua, observando los resultados en función del tiempo. Con dichos resultados se establece la existencia de una fuerte interacción de cada una de las variables y cómo cualquier perturbación generada desestabiliza el proceso, ocasionando que factores como la granulometría del producto y la humedad no cumplan con las condiciones del proceso.

En el trabajo *Características de los formulados comerciales de plaguicidas. Influencia sobre los residuos encontrados en alimentos*, se habla sobre el proceso de formulación de los agroquímicos. El proceso tiene varias complejidades debido a la diversidad de los ingredientes activos, de las propiedades físicas y químicas, de su modo de acción, de la biología de los organismos a combatir, modalidad de los tratamientos, la naturaleza de las plantaciones y superficies a tratar entre otras.

Estos factores influyen en la correcta elección de los aditivos a usar, de igual forma el proceso de formulación en general. Una formulación indica Rasero que puede presentar un determinado ingrediente activo de formas variadas, y un tipo de formulación dependerá de varios factores como: su granulometría, estabilidad del ingrediente activo, calidad de la materia prima y el proceso de formulación.

1.2. Justificación

En la actualidad en la planta de agroquímicos en el área de formulación se manufacturan una gran cantidad de productos del tipo suspensión concentrada (SC). Cada uno de estos productos utilizan diferentes ingredientes activos sólidos, los cuales se encuentran a distintas concentraciones y poseen diferente afinidad y estabilidad. Esto ocasiona que difieran entre si sus propiedades físicas y químicas, y que cada producto utilice diferente materia prima.

Estas variables que son propias para cada suspensión concentrada (SC) influyen directamente en los parámetros de operación de las dos unidades de molinos por perlas. Esta es la razón principal por la que no hay parámetros predefinidos en la operación de los molinos, provocando en algunas ocasiones reprocesos hasta alcanzar el tamaño de partícula y tamiz implantado por casa matriz. Además, la suspensión concentrada analizada en este trabajo de graduación, por la naturaleza misma del producto, tiene una alta concentración de sólidos. Esto supone un mayor grado de complejidad al proceso de molienda.

Por esta razón se decidió realizar un estudio de la molienda de los sólidos de esta suspensión concentrada en un molino de perlas a escala laboratorio, con la finalidad de conocer los efectos de los parámetros de molienda sobre el tamaño de partícula y sólidos retenidos en los tamices. Los resultados del presente trabajo de investigación brindarán información que se utilizará para mejorar la molienda de los sólidos de la suspensión concentrada a escala industrial en la planta de agroquímicos.

El objetivo principal de este trabajo de investigación es el de estudiar y evaluar el proceso de molienda del sólido activo en la producción de

suspensiones concentradas con la finalidad de encontrar cuáles parámetros de operación del molino tienen una mayor incidencia en el tamaño de partícula.

1.3. Delimitación del problema

A continuación, se expone la definición y delimitación del trabajo de graduación.

1.3.1. Definición

Carencia de parámetros estandarizados en la operación del molino de perlas en la producción de suspensiones concentradas en el área de formulación de la planta de agroquímicos.

1.3.2. Delimitación

En la planta de producción de agroquímicos se tiene subdividida por áreas, siendo la de formulación de suspensiones concentradas subdividida en la sección de premolienda, molienda y la sección de acondicionamiento. La investigación será llevada a cabo en la sección de molienda, utilizando un molino de perlas a escala laboratorio.

Se realizará una matriz con parámetros de operación de los molinos a condiciones de operación mínimas y máximas para determinar mediante un análisis estadístico cuales parámetros ejercen mayor influencia en el tamaño de partícula y sólidos retenidos. De igual manera se analizará la evolución del tamaño de partícula en función de los pasos por el molino de perlas, así como el comportamiento de la temperatura y presión dentro del molino de perlas.

Los resultados del presente trabajo de investigación proporcionarán información que se utilizará para mejorar el proceso de molienda de los sólidos de una suspensión concentrada a escala industrial en la planta de agroquímicos.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Agroquímico

A continuación, se define lo que es un agroquímico y sus usos.

2.1.1. Definición

Un agroquímico es una sustancia química destinada a ser utilizada en actividades agrícolas. Los plaguicidas o pesticidas se pueden definir como agroquímicos destinados a la prevención, destrucción o control de plagas de especies de plantas o animales que afecten o interfieran de forma negativa a la producción, elaboración, transporte o almacenamiento de alimentos o productos agrícolas.

Los fertilizantes son agroquímicos cuyo objetivo es mejorar u optimizar el rendimiento de los suelos. Estos buscan suministrar los nutrientes necesarios a la tierra para que puedan ser aprovechados por la plantación.

2.1.2. Clasificación de los agroquímicos

Los agroquímicos pueden clasificarse de diversas maneras. Una de las formas más comunes de clasificación incluye:

- Según su aplicación

Los agroquímicos se clasifican de acuerdo con la función que desempeñan, o la plaga sobre la cual actúa. Dentro de esta clasificación se encuentran:

- Insecticidas: combaten insectos
 - Fungicidas: combaten hongos
 - Bactericidas: combaten bacterias
 - Herbicidas: combaten plantas nocivas
 - Acaricidas: combaten ácaros
 - Nematicidas: combaten gusanos y otros parásitos
 - Desinfectantes del suelo y fumigantes
 - Fertilizantes: optimizar suelos y/o plantaciones
- Según su selectividad

Los agroquímicos, más específicamente los plaguicidas pueden ser selectivos o no selectivos contra la plaga que combaten. Algunos plaguicidas son eficientes y atacan solamente el organismo de interés. Sin embargo, existen otros que no son tan efectivos y pueden atacar no solamente al organismo o cultivo de interés.

2.1.3. Ingrediente activo en plaguicidas

Los ingredientes activos de los plaguicidas son sustancias químicas biológicamente activas cuya función es la de eliminar, controlar o repeler plagas. Muchos ingredientes activos de plaguicidas actúan inhibiendo enzimas específicas con el objetivo de afectar el sistema nervioso central del organismo

causando un colapso del mismo. Algunos plaguicidas contienen más de un ingrediente activo con el fin de combinar los efectos de cada uno de ellos.

Por lo general el ingrediente activo se encuentra diluido a bajas concentraciones en el producto final. Para controlar una plaga por unidad de superficie usualmente se requiere una baja concentración del ingrediente activo para lograr una correcta distribución del producto. Al momento de seleccionar un ingrediente activo se debe analizar las propiedades fisicoquímicas del mismo y del medio que se utilizará para diluirlo, de igual forma la solubilidad del compuesto en el medio, con el objetivo de seleccionar la formulación que mejor se adecue. La concentración de los ingredientes activos suele expresarse en gramos por litro de producto comercial (g/L).

En el caso de las suspensiones concentradas el ingrediente activo debe ser insoluble en un intervalo de temperaturas para que la suspensión sea estable.

2.1.4. Composición y formulación de los agroquímicos

Aparte del ingrediente activo, los agroquímicos están formados de otros ingredientes llamados ingredientes inertes. Se les denomina así ya que no poseen una acción biocida. Entre los ingredientes inertes comunes de los agroquímicos se encuentran:

- Solventes: por lo general se utiliza como solvente el agua. Algunos otros utilizan un aceite. Su selección depende principalmente de la solubilidad del ingrediente activo en un solvente específico.
- Emulsificante: sustancia que ayuda a mezclar dos sustancias poco miscibles entre sí.

- **Espesante:** se utiliza para ajustar la viscosidad del agroquímico.
- **Antiespumante:** sustancia utilizada para disminuir la formación de espuma o burbujas.
- **Colorante:** alguno agroquímicos se les añade colorante para ayudar a detectar fugas.

Las formulaciones líquidas más comunes de los agroquímicos se listan a continuación:

- **Suspensión concentrada (SC):** cristales de ingrediente activo sólido insoluble en agua suspendidas en medio acuoso. En la sección siguiente se amplía a mayor detalle.
- **Emulsión concentrada (EC):** el ingrediente activo se encuentra disuelto en uno o varios solventes derivados del petróleo, por lo general un aceite. Un emulsificante permite que el ingrediente activo forme una emulsión con el agua.
- **Solución líquida (SL):** el ingrediente activo se disuelve directamente en el solvente, agua, formando un líquido homogéneo.

2.1.4.1. Suspensión concentrada

El tipo de formulación suspensión concentrada SC se le conoce en química como un coloide. Es una dispersión de partículas de una sustancia (fase dispersa) en un medio dispersor, formado por otra sustancia. Los coloides se encuentran en el intermedio entre las soluciones y las mezclas heterogéneas.

Los coloides pueden ser gases, líquidos o sólidos. Cuando la fase dispersa es un sólido y el medio dispersor un líquido se denomina suspensión concentrada.

Figura 1. **Suspensión concentrada de un agroquímico**



Fuente: Croda Crop Care. *Suspensión concentrada*. <https://www.crodacropcare.com/es-mx/products-and-applications/suspension-concentrate>. Consulta: 19 de octubre de 2019.

El tamaño de las partículas puede ser empleado como parámetro de clasificación para determinar si una mezcla es un coloide o una solución. El diámetro de las partículas coloidales tiene una variación de 5 a 1000 nm, por el contrario, las partículas de soluto de una solución tienen diámetros menores a 5 nm.

Las partículas coloidales por lo general son pequeñas, ocasionando que la dispersión pareciera uniforme, aún vista en un microscopio, estas son lo suficientemente grandes como para dispersar la luz que la atraviesa. Esto ocasiona que los coloides, así como las suspensiones concentradas, tengan un aspecto turbio u opaco, a menos que se encuentren a bajas concentraciones.

Los agroquímicos utilizados como suspensión concentrada presentan varias ventajas respecto a otros tipos de formulación. Una de las ventajas más notorias es la facilidad de manipulación que ofrece y la capacidad de mantener en suspensión una alta concentración del ingrediente activo sólido. Adicional a esto es una formulación no inflamable, ya que no posee solventes inflamables.

2.2. Operaciones unitarias

A continuación, se define en qué consisten las operaciones unitarias, así como su clasificación.

2.2.1. Definición

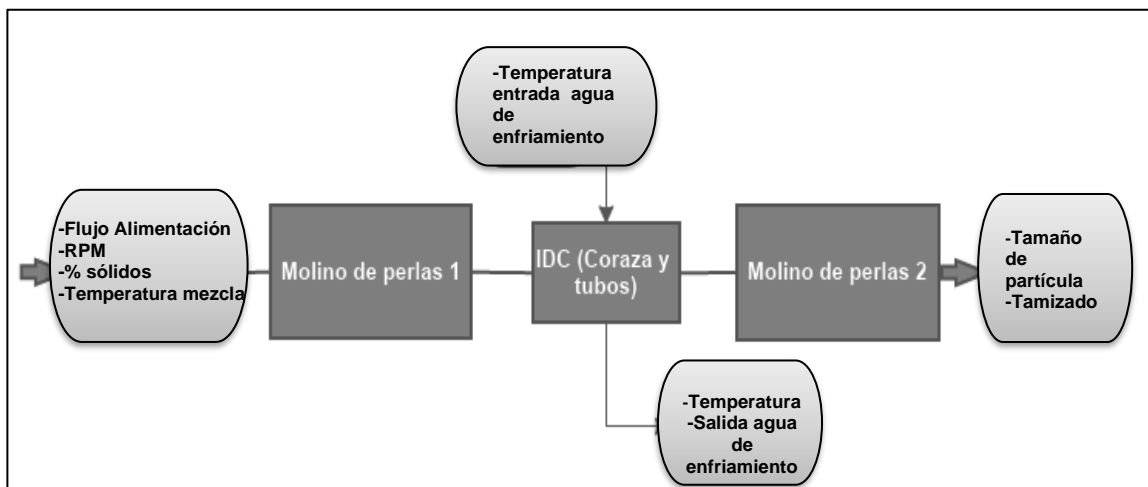
Se denomina operación unitaria al proceso de modificar o alterar las propiedades físicas o químicas, características o condiciones de un material con el objetivo de transformarlo o adecuarlo en una forma que sea útil al proceso de interés.

Las modificaciones o alteraciones que puede sufrir el material pueden llevarse a cabo mediante una modificación de la composición, del nivel de energía o la cantidad de movimiento.

Para el análisis y estudio de las operaciones unitarias, estas se apoyan en principios científicos y técnicos indican McCabe y otros autores, entre los principios científicos en que se basan las operaciones unitarias están algunas leyes fundamentales de la física, termodinámica y química como el principio de la conservación de la masa, energía y cantidad de movimiento, equilibrio químico entre fases, equilibrio térmico y propiedades físicas y químicas de la materia.

Entre algunos ejemplos de operaciones unitarias se pueden mencionar la transferencia de calor en un intercambiador de calor, para extraer la energía en forma de calor de un fluido hacia otro. En la destilación como medio para concentrar y obtener alcohol, en la evaporación del agua en los jugos en el proceso de producción de azúcar, absorción de gases y la molienda para la reducción del tamaño de partículas.

Figura 2. Diagrama operación unitaria de molienda del sólido activo



Fuente: elaboración propia.

2.2.2. Clasificación de las operaciones unitarias

Las operaciones unitarias pueden clasificarse de la siguiente manera:

- Operaciones unitarias físicas: las operaciones unitarias físicas implican solamente cambios o transformaciones físicas de la materia. No hay reacciones químicas de por medio. Las operaciones físicas a su vez se

pueden dividirse de acuerdo a la fuerza impulsora que gobierna cada una de ellas.

- Operaciones unitarias dominadas por la transferencia de masa

Este tipo de operaciones unitarias se caracterizan cuando dos fases poseen un gradiente de concentración que da lugar a la difusión de una fase A en otra fase B. Si las fases están en contacto por un tiempo determinado, se alcanzará el equilibrio de fases y no habrá transferencia de una fase sobre otra. Esto puede llevarse a cabo por convección natural o convección forzada.

Entre este tipo de operaciones unitarias se puede mencionar la destilación, absorción, adsorción, extracción líquida – líquido y sólido - líquido, el intercambio iónico y la lixiviación.

- Operaciones unitarias dominadas por la transferencia de calor

La transferencia de calor es una operación unitaria que se caracteriza por la presencia de un diferencial de temperatura, y es la fuerza impulsora para la transferencia de calor entre dos o más materiales. Se transferirá calor entre un cuerpo y otro hasta alcanzar el equilibrio térmico, es decir cuando la diferencia de temperatura entre estos es nula.

Este tipo de operaciones unitarias abarcan el manejo de intercambiadores de calor, y como mecanismo dominante la transferencia de calor el secado y evaporación.

- Operaciones unitarias dominado por la transferencia de cantidad de movimiento.

En las operaciones unitarias de esta clase se analiza y describe el movimiento de un fluido. La mecánica de fluidos es la rama de la física en donde se estudia este tipo de interacciones.

El transporte de momento que se da en los gases o líquidos al diseñar una tubería es un ejemplo práctico donde se aplica este tipo de operaciones.

- Operaciones unitarias complementarias.

Este tipo de operaciones unitarias se caracteriza por procesos que involucran el manejo o transformación de sólidos.

Los sólidos requieren más atención que los líquidos y gases, ya que los procesos en los que intervienen sólidos pueden llegar a ser más complejos. Dicho aumento de complejidad indica McCabe y otros autores, se debe a factores como las diferentes formas que presentan, así como características propias de cada material como lo son su dureza, fragilidad, algunos son pegajosos y blandos.

Todos estos factores se toman en cuenta en las operaciones unitarias complementarias, las cuales buscan comprender las propiedades físicas de los sólidos, modificación y separación de sólidos en forma de partículas a través del mezclado, reducción de tamaño y trituración de las mismas, en operaciones como la molienda o trituración.

- Operaciones unitarias químicas: las operaciones unitarias químicas se refieren cuando la materia experimenta una reacción química en el proceso.

2.3. Manejo de sólidos

En la siguiente sección se detalla la caracterización de partículas sólidas, forma y distribución del tamaño de partículas.

2.3.1. Caracterización de partículas sólidas, forma y distribución de tamaño de partículas

Un aspecto común que poseen los sólidos es que sus partículas presentan distintas formas, tamaños y densidades. Cuando la densidad de las partículas del sólido es la misma que el material original se denomina sólido homogéneo.

Cuando las partículas tienen una forma regular, como cubos o esferas, su tamaño y forma se pueden caracterizar, explicar y se puede predecir su comportamiento con mayor facilidad. No todas las partículas tienen forma y tamaños definidos, dificultando la caracterización de estas. Este tipo de partículas se le denomina partículas irregulares. Es una práctica común analizar las partículas como si estas tuvieran una forma definida y regular. El tamaño y forma de las partículas tienen un efecto significativo en el proceso de materiales particulados.

La forma de una partícula puede ser definida en términos de la esfericidad. De esta manera la forma de la partícula es independiente del tamaño de esta. La esfericidad se define de la siguiente forma:

$$\phi_s = \frac{6 \cdot V_p}{D_p S_p} \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde:

ϕ_s : Esfericidad.

D_p : Diámetro nominal de la partícula.

V_p : Volumen de una partícula.

S_p : Área superficial de una partícula.

El volumen y área superficial de una partícula puede ser extremadamente difícil de obtener. El valor del diámetro nominal de la partícula se toma por lo general en base al análisis de cribado o en análisis microscópicos. El área superficial de una partícula se puede obtener por medio de un análisis de la caída de presión llevado a cabo en un lecho de partículas. Para una gran variedad de materiales que han sido molidos, el valor de la esfericidad se encuentra en un rango entre 0,6 y 0,8.

Los diámetros de las partículas esféricas pueden ser especificados. Existen otras partículas que no son esféricas en su totalidad, ya que tienen extremos más largos, y estas se caracterizan por el largo de mayor longitud.

Para expresar el tamaño de las partículas, muchas veces se selecciona las unidades en función del intervalo de tamaños de partículas a definir, de igual forma la abertura del tamiz. De esta forma si se está midiendo partículas relativamente gruesas los resultados se suelen expresar en pulgadas (*inch*) o milímetros (mm), si las partículas analizadas son partículas finas se suelen expresar en micrómetros (μm) o nanómetros (nm).

Una mezcla de partículas se puede definir en términos de la distribución del tamaño de partículas. La distribución del tamaño de partículas se puede describir

como una función matemática que indica la cantidad proporcional del tamaño de partícula del sólido y su homogeneidad.

La distribución del tamaño de partícula se puede obtener por diversos métodos. En las secciones siguientes se expondrá el método por medio de la cual se obtuvieron los resultados del presente trabajo. Sin importar la fuente de la distribución, el análisis tabulado de esta forma se denomina análisis diferencial. Una mezcla de partículas se puede definir en términos de la distribución del tamaño de partículas. La distribución del tamaño de partículas se puede describir como una función matemática que indica la cantidad proporcional del tamaño de partícula del sólido y su homogeneidad.

La descripción más completa de un sólido viene dada por la distribución de tamaños de partículas, la cual se representa en una gráfica del porcentaje en peso, cantidad acumulada de tamaño, frecuencia o algún otro factor en función del tamaño de partícula medido en milímetros, micrómetros o nanómetros.

Conocer la distribución del tamaño de partícula es una parte fundamental para comprender las propiedades de un sólido, ya que estas características ayudan a predecir cómo las partículas se compactarán y se unirán.

2.3.2. Molienda

En la sección siguiente se define el objetivo principal de la molienda, su clasificación y generalidades asociadas al molino de perlas.

2.3.2.1. Definición

El objetivo principal de la molienda es la de reducir el tamaño de las partículas. La expresión reducción del tamaño hace referencia al proceso en el

que las partículas de sólidos se fragmentan, cortan o rompen con la finalidad de reducir el tamaño de las partículas en comparación con el tamaño original de la misma. La reducción del tamaño se puede realizar en diferentes equipos, utilizando diferentes métodos para distintos objetivos.

La forma en que las partículas de un sólido se compactan y depende del tamaño de partícula, al igual que de su distribución. Las partículas de mayor tamaño tienden a empaquetarse de manera deficiente en contraste con las partículas de menor tamaño que lo hacen de mejor manera.

La molienda es una operación unitaria fundamental en ciertos procesos, ya que, muchos productos químicos se deben moler hasta cumplir con ciertas especificaciones del tamaño de partícula, tamizado y la forma de las partículas para aumentar la reactividad de los sólidos comentan McCabe y otros autores. El tamaño de las partículas de un sólido puede afectar directamente las variables de calidad del producto, o bien puede conducir a una variabilidad del proceso. En el caso de las suspensiones concentradas, los sólidos con tamaños de partículas elevados tenderán a depositarse al fondo y formar sedimentos, reduciendo su eficacia y calidad.

En los equipos de reducción de tamaño, como lo son los molinos y trituradores, existen por lo general 4 métodos en las que se pueden reducir el tamaño de las partículas, entre ellas se encuentra:

- Compresión
- Impacto
- Frotación o rozamiento
- Corte

Adicional a estas formas, en algunas situaciones el proceso de reducción de tamaño se lleva a cabo cuando las partículas chocan y se frotan unas con otras, o bien a partir del esfuerzo cortante del fluido de soporte.

2.3.2.2. Molienda en húmedo

La molienda en húmedo se caracteriza porque las partículas del sólido a reducir el tamaño se encuentran en presencia de un fluido, generalmente agua. Si la presencia de líquido no representa algún tipo de problema, es común seleccionar este tipo de molienda a diferencia de la molienda en seco ya que la molienda en húmedo permite alcanzar tamaños de partículas más pequeños. En la molienda en húmedo es posible obtener partículas de hasta 0.5 μm .

La molienda del ingrediente activo sólidos en la preparación de suspensiones concentradas utiliza este método de molienda.

2.3.2.3. Molino

El molino es el equipo utilizado para la reducción del tamaño de las partículas. El producto que sale de un molino promedio es capaz de atravesar un tamiz de 40 mallas. Los molinos utilizan el impacto, frotación y compresión para lograr reducir el tamaño de la partícula que se va a moler. Los molinos ultra finos utilizan el principio de agotamiento.

Existe una amplia variedad de tipos de molinos, cada uno de los cuales presentan características y ventajas dependiendo del material a moler, así como del proceso que forman parte dentro del proceso de manufactura de un material determinado.

La molienda del ingrediente sólido activo de una suspensión concentrada se lleva a cabo en un molino de perlas.

2.3.2.3.1. Molino de perlas

El molino de perlas es un tipo de molino que consta de una cámara horizontal y cilíndrica, usualmente equipado con mangas de enfriamiento para disipar el calor que se genera como producto del proceso de la molienda y controlar la temperatura dentro de la cámara. Posee un eje equipado con aceleradores, por lo general discos agujereados, que se encuentran en el centro de la cámara de molienda. Algunos molinos de perlas poseen una ventana donde se retienen las perlas.

En la tabla I se muestran los materiales tradicionales con que se fabrican las perlas.

Tabla I. Materiales de las perlas

Material de la perla	Densidad de la perla (g/cm ³)
Cristal	2,5
Silicato de circonio (ZrSiO ₄)	3,8
Óxido de circonio (ZrO ₂)	6,0

Fuente: Planta Agroquímicos. *Documento técnico*. p.3.

La densidad de las perlas afecta directamente el consumo de energía del molino. El aumento en la densidad de las perlas conduce a una mayor entrada de energía. De la misma manera una mayor cantidad de perlas dentro de la cámara conlleva a un aumento en el requerimiento de la energía de entrada.

La presión en la entrada del molino es una función del flujo de alimentación. Su comportamiento es directamente proporcional, por lo que aumentar el flujo de alimentación resulta en un aumento de la presión dentro de la cámara de molienda, reduciendo la eficiencia de la molienda y aumentando la probabilidad de que las perlas se compriman.

El tamaño de las perlas a utilizar dentro del molino es un factor importante, pues está relacionado con la eficiencia de la molienda. La energía cinética de las perlas es proporcional al diámetro de las perlas. Esto quiere decir que, al incrementar el diámetro de las perlas, se incrementa la energía que actúa sobre las partículas del material dentro de la cámara de molienda. Aumentar el diámetro de las perlas significa una menor cantidad de perlas dentro de la cámara de molienda.

2.3.2.3.2. Energía específica de entrada

El proceso de molienda se puede apreciar como un fenómeno de transferencia de energía desde el acelerador hacia las partículas del material. La energía específica de entrada se define como el cociente de la entrada de potencia mecánica entre el flujo másico de alimentación al molino de perlas.

$$E_{espec} = \frac{W_0}{\dot{m}_0} \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde:

E_{espec} : Energía específica de entrada

W_0 : Potencia mecánica de entrada

\dot{m}_0 : Flujo de alimentación

La energía específica de entrada que se requiere para moler un material a un tamaño de partícula específico depende de las características propias del material, y la eficiencia del proceso de molienda.

La potencia que entra a la cámara de molienda se refiere a la potencia mecánica que entrega el motor. La potencia que entrega el motor a la cámara de molienda está relacionada a su vez con el consumo máximo de energía permitido.

2.3.2.3.3. Eficiencia del molino de perlas

En los molinos de perlas la energía es transferida por:

- El rotor del motor
- Los discos
- Perlas a las partículas

En cada uno de los pasos mencionados anteriormente hay transferencia de energía. Parte de la energía se pierde en forma de calor durante el proceso de molienda.

La eficiencia de la energía de transferencia, de las perlas a las partículas del material a moler depende de factores como el tamaño de las partículas de entrada, el tamaño y densidad de las perlas, la velocidad de las perlas (controlada por la velocidad circunferencial de los aceleradores) y por las características propias del material dentro de la cámara de molienda.

Desde el punto de vista energético, comenta McCabe la eficiencia del proceso de reducción de tamaño de las partículas es bajo. Numerosos estudios

realizados demuestran que menos del 1 % de la energía que se libera en los sólidos del material son utilizados para crear nuevas superficies, ya que la mayor parte se disipa como calor.

2.3.3. Granulometría

Se denomina granulometría al estudio estadístico de la distribución del tamaño de las partículas. La granulometría abarca operaciones cuya finalidad es la de determinar la distribución del tamaño de elementos que componen la muestra a analizar. La muestra puede ser analizada por:

- Tamizado
- Difracción laser
- Sedimentometría
- Centrifugación analítica

El tamizado y difracción laser son las técnicas empleadas en este trabajo de graduación para determinar los sólidos retenidos y la distribución del tamaño de partícula de los sólidos. Serán tratados con mayor detalle en la sección siguiente.

2.3.3.1. Métodos de medición

En esta sección se muestran los métodos principales para la medición y caracterización del tamaño de partícula.

2.3.3.1.1. Difracción láser

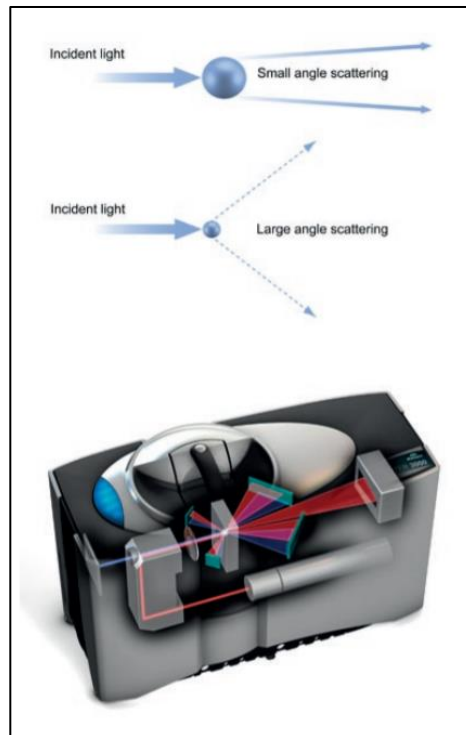
Algunos equipos utilizan el método de difracción láser para medir la distribución de tamaño de partícula de una muestra. Esta técnica permite obtener

distribuciones de tamaño de partículas rápidas y precisas para dispersiones tanto húmedas como secas.

La técnica de medición del tamaño de partículas por difracción láser consiste en la emisión de un rayo láser que pasa a través de una muestra dispersa de partículas. El dispositivo mide la variación en la intensidad de la luz dispersa, y un *software* se encarga de procesar la información recaudada de una serie de detectores. Las partículas con un tamaño de partícula grande tienden a dispersar la luz en ángulos pequeños con relación al rayo láser. De manera contraria las partículas con tamaños de partícula pequeñas tienden a dispersar la luz en ángulos grandes en relación al rayo láser.

Por medio de la teoría Mie de la dispersión de la luz, se analiza el tamaño de la partícula que crea el patrón de dispersión de la luz para calcular el tamaño de partícula de la muestra y obtener una distribución del tamaño de partícula. En este análisis se supone que la partícula tiene una forma esférica.

Figura 3. **Dispositivo que utiliza el método de difracción láser para medición del tamaño de partícula**



Fuente: Malvern Panalytical. *Mastersizer 3000*.

<https://www.malvernpanalytical.com/es/products/product-range/mastersizer-range/mastersizer-3000>. Consulta: 18 de enero de 2020.

2.3.3.1.2. Tamizado

Tamizado se define como el proceso físico de separación de partículas sólidas de diferentes tamaños, utilizando un instrumento llamado tamiz. Se denomina tamiz a la herramienta en donde se lleva a cabo la separación de partículas haciéndolas pasar a través de mallas de diferentes diámetros, en donde las partículas de menor diámetro que la malla son capaces de traspasarla

libremente, pero quedan retenidas todas aquellas partículas con diámetros mayores que el de la malla.

Para medir el tamaño y la distribución de tamaños de las partículas en el intervalo de tamaños de 76mm a 38 μ m, son utilizados tamices llamados tamices estándar. Estos son fabricados con telas de alambre, en donde las dimensiones de las mallas se encuentran estandarizadas. Los tamices se identifican por las mallas por pulgada, aunque los diámetros son de menor tamaño que el especificado en el número de mallas, esto a consecuencia del grosor de los alambres con los que están fabricados.

El análisis por tamizado se lleva a cabo colocando una serie de tamices de tamaño estandarizado, en donde el tamiz con diámetro de malla más pequeño va en el fondo, y el tamiz con mayor diámetro de malla se encuentra de primero en la parte superior. Se coloca la muestra en el tamiz superior y posteriormente la serie de tamices se somete a vibraciones, con el objetivo de hacer pasar la muestra a través de los tamices por un período de tiempo determinado. Las partículas que son retenidas en cada tamiz son retiradas y pesadas.

Es común que los resultados del análisis se tabulen, mostrando el porcentaje de los sólidos, en masa, retenidos en comparación con la masa inicial de la muestra antes del análisis.

El análisis por tamiz puede llevarse a cabo por vía seca, en la cual la mezcla de las partículas la humedad tiende a ser cero. También puede llevarse a cabo el análisis por vía húmeda, en donde para facilitar la fluidez y mejorar el arrastre de la mezcla de partículas se le agrega agua u otro líquido. Si se utiliza el método de tamiz húmedo debe evaporar se toda el agua para calcular los sólidos retenidos en los tamices.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Variables

En la tabla a continuación se muestran las variables involucradas en el presente trabajo de investigación.

Tabla II. **Variables independientes y dependientes en el proceso de molienda de sólidos**

Variable independiente	Variable dependiente
Flujo másico de alimentación	<ul style="list-style-type: none">• Tamaño de partícula final• Porcentaje de sólidos en tamiz• Presión del molino.• Temperatura de la mezcla en molino.
Revoluciones por minuto del molino	<ul style="list-style-type: none">• Tamaño de partícula final• Porcentaje de sólidos en tamiz• Temperatura de la mezcla en molino.
Temperatura de entrada de la mezcla	<ul style="list-style-type: none">• Tamaño de partícula final• Porcentaje de sólidos en tamiz• Temperatura de la mezcla en molino.
Concentración de sólidos	<ul style="list-style-type: none">• Tamaño de partícula final• Porcentaje de sólidos en tamiz• Presión del molino.• Temperatura de la mezcla en molino.
Tamaño de partícula de entrada	<ul style="list-style-type: none">• Tamaño de partícula final• Porcentaje de sólidos en tamiz• Presión del molino

Fuente: elaboración propia.

3.2. Delimitación de campo de estudio

El presente trabajo de graduación se llevó a cabo en una planta de agroquímicos, en donde se producen una diversidad de insecticidas, fungicidas, herbicidas y tratamientos para semillas. El estudio se enfocó en la molienda de sólidos en el proceso de formulación de suspensiones concentradas del fungicida "A".

La fase experimental del estudio se realizó en un molino de perlas a escala laboratorio, en donde se molió los sólidos a diferentes parámetros de operación a dos concentraciones de sólidos diferentes. El análisis granulométrico, tamaño de partícula y tamizado, se realizaron en el laboratorio fisicoquímico de la planta de agroquímicos. Para los análisis granulométricos se utilizó un instrumento de medición de tamaño de partículas por difracción laser y un juego de tamices de 0,045 mm y 0,150 mm. En las secciones siguientes se muestra la metodología utilizada para la realización de la fase experimental.

3.3. Recursos humanos disponibles

- Investigador: Br. Pablo Emilio Rocha Juárez
- Asesor: Ing. Carlos Daniel Gómez Chicas
- Coasesor: Ing. Erick Fernando Velásquez Tobar

3.4. Recursos materiales disponibles

- Materia prima
 - Ingrediente activo "X"
 - Emulsificante
 - Antiespumante

- Dispersante
- Agua desmineralizada

- Materiales auxiliares
 - Guantes de látex
 - Casco
 - Lentes protectores
 - Botas industriales
 - Overall
 - Bata de laboratorio
 - Mascarilla

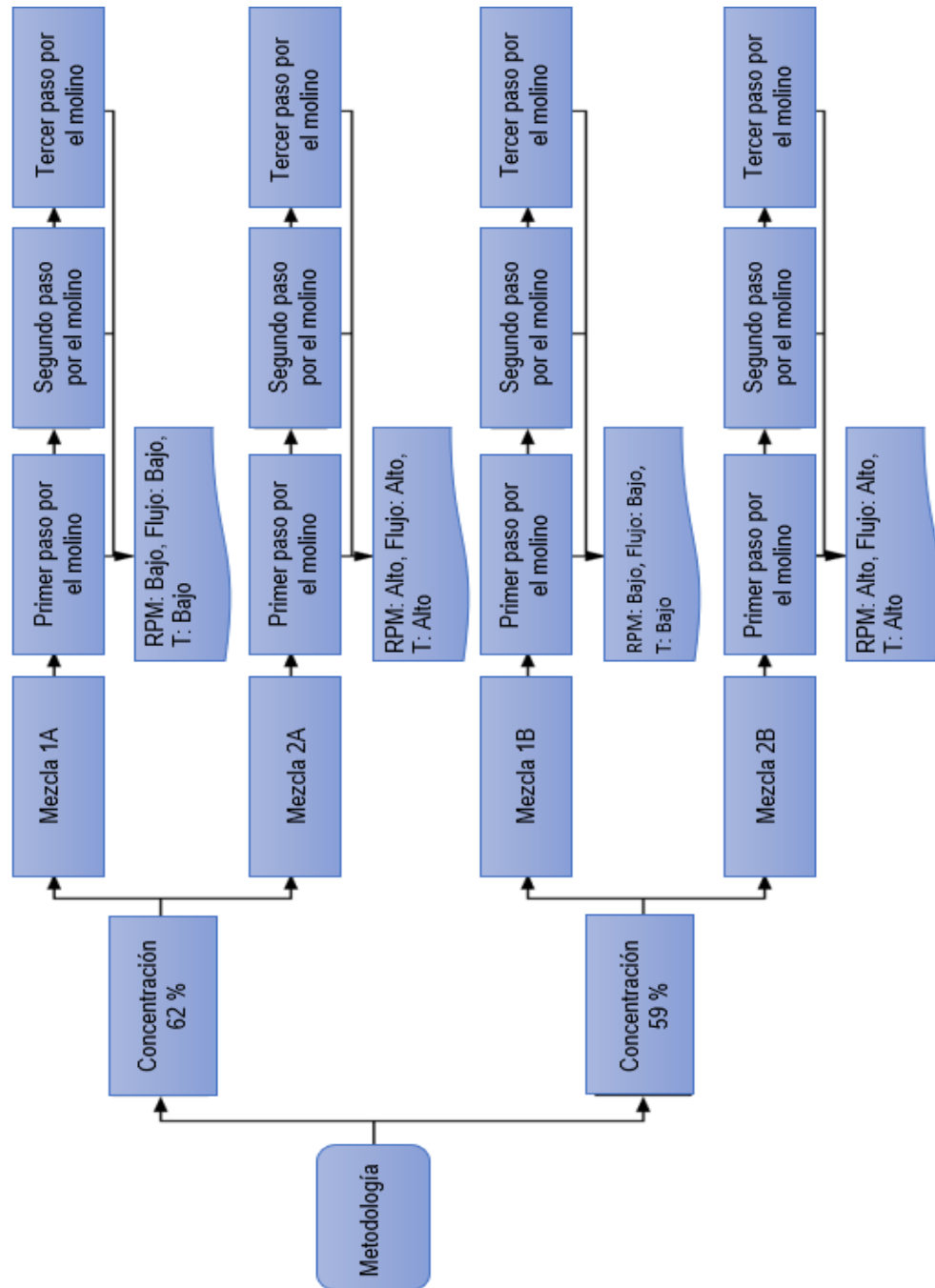
- Cristalería
 - Vaso de precipitado de 250 mL
 - Vaso de precipitado de 400 mL
 - Vaso de precipitado de 1000 mL
 - Vaso de precipitado de 4000 mL
 - Probeta graduada de 250 mL
 - Termómetro de alcohol

- Equipo
 - 1 bomba peristáltica
 - 1 molino de perlas a escala laboratorio
 - Instrumento de análisis de tamaño de partícula por difracción laser.
 - Juego de tamices de 0,045 mm y 0,150 mm
 - Agitador

3.5. Metodología del experimento

La fase experimental se llevó a cabo siguiendo un modelo de experimentación factorial 2^k fraccionado, diseñado estadísticamente para investigar los efectos de las variables de entrada (factores) sobre las variables de salida. El experimento consiste en una serie de corridas divididas en distintas mezclas, en las que se realizaron cambios a determinados parámetros (temperatura, concentración de sólido, flujo de alimentación y RPM). El experimento tiene dos niveles, parámetro bajo y parámetro alto. En el diagrama siguiente se muestra la metodología.

Figura 4. Metodología del experimento



Fuente: elaboración propia.

3.6. Técnica cualitativa o cuantitativa

A continuación, se detalla el procedimiento que se utilizó para cumplir con los objetivos del trabajo de investigación.

3.6.1. Mezcla de ingrediente activo y materias primas para realizar suspensión concentrada

En laboratorio de control de calidad se realizó una mezcla para 4 kilogramos de la suspensión concentrada "A" para las dos concentraciones siguiendo los siguientes pasos:

Tabla III. Pasos para la formulación de suspensión concentrada A

Concentración al 59 %	Concentración al 62 %
Se agregó 1 250 g de agua desmineralizada.	Se agregó 1 064 g de agua desmineralizada.
Se agregó los ingredientes líquidos según receta.	
Se agregó los sólidos según receta.	
Se añadió el ingrediente activo X.	
Se agitó cada mezcla durante 30 minutos a 320 revoluciones por minuto.	
Se tomó una muestra de 5 mL de cada mezcla.	
Se llevó cada mezcla a la temperatura de trabajo correspondiente según corrida.	

Fuente: elaboración propia.

3.6.2. Molienda de suspensión concentrada en molino de perlas a escala laboratorio

Con la mezcla preparada anteriormente, se ingresó al molino de perlas a escala laboratorio según la metodología mostrada en el diagrama de la figura 4. Se realizó 3 moliendas (pasos por el molino) para cada mezcla. Se detalla el procedimiento de cada molienda a continuación:

- Se conectó el recipiente a la bomba peristáltica
- Se colocó un recipiente en la salida de molino de perlas
- Antes de iniciar una molienda se verificó que el agua de enfriamiento estuviera conectado al molino de perlas.
- Se hizo pasar 3 litros de agua desmineralizada por el equipo antes de cada paso.
- Se vertió en el recipiente conectado a la bomba peristáltica la mezcla que se iba a moler.
- Se ajustó el flujo de la bomba peristáltica según corrida a utilizar (si experimento era a bajo o alto parámetro de operación).
- Se ajustó las revoluciones por minuto del molino según corrida a utilizar (si experimento es a bajo o alto parámetro de operación).
- Se encendía de primero la bomba peristáltica seguido del molino de perlas.
- Cada minuto se anotaba la temperatura dentro del molino, así como la presión de la bomba (si ocurría un paro se anotaba el tiempo en el que ocurrió y la causa del mismo).
- Al terminar la molienda se apaga la bomba y molino de perlas.
- A la mezcla molida se le tomaba una muestra aproximada de 250 mL para realizar los análisis granulométricos.
- Se hizo pasar 3 litros de agua desmineralizada por el equipo después de cada molienda (paso) de una mezcla.

El procedimiento descrito anteriormente se realizó a cada mezcla que se molía.

3.6.3. Análisis granulométrico de muestras de molienda

A continuación, se detalla el procedimiento para caracterizar el tamaño de partícula de las muestras obtenidas.

- Medición del tamaño de partícula

Se realizó un análisis de tamaño de partícula utilizando un equipo de medición por difracción láser para cada experimento de:

- Una muestra antes de iniciar la molienda
- Una muestra del primer paso por el molino
- Una muestra del segundo paso por el molino
- Una muestra del tercer paso por el molino.

En total se realizaron 8 análisis de tamaño de partícula.

El procedimiento utilizado para la medición del tamaño de partícula se describe a continuación:

- En la computadora, se abrió el programa del equipo de medición de tamaño de partícula.
- En la sección de herramientas se seleccionaba “realizar limpieza”.
- Finalizada la limpieza se abría la carpeta de la suspensión concentrada “A”.
- Se introducía una muestra de 1 mL al equipo.

- Se anotaba los resultados.
- Análisis de porcentaje de sólidos retenidos en tamiz

Se realizó un análisis de tamiz de 0,045 mm y 0,150 mm para cada muestra de molienda de:

- Una muestra del primer paso por el molino
- Una muestra del segundo paso por el molino
- Una muestra del tercer paso por el molino

Se realizaron 12 análisis de tamiz de 0,045 mm y 12 análisis de tamiz de 0,150 mm para un total de 24 análisis de tamizado para las muestras de molienda.

El procedimiento utilizado para el análisis de tamiz se detalla a continuación:

- En vaso de precipitado se pesó 100 gramos de la muestra a analizar para tamiz de 0,045 mm.
- Se pesó la cápsula del tamiz de 0,045 mm.
- Se agregó 250 mL de agua desmineralizada a la muestra.
- Se agitó durante 15 minutos cada muestra a 300 revoluciones por minuto.
- Se añadió y agitó en tamiz de 0,045 mm la muestra, y se agregaba agua desmineralizada hasta que quedaran solo los sólidos.
- Se agregó en la cápsula los sólidos retenidos.
- Se colocó en baño maría hasta que se evaporaba el agua.
- Se pesó la cápsula con los sólidos retenidos.

El procedimiento descrito anteriormente se repitió para el tamiz de 0,150 mm.

3.7. Recolección y ordenamiento de la información

Las plantillas de las tablas que se muestran a continuación se utilizaron para recolectar y ordenar la información que se obtuvo durante la fase experimental del estudio de investigación. En ellas se anotaron los resultados del tamaño de partícula realizado a cada muestra de los experimentos, y pesos obtenidos para calcular los porcentajes de sólidos retenidos del tamiz de 0,045 mm y 0,150 mm.

Tabla IV. **Registro tamaño de partícula de entrada**

NIVEL DE OPERACIÓN		
Concentración		
	Tamaño de partícula D90 (μm)	Tamaño de partícula D50 (μm)
Mezcla No		

Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Toma de datos para análisis de tamizado para muestras de experimentos**

No. De mezcla						
No. Paso por el molino	Peso muestra tamiz 0,045 mm (g)	Peso muestra tamiz 0,150 mm (g)	Peso cápsula 0,040 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,150 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,045 mm con sólidos (g)	Peso cápsula 0,150 mm con sólidos (g)
Primer paso						
Segundo paso						
Tercer paso						

Fuente: elaboración propia.

Tabla VI. **Toma de datos de tamaño de partícula y porcentaje de sólidos retenidos para experimentos**

NIVEL DE OPERACIÓN				
	Mezcla No.	Temperatura de la mezcla (°C)	RPM	Flujo másico
	Tamaño de partícula D90 (µm)	Tamaño de partícula D50 (µm)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,045 mm (%)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,150 mm (%)
Inicial				
Primer paso				
Segundo paso				
Tercer paso				

Fuente: elaboración propia.

3.8. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

Los datos tabulados de la concentración de sólidos, flujo de alimentación, temperatura de la mezcla, tamaño de partícula inicial y tamaño de partícula de los pasos por el molino de los experimentos de molienda se ordenaron como se muestra en la tabla VII, siguiendo la metodología del experimento. Los datos de esta tabla se utilizaron para realizar el análisis estadístico con los cuales se determinó qué parámetros de entrada tienen mayor efecto en la granulometría final de la suspensión concentrada.

Tabla VII. **Tabla para análisis estadístico en Minitab**

Porcentaje de sólidos	Flujo (g/min)	Temperatura (°C)	Tamaño partícula inicial D50 (µm)	Tamaño de partícula D50 (µm)
Concentración alta	Flujo bajo	Temperatura baja	Mezcla 1A	Paso 2 mezcla 1A
Concentración alta	Flujo bajo	Temperatura baja	Mezcla 1A	Paso 3 mezcla 1A
Concentración alta	Flujo alto	Temperatura alta	Mezcla 2A	Paso 2 mezcla 2A
Concentración alta	Flujo alto	Temperatura alta	Mezcla 2A	Paso 3 mezcla 2A
Concentración baja	Flujo bajo	Temperatura baja	Mezcla 1B	Paso 2 mezcla 1B
Concentración baja	Flujo bajo	Temperatura baja	Mezcla 1B	Paso 3 mezcla 1B
Concentración baja	Flujo alto	Temperatura alta	Mezcla 2B	Paso 2 mezcla 2B
Concentración baja	Flujo alto	Temperatura alta	Mezcla 2B	Paso 3 mezcla 2B

Fuente: elaboración propia.

3.9. Análisis estadístico

En la siguiente sección se detalla las herramientas estadísticas empleadas para analizar los resultados obtenidos de la fase experimental.

3.9.1. Análisis factorial

El análisis factorial se utiliza para la reducción de un grupo de datos con el objetivo de encontrar grupos homogéneos de variables a partir de un grupo numeroso. La finalidad de esta técnica es la de encontrar el número mínimo de dimensiones que sean capaces de explicar el máximo de información presente en los datos. A través de un análisis de varianza, se busca analizar la varianza común en los factores. Por medio de una matriz de correlaciones se simplifica la información.

En el apartado siguiente se explica y analiza las secciones para la obtención e interpretación de los resultados, cuyo objetivo es el determinar los parámetros con mayor incidencia en el tamaño de partícula.

3.9.1.1. Análisis de varianza y tabla de coeficientes codificados

El análisis de varianza (ANOVA) es una técnica utilizada para analizar los datos experimentales. El objetivo de este análisis es la de separar la variación total en las partes que contribuye cada fuente de variación en el experimento. El ANOVA permite evaluar la importancia de uno o más niveles al comparar las medias de la variable dependiente en los distintos niveles de factores. Esta compara la varianza entre las medias de los grupos, dentro de los grupos y total.

Minitab proporciona una tabla de coeficientes codificados para analizar la significancia de los factores sobre la variable de interés, en este estudio el tamaño de partícula D50. Se utiliza el tamaño de partícula D50 porque esta exhibe menos variación en comparación con el tamaño de partícula D90.

El valor de p, calculado en el análisis de varianza, es una probabilidad que mide la evidencia de los resultados en relación a la hipótesis nula. La hipótesis nula es que el coeficiente del término es igual a 0, lo que implica que no hay asociación entre el efecto y la variable respuesta. Este valor indica si los factores son estadísticamente significativos. Si p es menor al nivel de significancia “ α ”, el factor es estadísticamente significativo. Por el contrario, si p es mayor que α , el factor no es estadísticamente significativo. En este trabajo de investigación se utilizó un nivel de confianza del 95 % y un nivel de significancia α de 0,05. Al igual que en el análisis de varianza se obtuvieron dos tablas de coeficientes codificados. El análisis inicial se muestra en las figuras 5 y 6.

Tabla VIII. **Análisis de varianza de resultados iniciales**

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	3	1.2519	0.41731	9.03	0.030
Lineal	3	1.2519	0.41731	9.03	0.030
Sólidos (%)	1	0.5125	0.51253	11.08	0.029
Flujo bomba	1	0.2022	0.20216	4.37	0.105
Partícula inicial D50 (um)	1	0.4851	0.48511	10.49	0.032
Error	4	0.1849	0.04624		
Total	7	1.4369			

Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

Tabla IX. **Tabla de coeficientes codificados de resultados iniciales**

Coeficientes codificados

Término	Efecto	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante		1.143	0.108	10.63	0.000	
Sólidos (%)	-5.087	-2.544	0.764	-3.33	0.029	101.00
Flujo bomba	-1.208	-0.604	0.289	-2.09	0.105	14.44
Partícula inicial D50 (um)	-6.73	-3.37	1.04	-3.24	0.032	114.44

Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

Se observa en la figura 5 y 6 que los parámetros, concentración de sólidos y tamaño de partícula inicial D50 tienen un valor p menor que 0.05. Dicho valor indica que estas variables son estadísticamente significativas. El flujo de la bomba tiene un valor p mayor que 0,05 por lo que este factor no es estadísticamente significativo, al igual que la temperatura de la mezcla.

Se realizó de nuevo el análisis eliminando los factores no significativos, y agregando la interacción entre los parámetros significativos. En la figura 7 y 8 se muestra los resultados.

Tabla X. **Análisis de varianza de factores significativos**

Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	3	1.2519	0.41731	9.03	0.030
Lineal	2	0.3994	0.19970	4.32	0.100
Sólidos (%)	1	0.3598	0.35985	7.78	0.049
Partícula inicial D50 (um)	1	0.3994	0.39937	8.64	0.042
Interacciones de 2 términos	1	0.2022	0.20216	4.37	0.105
Sólidos (%)*Partícula inicial D50 (um)	1	0.2022	0.20216	4.37	0.105
Error	4	0.1849	0.04624		
Total	7	1.4369			

Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

Tabla XI. **Tabla de coeficientes codificados de factores significativos**

Coeficientes codificados

Término	Efecto	Coef	EE del coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante		1.806	0.256	7.05	0.002	
Sólidos (%)	-1.430	-0.715	0.256	-2.79	0.049	11.37
Partícula inicial D50 (um)	-1.865	-0.933	0.317	-2.94	0.042	10.67
Sólidos (%)*Partícula inicial D50 (um)	1.327	0.664	0.317	2.09	0.105	1.44

Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

Al eliminar los factores no significativos del análisis inicial se observa que la concentración de sólidos y tamaño de partícula inicial son estadísticamente significativos, pero la interacción entre ambos factores no.

3.9.1.2. Diagrama de Pareto

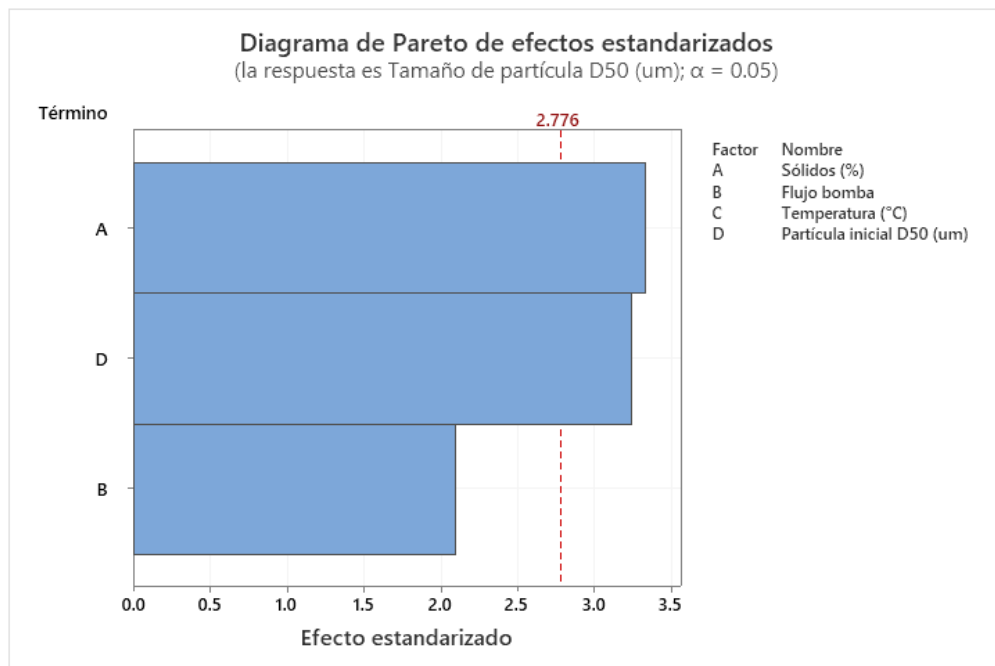
El diagrama de Pareto es un tipo de gráfico de barras donde se grafican los valores ordenados de mayor a menor. Permite asignar un orden de prioridades

entre las variables que se están analizando. El diagrama se basa en el principio de Pareto o regla del 80/20, el cual establece que el 80 % de los efectos son originados por el 20 % de las causas totales.

Minitab construye el diagrama de Pareto de los efectos en orden decreciente según el nivel de significancia estadística. La línea roja en el diagrama de Pareto se calcula a partir del nivel de significancia α . Por encima de la línea roja los factores son estadísticamente significativos.

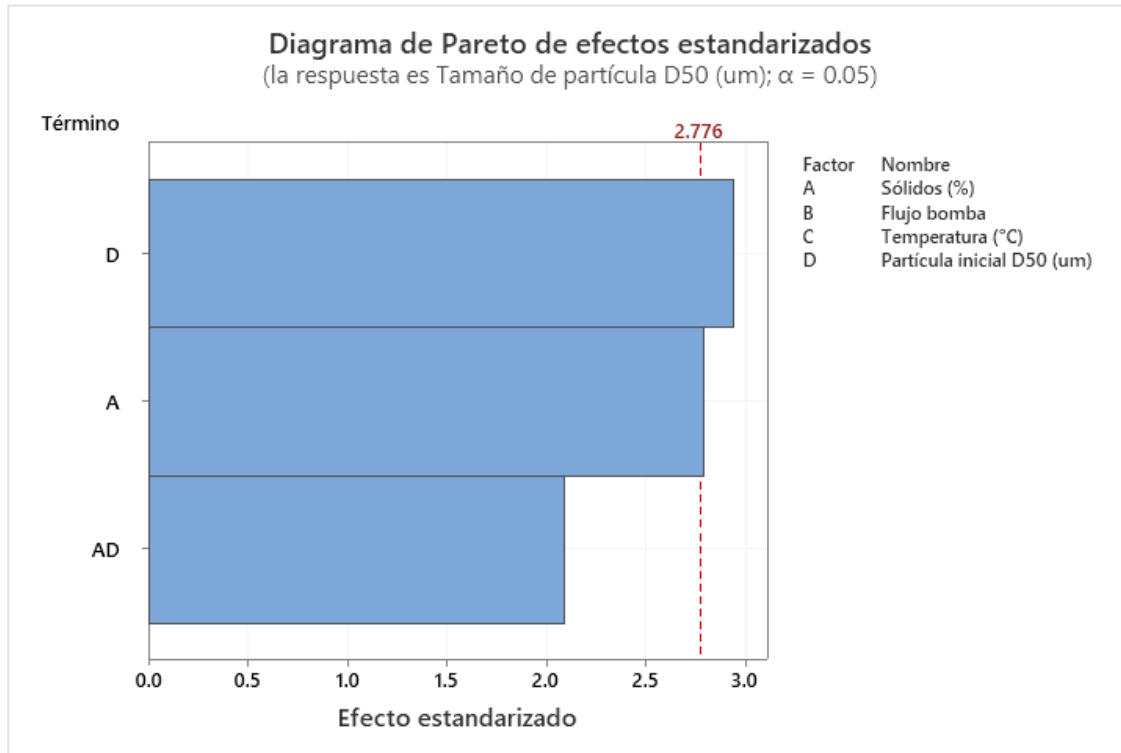
En la figura 9 se muestra el diagrama de Pareto de los resultados iniciales, en donde se incluyen todos los factores. En la figura 10 se muestra el diagrama de Pareto eliminando los factores no significativos.

Figura 5. **Diagrama de Pareto de los resultados iniciales**



Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

Figura 6. **Diagrama de Pareto de los factores significativos**



Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

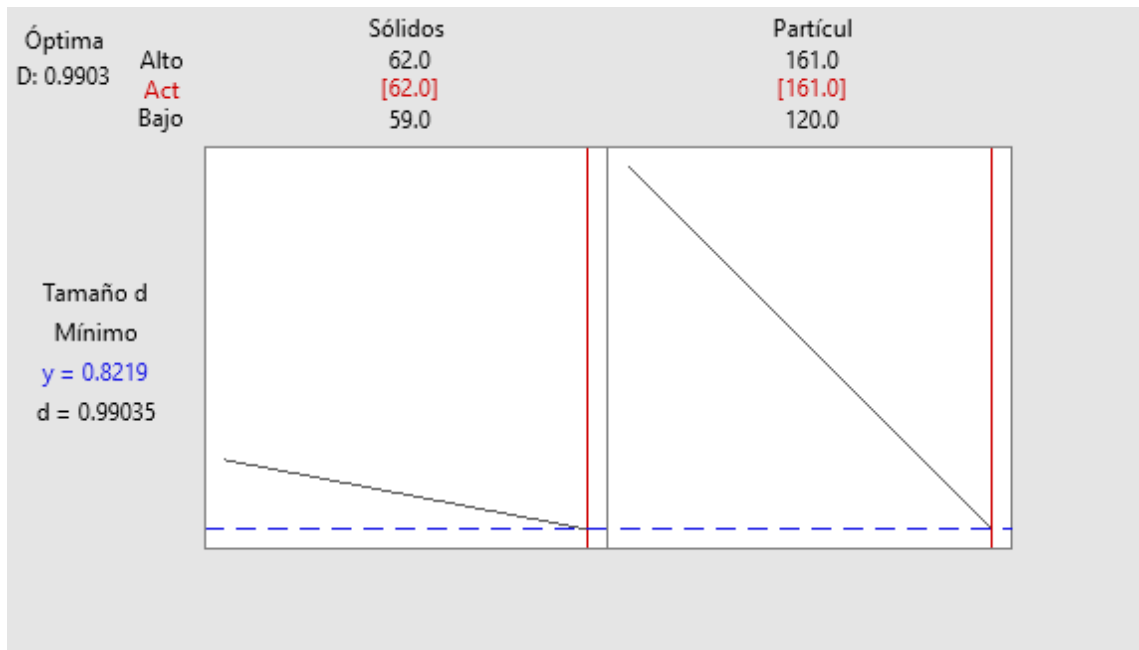
3.9.1.3. Optimizador de respuesta y gráfica de contorno

La optimización de respuesta es una herramienta de Minitab que permite identificar los valores de configuración de las variables que, en combinación, optimizan una respuesta individual o un conjunto de respuestas. Este se utiliza para evaluar el impacto de varias variables sobre la variable respuesta.

En el estudio se busca minimizar la variable de respuesta, es decir, el tamaño de partícula final D50, por lo que se escoge esta opción.

El resultado se muestra en la figura 11.

Figura 7. **Optimización de tamaño de partícula**

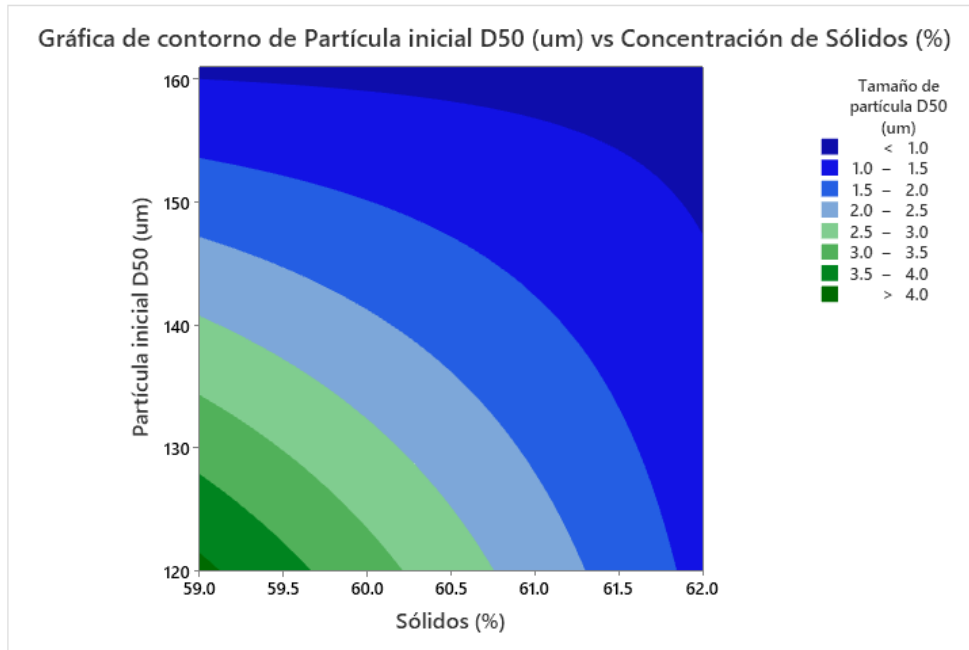


Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

La gráfica de contorno permite visualizar y examinar la relación entre una variable de respuesta y dos variables estadísticamente significativas. Estas dos variables se grafican en el eje de las abscisas y ordenadas respectivamente. Los valores para la variable respuesta se muestran en el gráfico como regiones sombreadas.

Se graficó el tamaño de partícula inicial en función de la concentración de sólidos, en donde las regiones sombreadas corresponden a los valores del tamaño de partícula. La gráfica se muestra en la figura 12.

Figura 8. **Gráfica de contorno de tamaño de partícula inicial, concentración de sólidos y tamaño de partícula final**



Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

3.10. Plan de análisis de los resultados

En esta sección se describen los métodos y programas utilizados para procesar e interpretar los resultados obtenidos.

3.10.1. Métodos y modelos de los datos según el tipo de variables

Los datos obtenidos del proceso de experimentación fueron analizados estadísticamente para determinar cuál o cuáles de los parámetros de operación tienen una mayor incidencia en la granulometría final.

3.10.2. Programas utilizados para el análisis de datos

A continuación, se detalla los programas utilizados en el trabajo de investigación:

Tabla XII. **Programas utilizados en el trabajo de investigación**

Programa	Uso
Microsoft Word	Se utilizó como procesador de texto para la elaboración del informe.
Microsoft Excel	Se utilizó para tabular datos y crear gráficos.
Minitab	Se utilizó en la realización del análisis estadístico para determinar los parámetros de operación con mayor incidencia en la granulometría final de la suspensión concentrada.

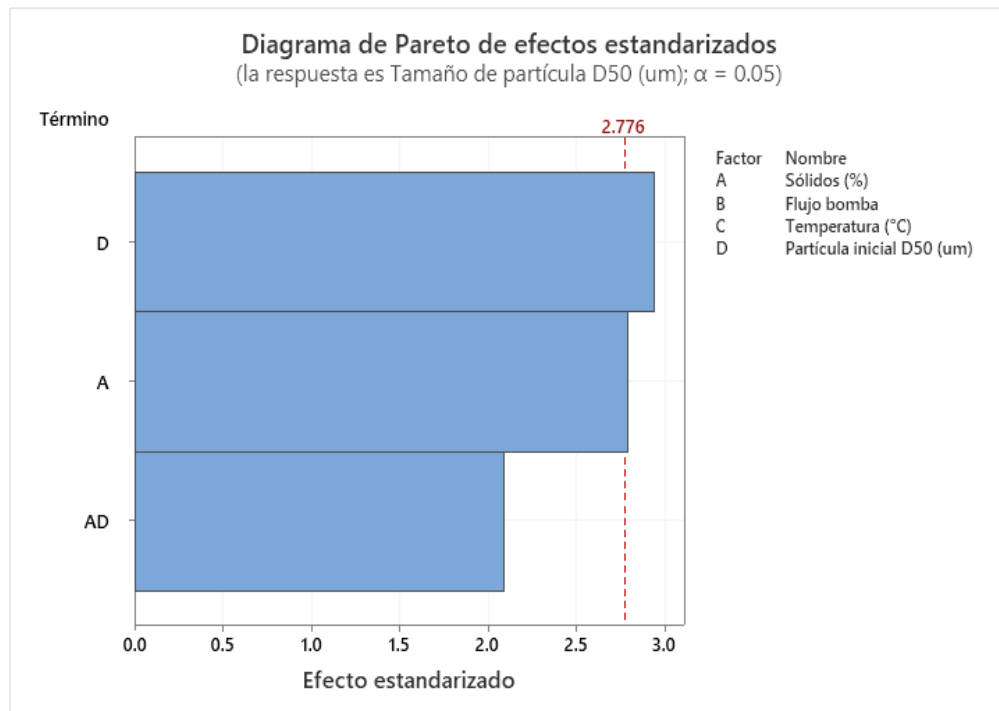
Fuente: elaboración propia.

4. RESULTADOS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

4.1. Parámetros con mayor incidencia

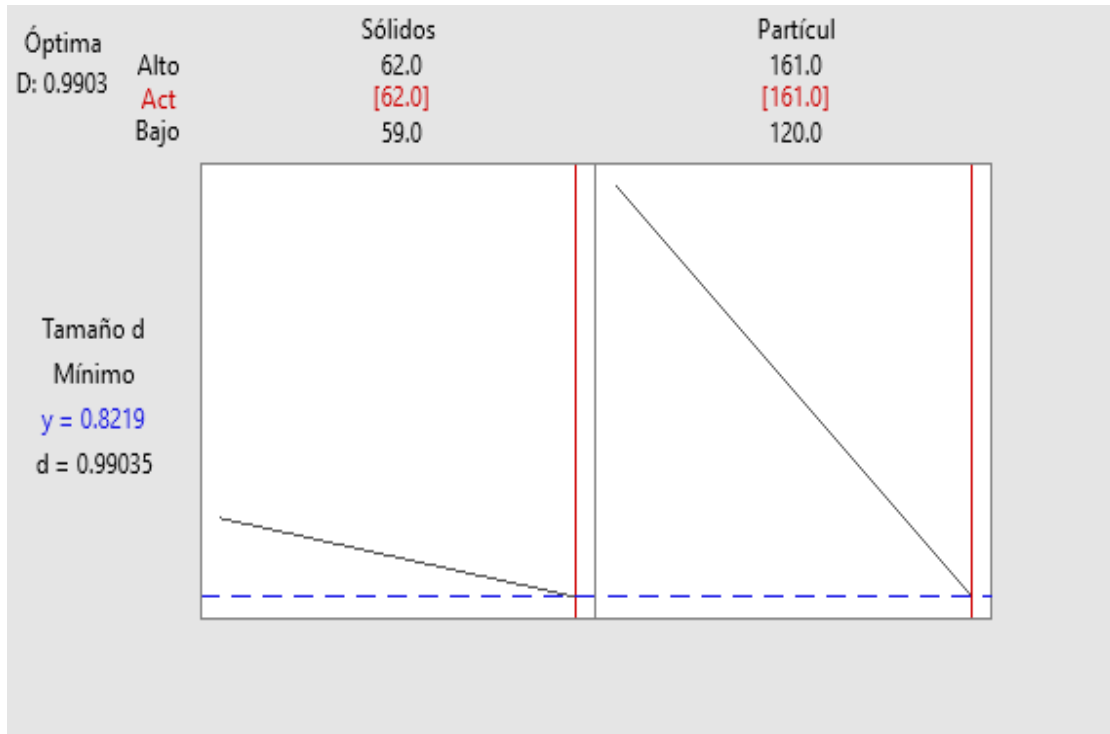
A continuación, se presentan los parámetros con mayor incidencia.

Figura 9. **Diagrama de Pareto de parámetros de operación con mayor incidencia en el tamaño de partícula final**



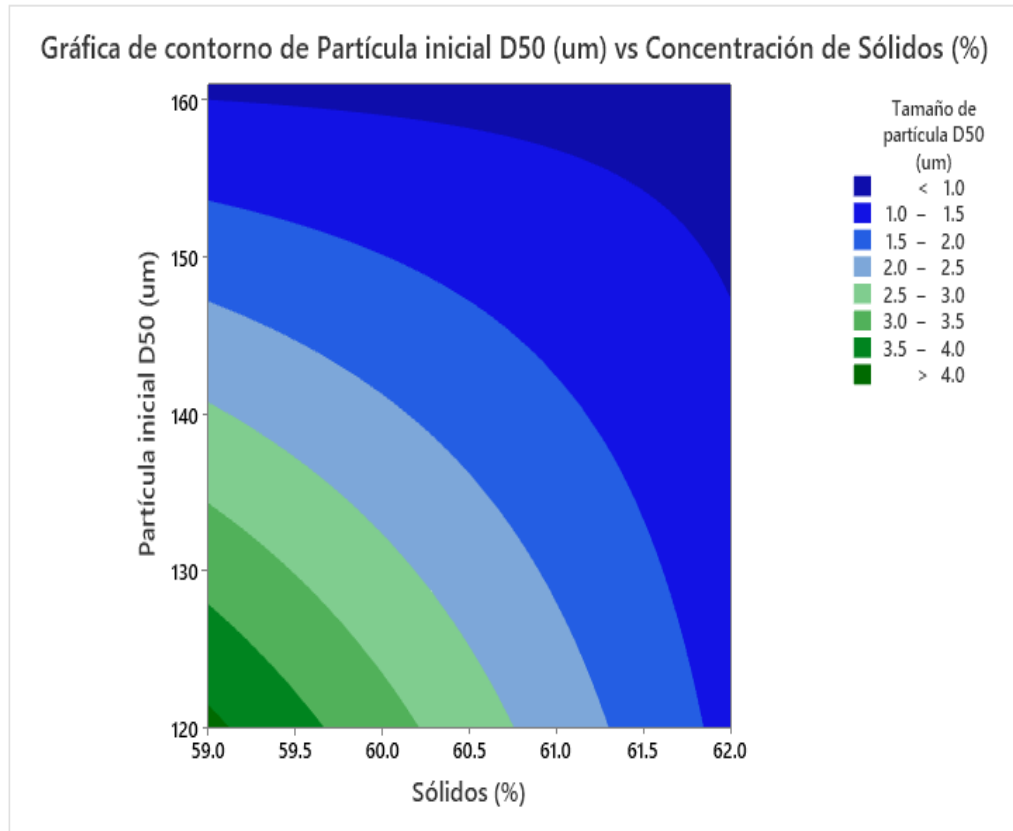
Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

Figura 10. **Tamaño de partícula óptimo**



Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

Figura 11. **Gráfica de contorno de tamaño de partícula inicial, concentración de sólidos y tamaño de partícula final**



Fuente: elaboración propia, empleando Minitab 2019.

4.2. Interpretación de resultados de parámetros con mayor incidencia

En el presente trabajo de investigación se realizó un estudio del proceso de molienda a escala laboratorio con la finalidad de determinar los parámetros óptimos del molino de perlas para obtener sólidos con la fineza adecuada establecida por casa matriz de una suspensión concentrada.

Como se muestra en la figura 4, para cada experimento se utilizaron 2 concentraciones de sólidos diferentes, 62 % y 59 %. Para cada concentración se dividió el experimento en dos partes, una en la cual los parámetros (revoluciones por minuto, temperatura de la mezcla y flujo de alimentación) se operaron a condiciones bajas de operación (mezcla 1A y 1B). La otra se operaba los parámetros de molienda a condiciones altas de operación (mezcla 2A y 2B). Cada una de las mezclas se pasó 3 veces por el molino de perlas.

En la figura número 13 se observa el diagrama de Pareto de los efectos estandarizados, en donde se analizan los parámetros de operación con mayor incidencia en el tamaño de partícula final. Para un nivel de significancia de 0,05, los parámetros tamaños de partícula inicial y concentración de sólidos son los efectos estadísticamente significativos con mayor incidencia en la variable respuesta, el tamaño de partícula D50. La interacción entre ambos parámetros no es significativa, lo que sugiere que la relación entre el tamaño de partícula inicial y la concentración de sólidos con el tamaño de partícula final no dependen uno del otro.

Entre los dos parámetros significativos, el tamaño de partícula inicial es un factor crítico, ya que exhibe una mayor incidencia en el tamaño de partícula final, como se puede apreciar en el diagrama de Pareto. El resultado indica que, el tamaño de partícula que ingresa al molino muestra un comportamiento

directamente proporcional respecto al tamaño de partícula final. Esto quiere decir que, si al molino ingresa una partícula de mayor tamaño respecto a otra, el tamaño de partícula final será mayor en comparación a una partícula que ingresa de menor tamaño.

De hecho, según la optimización para minimizar el tamaño de partícula mostrado en la figura 14, se debe lograr acercar el tamaño de partícula D50 que ingresa al molino a un valor de 161 μm con la finalidad de obtener un tamaño de partícula final D50 cercano a 1 μm , el cuál sería el tamaño de partícula final óptimo bajo las condiciones a las que se opera el molino de perlas.

El segundo efecto con mayor incidencia es la concentración de sólidos. Este parámetro de operación no solo tiene efecto en el tamaño de partícula final, sino también en la temperatura del interior del molino y la presión de la bomba como se verá en las secciones siguientes. La optimización de la figura 14 muestra que, con el fin de minimizar el tamaño de partícula final, la concentración de sólidos debe ser del 62 %.

En la gráfica de contorno mostrada en la figura 15 se analiza en conjunto estos datos. Este diagrama consiste en la representación gráfica del tamaño de partícula inicial en función de la concentración de sólidos, en donde el contorno o variación de altura, consiste en el tamaño de partícula final.

El gráfico resume lo expuesto en el párrafo anterior, donde se visualiza que para minimizar el tamaño de partícula D50 final, se requiere llevar el tamaño de partícula inicial D50 a un valor cercano a 161 μm y una concentración de sólidos del 62 %. Si se reduce la concentración de sólidos, se deberá disminuir por debajo de 161 μm el tamaño de partícula inicial, a fin de obtener un tamaño de partícula D50 final cercano a 1 μm . Estos resultados indican que el proceso de

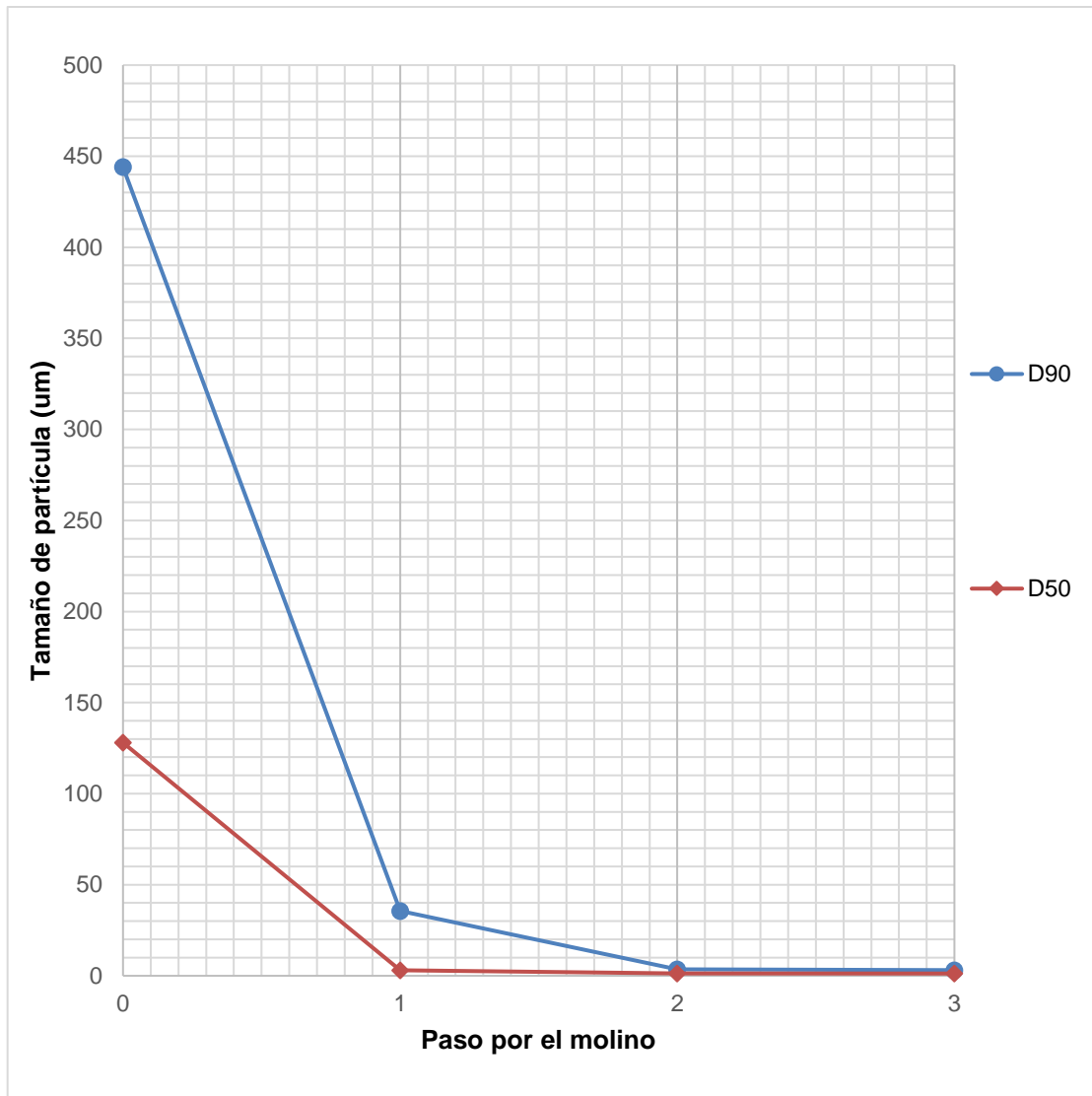
premolienda para lograr un tamaño de partícula inicial bajo, es un aspecto crítico en la molienda del sólido activo a escala industrial.

Como se explicó en la sección 3.9 análisis estadístico, el diagrama de Pareto se obtuvo al eliminar todos los parámetros de operación cuya p fuera mayor que 0,05, significando que estos efectos no son estadísticamente significativos. La experimentación demuestra que los parámetros temperatura de la mezcla y el flujo de la bomba y revoluciones por minuto en los rangos trabajados, no tienen una incidencia significativa en el tamaño de partícula final.

4.3. Resultados mezcla 1A

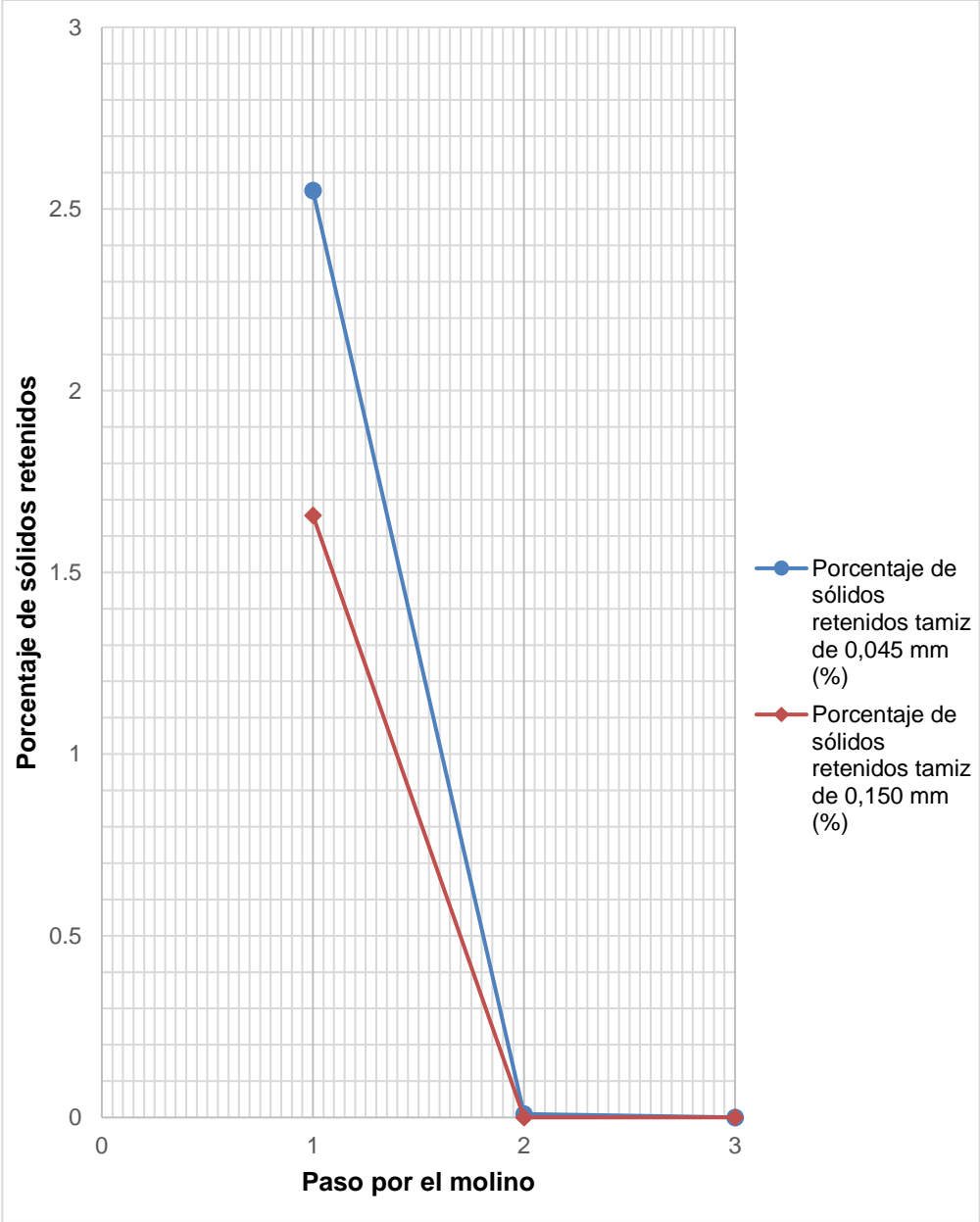
A continuación, se muestran los resultados de la mezcla 1A.

Figura 12. **Tamaño de partícula en función del paso por el molino de mezcla 1A concentración al 62 %**



Fuente: elaboración propia.

Figura 13. **Porcentaje de sólidos retenidos en tamices en función del paso por el molino de mezcla 1A concentración al 62 %**



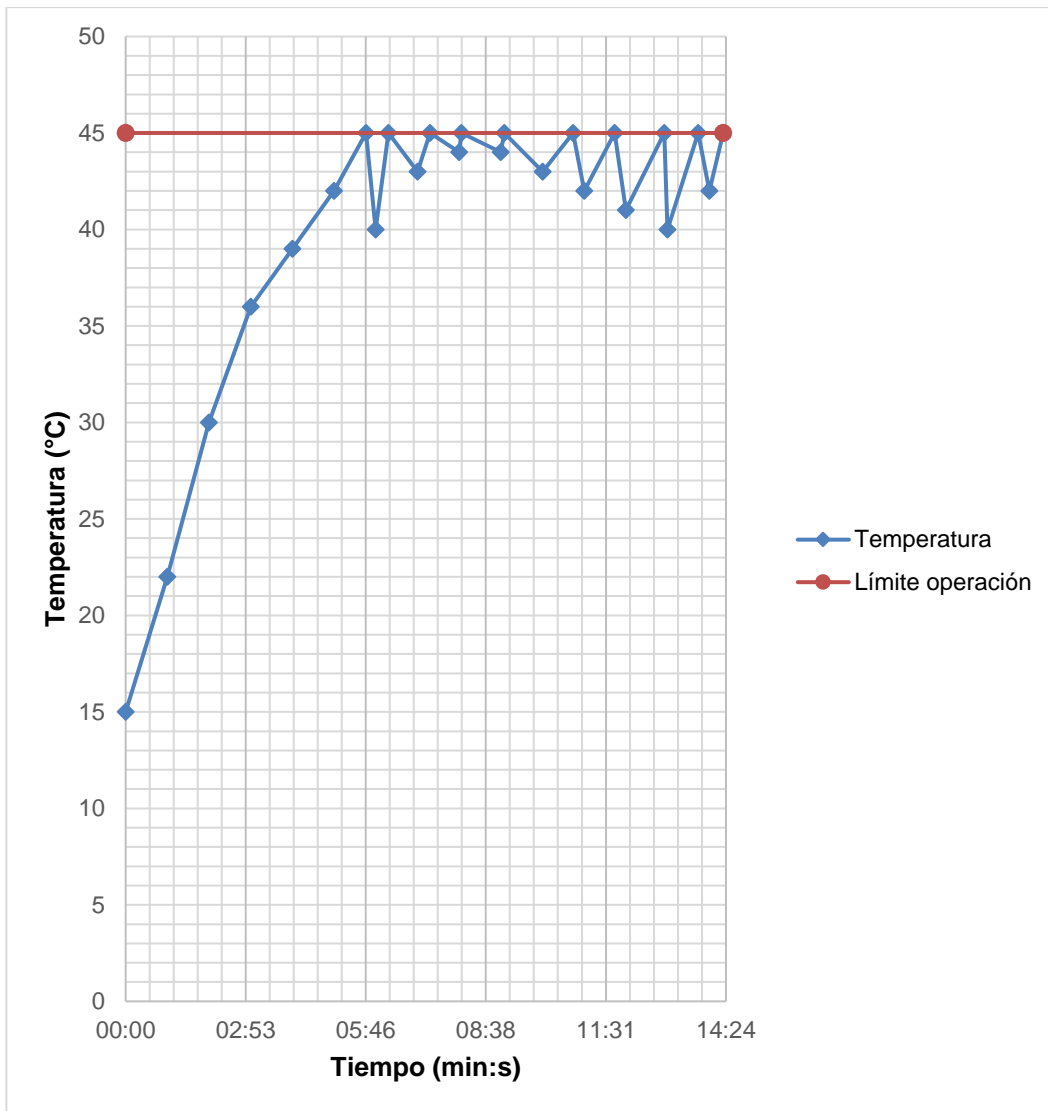
Fuente: elaboración propia.

Tabla XIII. **Datos de tamaño de partícula y porcentajes de sólidos retenidos de mezcla 1A concentración al 62 %**

Mezcla 1A nivel bajo de operación concentración al 62 %				
	Flujo bomba (0,25)	Temperatura de la mezcla (15°C)	RPM BAJO	Flujo másico promedio 122,49 g/min
	Tamaño de partícula D90 (μm)	Tamaño de partícula D50 (μm)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,045 mm (%)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,150 mm (%)
Inicial	444,00	128,00		
Paso 1	35,50	2,95	2,5508	1,6570
Paso 2	3,46	1,27	0,0098	0,0004
Paso 3	3,09	1,24	0,0005	0,0002

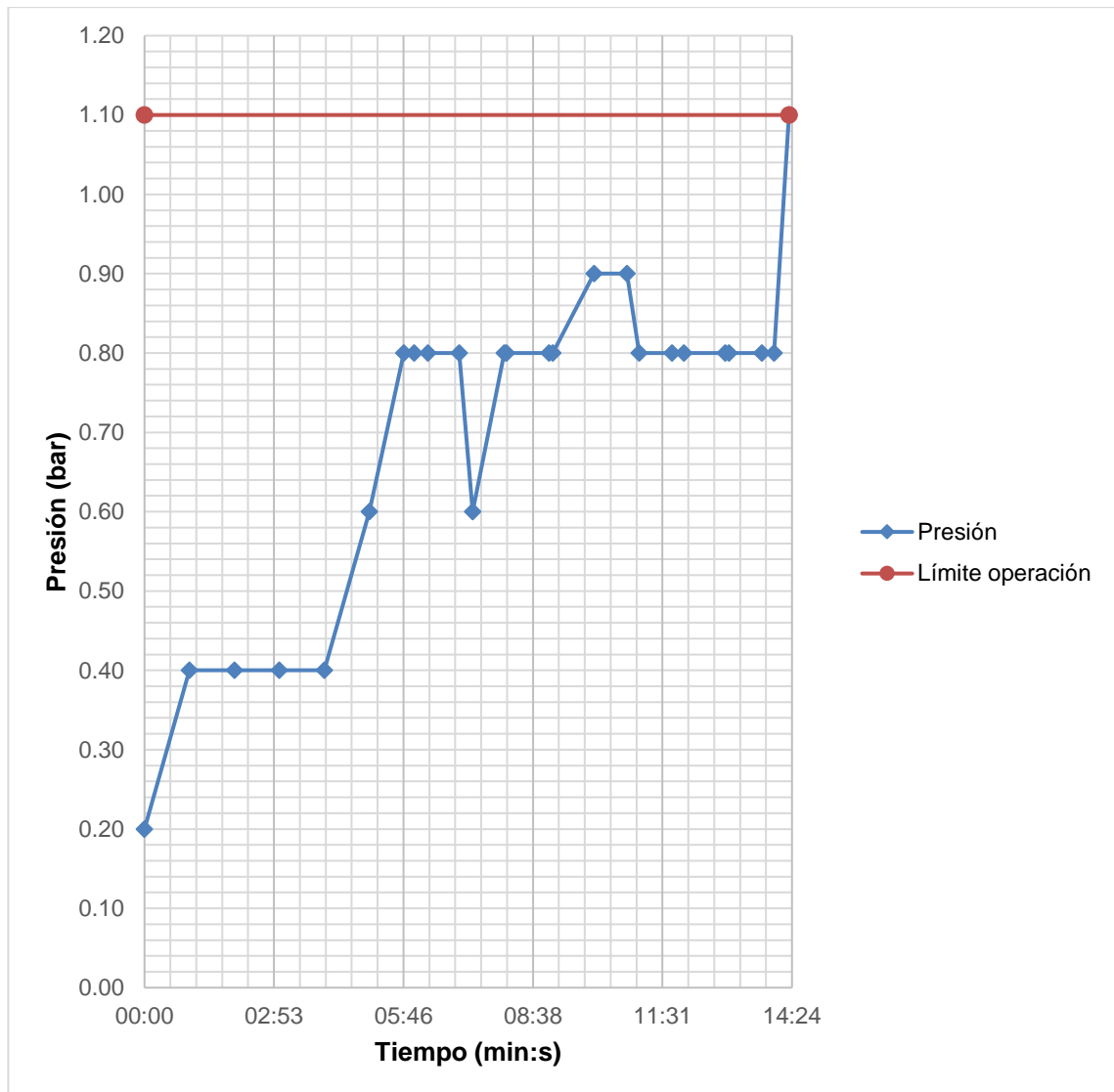
Fuente: elaboración propia.

Figura 14. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del primer paso por el molino de perlas**



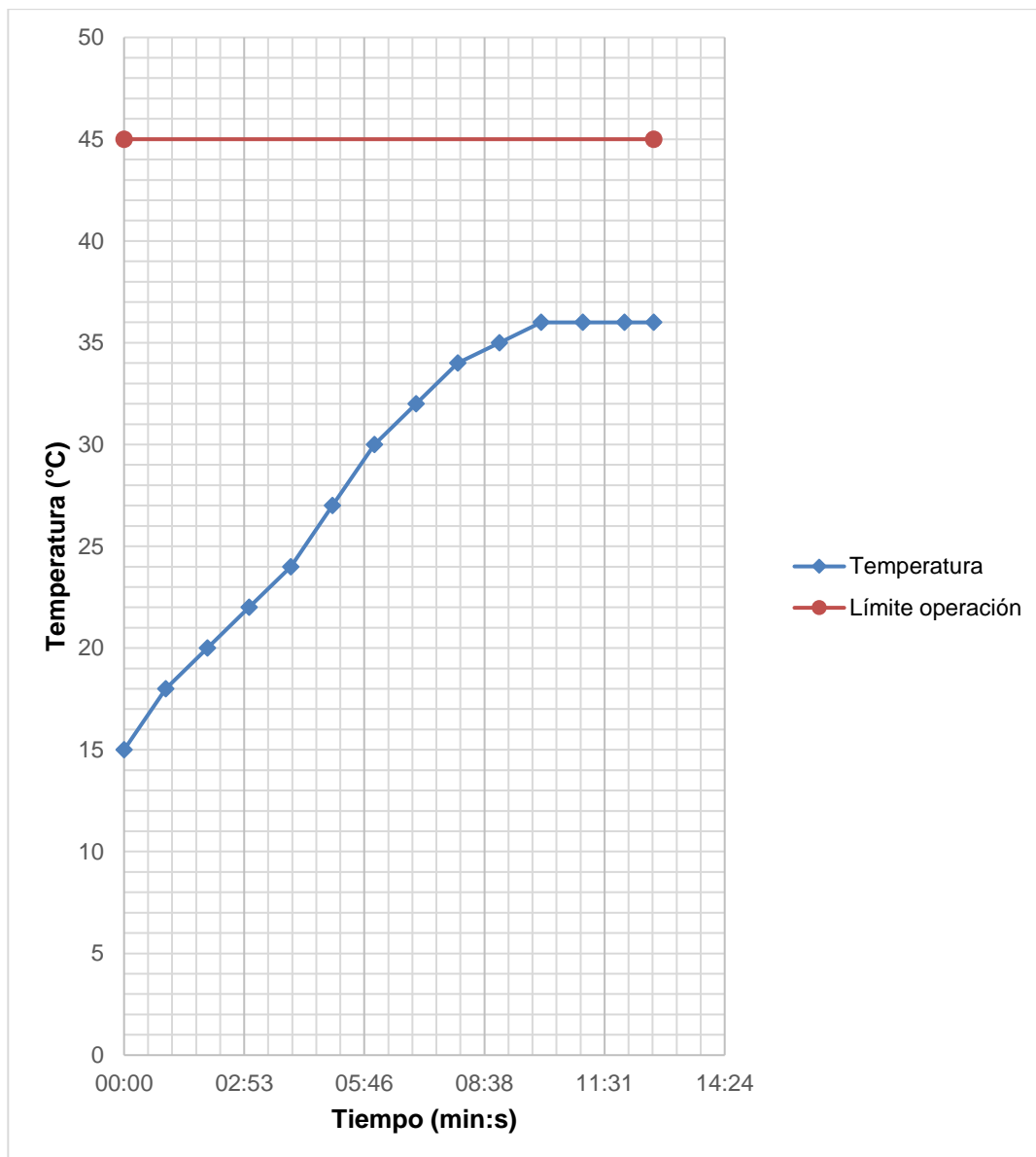
Fuente: elaboración propia.

Figura 15. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del primer paso por el molino de perlas**



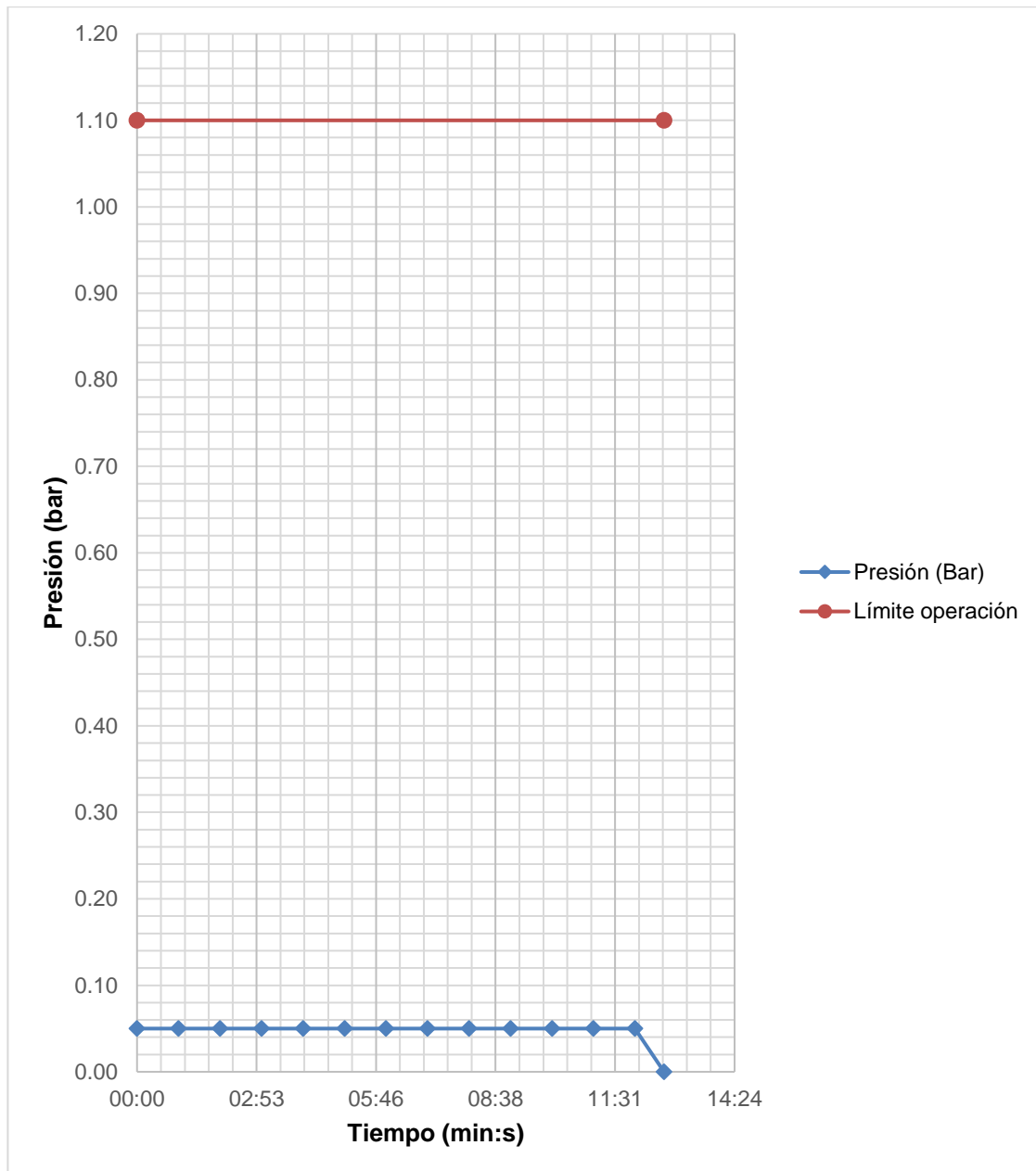
Fuente: elaboración propia.

Figura 16. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del segundo paso por el molino de perlas**



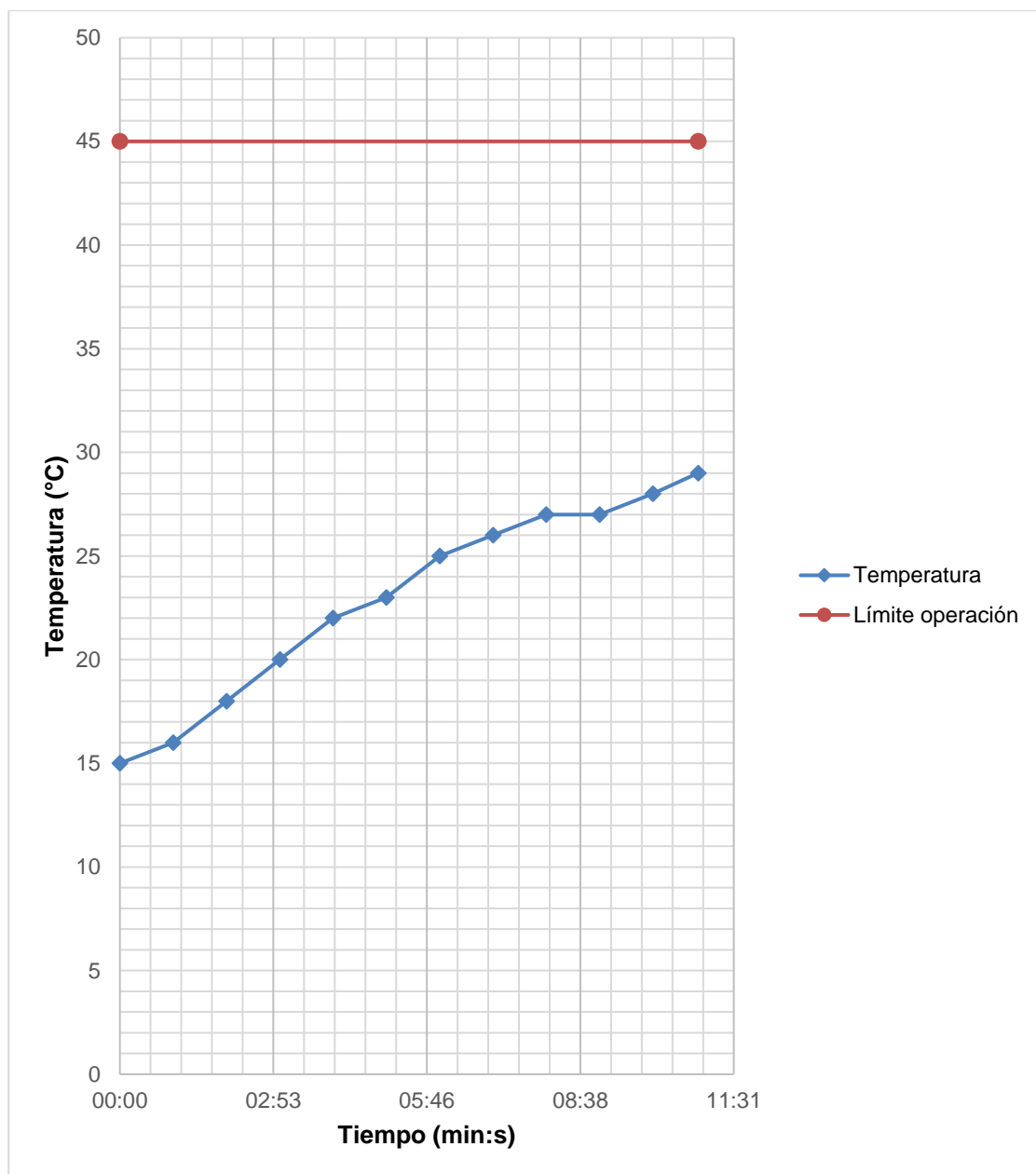
Fuente: elaboración propia.

Figura 17. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del segundo paso por el molino de perlas**



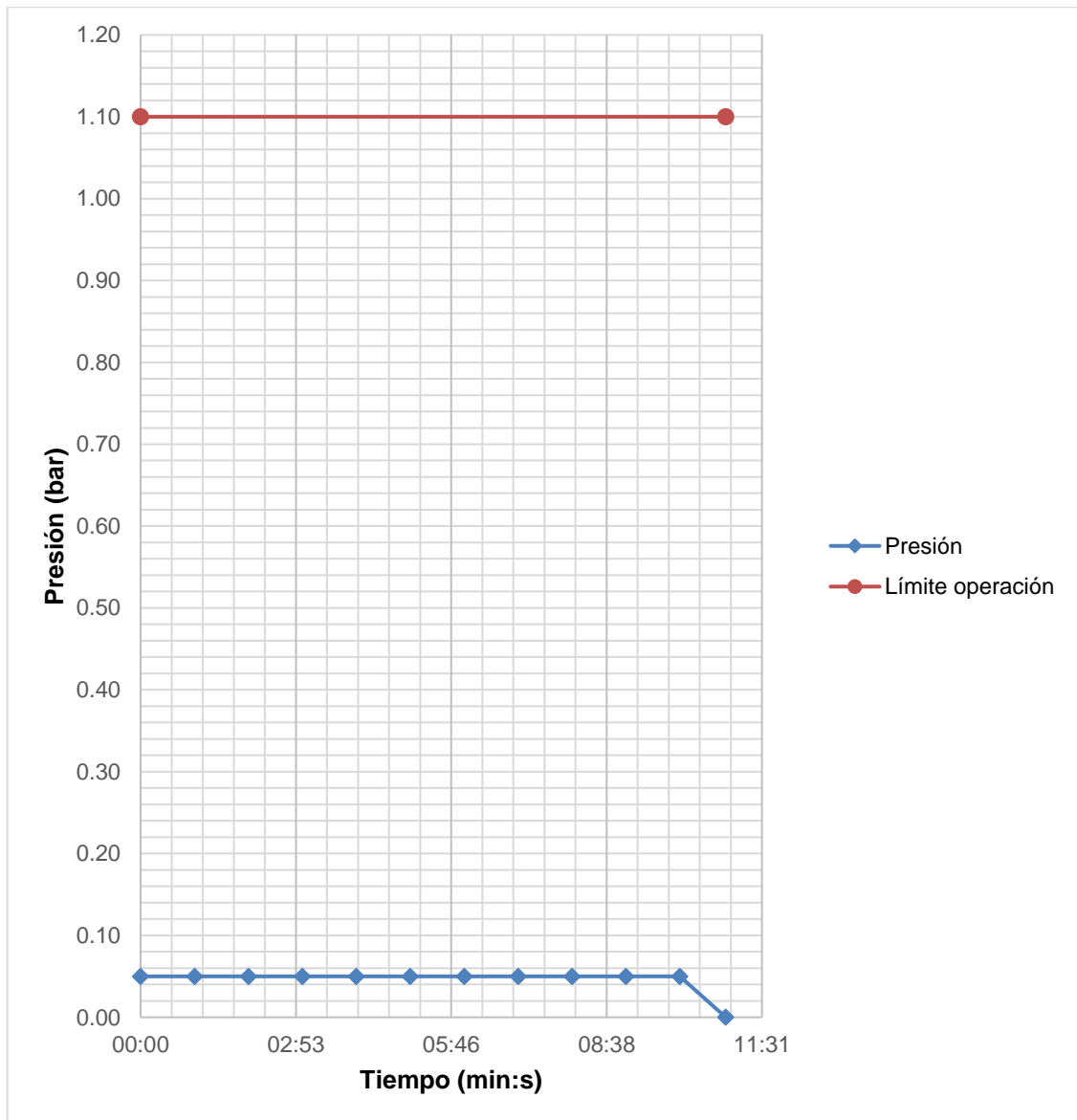
Fuente: elaboración propia.

Figura 18. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del tercer paso por el molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

Figura 19. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1A del tercer paso por el molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

4.4. Interpretación de resultados de mezcla 1A

En la figura 16 se muestran los tamaños de partícula D90 y D50 de la mezcla 1A al 62 % de concentración. Dicha mezcla se operó a condiciones bajas de operación. En el primer paso por el molino se obtuvo un tamaño de partícula D90 de 35,5 μm , el cual se encuentra por encima de la especificación requerida. En el segundo se obtuvo un tamaño de partícula de 3,46 μm , y se encuentra dentro de especificación. En el tercer paso se obtuvo 3,09 μm este también se encuentra dentro de la especificación.

En la figura 17 se encuentra los porcentajes de sólido retenido en los tamices de 0,045 mm y 0,150 mm de la mezcla 1A. En el primer paso se obtuvo un porcentaje de sólidos retenidos de 2,5508 % en el tamiz de 0,045 mm y 1,6570 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos resultados se encuentran por encima de especificación. En el segundo paso por el molino se obtuvo 0,0098 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,0004 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos se encuentran dentro de especificación. En el tercer paso por el molino se obtuvo 0,0005 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,0002 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos resultados también se encuentran dentro de especificación. En el segundo paso por el molino es en donde se cumplen todos los requisitos según especificaciones de casa Matriz.

De la figura 18 a 23 se muestran la temperatura y presión de operación del molino de perlas para los 3 pasos de la mezcla 1A en el molino. Al analizar los gráficos se pudo observar que el primer paso por el molino es la única que presenta puntos en el límite de operación. El límite de operación del molino de perlas es de 45 °C y 1,20 bar. El molino de perlas consta de un sistema de enfriamiento, cuya agua de refrigeración se encuentra a aproximadamente 12 °C. En total en el primer paso por el molino se tuvo 10 paros por temperatura y un paro por presión. Este paro por presión se debió a las altas temperaturas que se

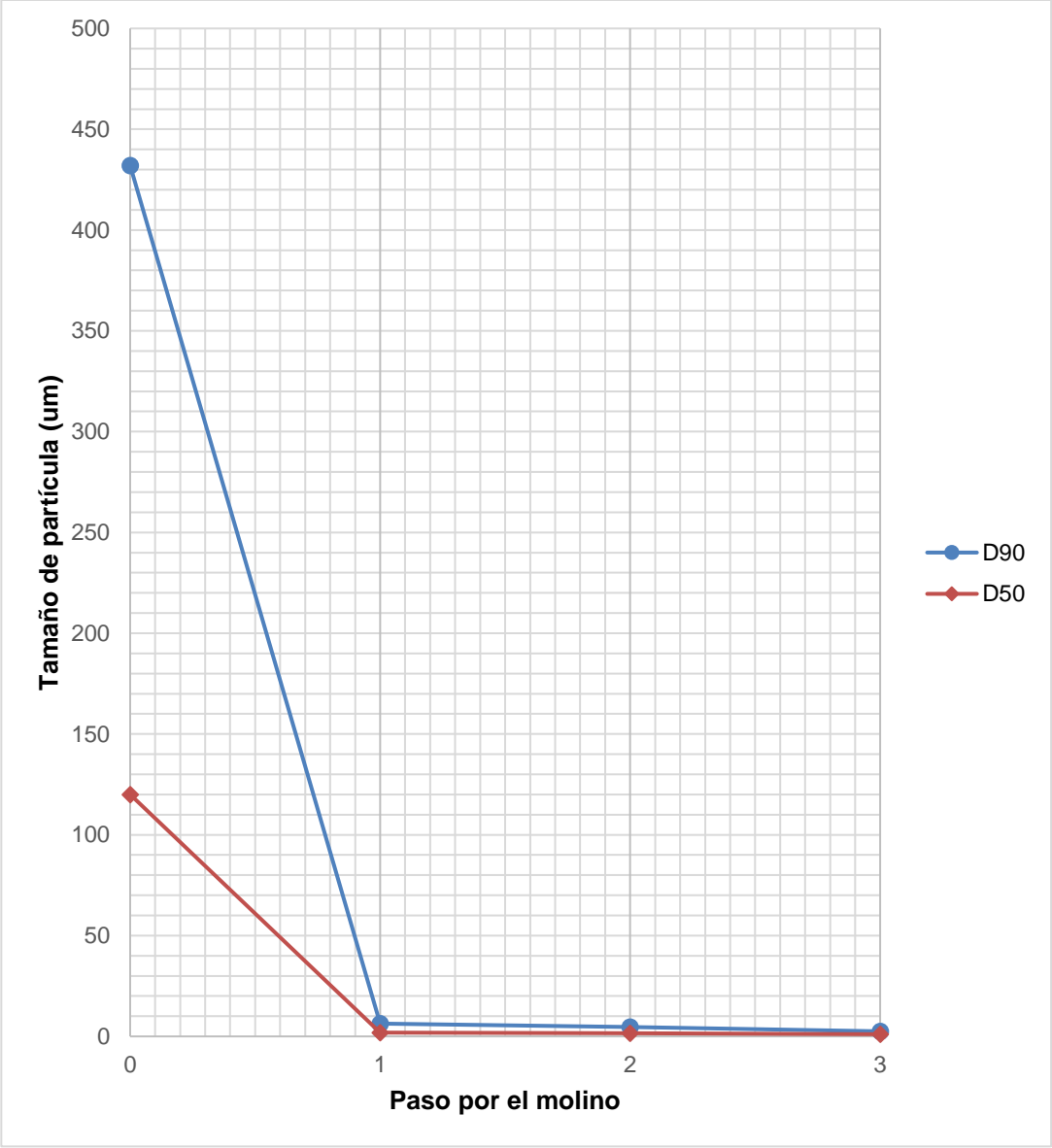
alcanzaron dentro del molino, oscilando entre 40 y 45 °C, lo que produjo que los sólidos de la suspensión concentrada se solidificaran y formaran un tapón dentro del molino de perlas. El sobrecalentamiento del molino de perlas pudo deberse al bajo flujo másico, derivando esto en un mayor tiempo de la mezcla en la cámara de molienda. De igual forma el sobrecalentamiento del molino pudo deberse a la concentración alta de sólidos de la mezcla, la cual es debido a una mayor fricción entre los sólidos y las perlas del molino. Al existir una menor proporción de agua respecto a los sólidos, el agua no es capaz absorber todo el calor que se genera dentro de la cámara de molienda, ocasionando que la temperatura se incremente constantemente hasta el límite de operación.

Debido al taponamiento al minuto 14 con 20 segundos se detuvo la molienda. Se molió aproximadamente 1 800 gramos de los 4 000 gramos formulados, a un flujo másico promedio de 125,61 g/min. En el segundo y tercer paso la temperatura y presión no llegó a alcanzar el límite de operación. La temperatura oscila entre 37 °C y 30 °C respectivamente. En ambos pasos la presión se mantiene por debajo de 0,10 bar debido al bajo flujo másico y los sólidos más finos de la suspensión concentrada. Se molió a un flujo másico de 122,05 g/min y 119,81 g/min respectivamente.

4.5. Resultados mezcla 2A

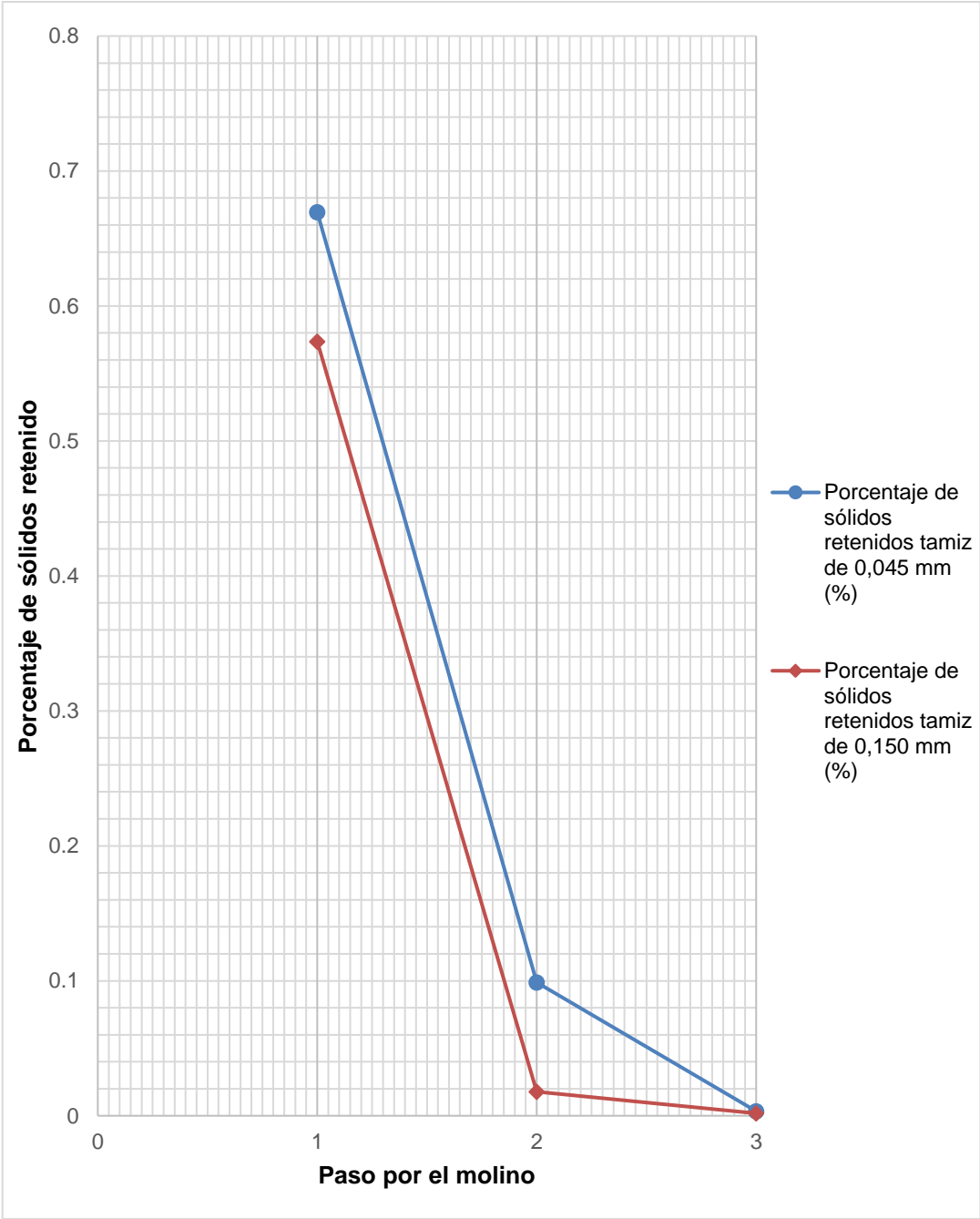
A continuación, se muestran los resultados de la mezcla 2A.

Figura 20. **Tamaño de partícula en función del paso por el molino de mezcla 2A concentración al 62 %**



Fuente: elaboración propia.

Figura 21. **Porcentaje de sólidos retenidos en tamices en función del paso por el molino de mezcla 2A concentración al 62 %**



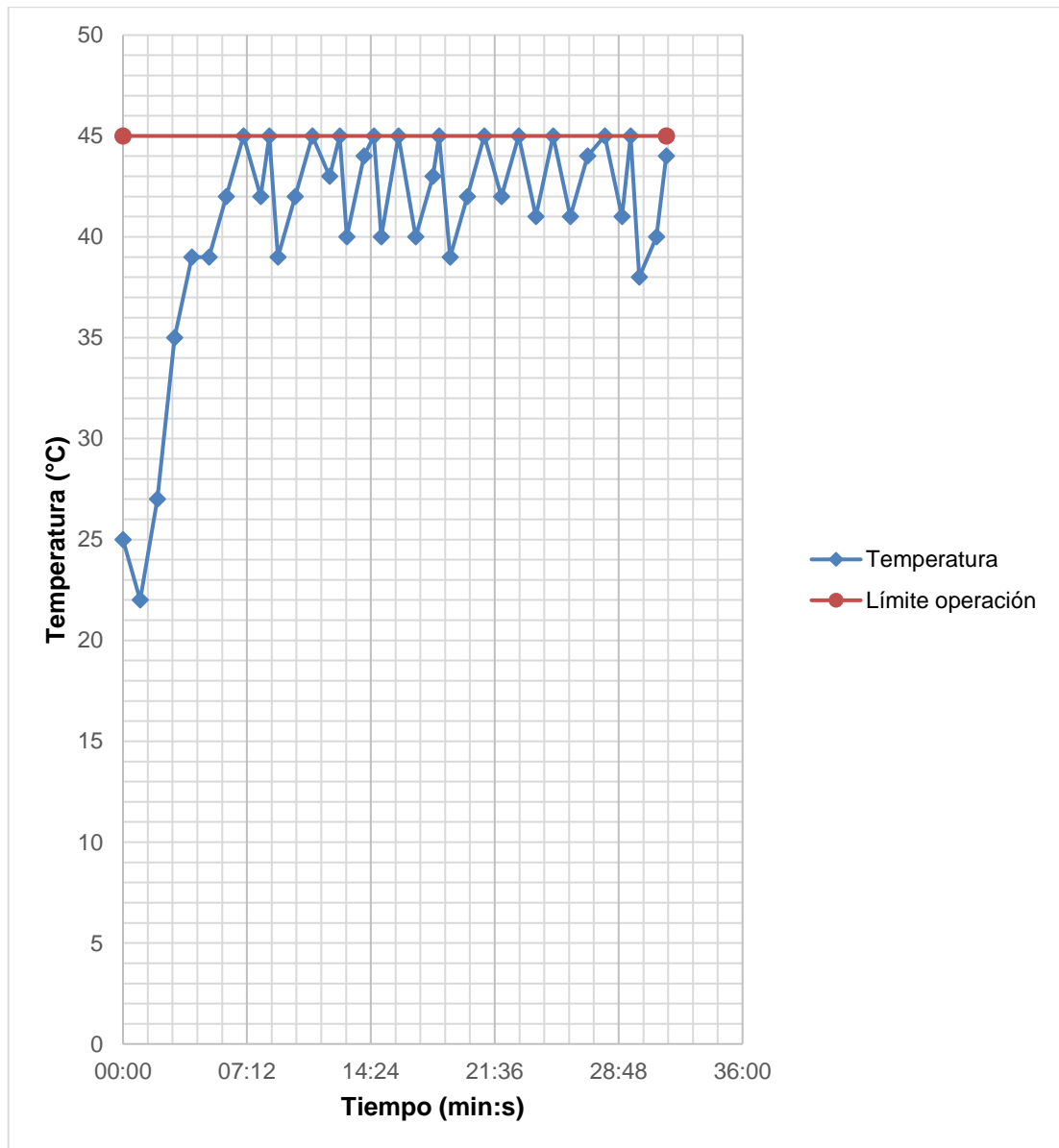
Fuente: elaboración propia.

Tabla XIV. **Datos de tamaño de partícula y porcentajes de sólidos retenidos de mezcla 2A concentración al 62 %**

Mezcla 2A nivel alto de operación concentración al 62 %				
	Flujo Bomba (0,35)	Temperatura de la mezcla (25°C)	RPM ALTO	Flujo másico promedio 137,38 g/min
	Tamaño de partícula D90 (µm)	Tamaño de partícula D50 (µm)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,045 mm (%)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,150 mm (%)
Inicial	432,00	120,00		
Paso 1	6,32	1,86	0,6695	0,5737
Paso 2	4,68	1,64	0,0988	0,0179
Paso 3	2,53	1,08	0,0034	0,0018

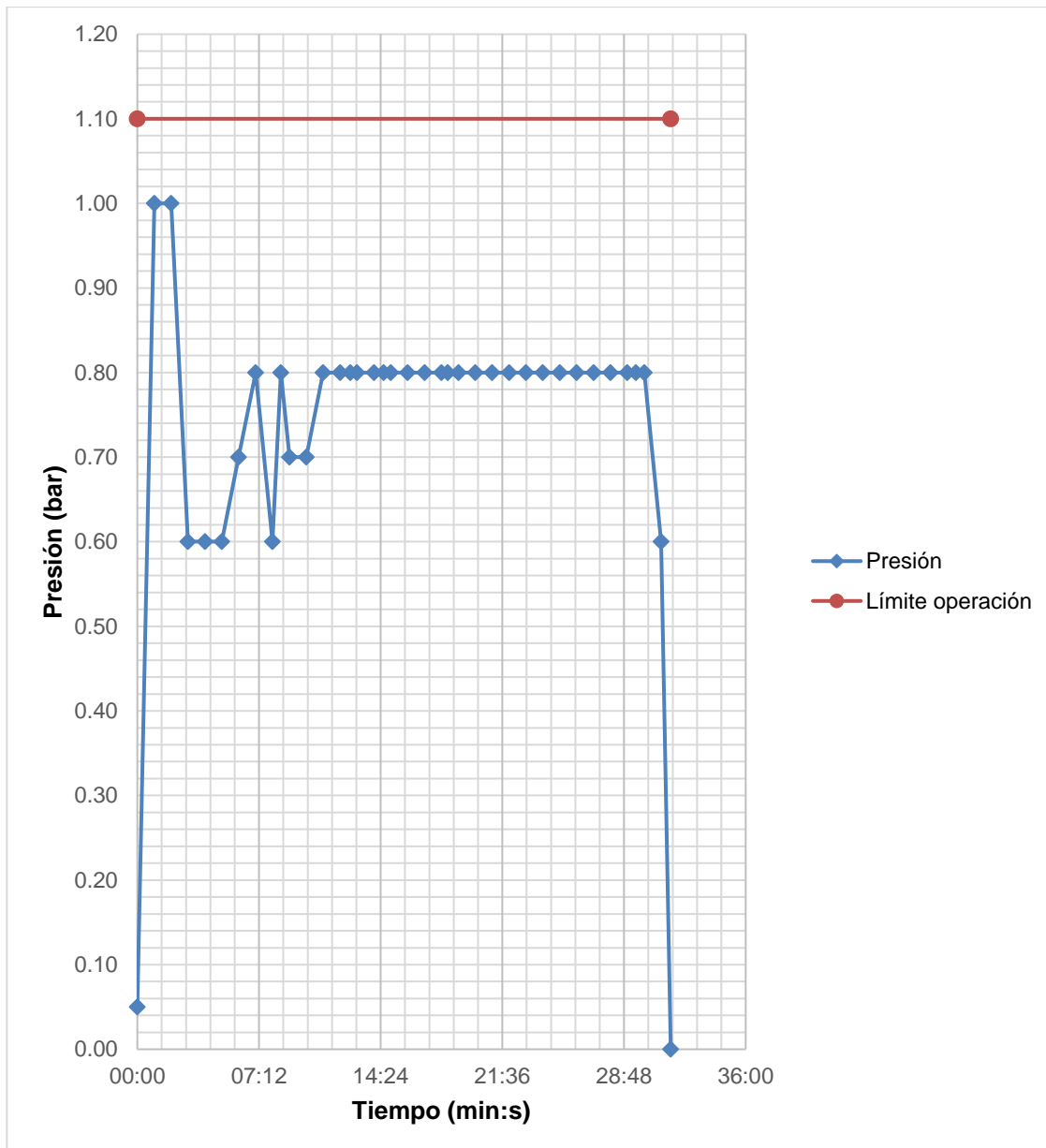
Fuente: elaboración propia.

Figura 22. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del primer paso por el molino de perlas**



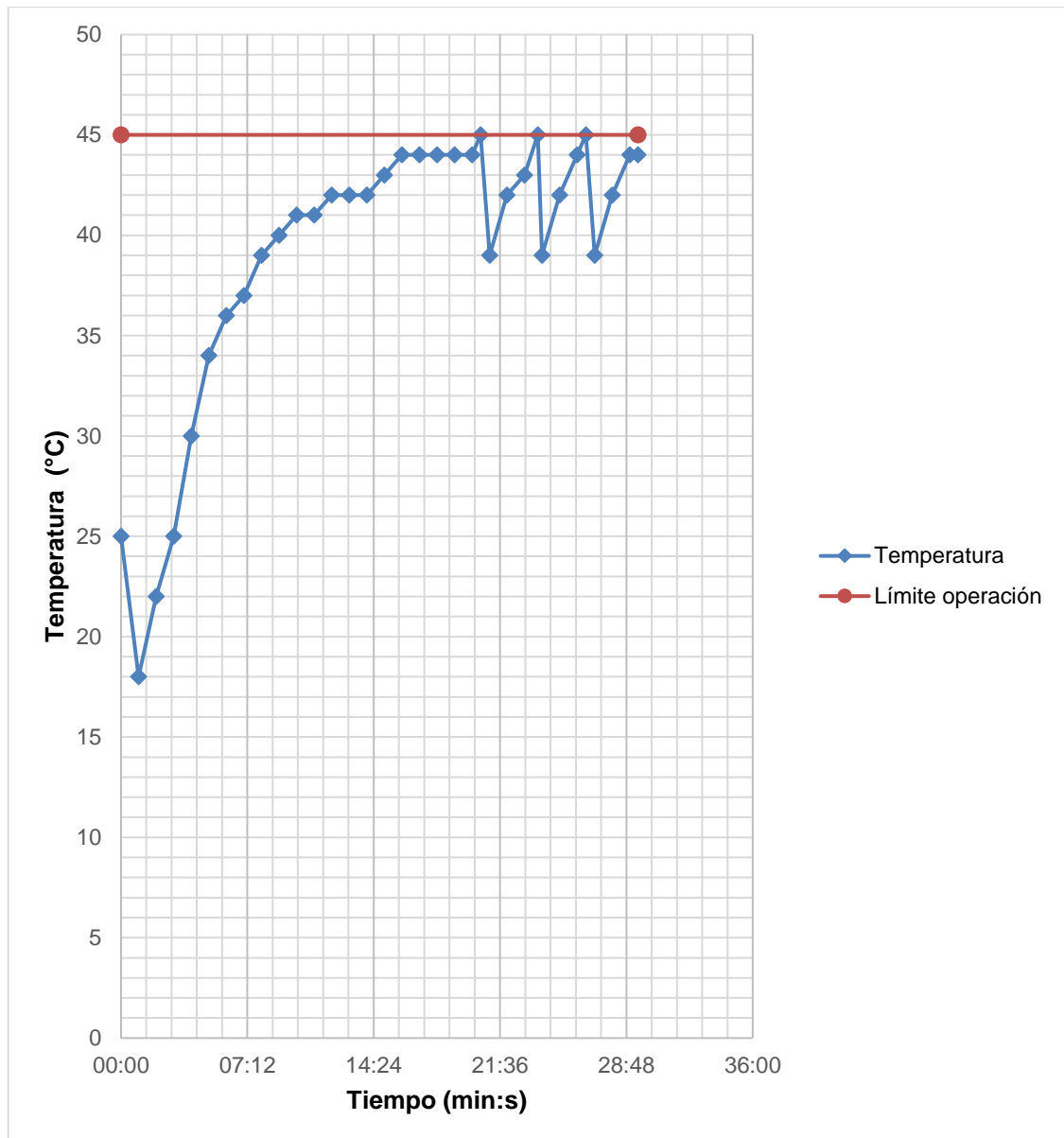
Fuente: elaboración propia.

Figura 23. Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del primer paso por el molino de perlas



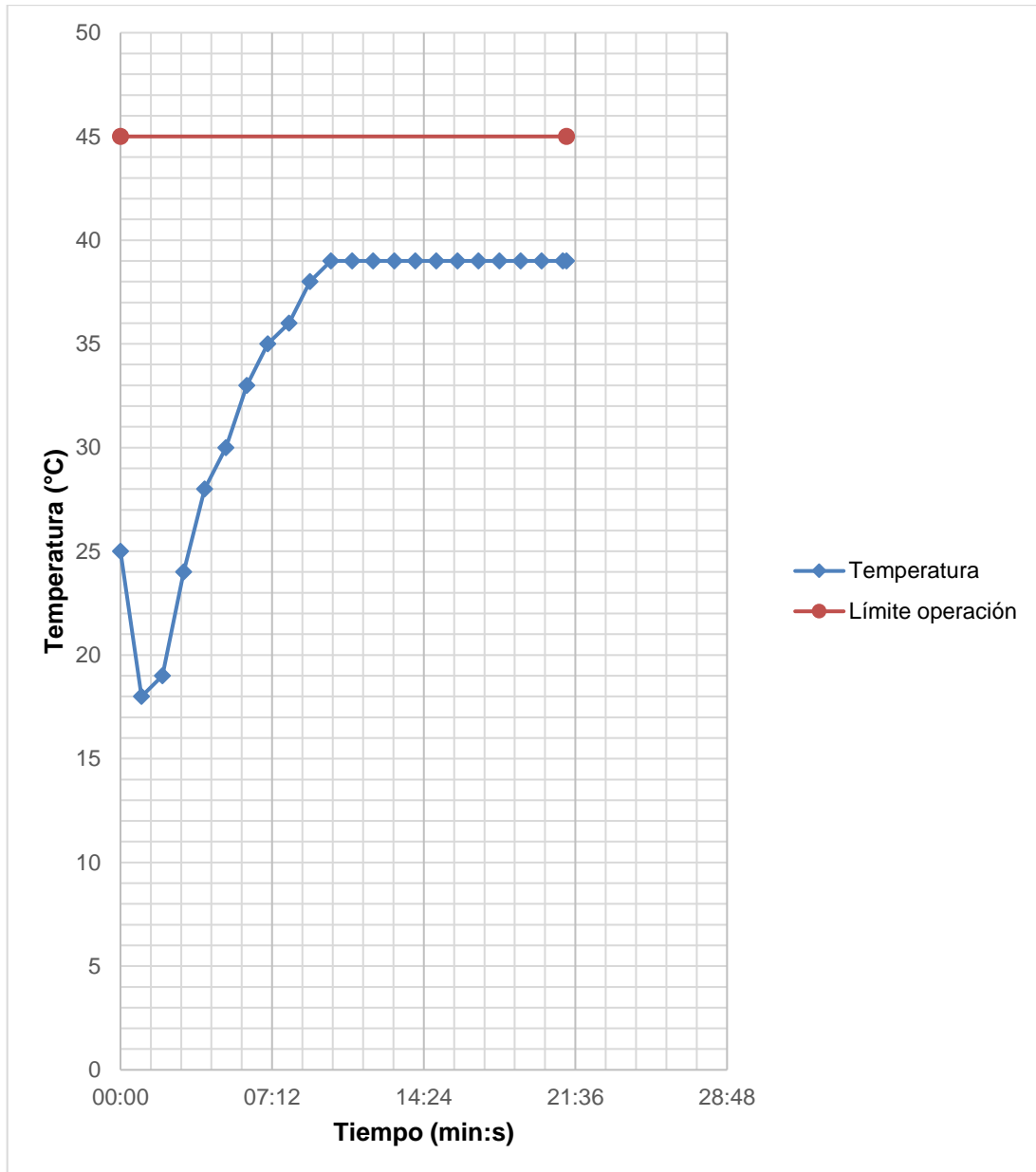
Fuente: elaboración propia.

Figura 24. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del segundo paso por el molino de perlas**



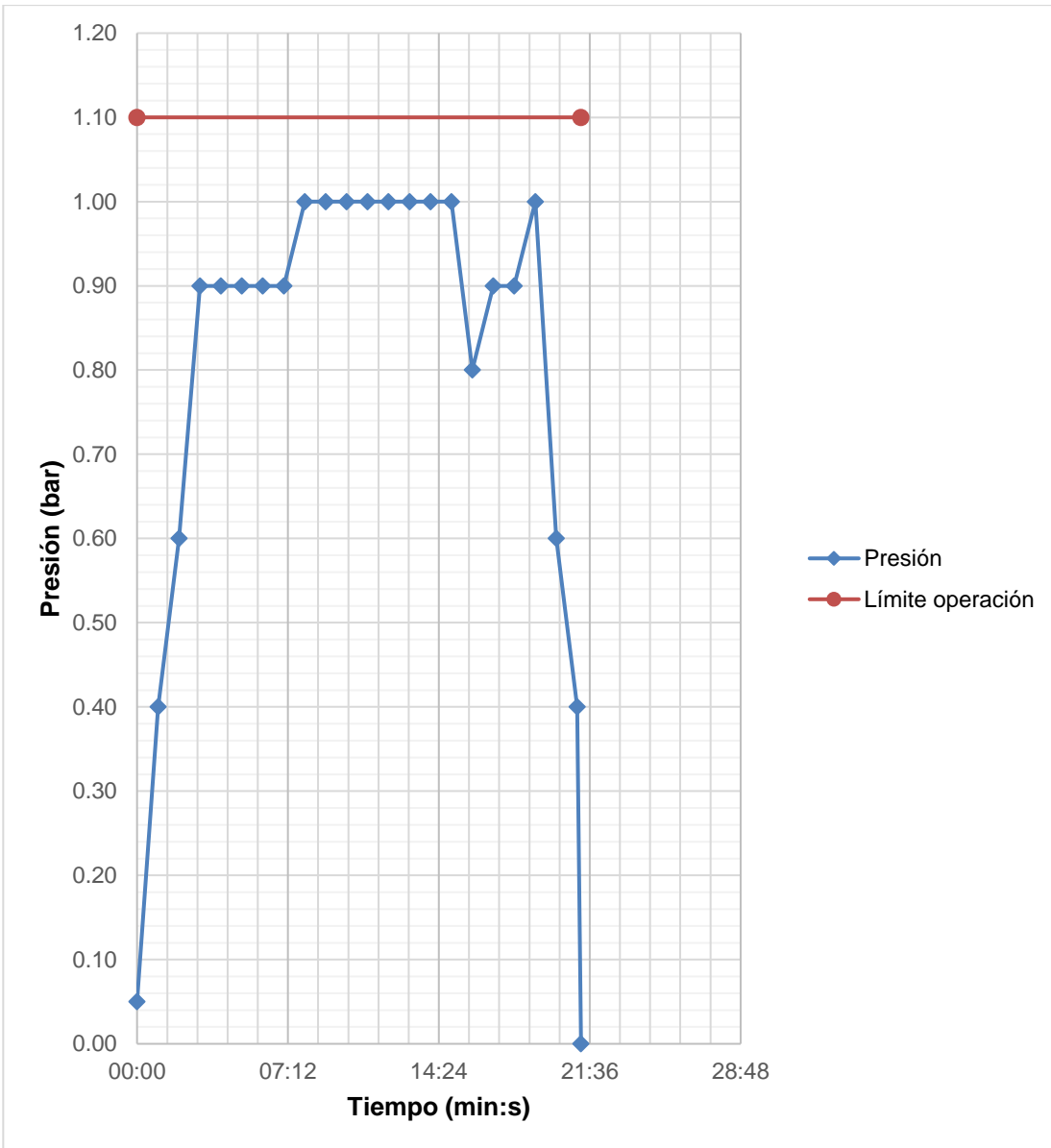
Fuente: elaboración propia.

Figura 26. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del tercer paso por el molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

Figura 27. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2A del tercer paso por el molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

4.6. Interpretación de resultados de mezcla 2A

En la figura 24 se muestran los tamaños de partícula D90 y D50 de la mezcla 2A a una concentración del 62 % de sólidos. Esta mezcla se operó a parámetros altos. En el primer paso por el molino de perlas se obtuvo un tamaño de partícula D90 de 6,32 μm , y se encuentra dentro de especificación. En el segundo paso se obtuvo un tamaño de partícula de 4,68 μm y en el tercer paso de 2,53 μm , ambos se encuentran dentro de especificación.

En la figura 25 se encuentra los porcentajes de sólidos retenidos en los tamices de 0,045 mm y 0,150 mm de la mezcla 2A. En el primer paso por el molino se obtuvo un porcentaje de sólidos retenidos de 0,6695 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,5737 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos porcentajes de sólidos se encuentran por encima de especificación. En el segundo paso se obtuvo 0,0988 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,0179 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos resultados se encuentran dentro de especificación. En el tercer paso por el molino se obtuvo 0,0034 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,0018 % en el tamiz de 0,150 mm.

Ambos porcentajes de sólidos retenidos se encuentran dentro de especificación nuevamente. En esta mezcla se pudo observar que el tamaño de partícula en el primer paso ya se encuentra dentro de especificación, sin embargo, los sólidos retenidos cumplen con la especificación hasta el segundo paso por el molino de perlas. En la práctica diaria, esto es un resultado común, que una variable de salida se encuentre en especificación mientras que otras aún no cumplen.

Con base en la experimentación se pudo observar que esto puede ser ocasionado por la misma naturaleza del ingrediente activo sólido. Este tiende a

formar aglomeraciones, incluso cuando se encuentra en suspensión, lo cual provoca una molienda no tan homogénea, dando como resultado en algunos casos bajos tamaños de partícula y sólidos retenidos en los tamices relativamente altos después de realizada la molienda.

De la figura 26 a 31 se muestran la temperatura y presión de operación del molino de perlas para los 3 pasos de la mezcla 2A en el molino. En el primer paso por el molino de esta mezcla se produjeron 12 paros por temperatura y ningún paro por presión. La presión después de los 7 minutos de iniciada la molienda se estabiliza en 0,80 bar. En esta mezcla se pudo moler los 4 000 gramos formulados en 31 minutos con 34 segundos a un flujo másico promedio de 126,59 g/min.

El segundo paso por el molino también presentó paros por alta temperatura, se registró en total 3 paros por esta causa. La presión durante toda la molienda se mantuvo en un valor entre 0,90 y 0,80 bar. Se completó la molienda en 29 minutos y 36 segundos a un flujo másico promedio de 127,12 g/min.

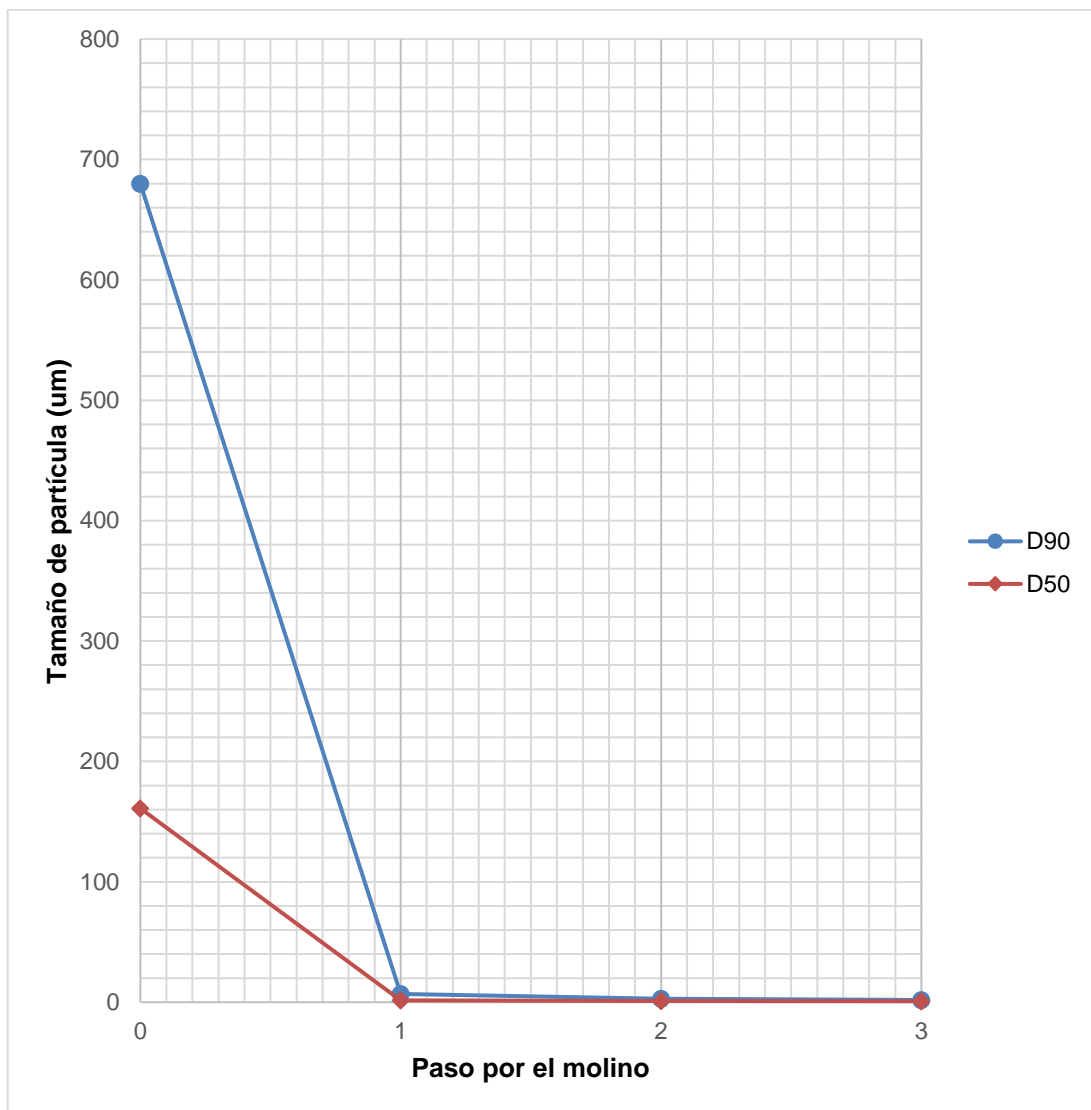
El tercer paso por el molino no presentó paro alguno. Como se mencionó en la mezcla 1A, las altas temperaturas son originadas por la alta concentración de sólidos en la suspensión concentrada. La temperatura se mantuvo aproximadamente entre 38 y 39 °C y la presión entre 1,00 y 0,90 bar. Se molió en 21 minutos y 11 segundos a un flujo másico de 158,02 g/min.

En comparación con la mezcla 1A operada a condiciones bajas, esta se operó a condiciones altas, y debido al alto flujo másico la presión se mantiene más elevada evitando llegar al límite de operación y así evitar comprimir las perlas y dañar el molino de perlas.

4.7. Resultados de mezcla 1B

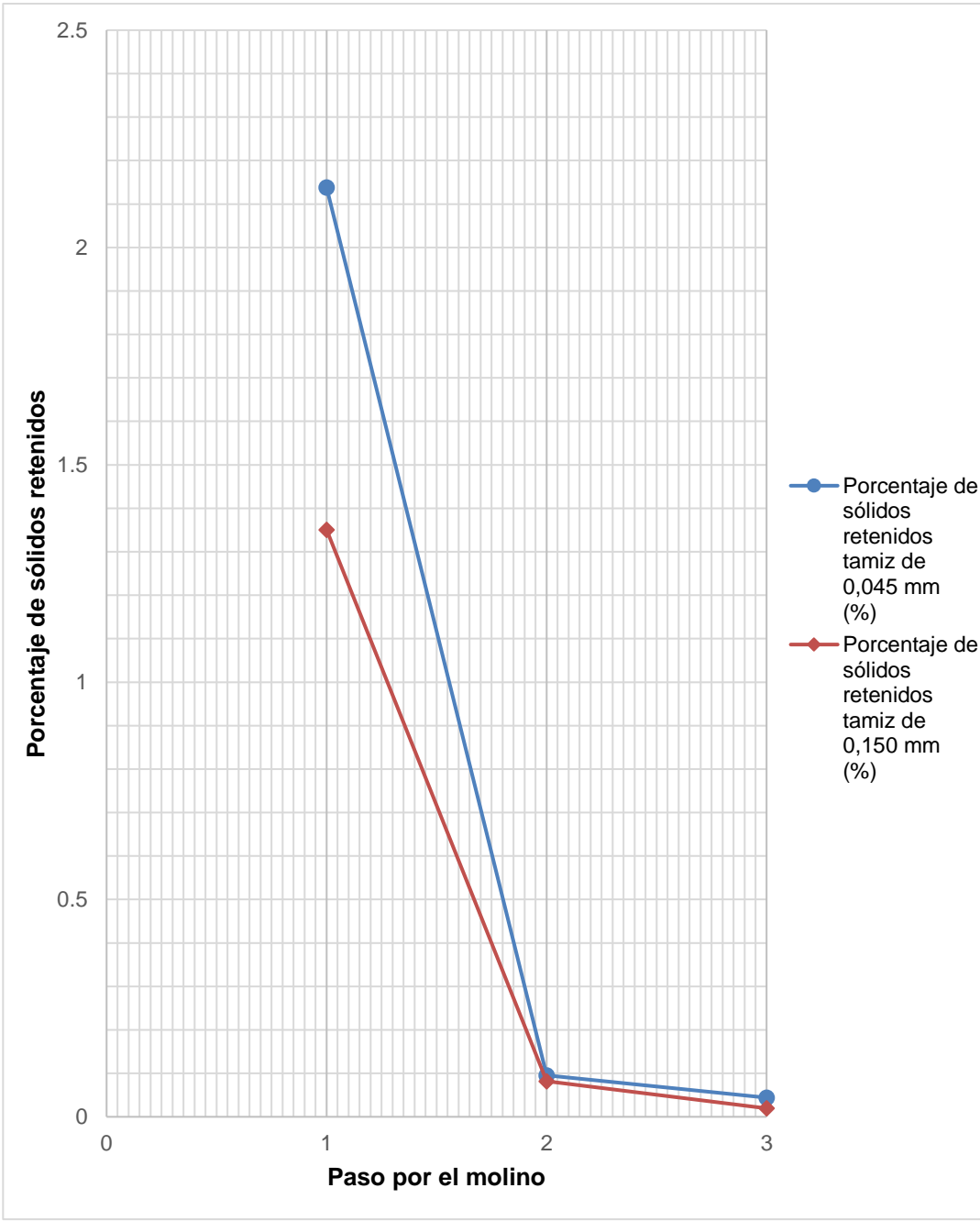
A continuación, se muestran los resultados de la mezcla 1B.

Figura 28. **Tamaño de partícula en función del paso por el molino de mezcla 1B concentración al 59 %**



Fuente: elaboración propia.

Figura 29. **Porcentaje de sólidos retenidos en tamices en función del paso por el molino de mezcla 1B concentración al 59 %**



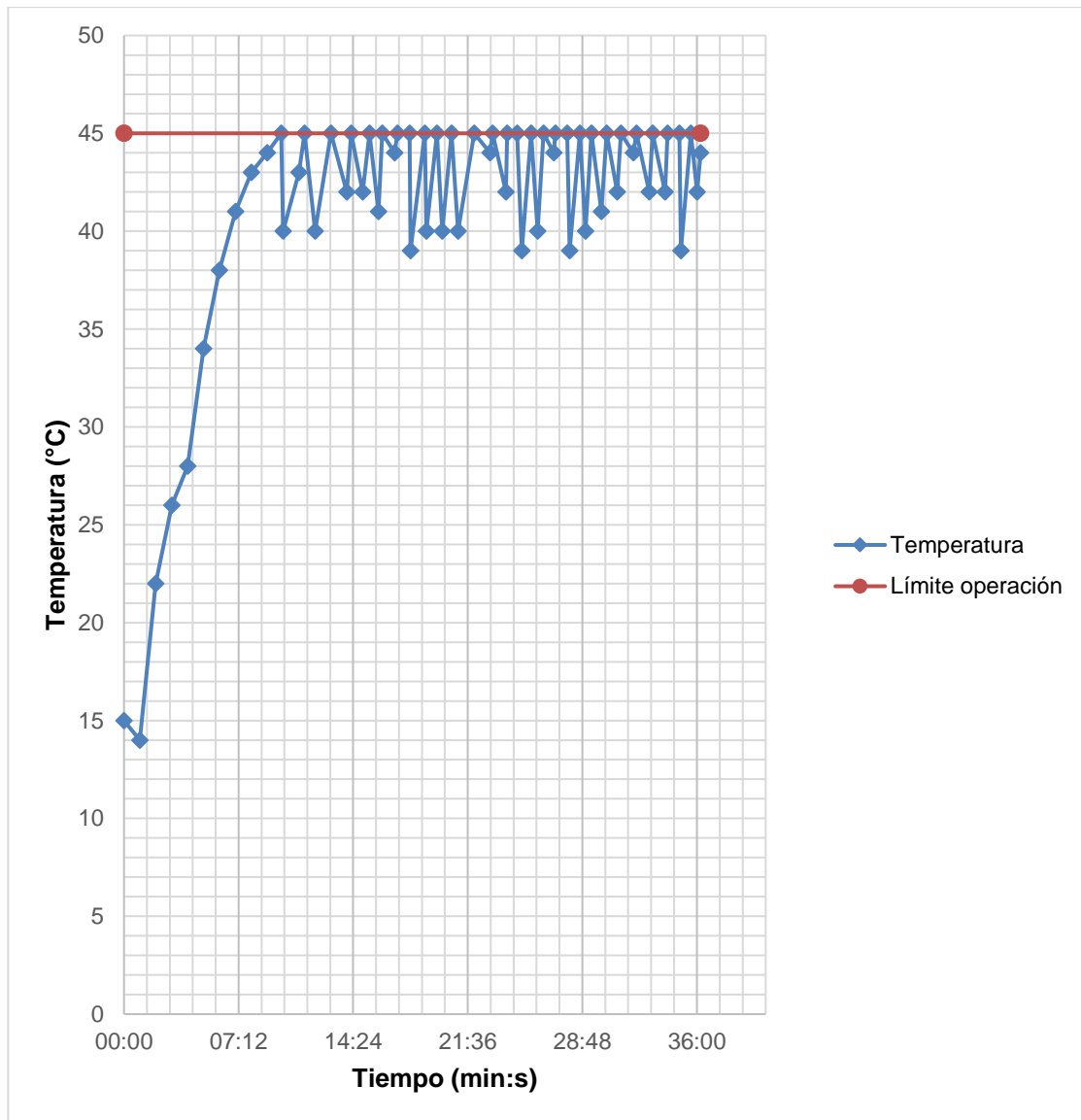
Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **Datos de tamaño de partícula y porcentajes de sólidos retenidos de mezcla 1B concentración al 59 %**

Mezcla 1B nivel bajo de operación concentración al 59 %				
	Flujo bomba (0,25)	Temperatura de la mezcla (15°C)	RPM BAJO	Flujo másico promedio 113,21 g/min
	Tamaño de partícula D90 (µm)	Tamaño de partícula D50 (µm)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,045 mm (%)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,150 mm (%)
Inicial	680,00	161,00		
Paso 1	6,97	1,46	2,1383	1,3508
Paso 2	2,75	1,04	0,0951	0,0821
Paso 3	1,86	0,81	0,0441	0,0195

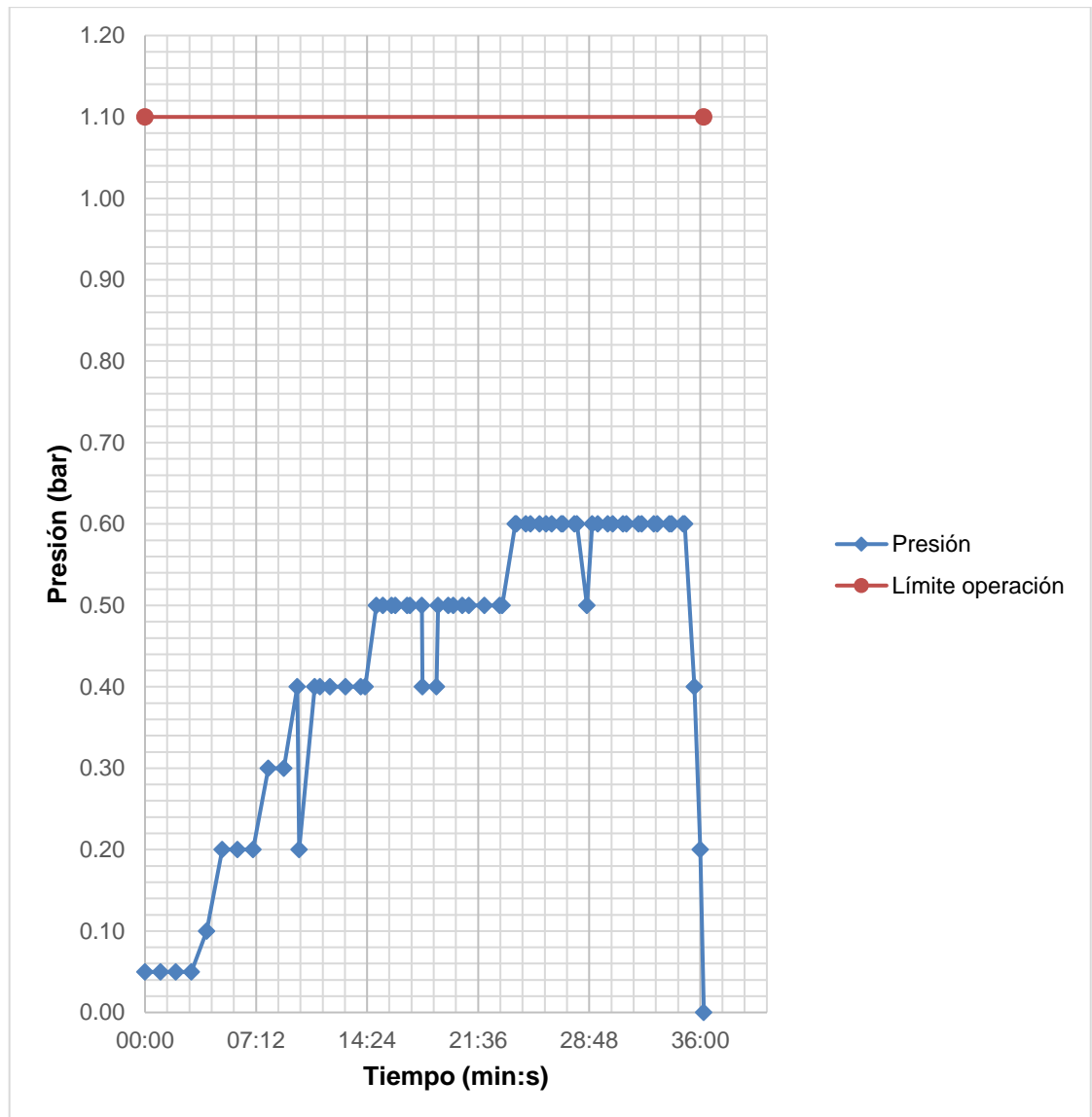
Fuente: elaboración propia.

Figura 30. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del primer paso por el molino de perlas**



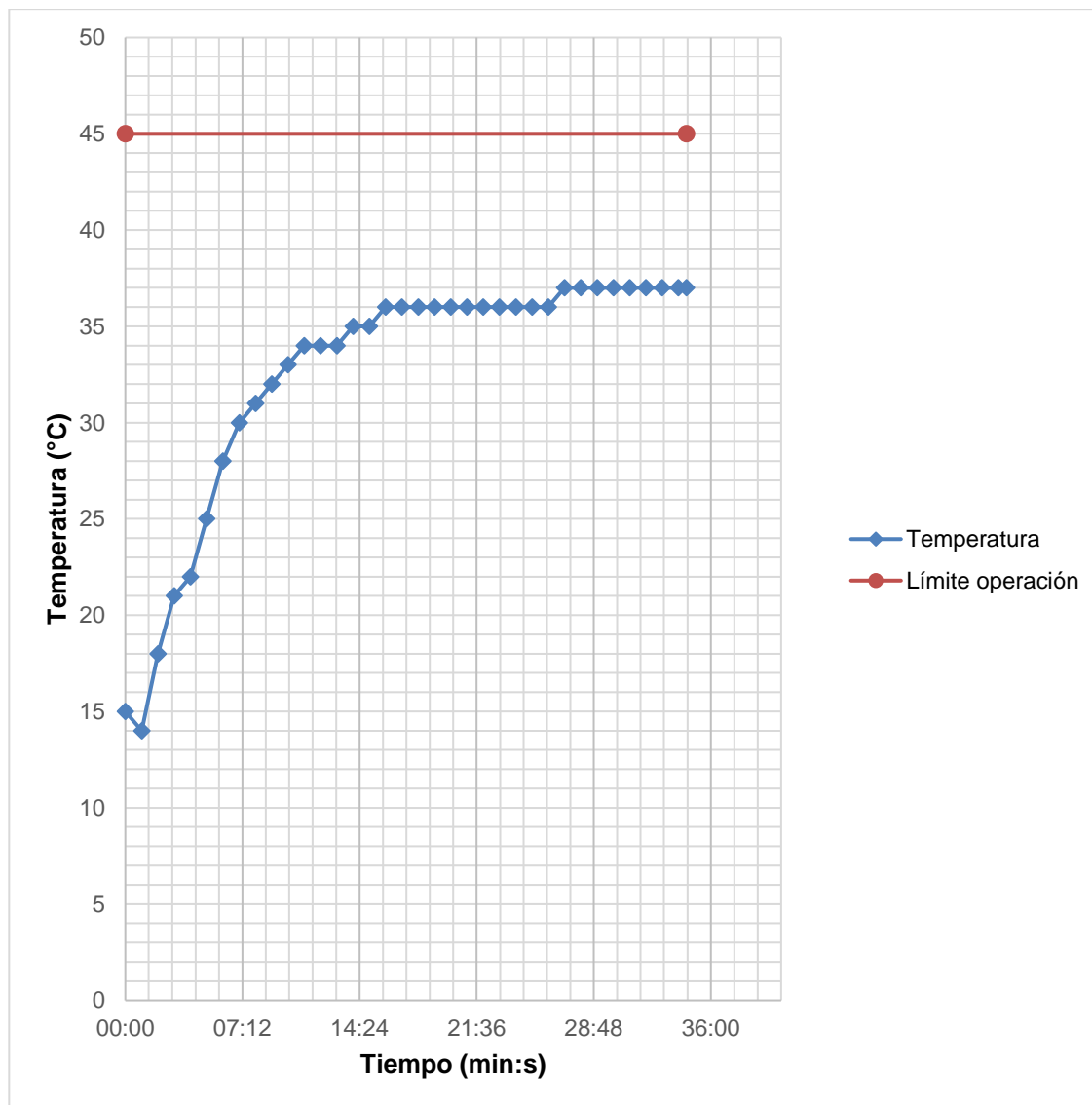
Fuente: elaboración propia.

Figura 31. Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del primer paso por el molino de perlas



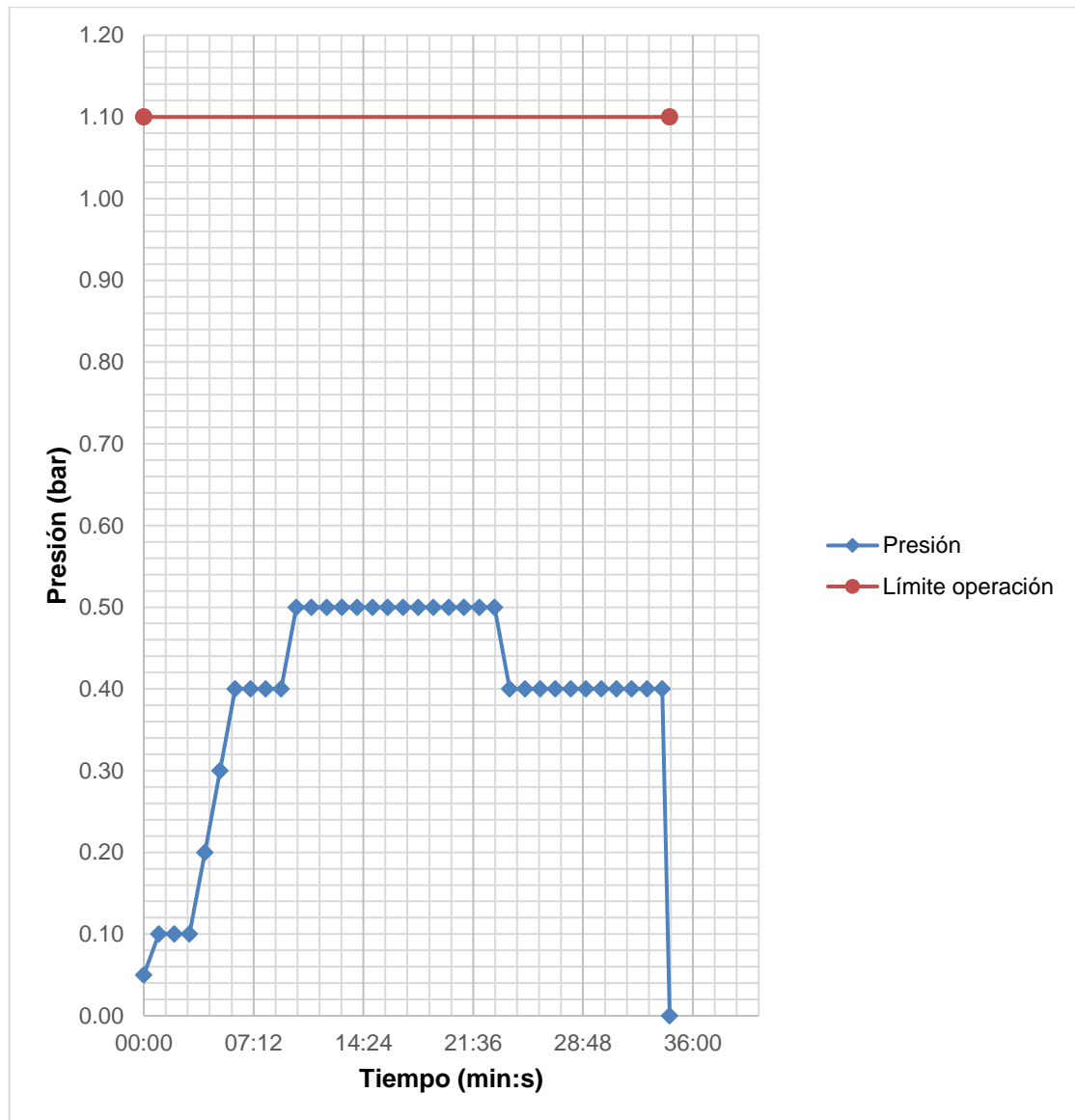
Fuente: elaboración propia.

Figura 32. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del segundo paso por el molino de perlas**



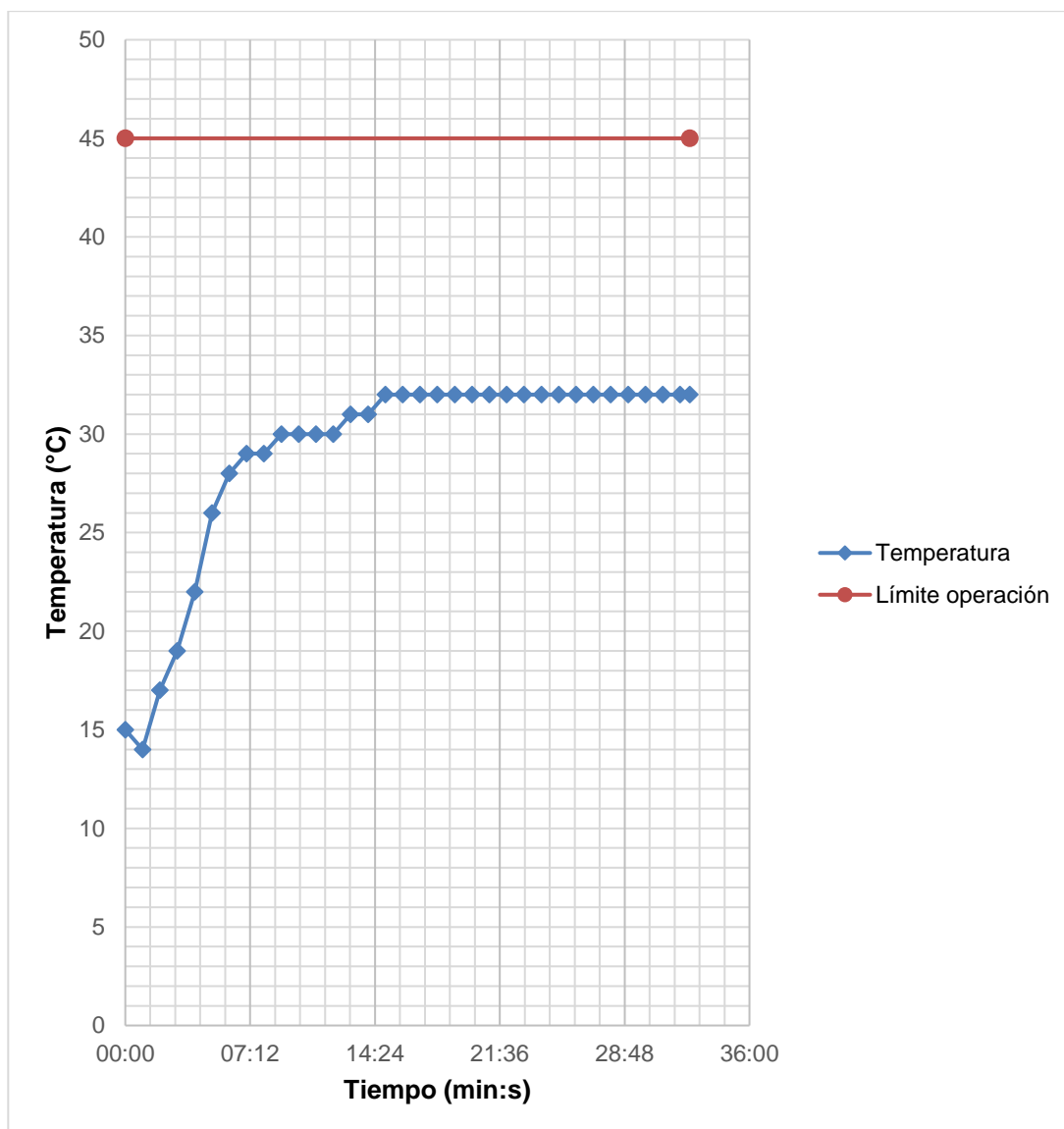
Fuente: elaboración propia.

Figura 33. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del segundo paso por el molino de perlas**



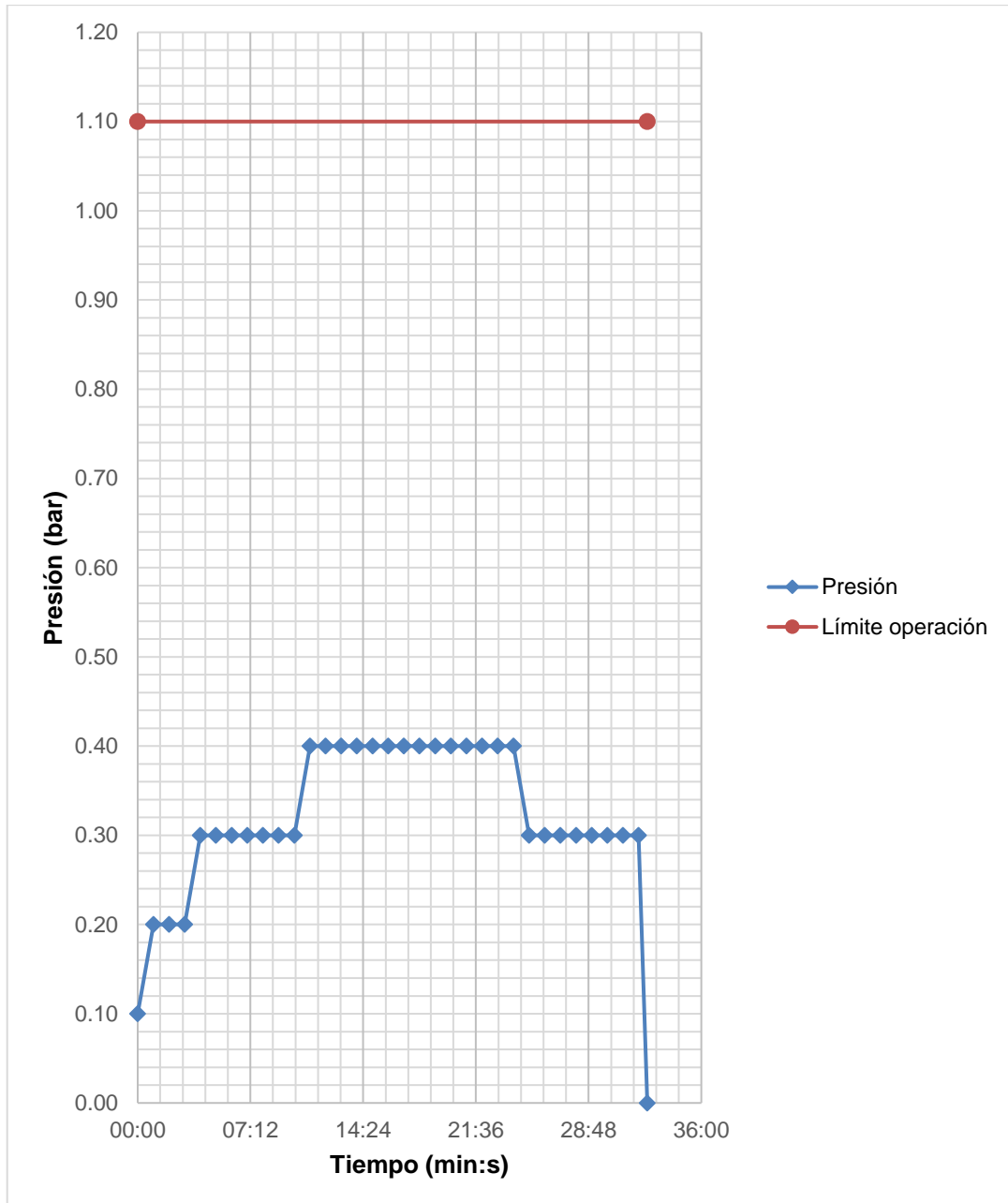
Fuente: elaboración propia.

Figura 34. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del tercer paso por el molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

Figura 35. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 1B del tercer paso por el molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

4.8. Interpretación de resultados de mezcla 1B

En la figura 32 se muestran los tamaños de partícula D90 y D50 de la mezcla 1B al 59 % de concentración de sólidos. Esta mezcla se operó a condiciones bajas. En el primer paso por el molino de perlas se obtuvo un tamaño de partícula D90 de 6,97 μm , que se encuentra ligeramente por encima de especificación. En el segundo y tercer paso por el molino se obtuvo un tamaño de partícula de 2,75 μm y 1,86 μm . Ambos se encuentran dentro de especificación.

En la figura 33 se muestra los porcentajes de sólidos retenidos en los tamices de 0,045 mm y 0,150 mm de la mezcla 1B. En el primer paso por el molino se obtuvo un porcentaje de sólidos retenidos en el tamiz de 0,045 mm de 2,1383 % y en el tamiz de 0,150 mm de 1,3508 %. Ambos resultados se encuentran por encima de especificación.

En el segundo paso por el molino se obtuvo 0,0951 % en el tamiz de 0,045mm y 0,0821 % en el tamiz de 0,150mm. En este paso los sólidos retenidos en el tamiz de 0,045 mm si se encuentran dentro de especificación.

En el tercer paso por el molino se obtuvo un porcentaje de sólidos de 0,0441 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,0195 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos porcentajes de sólidos retenidos se encuentran dentro de especificación hasta el tercer paso. Como se expuso en la mezcla 2A que unos parámetros estén dentro de especificación en un paso determinado por el molino y otros no, puede deberse a las aglomeraciones formadas por el ingrediente activo sólido.

Esta mezcla es la única que todas las variables de salida se encuentran dentro de especificaciones por casa matriz hasta el tercer paso por el molino.

De la figura 34 a 39 se muestran la temperatura y presión de operación del molino de perlas para los 3 pasos de la mezcla 1B en el molino. El primer paso por el molino registró un total de 26 paros por temperatura y 1 paro por tapón. El paro por tapón se registró a los 20 minutos y 35 segundos de iniciado la molienda. El tapón se debió al bajo flujo másico con el que se operó dicha mezcla, ocasionando que junto a la alta temperatura del molino los sólidos se solidificaran. Sin embargo, el tapón se removió y se siguió con la molienda.

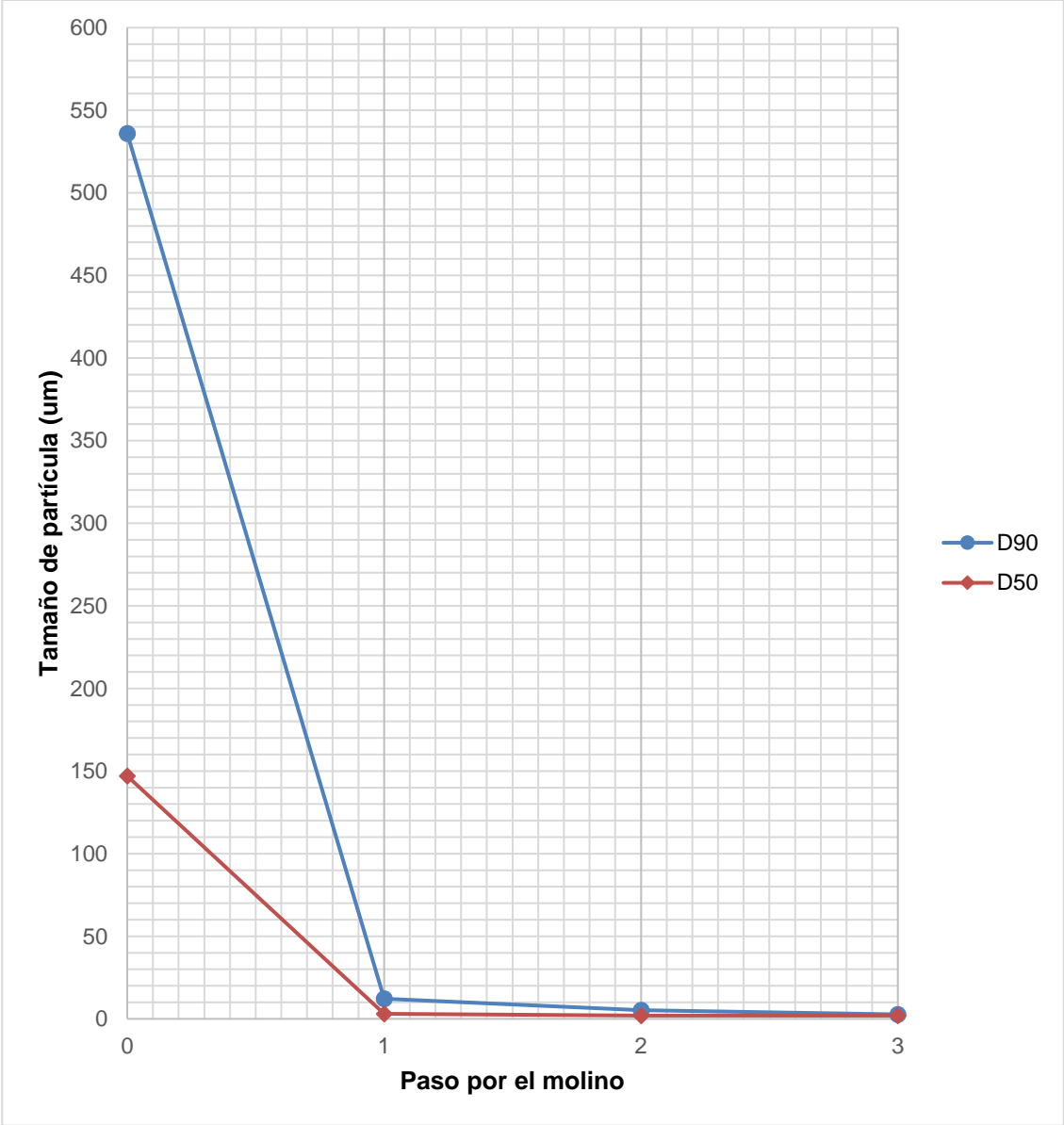
Esta mezcla presentó la mayor cantidad de paros por temperatura. Esto se debió de igual forma al bajo flujo de alimentación y las bajas revoluciones por minuto del molino de perlas, lo que ocasiona que la suspensión concentrada pase mayor tiempo en la cámara de molienda. La presión se mantuvo entre 0,60 y 0,50 bar. Se molió los 4 200 gramos formulados en 36 minutos y 14 segundos a un flujo másico aproximado de 115,93 g/min.

El segundo y tercer paso por el molino no presentaron ningún paro por temperatura o presión. El segundo paso por el molino se terminó en 34 minutos y 29 segundos a un flujo másico de 113,11 g/min. El tercer paso se completó en 32 minutos y 33 segundos con un flujo másico de 110,6 g/min.

4.9. Resultados de mezcla 2B

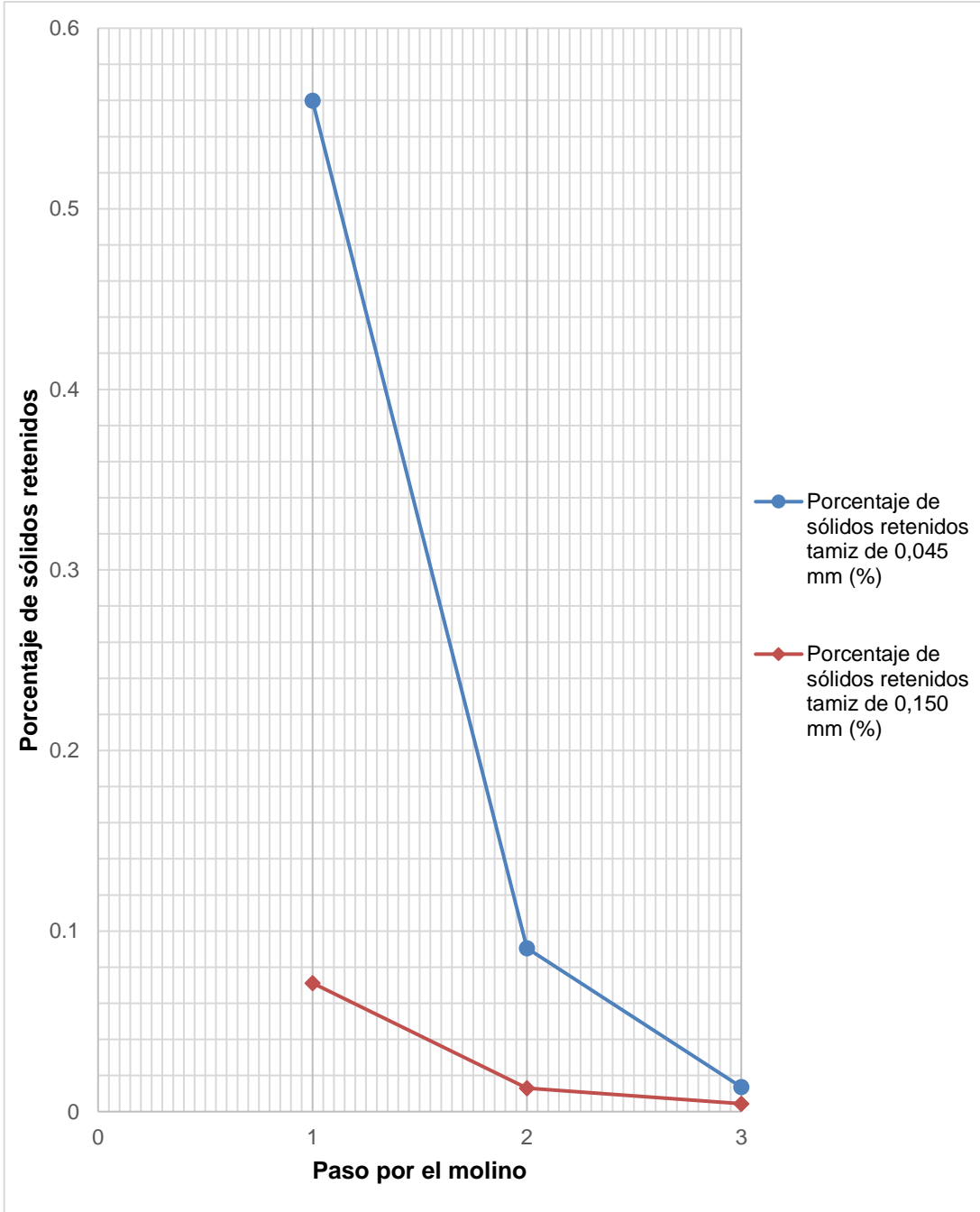
A continuación, se muestran los resultados de la mezcla 2B.

Figura 36. **Tamaño de partícula en función del paso por el molino de mezcla 2B Concentración al 59 %**



Fuente: elaboración propia.

Figura 37. **Porcentaje de sólidos retenidos en tamices en función del paso por el molino de mezcla 2B concentración al 59 %**



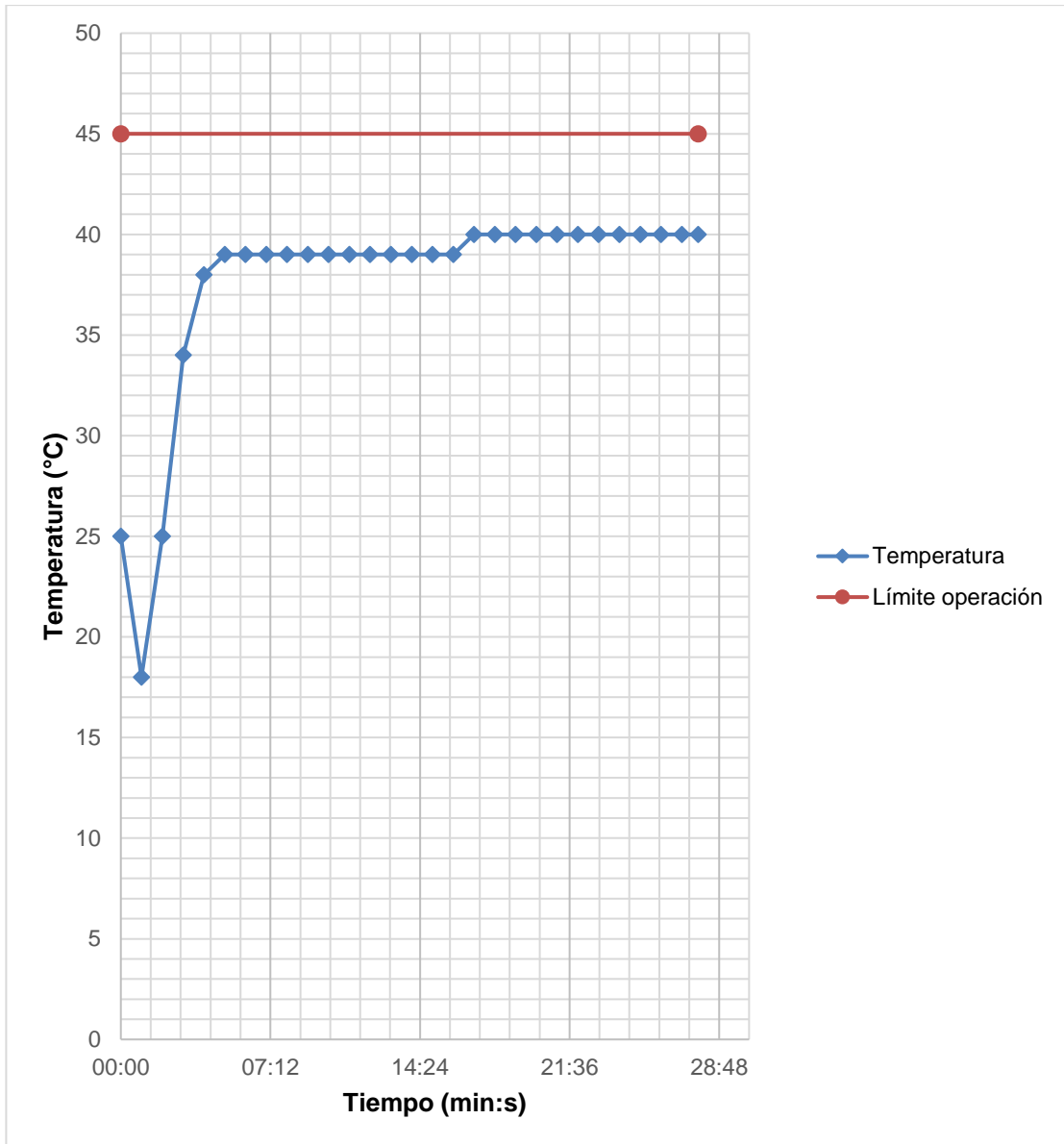
Fuente: elaboración propia.

Tabla XVI. **Datos de tamaño de partícula y porcentajes de sólidos retenidos de mezcla 2B concentración al 59 %**

Mezcla 2C nivel alto de operación concentración al 59 %				
	Flujo Bomba (0,35)	Temperatura de la mezcla (25°C)	RPM ALTO	Flujo másico promedio 152,40 g/min
	Tamaño de partícula D90 (µm)	Tamaño de partícula D50 (µm)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,045 mm (%)	Porcentaje de sólidos retenidos tamiz de 0,150 mm (%)
Inicial	539,00	147,00		
Paso 1	12,20	3,00	0,5599	0,0712
Paso 2	5,22	1,99	0,0905	0,0130
Paso 3	2,70	2,04	0,0136	0,0044

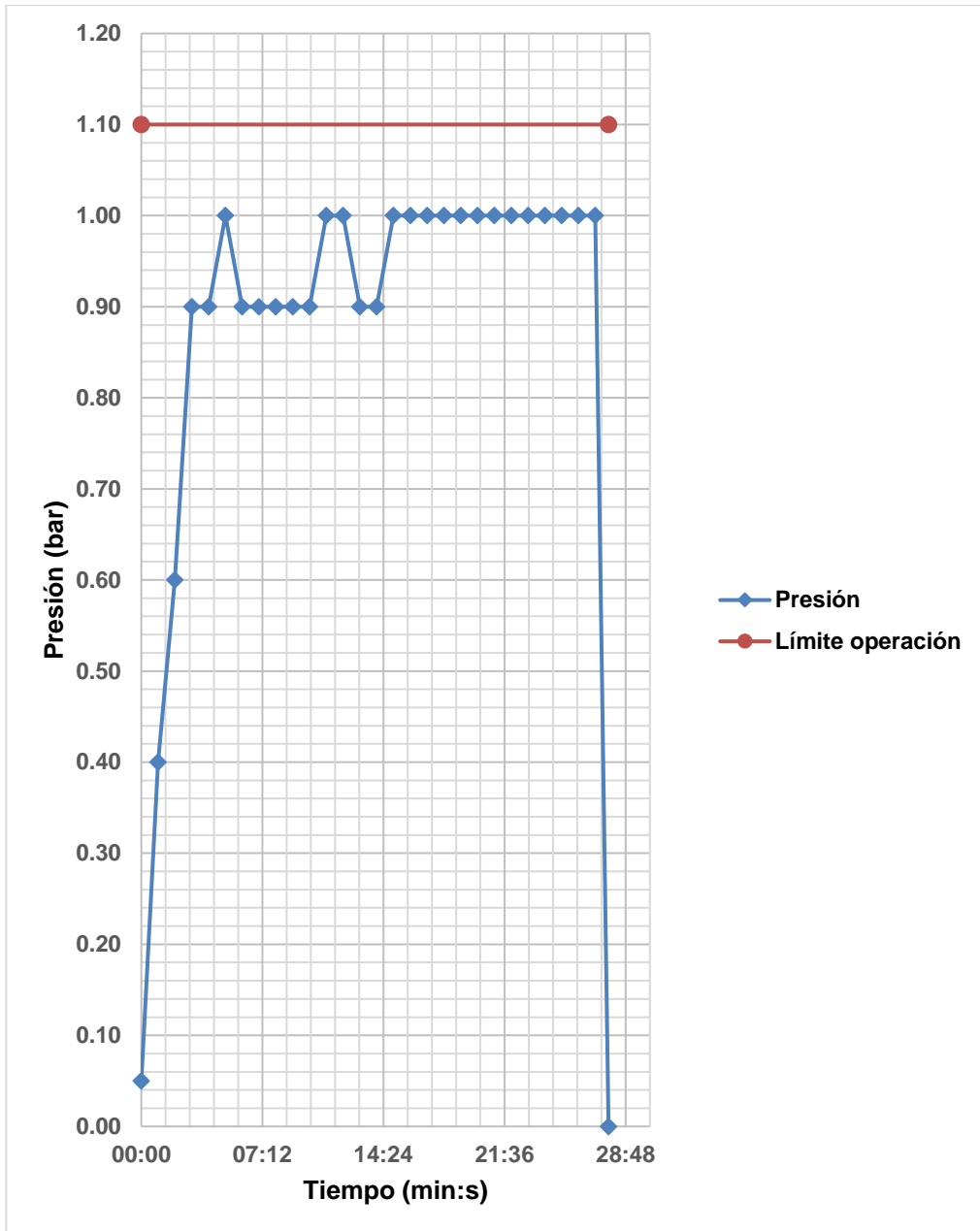
Fuente: elaboración propia.

Figura 38. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del primer paso por el molino de perlas**



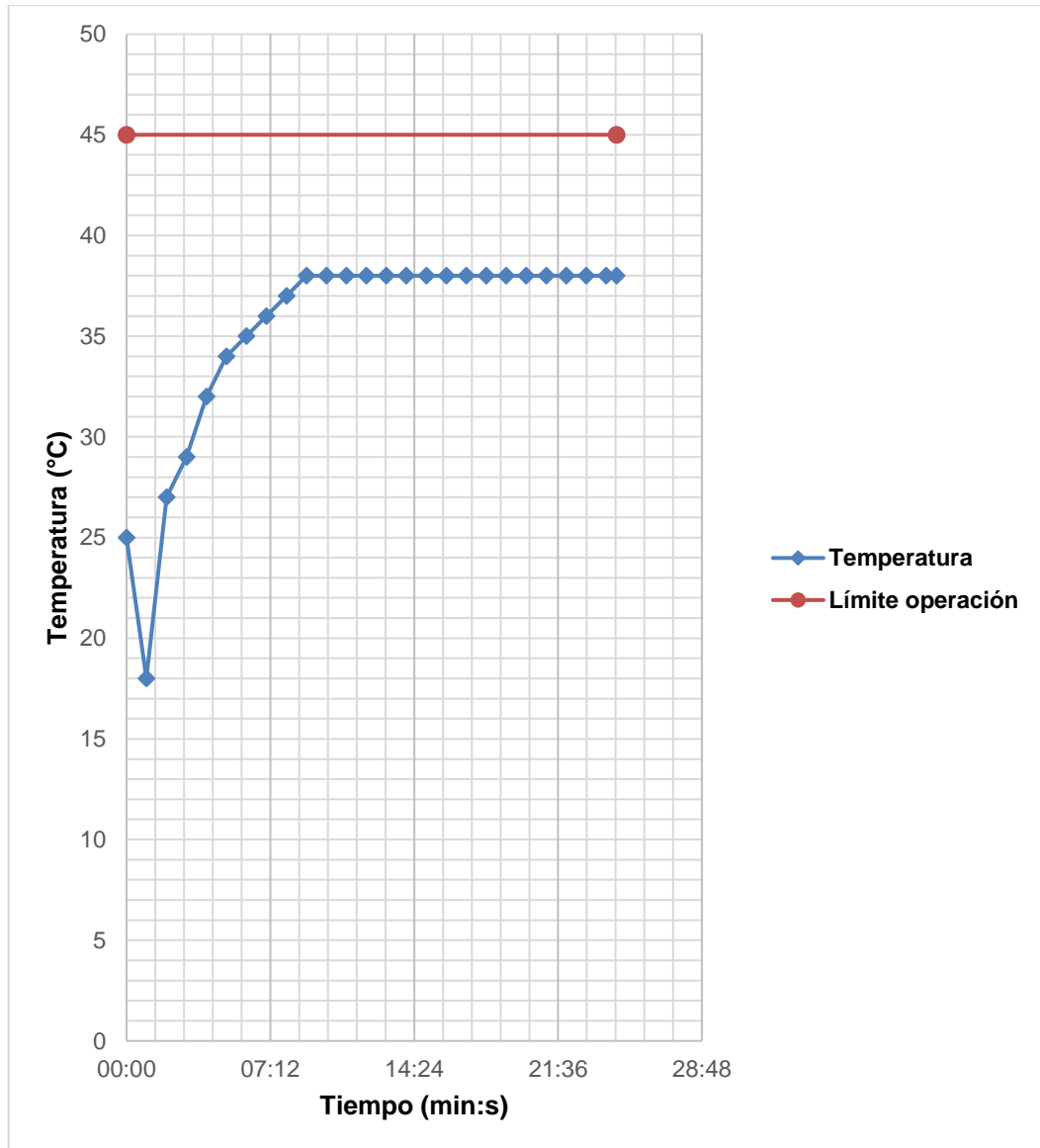
Fuente: elaboración propia.

Figura 39. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del primer paso por el molino de perlas**



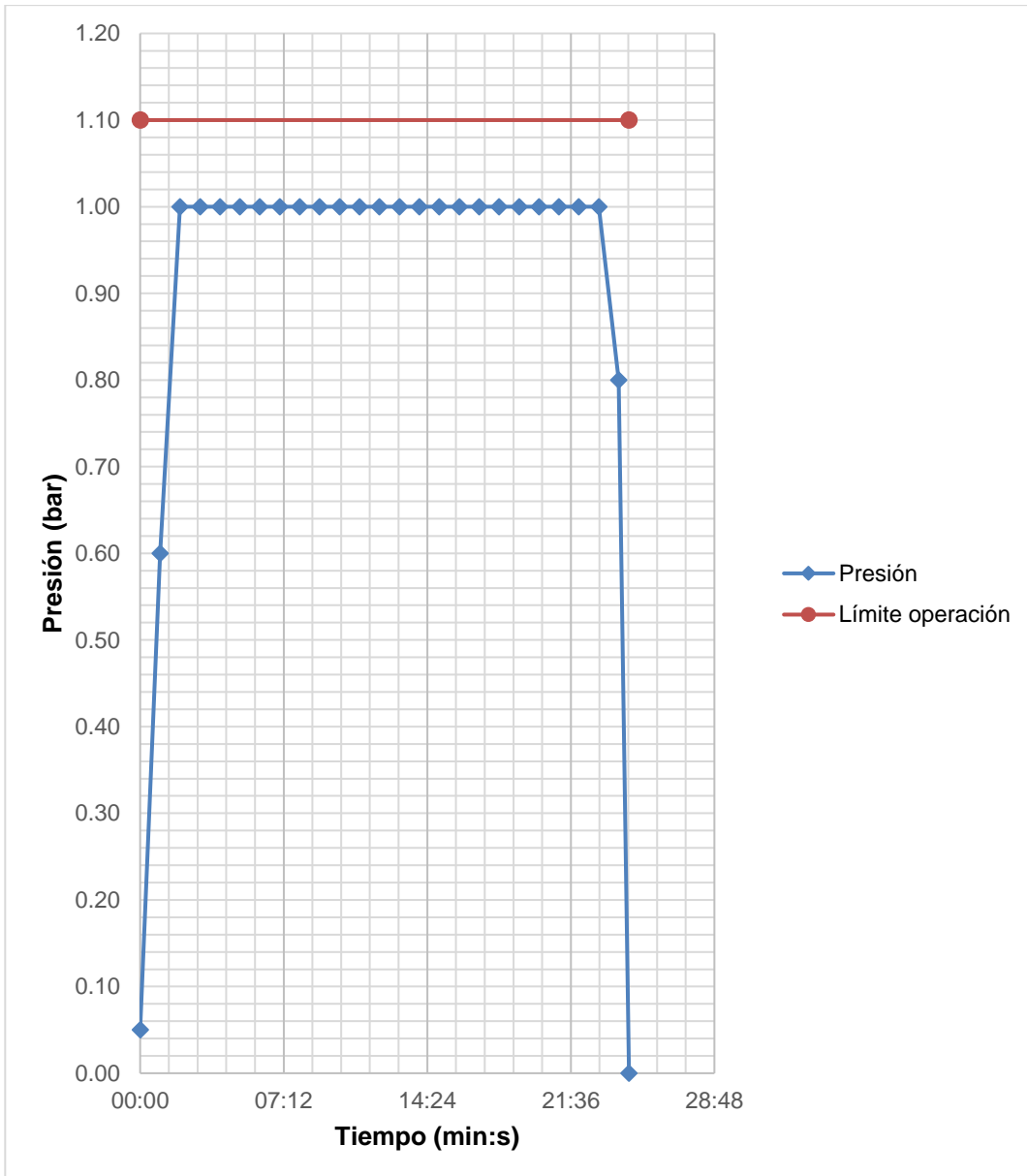
Fuente: elaboración propia.

Figura 40. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del segundo paso por el molino de perlas**



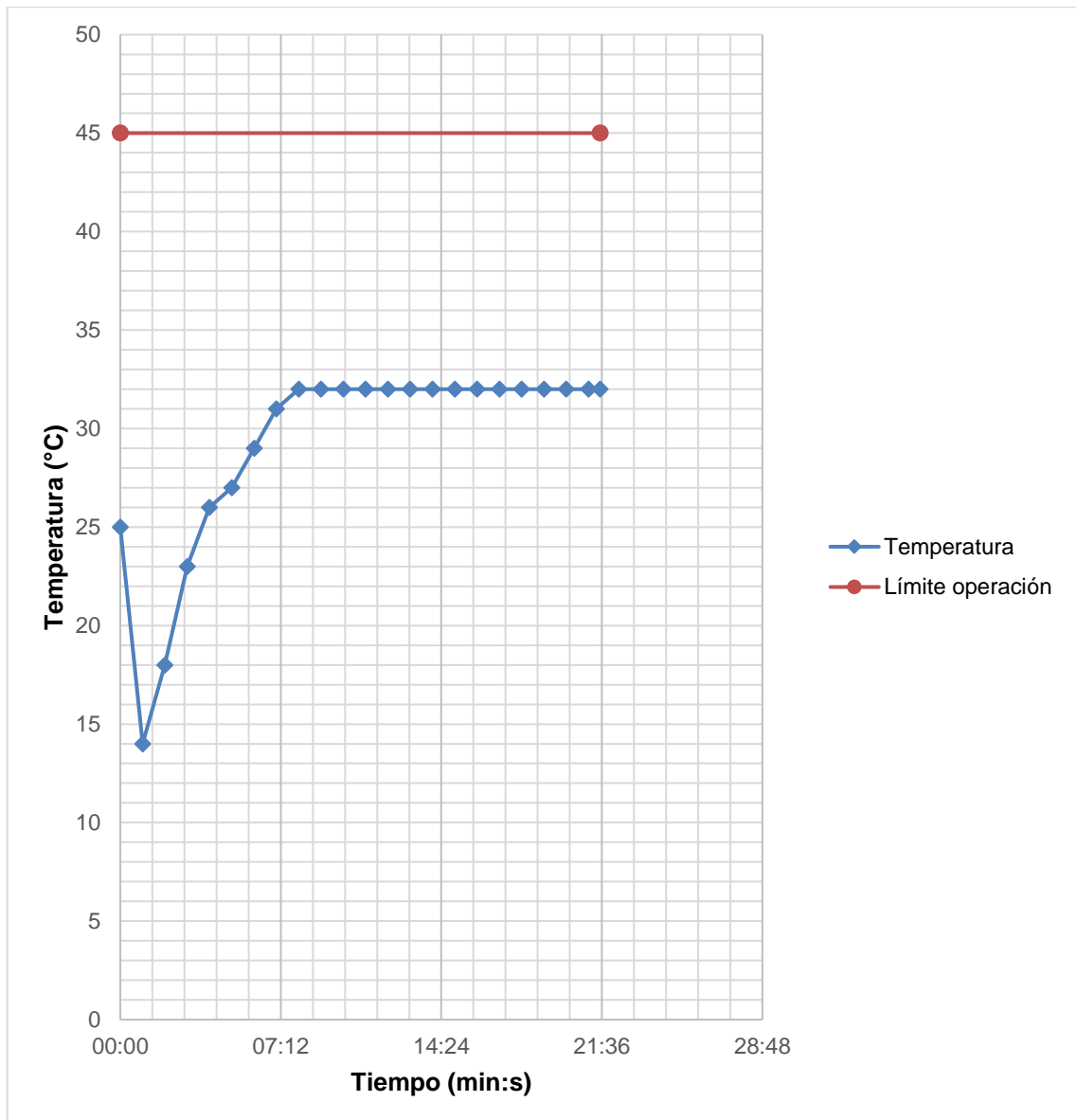
Fuente: elaboración propia.

Figura 41. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del segundo paso por el molino de perlas**



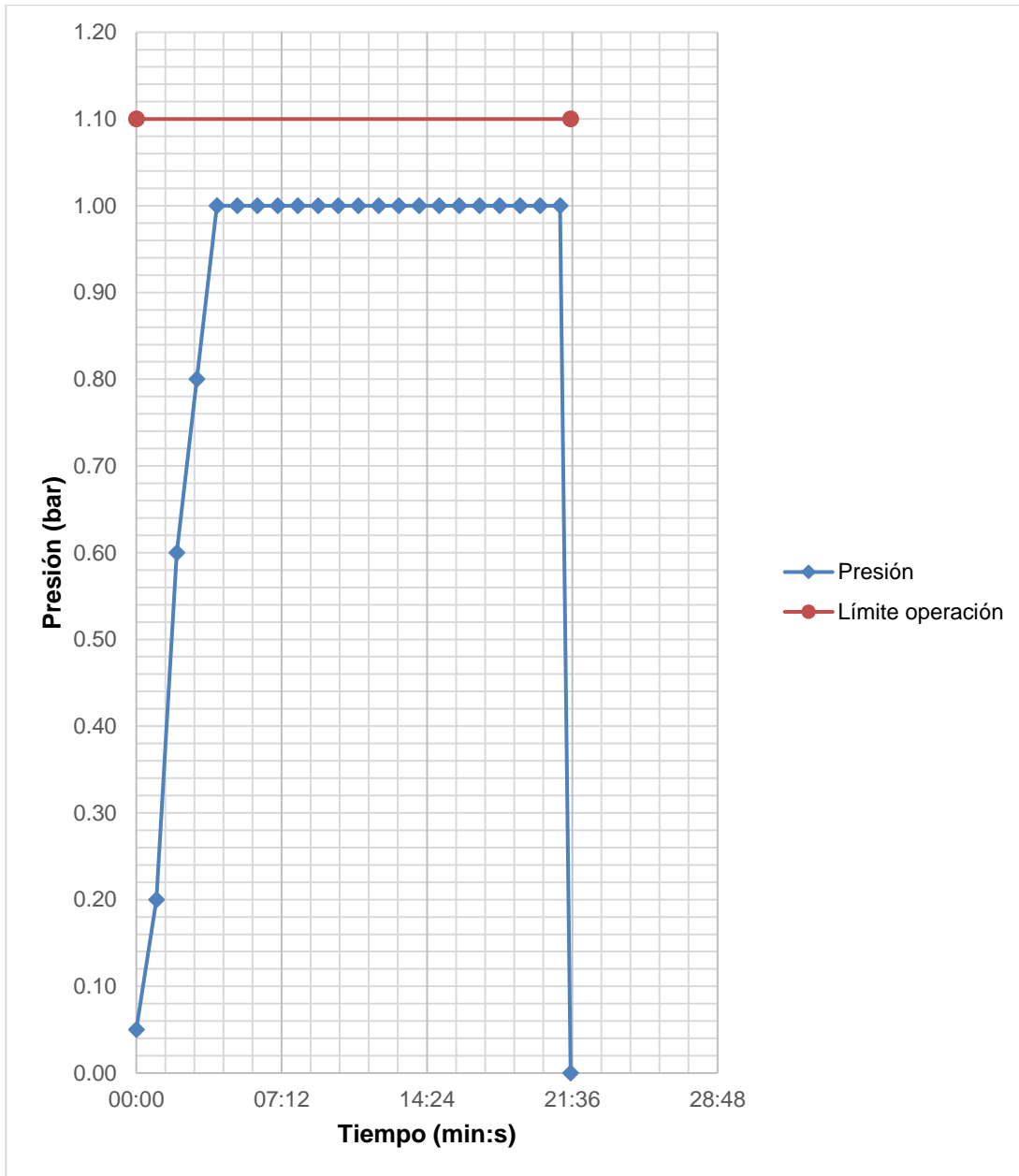
Fuente: elaboración propia.

Figura 42. **Temperatura de la mezcla dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del tercer paso por el molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

Figura 43. **Presión dentro del molino en función del tiempo de operación de la mezcla 2B del tercer paso por el molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

4.10. Interpretación de resultados de mezcla 2B

En la figura 40 se muestran los tamaños de partícula D90 y D50 de la mezcla 2B a una concentración del 59 % de sólidos. Esta mezcla fue operada a parámetros altos de operación. En el primer paso por el molino de perlas el tamaño de partícula D90 de la mezcla fue de 12,20 μm , y se encuentra por encima de especificación. En el segundo paso por el molino se obtuvo un tamaño de partícula de 5,22 μm , este se encuentra dentro de especificación, al igual que el tercer paso por el molino, con un tamaño de partícula de 2,70 μm .

En la figura 41 se muestra los porcentajes de sólidos retenidos en los tamices de 0,045 mm y 0,150 mm de la mezcla 2B. En el primer paso por el molino se obtuvo un porcentaje de sólidos retenidos de 0,5599 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,0712 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos resultados se encuentran por encima de especificación. En el segundo paso por el molino se obtuvo 0,0905 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,0130 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos porcentajes de sólidos se encuentran dentro de especificación. En el tercer paso se obtuvo 0,0136 % en el tamiz de 0,045 mm y 0,0044 % en el tamiz de 0,150 mm. Ambos resultados se encuentran dentro de especificación. En esta mezcla se encontró que tanto el tamaño de partícula D90, así como el porcentaje de sólidos en los tamices de 0,045 mm y 0,150 mm se encuentran dentro de especificación en el segundo paso por el molino.

De la figura 42 a 47 se muestran la temperatura y presión de operación del molino de perlas para los 3 pasos de la mezcla 2B en el molino. En esta mezcla no se presentó ningún paro por temperatura o presión en ninguno de los pasos. No obtener ningún paro por temperatura se debe principalmente a dos factores. La primera es el alto flujo másico, lo que ocasiona que la mezcla no se acumule y pase demasiado tiempo dentro de la cámara de molienda. La segunda se debe

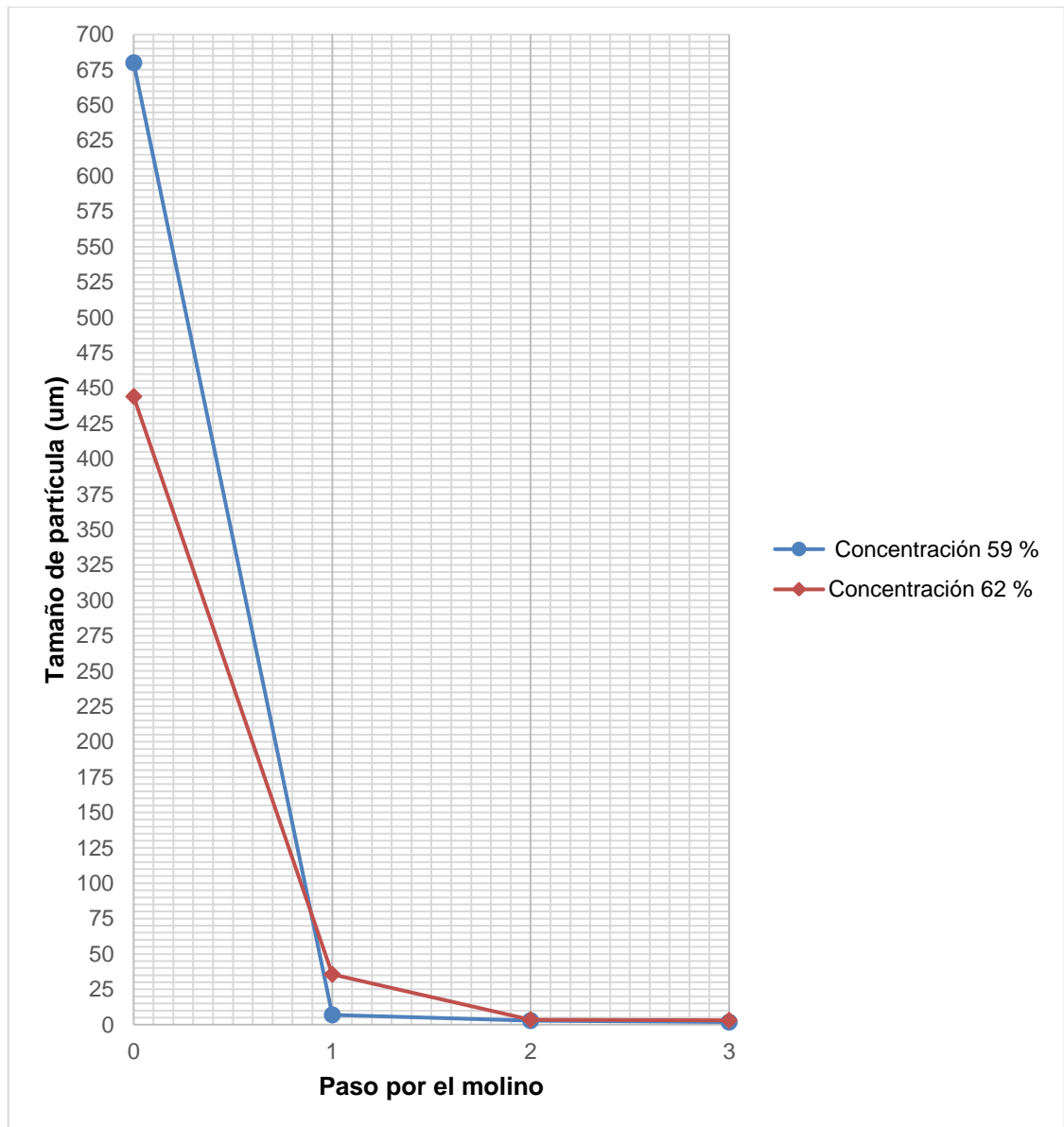
a la menor concentración de sólidos en la mezcla. Esto ocasiona menor fricción entre los sólidos del ingrediente activo y las perlas del molino. Además, al existir más agua en la mezcla, esta puede absorber más calor producto de la fricción entre los componentes móviles del molino y los sólidos, derivando en una temperatura que sube más lentamente y permaneciendo constante durante ciertos intervalos de tiempo.

En el primer paso la temperatura se estabilizó entre 38 y 40 °C. La presión se mantuvo entre 1,00 y 0,90 bar. El primer paso por el molino se completó en 27 minutos y 47 segundos a un flujo másico promedio de 151,19 g/min. El segundo paso en 24 minutos y 31 segundos a un flujo másico de 154,98 g/min. El tercer paso se completó en 21 minutos y 31 segundos con un flujo másico de 151,02 g/min.

4.11. Comparación de los resultados obtenidos de las mezclas

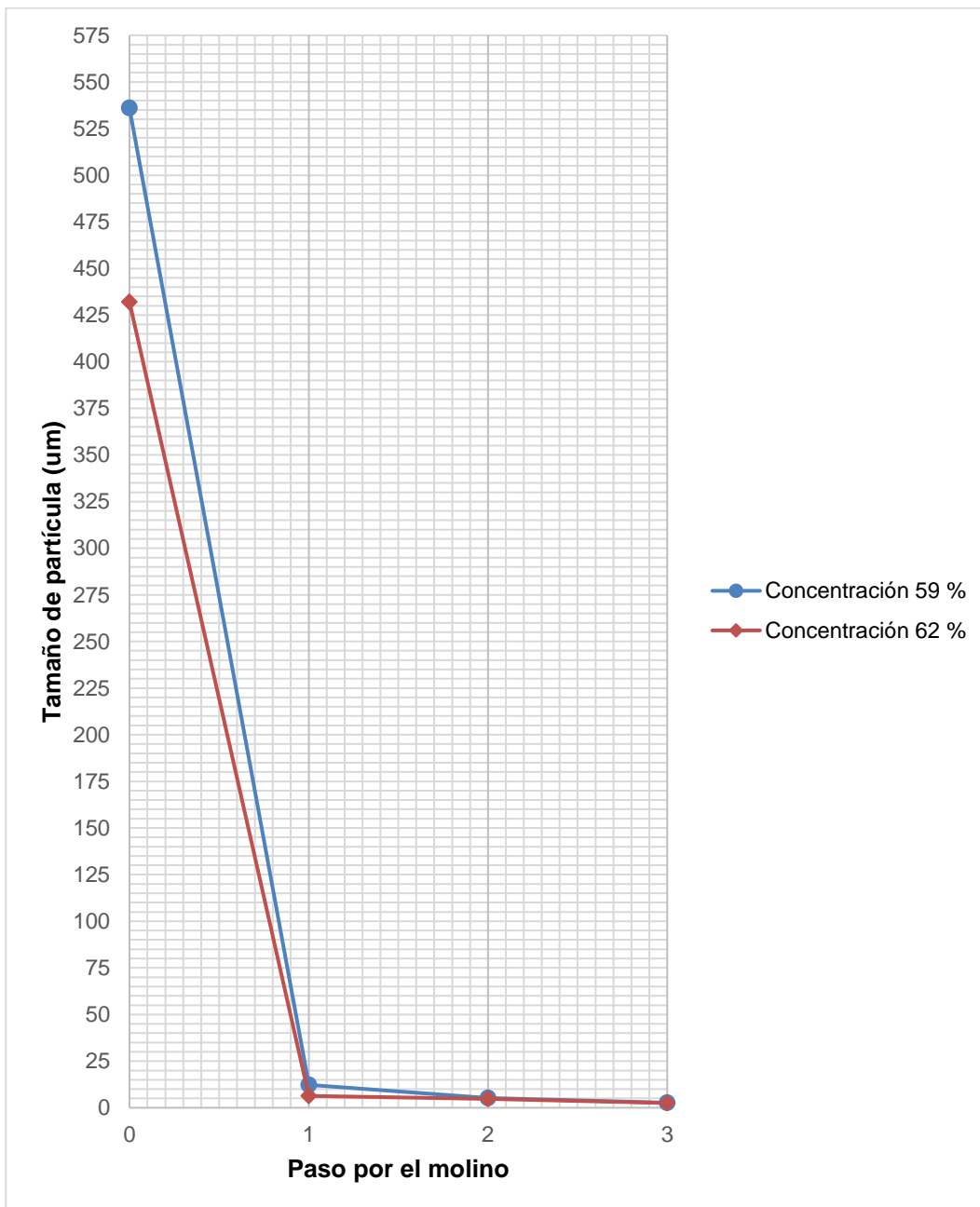
En la siguiente sección se comparan los resultados en sus dos diferentes niveles de operación.

Figura 44. **Comparación del tamaño de partícula D90 en función del paso por el molino de perlas a parámetros de operación bajo del molino de perlas**



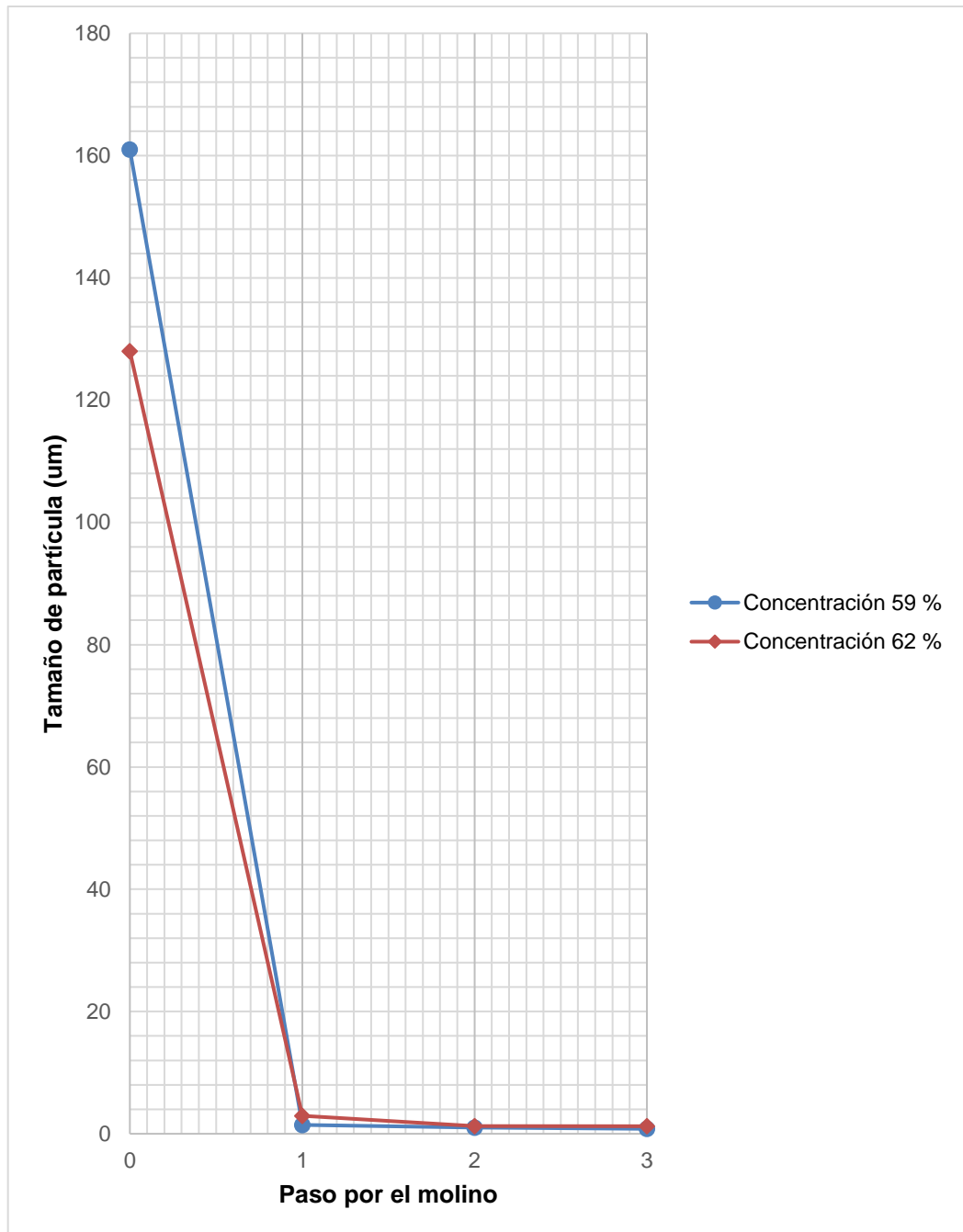
Fuente: elaboración propia.

Figura 45. **Comparación del tamaño de partícula D90 en función del paso por el molino de perlas a parámetros de operación alto del molino de perlas**



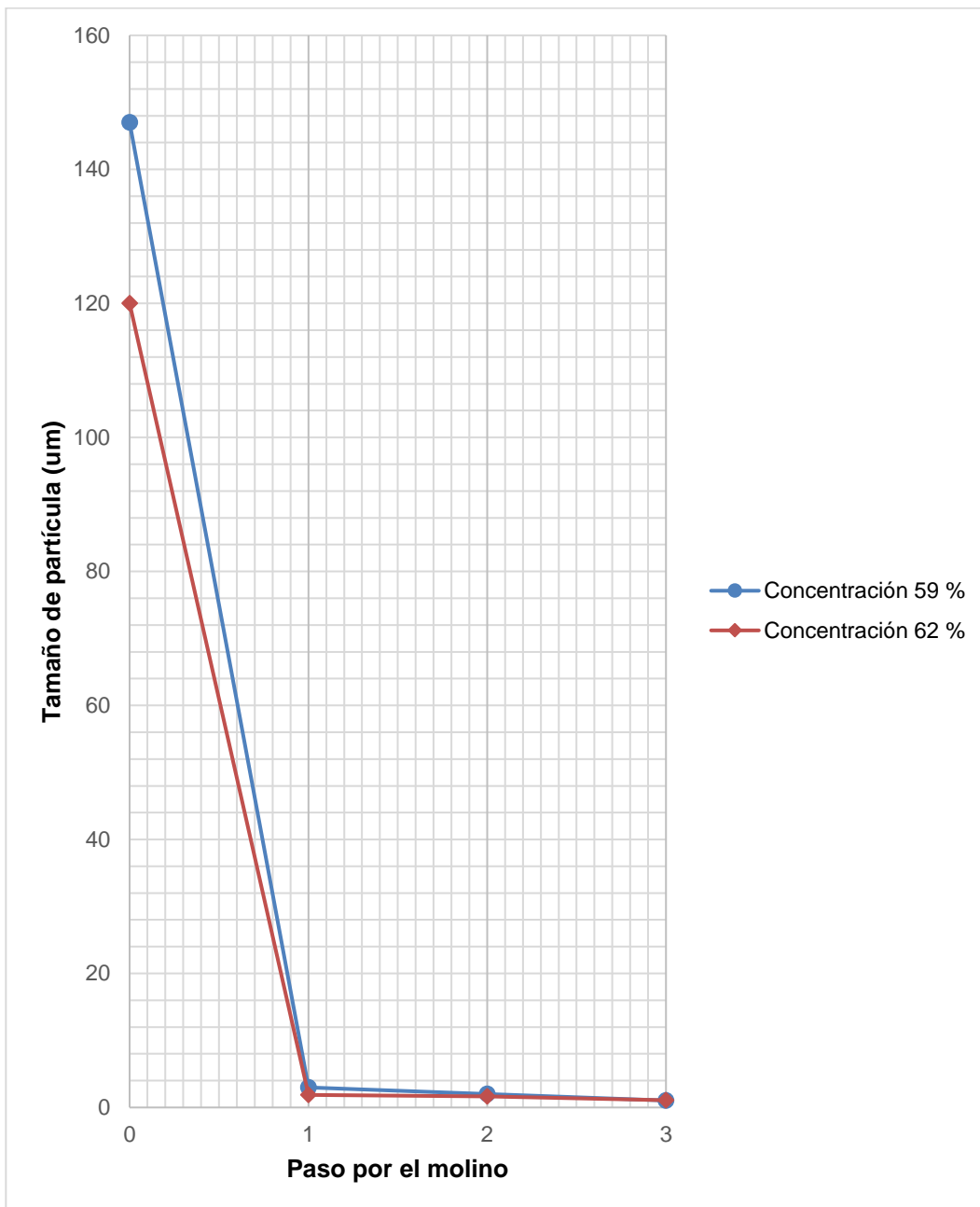
Fuente: elaboración propia.

Figura 46. **Comparación del tamaño de partícula D50 en función del paso por el molino de perlas a parámetros de operación bajo del molino de perlas**



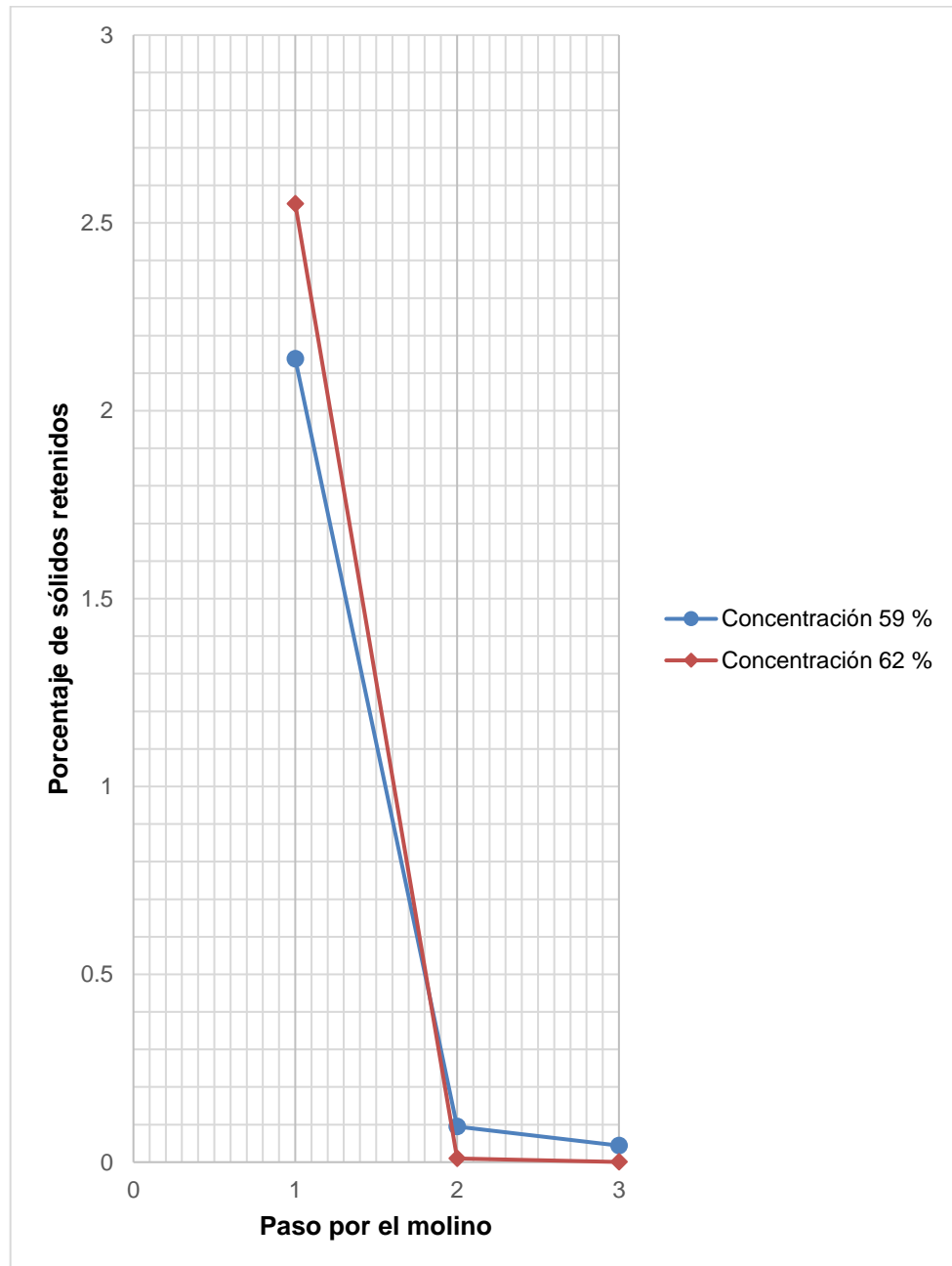
Fuente: elaboración propia.

Figura 47. **Comparación del tamaño de partícula D50 en función del paso por el molino de perlas a parámetros de operación alto del molino de perlas**



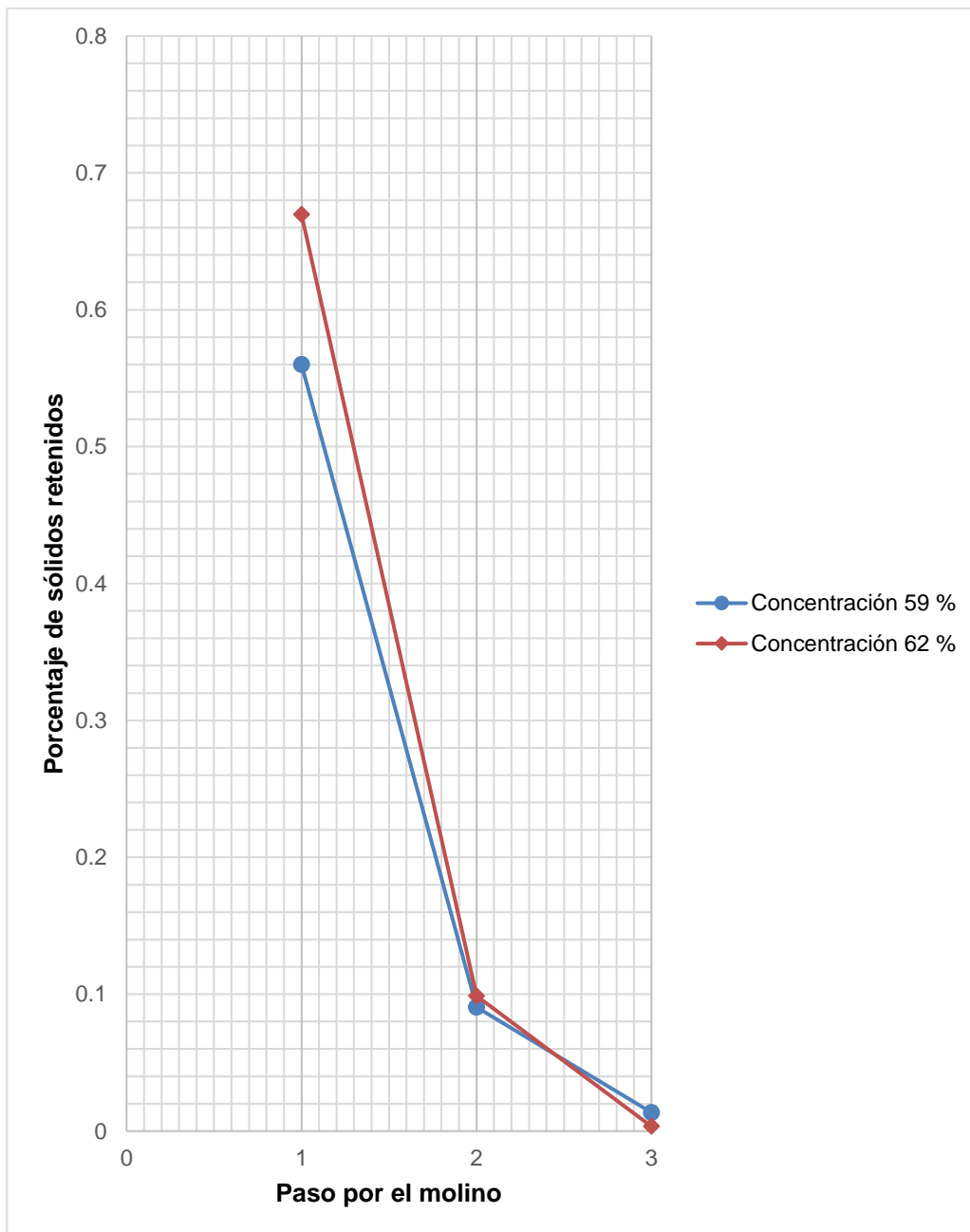
Fuente: elaboración propia.

Figura 48. **Comparación porcentaje de sólidos retenidos por tamiz de 0,045 mm a parámetros bajos de operación del molino de perlas**



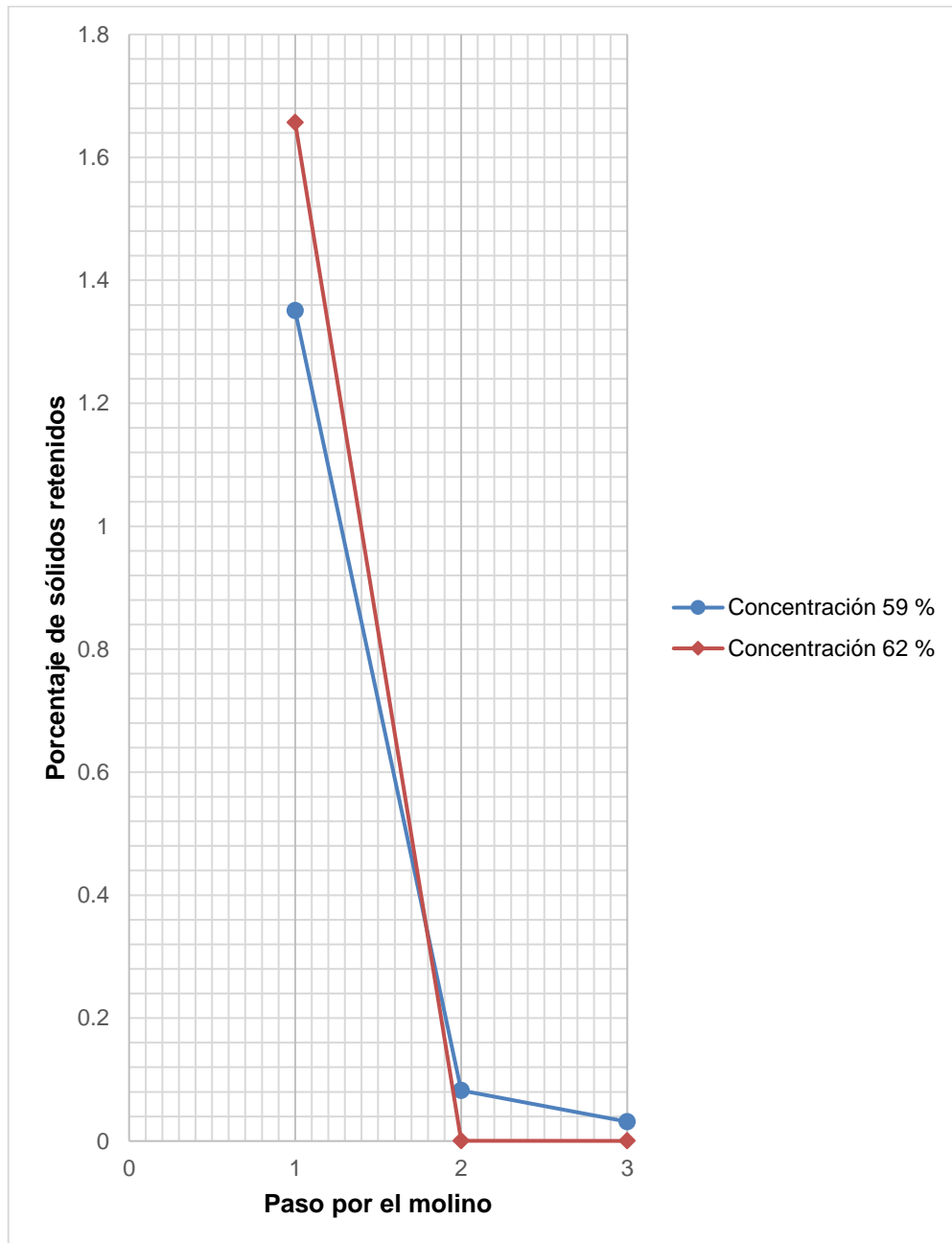
Fuente: elaboración propia.

Figura 49. **Comparación porcentaje de sólidos retenidos por tamiz de 0,045 mm a parámetros altos de operación del molino de perlas**



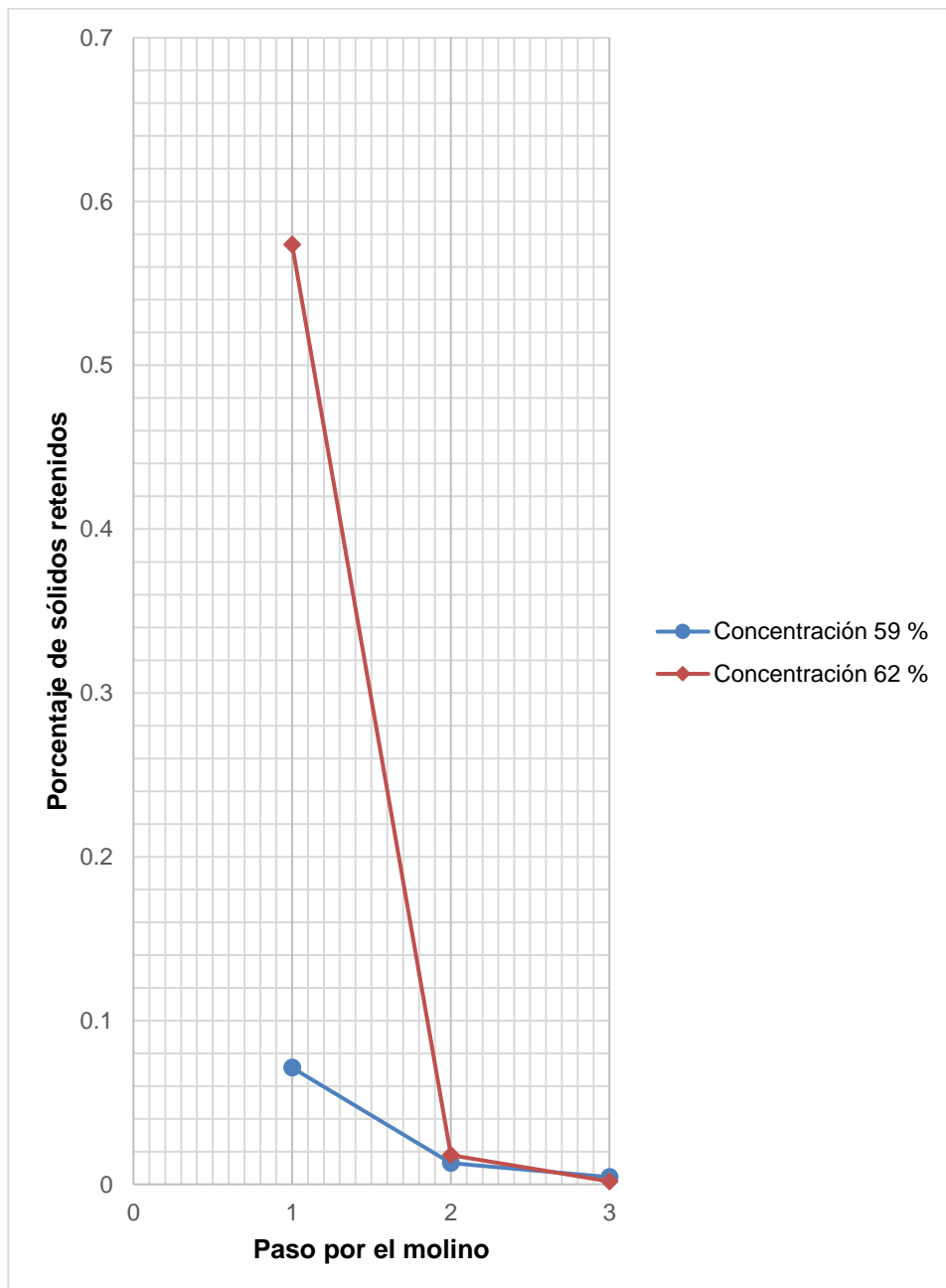
Fuente: elaboración propia.

Figura 50. **Comparación porcentaje de sólidos retenidos por tamiz de 0,150 mm a parámetros bajos de operación del molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

Figura 51. **Comparación porcentaje de sólidos retenidos por tamiz de 0,150 mm a parámetros altos de operación del molino de perlas**



Fuente: elaboración propia.

4.12. Interpretación de resultados de la comparación de las mezclas

En la figura 48 se muestra la comparación del tamaño de partícula D90 respecto a las 2 diferentes concentraciones utilizadas a parámetros bajos de operación del molino de perlas, esto con la finalidad de evaluar la incidencia en la variación de los parámetros de operación. Como se aprecia en la figura 48, después del primer paso por el molino de perlas el tamaño de partícula es menor en la mezcla 1B (concentración al 59 %) en comparación con la obtenida en la mezcla 1A (concentración al 62 %). Sin embargo, ambas se encuentran por encima de las especificaciones establecidas por casa matriz. En el segundo paso la tendencia se mantiene de la misma forma, el tamaño de partícula es menor en la mezcla 1B en comparación de la mezcla 1A, obteniéndose 2,75 μm y 3,46 μm respectivamente. En el tercer paso se obtiene de nuevo un menor tamaño de partícula en la mezcla 1B respecto a la 1A. Desde el paso 2 los tamaños de partícula entran dentro de especificación.

En la figura 49 se muestra la comparación del tamaño de partícula D90 respecto a las 2 diferentes concentraciones utilizadas, esta vez a parámetros altos de operación del molino de perlas. Bajo estas condiciones, la mezcla 2A (concentración al 62 %) se obtuvo un menor tamaño de partícula (6,32 μm), respecto a la mezcla 2B (concentración al 59 %), en la que se obtuvo 12,20 μm . La mezcla 2A si se encuentra dentro de especificación, pero la mezcla 2B el tamaño de partícula se encuentra en un valor más alto de lo requerido. En el segundo paso por el molino nuevamente la mezcla 2A tuvo un valor más bajo en el tamaño de partícula respecto a la mezcla 2B, 4,68 μm y 5,22 μm respectivamente. Ambos se encuentran dentro de especificación. El tercer paso continúa con la misma tendencia entre ambas mezclas, siendo menor la de la mezcla al 62 %. En el primer paso por el molino, la mezcla 1A el tamaño de

partícula ya se encuentra dentro de especificación. La mezcla 2B hasta el segundo paso por el molino se encuentra dentro de especificación.

En la figura 50 y 51 se muestran los tamaños de partícula D50 obtenidos a parámetros bajo y alto respectivamente. La figura 50 muestra la misma tendencia que la figura 48. La figura 51 muestra una tendencia similar a la gráfica de la figura 49 del tamaño de partícula final D90 operada a parámetros altos, en donde se puede observar que el tamaño de partícula D50 del tercer paso por el molino es ligeramente superior al del segundo paso por el molino. Este comportamiento se debe, a como se expuso anteriormente, a los aglomerados formados del ingrediente activo sólido.

En la figura 52 y 54 se muestra la comparación de los sólidos retenidos en los tamices de 0,045 mm y 0,150 mm a parámetros bajos de operación de las mezclas a las 2 concentraciones diferentes. A pesar que la mezcla 1B tiene un menor porcentaje de sólidos retenidos respecto a la 1A, ninguna de las dos cumple las especificaciones, en el primer paso por el molino. Es en el segundo paso donde la mezcla 1A (concentración al 62 %), los sólidos retenidos de los dos tamices se encuentran dentro de especificación, por el contrario, los de la mezcla 1B solamente los sólidos retenidos en el tamiz de 0,045 mm se encuentra dentro de especificación. Ambas mezclas en el tercer paso cumplen con las especificaciones de los sólidos retenidos.

En la figura 53 y 55 se muestra la comparación de los sólidos retenidos en los tamices de 0,045 mm y 0,150 mm a parámetros altos de operación de las mezclas a las 2 concentraciones diferentes. En este caso los sólidos retenidos en la mezcla 2A son ligeramente mayores respecto a las de la mezcla 2B. Ninguna de las mezclas cumple las especificaciones en el primer paso por el molino. Es en el segundo paso por el molino donde ambas mezclas se

encuentran dentro de especificación, siendo los sólidos retenidos ligeramente mayores en la mezcla 2A que en la mezcla 2B. Sin embargo, en el tercer paso por el molino los sólidos retenidos en la mezcla 2A son menores que en la mezcla 2B.

CONCLUSIONES

1. Se determinó a través de un análisis estadístico que el tamaño de partícula inicial y la concentración de sólidos son los factores con mayor incidencia en la fineza final del ingrediente sólido activo de la suspensión concentrada.
2. Las dos mezclas al 62 % y la mezcla al 59 % operada a parámetros altos cumplen con todas las especificaciones establecidas por casa matriz en el segundo paso por el molino, la mezcla al 59 % operada a parámetros bajos cumple con especificaciones al tercer paso por el molino.
3. A condiciones de operación baja se obtiene un menor tamaño de partícula utilizando una concentración de sólidos baja, mientras que operando a condiciones de operación alta se obtiene un menor tamaño de partícula a concentración de sólidos alta.
4. Las mezclas operadas a parámetros altos y con baja concentración de sólidos exhiben una menor tendencia a tener paros por temperatura y presión. La mezcla al 59 % de concentración operada a parámetros altos no presentó paros de presión o temperatura.

RECOMENDACIONES

1. Verificar que el proceso de premolienda sea efectivo, con el fin que el tamaño de partícula D50 que ingresa al molino de perlas sea lo más cercano a 161 μm .
2. Con el fin de minimizar el tamaño de partícula final, utilizar para el proceso de molienda una concentración del 62 % de sólidos, operando las revoluciones por minuto del molino de perlas y el flujo de la bomba a parámetros altos. La temperatura de la mezcla que ingresa al molino debe estar en un intervalo entre 15 – 25 °C.
3. Si en la práctica se tienen paros recurrentes por temperatura y/o presión al utilizar una concentración de sólidos del 62 %, bajar la concentración de sólidos no más del 59 % puede ayudar a disminuir la elevación de temperatura y presión.

BIBLIOGRAFÍA

1. CHANG, Raymond y GOLDSBY, Kenneth. *Química*. México, DF: McGraw-Hill, 2017. 1109 p.
2. CRODA CROP CARE. *Suspensión Concentrada*. [en línea]. <<https://www.crodacropcare.com/es-mx/products-and-applications/suspension-concentrate>>. [Consulta: 19 de octubre de 2019].
3. GUTIERRÉZ, Humberto. *Análisis y diseño de experimentos*. México D.F: McGraw-Hill, 2008. 545 p.
4. HERNÁNDEZ, Roberto. FERNÁNDEZ, Carlos. y BAPTISTA, María. *Metodología de la investigación*. México D.F: McGraw-Hill, 2014. 600 p.
5. MCCABE, Warren., SMITH, Julian. y HARRIOTT, Peter. *Operaciones unitarias en Ingeniería Química*. México D.F: McGraw-Hill, 2017. 1189 p.
6. OSPINA, Manuel. *Diseño de un sistema de control multivariable para un circuito de molienda en húmedo*. Universidad Nacional de Colombia. [en línea]. <http://www.bdigital.unal.edu.co/850/1/71265598_2009.pdf>. [Consulta: 22 de octubre de 2019].

7. PÉREZ, Liudmila. y GARCELL, Leonel. *Efecto de la granulometría y de las propiedades superficiales sobre la reología de las suspensiones concentradas de laterita.* [en línea]. <<https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=445543749006>>. [Consulta: 22 de octubre de 2019].
8. PERRY, Robert., GREEN, Don. y MALONEY, James. *Manual del Ingeniero Químico.* México D.F.: McGraw-Hill, 2001. 1148 p.
9. RASERO, Francisco. *Características de los formulados comerciales de plaguicidas: influencia sobre los residuos encontrados en los alimentos.* [en línea]. <<https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=1039289>>. [Consulta: 22 de octubre de 2019].
10. RIBERO, Daniel., RESTREPO, Ramiro., PAUCAR, Carlos. y GARCIA, Claudia. *Influencia del tipo de dispersión mecánica en la síntesis de mullita cristalina.* [en línea]. <<https://dialnet.unirioja.es/download/articulo/4792536.pdf>>. [Consulta: 21 de octubre de 2019].
11. ZANELLI, Chiara., GÜNGÖR, Gülsen., KARA, Alpagut., BLOSI, Magda., DONDI, Michele. y GARDINI, Davide. *Un recorrido por la micronización de pigmentos cerámicos.* [en línea]. <<https://www.qualicer.org/recopilatorio/ponencias/pdfs/09%20PON%20ESP.pdf>>. [Consulta: 23 de octubre de 2019].

APÉNDICES

Apéndice 1. Muestra de cálculo

- Cálculo del porcentaje de sólidos retenidos

$$\% \text{ sólidos retenidos} = \left(\frac{m_s - m_c}{m_m} \right) * 100 \quad \text{Ecuación 3}$$

Donde:

% sólidos retenidos: Porcentaje de sólidos retenidos en tamiz (adimensional)

m_s : Masa de cápsula y sólidos (g).

m_c : Masa de cápsula vacía (g).

m_m : Masa de la muestra (g).

Ejemplo:

Determinar el porcentaje de sólidos retenidos del tamiz de 0.045 mm de la mezcla 2C del primer paso por el molino.

$$\% \text{ sólidos retenidos} = \left(\frac{3,1834 \text{ g} - 2,6224 \text{ g}}{100,2 \text{ g}} \right) * 100$$

$$\% \text{ sólidos retenidos} = 0,5599\%$$

Continuación del apéndice 1.

- Cálculo del flujo másico

$$\dot{m} = \frac{m_{mol}}{t_{op}} \quad \text{Ecuación 4}$$

Donde:

\dot{m} : Flujo másico (g/min).

m_{mol} : Masa molida (g).

t_{op} : Tiempo operación del molino (min).

Ejemplo:

Determinar el flujo másico de la mezcla 2C del primer paso por molino.

$$\dot{m} = \frac{4200 \text{ g}}{27,78 \text{ min}}$$

$$\dot{m} = 151,19 \text{ g/min}$$

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. Datos calculados

Masas de las muestras de la mezcla 1A para análisis de tamiz

No. De mezcla	Mezcla 1A							
No. Paso por el molino	Peso muestra tamiz 0,045 mm (g)	Peso muestra tamiz 0,150 mm (g)	Peso cápsula 0,045 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,150 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,045 mm con sólidos (g)	Peso cápsula 0,150 mm con sólidos (g)	% sólidos retenidos tamiz 0,045 mm	% sólidos retenidos tamiz 0,150 mm
Primer paso	100,8	101,4	2,6135	2,5850	5,1847	4,2652	2,5508	1,6570
Segundo paso	100,4	100,0	2,5919	2,6010	2,6017	2,6014	0,0098	0,0004
Tercer paso	101,9	100,1	2,6258	2,5830	2,6263	2,5832	0,0005	0,0002

Masas de las muestras de la mezcla 2A para análisis de tamiz

No. De mezcla	Mezcla 2A							
No. Paso por el molino	Peso muestra tamiz 0,045 mm (g)	Peso muestra tamiz 0,150 mm (g)	Peso cápsula 0,045 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,150 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,045 mm con sólidos (g)	Peso cápsula 0,150 mm con sólidos (g)	% sólidos retenidos tamiz 0,045 mm	% sólidos retenidos tamiz 0,150 mm
Primer paso	100,9	100,9	2,5988	2,5953	3,2743	3,1742	0,6695	0,5737
Segundo paso	100,5	101,8	2,6018	2,6226	2,7011	2,6408	0,0988	0,0179
Tercer paso	100,2	102,5	2,5829	2,5834	2,5863	2,5853	0,0034	0,0018

Continuación del apéndice 2.

Masas de las muestras de la mezcla 1B para análisis de tamiz

No. De mezcla	Mezcla 1B							
No. Paso por el molino	Peso muestra tamiz 0,045 mm (g)	Peso muestra tamiz 0,150 mm (g)	Peso cápsula 0,045 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,150 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,045 mm con sólidos (g)	Peso cápsula 0,150 mm con sólidos (g)	% sólidos retenidos tamiz 0,045 mm	% sólidos retenidos tamiz 0,150 mm
Primer paso	100,2	102,5	2,5841	2,5856	4,7267	3,9702	2,1383	1,3508
Segundo paso	100,2	103,0	2,6073	2,6225	2,7026	2,7071	0,0951	0,0821
Tercer paso	104,0	100,9	2,6015	2,5987	2,6474	2,6184	0,0441	0,0195

Masas de las muestras de la mezcla 2B para análisis de tamiz

No. De mezcla	Mezcla 2B							
No. Paso por el molino	Peso muestra tamiz 0,045 mm (g)	Peso muestra tamiz 0,150 mm (g)	Peso cápsula 0,045 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,150 mm vacía (g)	Peso cápsula 0,045 mm con sólidos (g)	Peso cápsula 0,150 mm con sólidos (g)	% sólidos retenidos tamiz 0,045 mm	% sólidos retenidos tamiz 0,150 mm
Primer paso	100,2	102,9	2,6224	2,5991	3,1834	2,6724	0,5599	0,0712
Segundo paso	102,3	100,6	2,6010	2,6029	2,6936	2,6160	0,0905	0,0130
Tercer paso	104,0	101,6	2,6007	2,5904	2,6148	2,5949	0,0136	0,0044

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 1A para el primer paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	15	0,20	Inicio de molienda
01:00	22	0,40	
02:00	30	0,40	
03:00	36	0,40	
04:00	39	0,40	
05:00	42	0,60	
05:46	45	0,80	Paro temperatura
06:00	40	0,80	
06:18	45	0,80	Paro temperatura
07:00	43	0,80	
07:18	45	0,60	Paro temperatura
08:00	44	0,80	
08:03	45	0,80	Paro temperatura
09:00	44	0,80	
09:05	45	0,80	Paro temperatura
10:00	43	0,90	
10:44	45	0,90	Paro temperatura
11:00	42	0,80	
11:44	45	0,80	Paro temperatura
12:00	41	0,80	
12:55	45	0,80	Paro temperatura
13:00	40	0,80	
13:44	45	0,80	Paro temperatura
14:00	42	0,80	
14:20	45	1,10	Paro temperatura y presión (Se produjo tapón)
A los 14:20 minutos se terminó molienda debido a tapón en molino provocado por altas temperaturas. Se molió aproximadamente de los 4 000 gramos formulados 1 800 gramos.		\dot{m} (g/min)	125,61

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 1A para el segundo paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	15	0,05	Inicio de molienda
01:00	18	0,05	
02:00	20	0,05	
03:00	22	0,05	
04:00	24	0,05	
05:00	27	0,05	
06:00	30	0,05	
07:00	32	0,05	
08:00	34	0,05	
09:00	35	0,05	
10:00	36	0,05	
11:00	36	0,05	
12:00	36	0,05	
12:42	36	0,00	Fin de molienda
Se molió aproximadamente 1 550 g.		\dot{m} (g/min)	122,05

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 1A para el tercer paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	15	0,05	Inicio de molienda
01:00	16	0,05	
02:00	18	0,05	
03:00	20	0,05	
04:00	22	0,05	
05:00	23	0,05	
06:00	25	0,05	
07:00	26	0,05	
08:00	27	0,05	
09:00	27	0,05	
10:00	28	0,05	
10:51	29	0,00	Fin de molienda
Se molió aproximadamente 1 300 g.		<i>m</i> (g/min)	119,81

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 2A para el primer paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	25	0,05	Inicio de molienda
01:00	22	1,00	
02:00	27	1,00	
03:00	35	0,60	
04:00	39	0,60	
05:00	39	0,60	
06:00	42	0,70	
07:00	45	0,80	Paro por temperatura
08:00	42	0,60	
08:30	45	0,80	Paro por temperatura
09:00	39	0,70	
10:00	42	0,70	
11:00	45	0,80	Paro por temperatura
12:00	43	0,80	
12:36	45	0,80	Paro por temperatura
13:00	40	0,80	
14:00	44	0,80	
14:35	45	0,80	Paro por temperatura
15:00	40	0,80	
16:00	45	0,80	Paro por temperatura
17:00	40	0,80	
18:00	43	0,80	
18:22	45	0,80	Paro por temperatura
19:00	39	0,80	
20:00	42	0,80	
21:00	45	0,80	Paro por temperatura
22:00	42	0,80	

Continuación del apéndice 2.

23:00	45	0,80	Paro por temperatura
24:00	41	0,80	
25:00	45	0,80	Paro por temperatura
26:00	41	0,80	
27:00	44	0,80	
28:00	45	0,80	Paro por temperatura
29:00	41	0,80	
29:30	45	0,80	Paro por temperatura
30:00	38	0,80	
31:00	40	0,60	
31:34	44	0,00	Fin de molienda
A los 31:34 se terminó de moler aproximadamente los 4 000 g formulados.		m (g/min)	126,74

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 2A para el segundo paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	25	0,05	Inicio de molienda
01:00	18	0,60	
02:00	22	0,20	
03:00	25	0,60	
04:00	30	0,80	
05:00	34	0,80	
06:00	36	0,80	
07:00	37	0,80	
08:00	39	0,80	

Continuación del apéndice 2.

09:00	40	0,80	
10:00	41	0,80	
11:00	41	0,80	
12:00	42	0,80	
13:00	42	0,80	
14:00	42	0,80	
15:00	43	0,80	
16:00	44	0,80	
17:00	44	0,80	
18:00	44	0,80	
19:00	44	0,80	
20:00	44	0,90	
20:29	45	0,90	Paro por temperatura
21:00	39	0,90	
22:00	42	0,90	
23:00	43	0,90	
23:45	45	0,90	Paro por temperatura
24:00	39	0,90	
25:00	42	0,90	
26:00	44	0,90	
26:30	45	0,90	Paro por temperatura
27:00	39	0,90	
28:00	42	0,90	
29:00	44	0,90	
29:28	44	0,00	Fin de molienda
A los 29:36 se terminó de moler aproximadamente 3 750 g.		m (g/min)	127,24

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 2A para el tercer paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	25	0,05	Inicio de molienda
01:00	18	0,40	
02:00	19	0,60	
03:00	24	0,90	
04:00	28	0,90	
05:00	30	0,90	
06:00	33	0,90	
07:00	35	0,90	
08:00	36	1,00	
09:00	38	1,00	
10:00	39	1,00	
11:00	39	1,00	
12:00	39	1,00	
13:00	39	1,00	
14:00	39	1,00	
15:00	39	1,00	
16:00	39	0,80	
17:00	39	0,90	
18:00	39	0,90	
19:00	39	1,00	
20:00	39	0,60	
21:00	39	0,40	
21:11	39	0,00	Fin de molienda
A los 21:11 minutos se terminó de moler aproximadamente 3 350 g.		m (g/min)	158,17

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 1B para el primer paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	15	0,05	Inicio de molienda
01:00	14	0,05	
02:00	22	0,05	
03:00	26	0,05	
04:00	28	0,10	
05:00	34	0,20	
06:00	38	0,20	
07:00	41	0,20	
08:00	43	0,30	
09:00	44	0,30	
09:53	45	0,40	Paro por temperatura
10:00	40	0,20	
11:00	43	0,40	
11:21	45	0,40	Paro por temperatura
12:00	40	0,40	
13:00	45	0,40	Paro por temperatura
14:00	42	0,40	
14:17	45	0,40	Paro por temperatura
15:00	42	0,50	
15:26	45	0,50	
16:00	41	0,50	
16:14	45	0,50	Paro por temperatura
17:00	44	0,50	
17:11	45	0,50	Paro por temperatura
17:57	45	0,50	
18:00	39	0,40	
18:54	45	0,40	Paro por temperatura

Continuación del apéndice 2.

19:00	40	0,50	
19:40	45	0,50	Paro por temperatura
20:00	40	0,50	
20:35	45	0,50	Paro por temperatura y tapón en manguera
21:00	40	0,50	
22:00	45	0,50	Paro por temperatura
23:00	44	0,50	
23:10	45	0,50	Paro por temperatura
24:00	42	0,60	
24:05	45	0,60	Paro por temperatura
24:42	45	0,60	Paro por temperatura
25:00	39	0,60	
25:35	45	0,60	Paro por temperatura
26:00	40	0,60	
26:22	45	0,60	Paro por temperatura
27:00	44	0,60	
27:06	45	0,60	Paro por temperatura
27:51	45	0,60	Paro por temperatura
28:00	39	0,60	
28:39	45	0,50	Paro por temperatura
29:00	40	0,60	
29:22	45	0,60	Paro por temperatura
30:00	41	0,60	
30:20	45	0,60	Paro por temperatura
31:00	42	0,60	
31:13	45	0,60	Paro por temperatura
32:00	44	0,60	
32:12	45	0,60	Paro por temperatura
33:00	42	0,60	

Continuación del apéndice 2.

33:13	45	0,60	Paro por temperatura
34:00	42	0,60	
34:09	45	0,60	Paro por temperatura
34:54	45	0,60	Paro por temperatura
35:00	39	0,60	
35:37	45	0,40	Paro por temperatura
36:00	42	0,20	
36:14	44	0,00	Fin de molienda
A los 36:14 se terminó de moler 4 200 g aproximadamente, se tuvo 26 paros por temperatura y 1 paro por tapón en manguera de bomba		m (g/min)	115,93

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 1B para el segundo paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	15	0,05	Inicio de molienda
01:00	14	0,10	
02:00	18	0,10	
03:00	21	0,10	
04:00	22	0,20	
05:00	25	0,30	
06:00	28	0,40	
07:00	30	0,40	
08:00	31	0,40	
09:00	32	0,40	
10:00	33	0,50	
11:00	34	0,50	

Continuación del apéndice 2.

12:00	34	0,50	
13:00	34	0,50	
14:00	35	0,50	
15:00	35	0,50	
16:00	36	0,50	
17:00	36	0,50	
18:00	36	0,50	
19:00	36	0,50	
20:00	36	0,50	
21:00	36	0,50	
22:00	36	0,50	
23:00	36	0,50	
24:00	36	0,40	
25:00	36	0,40	
26:00	36	0,40	
27:00	37	0,40	
28:00	37	0,40	
29:00	37	0,40	
30:00	37	0,40	
31:00	37	0,40	
32:00	37	0,40	
33:00	37	0,40	
34:00	37	0,40	
34:29	37	0,00	Fin de molienda
Se molió aproximadamente 3 900 g.		m (g/min)	113,11

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 1B para el tercer paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	15	0,10	Inicio de molienda
01:00	14	0,20	
02:00	17	0,20	
03:00	19	0,20	
04:00	22	0,30	
05:00	26	0,30	
06:00	28	0,30	
07:00	29	0,30	
08:00	29	0,30	
09:00	30	0,30	
10:00	30	0,30	
11:00	30	0,40	
12:00	30	0,40	
13:00	31	0,40	
14:00	31	0,40	
15:00	32	0,40	
16:00	32	0,40	
17:00	32	0,40	
18:00	32	0,40	
19:00	32	0,40	
20:00	32	0,40	
21:00	32	0,40	
22:00	32	0,40	
23:00	32	0,40	
24:00	32	0,40	
25:00	32	0,30	

Continuación del apéndice 2.

26:00	32	0,30	
27:00	32	0,30	
28:00	32	0,30	
29:00	32	0,30	
30:00	32	0,30	
31:00	32	0,30	
32:00	32	0,30	
32:33	32	0,00	Fin de molienda
Se molió aproximadamente 3 600 g.		m (g/min)	110,60

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 2B para el primer paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	25	0,05	Inicio de molienda
01:00	18	0,40	
02:00	25	0,60	
03:00	34	0,90	
04:00	38	0,90	
05:00	39	1,00	
06:00	39	0,90	
07:00	39	0,90	
08:00	39	0,90	
09:00	39	0,90	
10:00	39	0,90	
11:00	39	1,00	
12:00	39	1,00	
13:00	39	0,90	
14:00	39	0,90	
15:00	39	1,00	
16:00	39	1,00	
17:00	40	1,00	
18:00	40	1,00	
19:00	40	1,00	
20:00	40	1,00	
21:00	40	1,00	
22:00	40	1,00	
23:00	40	1,00	
24:00	40	1,00	
25:00	40	1,00	
26:00	40	1,00	
27:00	40	1,00	
27:47	40	0,00	Fin de molienda
A los 27:47 se terminó de moler los 4 200 g formulados.		m (g/min)	151,19

Continuación del apéndice 2.

Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 2B para el segundo paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	25	0,05	Inicio de molienda
01:00	18	0,60	
02:00	27	1,00	
03:00	29	1,00	
04:00	32	1,00	
05:00	34	1,00	
06:00	35	1,00	
07:00	36	1,00	
08:00	37	1,00	
09:00	38	1,00	
10:00	38	1,00	
11:00	38	1,00	
12:00	38	1,00	
13:00	38	1,00	
14:00	38	1,00	
15:00	38	1,00	
16:00	38	1,00	
17:00	38	1,00	
18:00	38	1,00	
19:00	38	1,00	
20:00	38	1,00	
21:00	38	1,00	
22:00	38	1,00	
23:00	38	1,00	
24:00	38	0,80	
24:31	38	0,00	Fin de molienda
A los 24:31 se terminó de moler aproximadamente 3 800g.		m (g/min)	154,98

Continuación del apéndice 2.

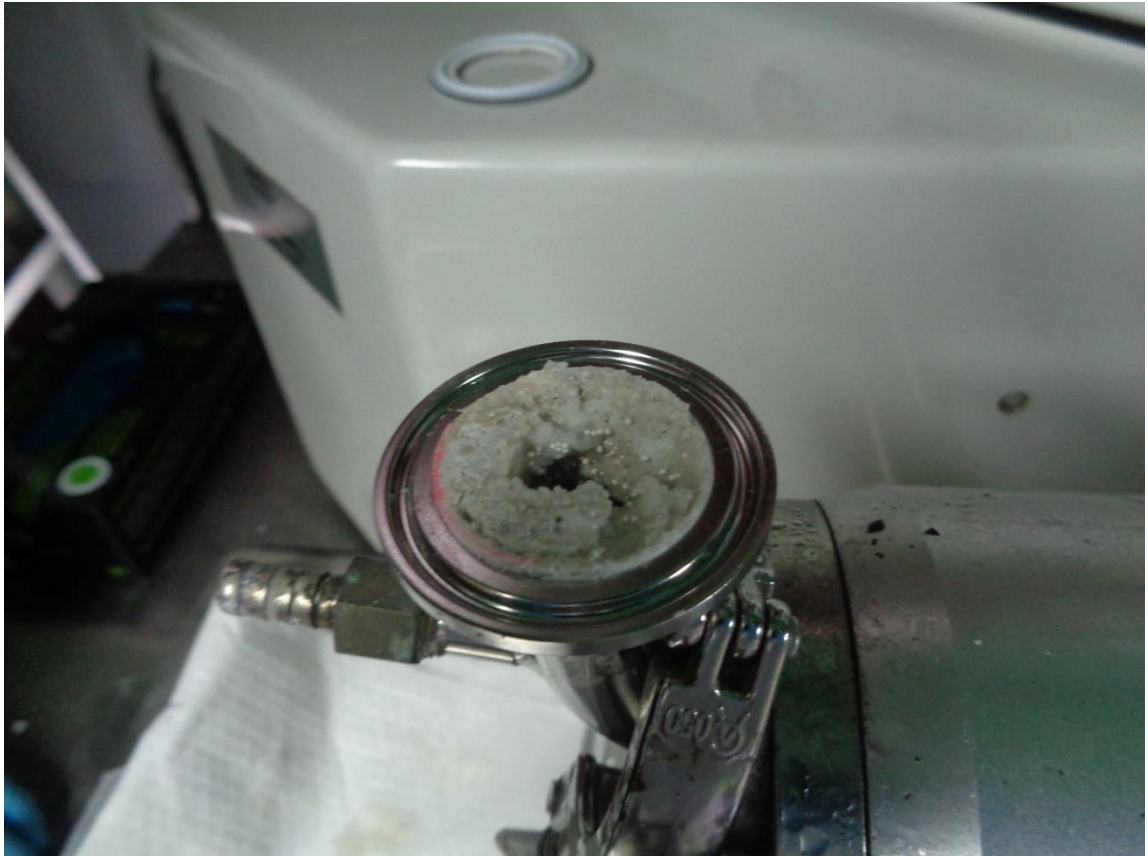
Temperatura de la mezcla dentro del molino, presión del molino, tiempo de operación y observaciones del proceso de molienda de la mezcla 2B para el tercer paso por el molino

Tiempo (min:s)	Temperatura (°C)	Presión (Bar)	Observación
00:00	25	0,05	Inicio de molienda
01:00	14	0,20	
02:00	18	0,60	
03:00	23	0,80	
04:00	26	1,00	
05:00	27	1,00	
06:00	29	1,00	
07:00	31	1,00	
08:00	32	1,00	
09:00	32	1,00	
10:00	32	1,00	
11:00	32	1,00	
12:00	32	1,00	
13:00	32	1,00	
14:00	32	1,00	
15:00	32	1,00	
16:00	32	1,00	
17:00	32	1,00	
18:00	32	1,00	
19:00	32	1,00	
20:00	32	1,00	
21:00	32	1,00	
21:31	32	0,00	Fin de molienda
A los 21:31 se terminó de moler los últimos 3 250 g.		m (g/min)	151,02

Fuente: elaboración propia.

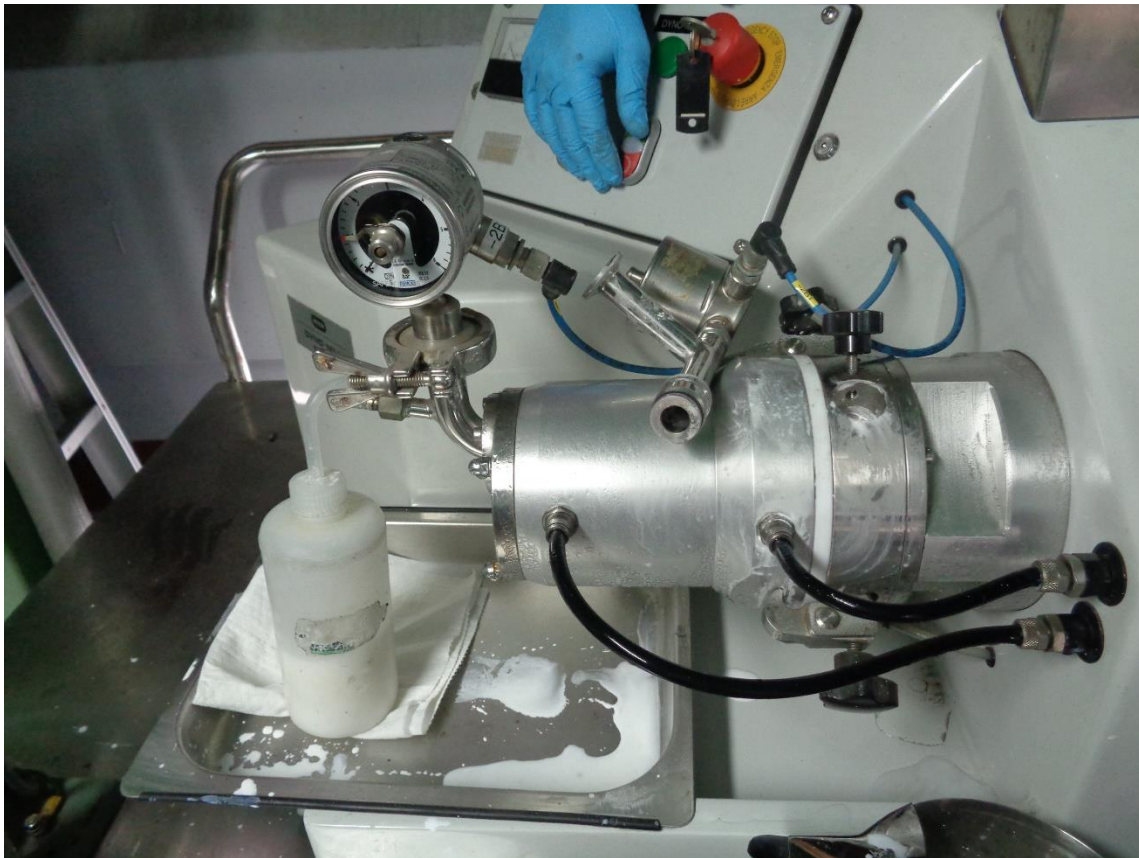
Apéndice 3. **Fotografías de la experimentación**

Tapón en el molino de perlas a escala laboratorio durante el primer paso de la molienda de la mezcla 1A de concentración al 62 %



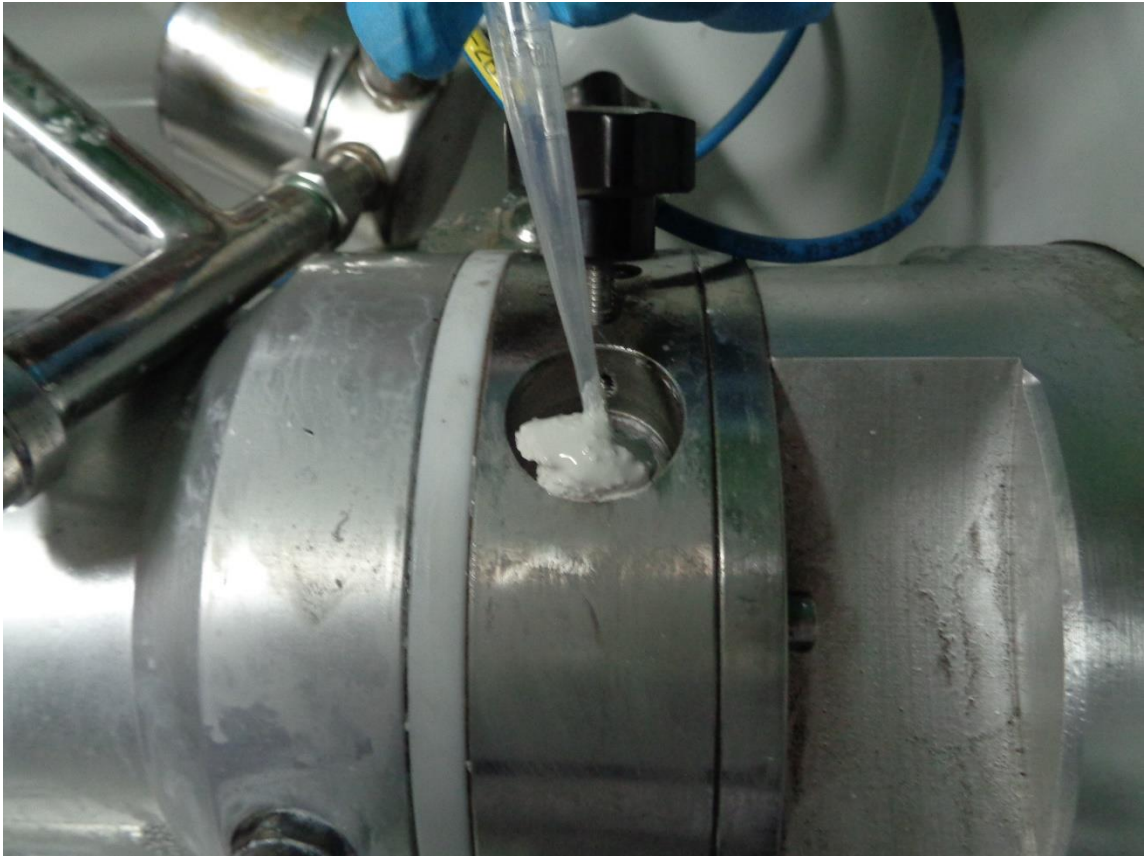
Continuación del apéndice 3.

Tapón en el molino de perlas a escala laboratorio durante el primer paso de la molienda de la mezcla 1A de concentración al 62 %



Continuación del apéndice 3.

Tapón en el molino de perlas a escala laboratorio durante el primer paso de la molienda de la mezcla 1A de concentración al 62 %



Continuación del apéndice 3.

**Aglomerado del ingrediente activo sólido como resultado del tapón
producido durante la molienda del primer paso de la mezcla 1A de
concentración al 62 %**



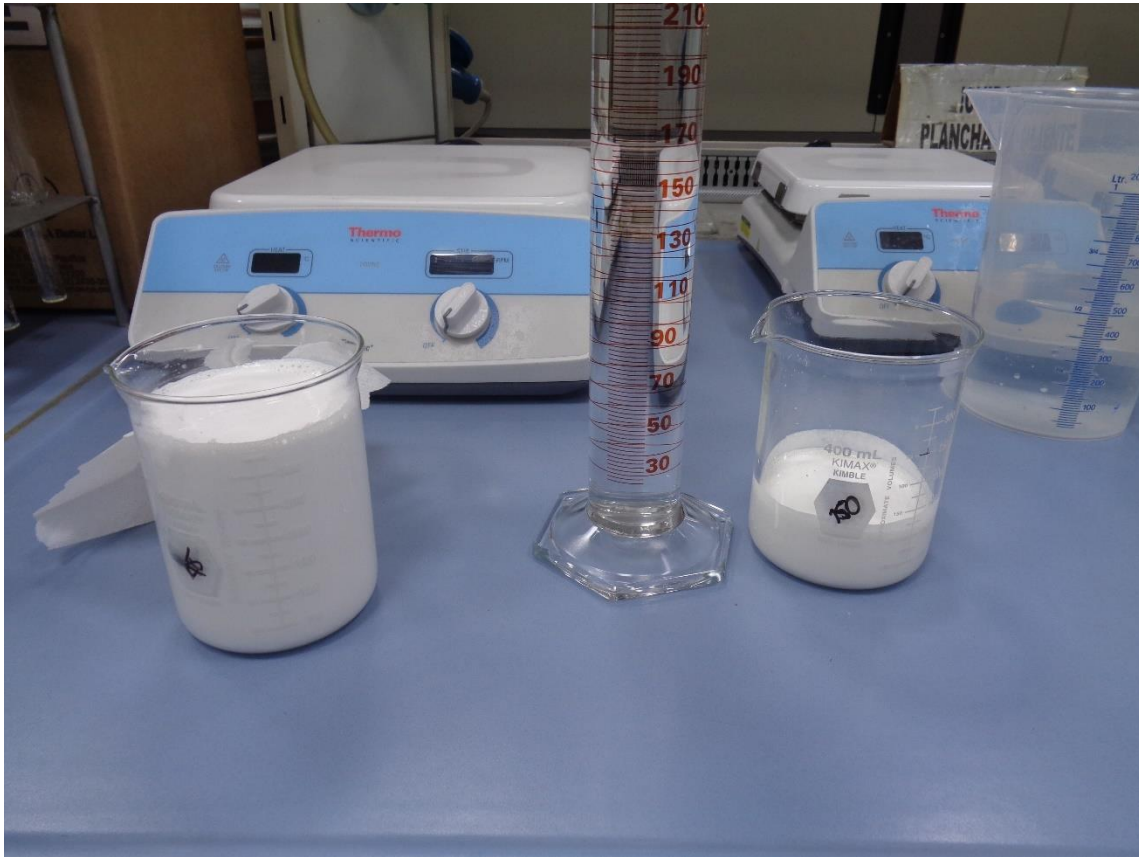
Continuación del apéndice 3.

Muestras de la suspensión concentrada después de la molienda



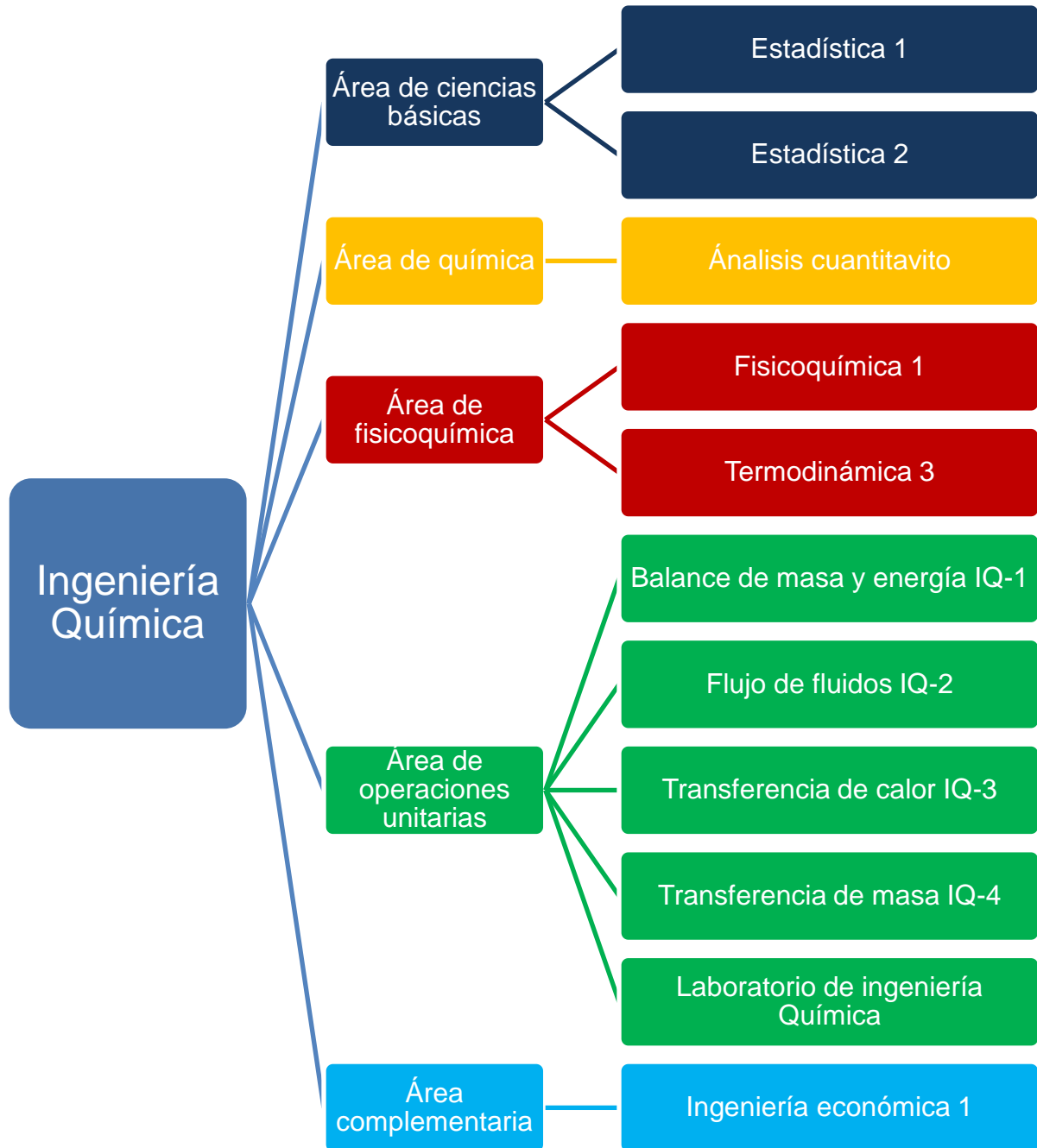
Continuación del apéndice 3.

Preparación de muestras para análisis granulométrico



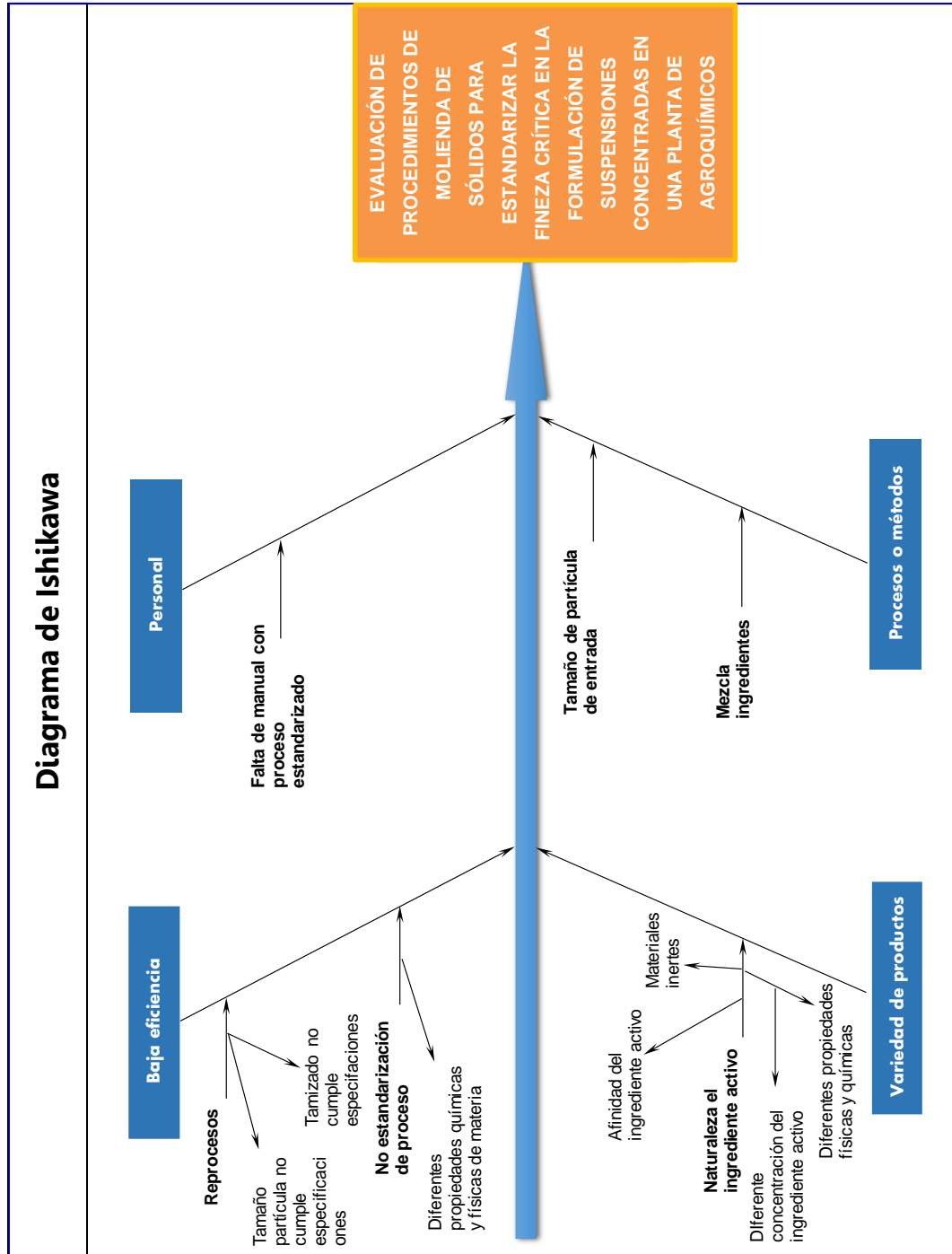
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4. Requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. Diagrama de Ishikawa



Fuente. elaboración propia.