

**ESCUELA TÉCNICA SUPERIOR DE INGENIEROS
INDUSTRIALES Y DE TELECOMUNICACIÓN**

UNIVERSIDAD DE CANTABRIA



Trabajo Fin de Grado

**ESTUDIO DE LA REDUCCIÓN DE TAMAÑO
DE DISTINTAS BIOMASAS RESIDUALES EN
UN MOLINO DE BOLAS PLANETARIO**

**Study of the size reduction of different waste
biomasses in a planetary ball mill**

Para acceder al Título de

Graduado/a en Ingeniería Química

Autor: Yaíza Sisniega Maza



TÍTULO	ESTUDIO DE LA REDUCCIÓN DE TAMAÑO DE DISTINTAS BIOMASAS RESIDUALES EN UN MOLINO DE BOLAS PLANETARIO		
AUTOR	YAIZA SISNIEGA MAZA		
DIRECTOR/ CODIRECTOR	JOSEFA FERNÁNDEZ FERRERAS/ LUCÍA PÉREZ GANDARILLAS		
TITULACIÓN	<i>Ingeniería Química</i>	FECHA	21/07/2021

PALABRAS CLAVE

Molino de bolas planetario, posos de café, piel de plata, serrín, tiempo de molienda, velocidad de giro, tiempo de pausa, inversión del sentido del giro.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La molienda es una operación unitaria que reduce el volumen promedio de las partículas de una muestra sólida. Esta reducción se lleva a cabo dividiendo o fraccionando la muestra por medios mecánicos (compresión, impacto, frotamiento de cizalla y cortado). Además, los molinos también se pueden distinguir en: (i) molinos de alta energía (o alto impacto) y (ii) molinos de baja energía.

Tradicionalmente, la molienda de corrientes residuales de biomasa se ha realizado en molinos de baja energía (de corte o de bolas tradicionales). Sin embargo, el uso de molinos de alta energía tiene gran interés para esta aplicación concreta porque puede reducir tiempos de molienda considerablemente. El departamento de Química e Ingeniería de Procesos y Recursos dispone de un molino de este tipo, concretamente, un molino de bolas planetario.

Este trabajo tiene como objetivo principal el estudio de la molienda de algunos ejemplos de biomasa residual en un molino de bolas planetario, en concreto de dos residuos de café (posos de café y piel de plata) y un residuo forestal, el serrín. Además, los objetivos concretos se centran en el análisis de la influencia de diferentes variables de operación (tiempo de molienda, velocidad de giro, intervalo y tiempo de pausa y tiempo de pausa con inversión del sentido de giro) y características del material inicial (densidad bulk y aparente, ángulo de reposo, humedad, distribución de tamaño de partícula y diámetro medio) en la distribución granulométrica del material obtenido.

RESULTADOS

A lo largo de este proyecto se ha realizado la caracterización de los tres materiales

orgánicos elegidos como ejemplo de biomasa residual (posos de café, piel de plata y serrín) y se han llevado a cabo varios experimentos de molienda con diferentes condiciones de operación para analizar la influencia de éstas en la reducción de tamaño de partícula en un molino de bolas planetario. Mediante el método del tamizado se han obtenido las distribuciones diferenciales y acumuladas de cernidos y, a través de ellas, los parámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} , así como el diámetro medio en masa, d_{mm} . Por último, se ha cuantificado la influencia de las variables mediante un análisis de coeficiente basado en regresión lineal múltiple. Los resultados encontrados más importantes han sido que;

1. Cuanto mayor es el tamaño de partícula inicial, mayor es el porcentaje de reducción de tamaño que se consigue (66.75% posos de café, 94.35% serrín y 98.50% piel de plata). Además, esto ocurre en los sólidos con menor densidad bulk y aparente y menor humedad.
2. La velocidad de giro óptima coincide en los tres materiales: 400 rpm y el tiempo de molienda óptimo para los posos de café y el serrín coincide en 10 minutos. En el caso de la piel de plata, el tiempo de molienda óptimo es muy bajo (2-3 minutos).
3. El tiempo de pausa y el tiempo de pausa con inversión del sentido del giro, independientemente del intervalo y el material, no favorece el proceso de molienda.
4. El resultado de la molienda son muestras heterogéneas para los tres materiales.

CONCLUSIONES

Se han obtenido como conclusiones principales que cuanto mayor es el tamaño de partícula inicial, mayor es el porcentaje de reducción de tamaño que se consigue. Además, las variables con mayor influencia para los tres materiales son la velocidad de giro y el tiempo de molienda llegando a tener en algunas ocasiones una influencia 10 veces mayor que el intervalo y la inversión del sentido del giro.

BIBLIOGRAFÍA

GMBH, R., 2017. "Manual de uso molino de bolas planetario PM 100", pp. 1-68. Disponible en: <https://www.retsch.es/es/productos/molienda/molinos-de-bolas/molinos-planetarios-bolas-pm-100/funcionamiento-caracteristicas/>

TÍTULO	STUDY OF THE SIZE REDUCTION OF DIFFERENT WASTE BIOMASSES IN A PLANETARY BALL MILL		
AUTHOR	YAIZA SISNIEGA MAZA		
DIRECTOR/ CODIRECTOR	JOSEFA FERNÁNDEZ FERRERAS/ LUCÍA PÉREZ GANDARILLAS		
TITULACIÓN	<i>Ingeniería Química</i>	DATE	21/07/2021

KEYWORDS

Planetary ball mill, spent coffee, silver skin, sawdust, milling time, speed of rotation, pause time, reversal of direction of rotation.

SCOPE

Milling is a unit operation that reduces the average particle volume of a solid sample. This reduction is carried out by dividing the sample by mechanical means (compression, impact, shear and cutting). In addition to the mechanical means, mills can be distinguished into: (i) high energy (or high impact) and (ii) low energy mills.

The most common mills used for residual biomass have been low-energy mills such as cutting or traditional ball mill. However, the use of a high-energy mill for this specific application is of great interest because it can significantly reduce milling times. The Department of Chemistry, Process and Resource Engineering at the University of Cantabria has a mill of this type, in particular, a planetary ball mill.

The main objective of this work is to study the milling operation in a planetary ball mill for some waste biomass, specifically two coffee waste streams (coffee grounds and silver skin) and a forestry waste, sawdust.

In addition, the specific objectives focus on the analysis of the influence of different operating variables (milling time, rotation speed, interval and pause time and pause time with reversal of the rotational direction) and the evolution of the initial material (bulk and apparent density, angle of repose, humidity, particle size distribution and average diameter) on the particle size distribution of the obtained material.

RESULTS

Throughout this project, three organic materials chosen as examples of waste biomass (spend coffee, silver skin and sawdust) have been characterised. Several milling experiments have been carried out under different operating conditions to analyse the

influence of these conditions on the particle size reduction in a planetary ball mill. Using the sieving method, the differential and cumulative sieve distributions have been obtained and, through them, the parameters d_{10} , d_{50} , d_{90} , as well as the mean mass diameter, d_{mm} have been calculated. Finally, the influence of the variables was quantified by means of a coefficient analysis based on multiple linear regression.

The most important results found were;

1. The larger the initial particle size, the higher the percentage of size reduction achieved (66.75% coffee grounds, 94.35% sawdust and 98.50% silver skin). In addition, this is true for solids with lower bulk and apparent densities and lower moisture content.
2. The optimum rotation speed is the same for all three materials: 400 rpm and the optimum milling time for coffee grounds and sawdust is 10 minutes. In the case of silver skin, the optimum milling time is very short (2-3 minutes).
3. The pause time and the pause time with reversal of the direction of rotation, irrespective of the interval and the material, do not favour the milling process.
4. The milling results are heterogeneous samples for the three materials.

CONCLUSIONS

The main conclusions are that the larger the initial particle size, the greater the percentage of size reduction achieved. Furthermore, the variables with the greatest influence for the three materials are the rotational speed and the milling time, which in some cases have an influence 10 times greater than the interval and the reversal of the direction of rotation.

REFERENCES

GMBH, R., 2017. "*Manual de uso molino de bolas planetario PM 100*", pp. 1-68. Disponible en: <https://www.retsch.es/es/productos/molienda/molinos-de-bolas/molinos-planetarios-bolas-pm-100/funcionamiento-caracteristicas/>

TABLA DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	1
1.1 HISTORIA DE LA MOLIENDA	1
1.2 LA MOLIENDA EN LA ACTUALIDAD.....	1
1.2.1 MOLINOS DE BOLAS	2
1.3 MOLINO DE BOLAS PLANETARIO	3
1.3.1 VARIABLES OPERATIVAS DEL MOLINO DE BOLAS PLANETARIO.....	5
1.4 MOLIENDA DE MATERIALES ORGÁNICOS	5
1.4.1 POSOS DE CAFÉ Y PIEL DE PLATA	6
1.4.2 SERRÍN	7
2. ANTECEDENTES Y OBJETIVOS.....	8
3. MATERIALES Y MÉTODOS.....	9
3.1 MATERIALES ORGÁNICOS.....	9
3.1.1 POSOS DE CAFÉ (SPENT COFFEE)	9
3.1.2 PIEL DE PLATA (COFFEE SILVERSKIN).....	10
3.1.3 SERRÍN (SAWDUST)	10
3.2 METODOLOGÍA.....	11
3.2.1 PROCESO DE MOLIENDA	11
3.2.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS (DOE)	12
3.2.2.1 DISEÑO DE EXPERIMENTOS DE POSOS DE CAFÉ	13
3.2.2.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS DE LA PIEL DE PLATA	14
3.2.2.3 DISEÑO DE EXPERIMENTOS DEL SERRÍN	14
3.2.3. CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS Y LOS PRODUCTOS	14
3.2.3.1 DENSIDAD BULK	14
3.2.3.2 DENSIDAD APARENTE.....	15
3.2.3.3 ÁNGULO DE REPOSO	15
3.2.3.4 HUMEDAD	15
3.2.3.5 SOLUBILIDAD	15
3.2.3.6 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA (NORMA UNE-EN ISO 17892-4) ...	16
3.2.4 PARÁMETROS UTILIZADOS PARA CARACTERIZAR LA MOLIENDA	16
3.2.4.1 Distribución diferencial y acumulada de fracción en masa.	17
3.2.4.2 Diámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}	18
3.2.4.3 Span o amplitud relativa de la distribución.....	18
3.2.4.4 Coeficiente de uniformidad.....	18
3.2.5 ESTUDIO DEL EFECTO DE LAS CONDICIONES DEL PROCESO	19
4. RESULTADOS	21

4.1 REPRODUCIBILIDAD DE LOS RESULTADOS	21
4.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS.....	21
4.2.1 DENSIDAD BULK, APARENTE, ÁNGULO DE REPOSO Y HUMEDAD	21
4.2.2 DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA.....	22
4.2.3 DIÁMETRO MEDIO.....	22
4.2.4 SOLUBILIDAD	23
4.3 MOLIENDA.....	23
4.3.1 POSOS DE CAFÉ (SC)	23
4.3.2 PIEL DE PLATA (CSS)	33
4.3.3 SERRÍN (S).....	41
4.4 REGRESIÓN LINEAL MÚLTIPLE DE RESULTADOS	50
4.5 COMPARACIÓN DE PARÁMETROS DE DISPERSIÓN Y TAMAÑO DE PARTÍCULA	53
4.5.1 PARÁMETROS DE DISPERSIÓN O VARIEDAD DE TAMAÑO DE PARTÍCULA.	53
4.5.1.1 Span o amplitud relativa de la distribución.....	53
4.5.1.2 Coeficiente de uniformidad.....	55
4.5.1.3 Distribución diferencial	56
4.5.2 PARÁMETROS REPRESENTATIVOS DE TAMAÑO DE PARTÍCULA GLOBAL	57
4.5.2.1 Diámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} de los experimentos óptimos.....	57
4.5.3 RELACIÓN CON LAS CARACTERÍSTICAS INICIALES DE LAS MATERIAS ORGÁNICAS....	59
5. CONCLUSIONES	59
6. BIBLIOGRAFÍA	60
7. ANEXOS	63
ANEXO 1. PROCEDIMIENTOS.....	63
ANEXO 1.1 MOLINO DE BOLAS PLANETARIO PM100.....	63
ANEXO 1.2 DENSIDAD BULK	64
ANEXO 1.3 DENSIDAD APARENTE	64
ANEXO 1.4 ÁNGULO DE REPOSO.....	64
ANEXO 1.5 HUMEDAD.....	65
ANEXO 1.6 SOLUBILIDAD.....	65
ANEXO 1.7 TAMIZADO	66
ANEXO 2. DISEÑO DE EXPERIMENTOS DE CADA MATERIAL ORGÁNICO	66
ANEXO 3. TAMIZADO DE LOS POSOS DE CAFÉ.....	69
ANEXO 4. REPRODUCIBILIDAD DE LOS RESULTADOS.....	70

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación de los tipos de molienda.	2
Tabla 2. Alternativas de aprovechamiento de residuos de café.....	7
Tabla 3. Materiales y dureza de los recipientes de molienda. Fuente: (Retsch GmbH, 2017). ...	11
Tabla 4. Rangos de operación de las variables del molino de bolas planetario pm100.	13
Tabla 5. Resumen del diseño de experimentos de los Posos de café.....	13
Tabla 6. Resumen del diseño de experimentos de la Piel de plata.	14
Tabla 7. Resumen del diseño de experimentos del Serrín.....	14
Tabla 8. Luz de malla de los tamices para cada material orgánico.....	16
Tabla 9. Descripción del diseño de experimentos con diferentes factores y respuestas.....	20
Tabla 10. Densidad bulk, aparente, ángulo de reposo y humedad de los materiales orgánicos.	22
Tabla 11. Diámetro medio de las materias orgánicas.....	22
Tabla 12. Experimento con mayor y menor porcentaje de reducción de tamaño de partícula (SC).	32
Tabla 13. Valor de los diferentes parámetros (SC).	32
Tabla 14. % Reducción de tamaño.....	33
Tabla 15. Experimento con mayor y menor porcentaje de reducción de tamaño de partícula (CSS).	40
Tabla 16. Valor de los diferentes parámetros (CSS).	41
Tabla 17. % Reducción de tamaño (CSS).....	41
Tabla 18. Experimento con mayor y menor porcentaje de reducción de tamaño de partícula (S).	49
Tabla 19. Valor de los diferentes parámetros (S).	49
Tabla 20. % Reducción de tamaño (S).....	50
Tabla 21. Diámetro medio inicial del material, diámetro medio final del experimento óptimo y % de reducción de SC, CSS y S.	58
Tabla 22. Parámetros representativos de dispersión y tamaño de partícula de los experimentos óptimos.	58
Tabla 23. Condiciones de operación de los experimentos óptimos de cada material.	59
Tabla 24. Peso de cada material equivalente a 220 ml.	63
Tabla 25. Diseño de experimentos de los posos de café (SC).....	66
Tabla 26. Diseño de experimento de la piel de plata (CSS).	67
Tabla 27. Diseño de experimento del serrín (S).....	68
Tabla 28. Reproducibilidad de los resultados (SC).....	70
Tabla 29. Reproducibilidad de los resultados (CSS).....	71
Tabla 30. Reproducibilidad de los resultados (S).....	72

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. A) Vista horizontal molino de bolas B) Esquema lateral del molino en rotación. 1. Velocidad baja 2. Velocidad óptima 3. Velocidad alta. Fuente: (Davis, 2004).....	2
Figura 2. Principio de funcionamiento de un molino de bolas planetario. Fuente: Adaptado (Gu y Shen, 2009).....	3
Figura 3. Fuerzas empleadas en el molino de bolas planetario.....	4
Figura 4. Descripción del funcionamiento del molino planetario. Fuente: Gao, 2015.....	4
Figura 5. Corte longitudinal del fruto de café.....	6
Figura 6. Posos de café sin moler (SC).	10
Figura 7. Piel de plata sin moler (CSS).....	10
Figura 8. Serrín sin moler (S).....	11
Figura 9. Biomosas residuales antes y después de la molienda. a) Posos de café, b) Piel de plata, c) Serrín.	12
Figura 10. Distribución del tamaño de partícula de la muestra inicial de las biomosas residuales.	22
Figura 11. Efecto del tiempo de molienda a distintas velocidades (SC).	23
Figura 12. Efecto del tiempo en valores d_{10} y d_{50} (SC).	24
Figura 13. Efecto de la velocidad a diferentes tiempos (SC).....	25
Figura 14. Efecto de la velocidad en valores d_{10} y d_{50} (SC).	26
Figura 15. Efecto del tiempo de pausa en función del tiempo de molienda a 350 y 400 rpm (SC).	27
Figura 16. Efecto del tiempo de pausa en valores d_{10} y d_{50} (SC).....	28
Figura 17. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro (SC).....	29
Figura 18. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro en valores d_{10} y d_{50} (SC).	30
Figura 19. Diámetro medio de los posos de café (SC).	31
Figura 20. Efecto del tiempo de molienda a distintas velocidades (CSS).	33
Figura 21. Efecto del tiempo de molienda en valores d_{10} y d_{50} (CSS).	34
Figura 22. Efecto de la velocidad de giro a distintos tiempos (CSS).	35
Figura 23. Efecto del tiempo de pausa a diferentes tiempos, velocidades de giro e intervalos (CSS).	36
Figura 24. Efecto del tiempo de pausa a diferentes intervalos en valores d_{10} y d_{50} (CSS).....	36
Figura 25. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a diferentes tiempos, velocidades de giro e intervalos (CSS).....	37
Figura 26. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a diferentes intervalos en valores d_{10} y d_{50} (CSS).	38
Figura 27. Diámetro medio de partícula en función del tiempo de molienda y la velocidad del giro (CSS).	39
Figura 28. Diámetro medio de las partículas en función de las distintas variables (CSS).....	39
Figura 29. Efecto del tiempo de molienda a distintas velocidades (S).	42
Figura 30. Efecto del tiempo de molienda en valores d_{10} y d_{50} a diferentes velocidades de giro (S).	42
Figura 31. Efecto del tiempo de pausa a diferentes tiempo, velocidades de giro e intervalos (S).	44
Figura 32. Efecto del tiempo de pausa a diferentes velocidades de giro e intervalos en valores d_{10} y d_{50} (S).....	45

Figura 33. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a diferentes tiempos, velocidades de giro e intervalos (S)..... 46

Figura 34. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a diferentes velocidades, tiempos e intervalos en valores d_{10} y d_{50} (S). 47

Figura 35. Diámetro medio de las partículas en función del tiempo de molienda y la velocidad de giro (S). 48

Figura 36. Diámetro medio de las partículas en función de las distintas variables (S)..... 48

Figura 37. Gráfico de coeficientes para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para los posos de café (v = velocidad de giro, t = tiempo de molienda, l = Intervalo, g = Inversión del sentido de giro). 50

Figura 38. Gráfico de coeficientes para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para la piel de plata (v = velocidad de giro, t = tiempo de molienda, l = Intervalo, g = Inversión del sentido de giro). 51

Figura 39. Gráfico de coeficientes para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para el serrín (v = velocidad de giro, t = tiempo de molienda, l = Intervalo, g = Inversión del sentido de giro)..... 52

Figura 40. Span de los experimentos de los materiales orgánicos..... 54

Figura 41. Coeficiente de uniformidad de los materiales orgánicos. 55

Figura 42. Distribución diferencial de los experimentos con menor y mayor porcentaje de reducción de los materiales orgánicos. (a) posos de café, b) piel de plata, c) serrín). 56

Figura 43. Gráfico de parámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} de los experimentos para SC, CSS y S. 57

Figura 44. Tamizado de los posos de café. 70

1. INTRODUCCIÓN

1.1 HISTORIA DE LA MOLIENDA

En la antigüedad, parte de la alimentación del hombre se basaba en el consumo de animales que mantenía en cautiverio. Al darse cuenta de que una alimentación basada en hierbas y grana facilitaban la ingesta y digestión de los animales, comenzó a incorporar granos a su dieta y, así, descubrió el proceso de molienda (Rodríguez-Yc, 2013). Durante los siglos posteriores la molienda se realizó de manera manual hasta que el hombre inventó el molino para facilitar la operación. Los primeros molinos tenían un sistema complicado, pues sobre un gran bloque de piedra, fijo y plano se movía otra piedra redonda de gran peso movida por animales, esclavos o prisioneros. Con el invento de la rueda de agua se facilitó el movimiento de las piedras y ya en el siglo VIII, los árabes inventaron el molino de viento que facilitó aún más la molienda.

Los estudios realizados durante siglos para mejorar el diseño y eficacia de los molinos y la ampliación de conocimientos en la tecnología de la molienda han conducido a la fabricación de los molinos actuales.

1.2 LA MOLIENDA EN LA ACTUALIDAD

La molienda, tal y como se conoce actualmente, es una operación unitaria que reduce el volumen promedio de las partículas de una muestra sólida (Alcántara Valladares, 2005) para que presente la superficie adecuada para los sistemas de conversión en los que va a utilizarse (combustible, gasificación, pirólisis, hidrólisis). La reducción se lleva a cabo dividiendo o fraccionando la muestra por medios mecánicos hasta el tamaño deseado. Los métodos de reducción más empleados en las máquinas de molienda son compresión, impacto, frotamiento de cizalla y cortado.

La operación de molienda se realiza en dos etapas: (i) La primera etapa consiste en fraccionar sólidos de gran tamaño. Para ello se utilizan los trituradores o molinos primarios; (ii) La segunda etapa, y en la que se va a centrar este proyecto, sirve para reducir el tamaño con más control, manejándose tamaños intermedios y finos.

La molienda se clasifica en tres tipos (Hukki) según el tamaño inicial y final de la operación (**Tabla 1**)

Tabla 1. Clasificación de los tipos de molienda.

Tamaño ($1\text{mm}=10^3\ \mu\text{m}$)		TERMINOLOGÍA
INICIAL	FINAL	
10 mm	1mm	Molienda gruesa
1 mm	100 μm	Molienda fina
100 μm	10 μm	Molienda ultrafina

Uno de los molinos más empleados para esta etapa en la industria es el molino de bolas.

1.2.1 MOLINOS DE BOLAS

El mecanismo de los molinos de bolas consiste en una capa cónica o cilíndrica que gira sobre su eje horizontal y, como su nombre indica, se cargan con bolas de acero, pedernal o porcelana como medio de molienda, o también, con varillas de acero (Chambi, 2015) (Figura 1).

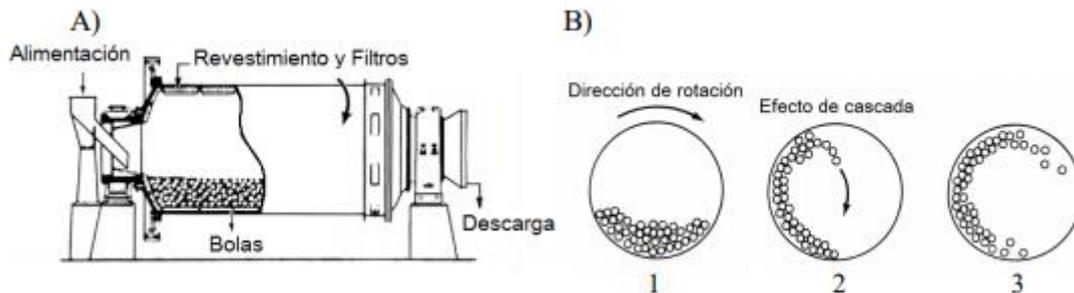


Figura 1. A) Vista horizontal molino de bolas B) Esquema lateral del molino en rotación. 1. Velocidad baja 2. Velocidad óptima 3. Velocidad alta. Fuente: (Davis, 2004)

La velocidad del molino de barras o de bolas es bastante crítica con respecto a la vida útil del equipo y a la eficacia del proceso (Figura 1). Las bolas (o varillas) deben caer desde la parte superior del molino sobre el material que se está moliendo (Figura 1A). A bajas velocidades, las bolas no caen, sino que se limitan a rodar por el fondo del molino (Figura 1B.1). Si la velocidad del molino es demasiado alta, las bolas no caerán debido a las fuerzas centrífugas (Figura 1B.3). A una velocidad óptima, las bolas caen continuamente en cascada sobre el material que se está triturando (Figura 1B.2).

Se pueden distinguir dos clases de molinos: de alta energía (o alto impacto) y de baja energía. En los molinos de alta energía los elementos de molienda desarrollan una elevada velocidad, factor que determina la energía cinética involucrada, y logran la

reducción del tamaño de partícula en menor tiempo. Entre estos se encuentran los de atrición, vibratorios y planetarios. En cambio, los molinos convencionales (ej.: molino horizontal de bolas, **Figura 1A**), son considerados de baja energía ya que los elementos de molienda desarrollan una limitada velocidad (Vaquero, 2011).

1.3 MOLINO DE BOLAS PLANETARIO

El molino de bolas planetario es un molino de alta energía que consta de un recipiente cilíndrico o jarra, donde se introduce el material a moler y los elementos de molienda (bolas del mismo diámetro). Según el modelo del molino, contiene de una a cuatro jarras, las cuales están colocadas de forma excéntrica sobre una rueda común y rotan sobre su propio eje, este movimiento asemeja al de los planetas, por el que debe su nombre, planetario. El principio de funcionamiento se esquematiza en la **Figura 2**.

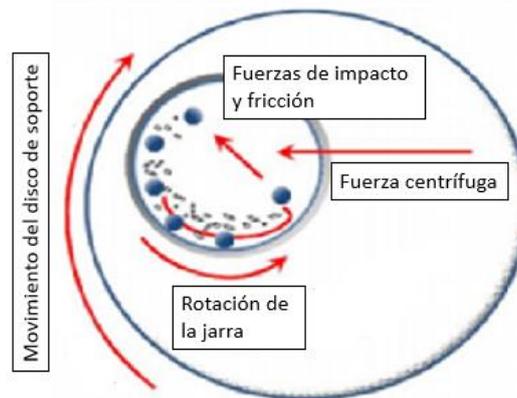


Figura 2. Principio de funcionamiento de un molino de bolas planetario. **Fuente:** Adaptado (Gu y Shen, 2009)

La rueda principal gira en sentido contrario a los recipientes de molienda, con una relación de 1:-1; 1:-2 o 1:-3 (a mayor relación de velocidad, mayor es la energía generada). Las bolas tienden a acelerarse con respecto al recipiente y esta diferencia de velocidad entre las bolas y los recipientes, se traduce en una acción combinada de fuerzas de impacto (**Figura 3a**) y fricción (**Figura 3b**) que libera gran cantidad de energía dinámica (Loubes, 2015).

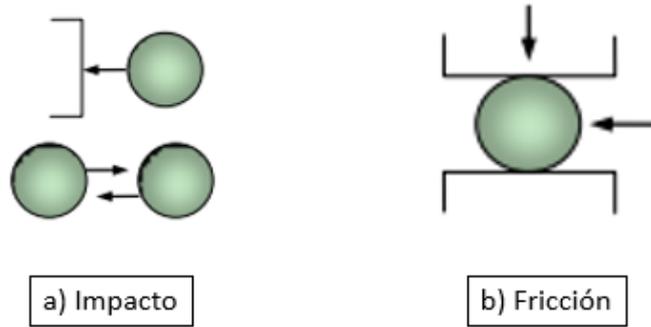


Figura 3. Fuerzas empleadas en el molino de bolas planetario.

Para lograr triturar materiales en un molino planetario, el vial de la molienda gira alrededor de su propio eje en un disco principal mientras que las bolas y la materia prima que contiene el recipiente giran rápidamente en la dirección opuesta. A una cierta velocidad, con esta configuración, la fuerza centrífuga hace que la materia prima y las bolas no estén tocando la pared interior del recipiente. Por lo tanto, las bolas cruzan el recipiente a alta velocidad y son capaces de moler aún más el polvo por el impacto contra la pared opuesta, **Figura 4.**

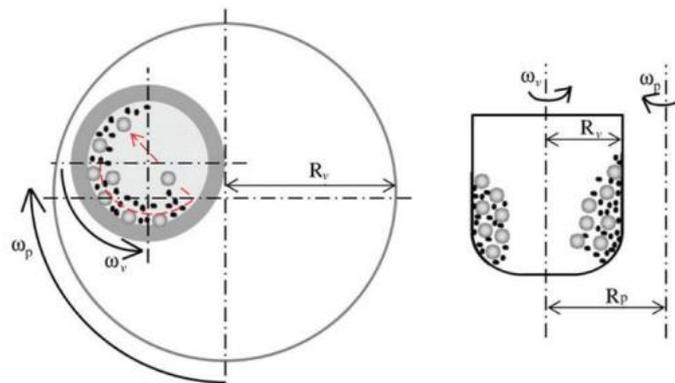


Figura 4. Descripción del funcionamiento del molino planetario. **Fuente:** Gao, 2015

De esta forma, los molinos de bolas planetarios, aumentan la fuerza gravitacional que actúa sobre las bolas en el molino y evitan la acción de las fuerzas centrífugas (Chambi, 2015).

La densidad de energía en estos molinos es de cien a mil veces mayor que la utilizada por los equipos de molienda convencional y pueden lograr la activación mecánica del material molturado (Balaz y Wirschaft, 2008).

1.3.1 VARIABLES OPERATIVAS DEL MOLINO DE BOLAS PLANETARIO.

Las variables que influyen en el proceso de molienda de alta energía son muy diversas, como se enumera a continuación, (Gmbh, 2017).

- | | |
|---|------------------------------------|
| 1. Tamaño de las bolas. | 5. Velocidad de giro. |
| 2. Número de bolas. | 6. Tiempo de molienda. |
| 3. Material del recipiente y las bolas. | 7. Intervalo y tiempo de pausa. |
| 4. Relación en masa de bolas/muestra. | 8. Inversión del sentido del giro. |

En el laboratorio se dispone de un molino de bolas planetario de la marca Retsch, modelo PM 100 con un recipiente de acero inoxidable con una capacidad de 500 ml y 25 bolas de acero inoxidable de 2 cm de diámetro. En el manual de uso del molino de bolas planetario (Gmbh, 2017) se especifica la cantidad de bolas y la relación entre la cantidad de material y bolas que debe introducirse en el molino, por lo que, en este proyecto, se estudiarán las variables operativas tiempo de molienda, velocidad de giro, intervalo y tiempo de pausa e inversión del sentido del giro.

1.4 MOLIENDA DE MATERIALES ORGÁNICOS

La significativa reducción en volumen de masa orgánica mediante un proceso de molienda, que resulta de un proceso previo de reciclado, no solamente provee un buen residuo hacia la búsqueda de nuevos usos, sino que beneficia al medio ambiente a través de disminuir la contaminación del suelo por desechos acumulados.

Además, la reducción de tamaño de las partículas aumenta también la reactividad de los sólidos en procesos posteriores (hidrólisis, pirólisis, etc), permite la separación de los componentes no deseados por medios mecánicos y reduce el volumen de los materiales fibrosos que son así más fáciles de manejar (Pozo, 2013).

La molienda conlleva un importante consumo de energía, y, por tanto, un coste económico elevado. Por eso estos procesos deben ser caracterizados de forma adecuada. Por otra parte, las condiciones de molienda dependen de la materia prima utilizada. Recientemente y debido a las ventajas en eficiencia energética en la obtención de finos y ultrafinos, los molinos de bolas planetarios están siendo objeto de muchos estudios. Aunque tradicionalmente estos molinos se han empleado para materiales de

naturaleza principalmente inorgánica, su uso se está extendiendo a otro tipo de materiales por las claras ventajas que aporta.

En este trabajo se trata de conocer el comportamiento en la molienda de distintas biomasas residuales (posos de café, piel de plata y serrín), descritas a continuación.

1.4.1 POSOS DE CAFÉ Y PIEL DE PLATA

El café es una planta perenne tropical perteneciente al género *Coffea* de la familia Rubiaceae (Serna-Jiménez et al. 2018). El fruto de café (**Figura 5**) está formado por: la cáscara (o pericarpio), pulpa (o mesocarpio), mucílago (o capa pectina), pergamino (o endocarpio), cascarilla plateada (o piel de plata (CSS)) y en el centro del fruto se encuentra el grano del café propiamente dicho (o endospermo) (Torres Valenzuela, 2020).

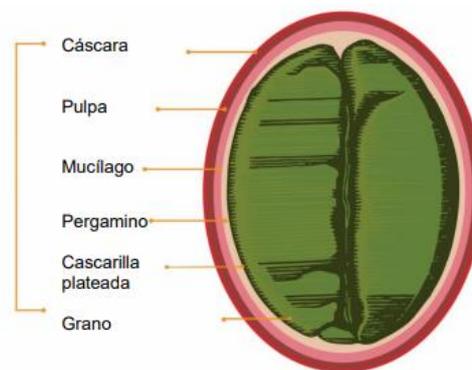


Figura 5. Corte longitudinal del fruto de café.

Hoy en día, se consume una media de 2.25 billones de tazas de café diariamente, por lo que se considera una de las materias primas más comercializadas (Torres Valenzuela, 2020). Es una de las bebidas más consumidas, solamente precedida del agua (Pereira y Ivamoto, 2015). Y, para la producción de esta bebida en la agroindustria del café solamente se utiliza el 9.5% del peso total del fruto y 90.5% restante son subproductos.

Esto supone alrededor de 2 billones de toneladas de residuos anualmente. Por cada 100 kg de grano de café se producen 39 kg de pulpa, 39 kg de pergamino y piel de plata y 22 kg de mucílago (Serret-Guasch, 2017). Finalmente, el residuo asociado a la producción de café instantáneo y preparación de bebidas de café, denominado borras (“spent coffee grounds” en inglés) genera también una cantidad relevante de residuos, entre ellos, los posos de café (SC), que suponen una media de 6 millones de toneladas de

residuos por año (Mussatto et al. 2011). La mayoría de estos residuos se desechan y no se reciclan para otros fines (Jiménez-Zamora et al. 2015), representando un alto riesgo de contaminación (Giraldi-Díaz, 2018).

Con el fin de evitar impactos ambientales negativos y de generar un valor añadido en la agrocadena del café se han propuesto diversas estrategias de valorización de los residuos. En la **Tabla 2**, se presenta una recopilación bibliográfica de algunos usos que se han dado a los residuos posos de café y piel de plata para su valorización, siendo uno de los más importantes la extracción.

Tabla 2. Alternativas de aprovechamiento de residuos de café.

Subproducto	Proceso	Uso final	Referencia
Piel de plata	Extracción con agua subcrítica	Extracción de compuestos fenólicos y antioxidantes	(Narita y Inouye, 2012)
	Hidrólisis enzimática	Producción de prebióticos	(Borrelli et al. 2004)
Posos de café	Hidrólisis y fermentación	Producción de etanol	(Mussatto et al. 2012)
	Hidrólisis y biometanización	Producción de sintegas (gas de síntesis)	(Kivaisi, 2004)
	Fermentación	Producción de hongos <i>Pleurotus florida</i>	(Singh Nee Nigam y Pandey, 2009)

La extracción de compuestos bioactivos es una de las estrategias de valorización más empleadas en el aprovechamiento de estos residuos y la eficiencia de ésta dependerá fundamentalmente de las características de la materia prima (o subproducto). Cuanto más pequeñas sean las partículas, mayor es la superficie específica, lo que incrementa la velocidad de los transportes de energía y materia. De esta forma el tiempo necesario para el desarrollo de operaciones posteriores se reduce (Ramírez Hernández et al. 2016).

1.4.2 SERRÍN

La demanda de productos forestales guarda una relación directa con el crecimiento de la población mundial, esto ha llevado en diferentes regiones del planeta a una sobreexplotación (Decroix et al. 2012). A nivel mundial se estima una existencia forestal de 3.870 millones de hectáreas de los cuales se extraen anualmente más de 3.500 millones de m³ de madera (Licea, 2016). La producción de esta cantidad de madera ha

acumulado grandes cantidades de residuos forestales, tales como serrines, cortezas, astillas, recortes y similares, que actualmente presentan un problema ambiental y un peligro de incendio en las temporadas de verano de cada región (Ramiro y Dom, 2011).

La aplicación que más ha demandado serrín ha sido la fabricación de pellets, pequeños cilindros de serrín comprimido, un biocombustible de alto poder calorífico usado para producir la misma cantidad de calor que otros combustibles (2 kg de pellet equivalen a 1 L de gasoil aproximadamente) (Ramiro y Dom, 2011).

En los países más desarrollados, trataban este material en investigaciones para la obtención de un nuevo material al que se conoce como tableros MDF, realizados de serrín de grano fino y pequeñísimas partículas de madera mezcladas con resinas para conseguir un material compacto y resistente (Calero, 2016). Otras de las aplicaciones del serrín son la producción de pulpas, papel, fertilizantes y alimento animal (Concepción et al. 2016).

La producción de muchos de estos materiales requiere que el serrín sea sometido a un proceso de molienda, buscando obtener un diámetro de partícula inferior a las 630 micras, el cual es el tamaño óptimo para el uso del serrín en la fabricación de diversos surtidos como: la madera plástica, briquetas combustibles, tableros aglomerado y elementos aligerados de pared, entre otros.

2. ANTECEDENTES Y OBJETIVOS

Como se ha indicado, al ser la molienda una operación que consume gran cantidad de energía, cualquier modificación puede suponer una importante reducción de costes. El uso de un molino de alta energía como el molino de bolas planetario tiene gran interés porque puede reducir tiempos de molienda. Aunque tradicionalmente se han empleado molinos de corte o de bolas sencillos en la molienda de biomasa residual, resulta novedoso la extensión del uso de los molinos de bolas planetarios para este tipo de materiales por las claras ventajas que aporta.

Además, para el aprovechamiento posterior de estos residuos, la molienda supone una reducción del tiempo necesario para el desarrollo de operaciones posteriores (hidrólisis, tratamientos térmicos, etc.), y por tanto de los costes asociados a las mismas.

Se dispone de un molino de bolas planetario que va a ser usado para prácticas de alumnos, con lo que los resultados de este trabajo permitirán la selección de materiales y condiciones para una práctica posterior.

Este trabajo tiene como objetivo el estudio de la molienda de algunos ejemplos de biomasa residual en un molino de bolas planetario, en concreto de dos residuos de café (posos de café y piel de plata) y un residuo forestal, el serrín.

Este proyecto centra sus objetivos concretos en el análisis de la influencia de diferentes variables de operación y características del material inicial en la distribución granulométrica del material obtenido.

En la ejecución de los experimentos se han modificado cuatro variables:

- Tiempo de molienda
- Velocidad de giro
- Intervalo y tiempo de pausa
- Tiempo de pausa con inversión del sentido de giro.

Se ha estudiado la repercusión de cada una de ellas en la distribución granulométrica final del material.

3. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 MATERIALES ORGÁNICOS

3.1.1 POSOS DE CAFÉ (SPENT COFFEE)

Los posos de café (SC) son los residuos sólidos que se obtienen durante el tratamiento del café crudo en polvo con agua caliente o vapor para preparar café instantáneo. (Machado et al. 2012) . Los posos de café usados en este proyecto fueron proporcionados por la cafetería Primos de origen (Santander) donde tuestan y muelen cafés que importan de El Salvador, Etiopía, Ruanda, Brasil e Indonesia.

El aspecto de la muestra inicial de posos de café se muestra en la **Figura 6**.



Figura 6. Posos de café sin moler (SC).

3.1.2 PIEL DE PLATA (COFFEE SILVERSKIN)

La piel de plata o piel plateada de café (CSS) es un tegumento que recubre los granos de café, separados durante el proceso de tostado (Machado et al. 2012). Durante este proceso el residuo de piel plateada de café puede llegar a representar hasta el 3% en peso del grano de café (Murthy y Madhava Naidu, 2012). La piel de plata utilizada en este proyecto ha sido, también, proporcionada por la cafetería Primos de origen.

La piel de plata, **Figura 7**, se presenta en forma de pequeñas pieles muy finas difíciles de manejar de color marrón.



Figura 7. Piel de plata sin moler (CSS).

3.1.3 SERRÍN (SAWDUST)

El serrín (S) es un residuo forestal orgánico, un conjunto de partículas o polvillo, **Figura 8**, que se desprende de la madera cuando ésta es aserrada, también contiene minúsculas partículas de madera producidas durante el proceso y manejo de la misma (Serret-Guash, 2017). En este caso, el serrín utilizado es de Pino Norte, proveniente de

los países nórdicos Suecia, Noruega y Finlandia y proporcionada a la Universidad de Cantabria por la empresa Marino de la Fuente (Santander).



Figura 8. Serrín sin moler (S)

3.2 METODOLOGÍA

3.2.1 PROCESO DE MOLIENDA

Se utilizó un molino de bolas planetario de la marca Retsch, modelo PM 100. Este molino posee capacidad para un recipiente que puede ser de diferentes materiales dependiendo de la dureza que se requiera para la molienda del material (**Tabla 3**).

Tabla 3. Materiales y dureza de los recipientes de molienda. **Fuente:** (GmbH, 2017).

MATERIALES	DUREZA (Escala de Vickers)
Acero inoxidable	550 HV
Acero templado	750 HV
Carburo de tungsteno	1250 HV
Ágata	1000 HV
Corindón sinterizado	1750 HV
Óxido de circonio	1200 HV
Nitruro de Silicio	1500 HV

Para la realización de este proyecto solo se dispone de un recipiente de 500 ml y 25 bolas de 20 mm de acero inoxidable.

El procedimiento seguido en la realización de los distintos experimentos se encuentra descrito en el **ANEXO 1.1**.

En la siguiente

Figura 9 se muestra el aspecto de las tres biomásas antes y después de la molienda.

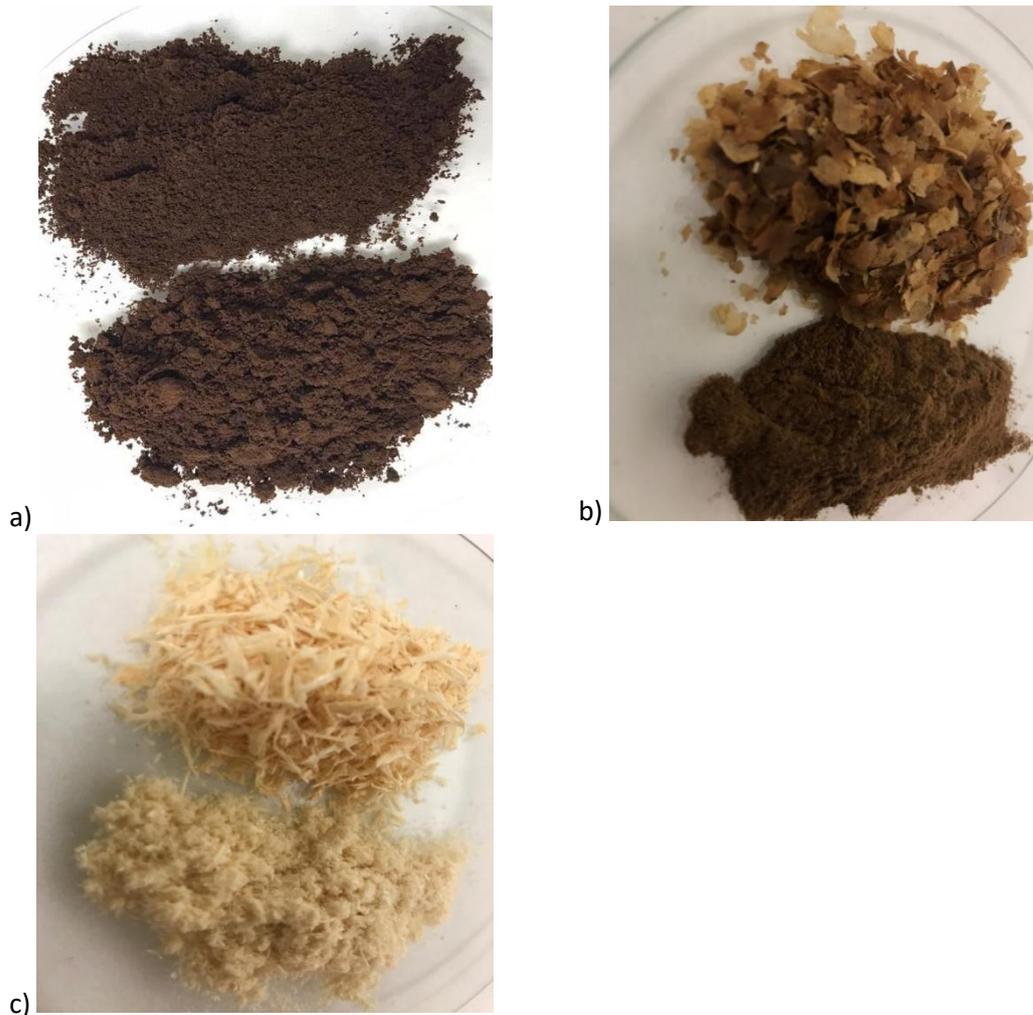


Figura 9. Biomazas residuales antes y después de la molienda. a) Posos de café, b) Piel de plata, c) Serrín.

3.2.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS (DOE)

Para cada uno de los materiales se planteó un diseño de experimentos (DOE), realizando la molienda a distintos tiempos y velocidades de giro (número de rotaciones completadas cada minuto) y añadiendo tiempos de pausa e inversiones del sentido de giro a diferentes intervalos de tiempo en algunos de ellos.

El tiempo de pausa o de descanso es considerado para evitar posibles cambios de fase o aglomeraciones, producto del aumento local de temperatura que sufre la muestra. Se realizaron los experimentos sin tiempo de pausa y algunos de ellos se repitieron con descanso para comprobar si ocurría lo explicado anteriormente.

Variar el intervalo es muy interesante ya que cuanto menor sea el tiempo de intervalo escogido, mayor será el número de veces que el molino para. En este caso se ha elegido

que el tiempo real de molienda siempre sea el mismo. Es decir, si se ha escogido un tiempo de molienda de 5 minutos y a este tiempo se le añade un tiempo de pausa de 30 segundos a intervalos de 60 segundos, el molino parará 4 veces. Sin embargo, si se decide que el intervalo sea de 120 segundos, el molino solo parará 2 veces. En los 2 casos, el molino habrá estado en movimiento un total de 5 minutos, aunque el tiempo total de molienda habrá sido en el primer caso de 7 minutos y en el segundo caso de 6 minutos.

El intervalo y el tiempo de pausa (I/TP) de cada experimento se escogieron teniendo en cuenta las características de cada material y el tiempo de molienda del experimento al que se le iba a añadir éste.

Para cada material se diseñaron experimentos considerando distintos tiempos de molienda, velocidades de giro, intervalos y tiempos de pausa y tiempos de pausa con inversión del sentido de giro de entre el amplio rango de posibilidades que permite el molino.

Tabla 4. Rangos de operación de las variables del molino de bolas planetario pm100.

Tiempo de molienda	(00:00:01-99:59:59)
Velocidad de giro	(100- 650 rpm)
Intervalo	(00:00:01-99:59:59)
Tiempo de pausa	(00:00:01-99:59:59)
Inversión del sentido del giro	Si/No

3.2.2.1 DISEÑO DE EXPERIMENTOS DE POSOS DE CAFÉ

Tabla 5. Resumen del diseño de experimentos de los Posos de café.

FACTOR		VALOR	
Tiempo (min)	5	10	15
Velocidad (rpm)	350	400	450
Pausa (I[s]/TP[s])	No	Sí (120/30)	
Sentido	No	Sí	

3.2.2.2 DISEÑO DE EXPERIMENTOS DE LA PIEL DE PLATA

Tabla 6. Resumen del diseño de experimentos de la Piel de plata.

FACTOR	VALOR				
Tiempo (min)	2	3	5	10	15
Velocidad (rpm)	300	400			
Pausa (I[s]/TP[s])	No	Sí (15/15)	Si (30/15)	Si (60/15)	
Sentido	No	Sí			

3.2.2.3 DISEÑO DE EXPERIMENTOS DEL SERRÍN

Tabla 7. Resumen del diseño de experimentos del Serrín.

FACTOR	VALOR		
Tiempo (min)	5	10	15
Velocidad (rpm)	350	400	450
Pausa (I[s]/TP[s])	No	Sí (60/30)	Sí (120/30)
Sentido	No	Sí	

En el **ANEXO 2** se encuentra las tablas extendidas con la nomenclatura de cada experimento y el detalle de sus condiciones particulares para los tres materiales estudiados.

3.2.3. CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS Y LOS PRODUCTOS

Antes de realizar los experimentos de molienda se caracterizaron las materias primas. Para ello, se calculó la densidad bulk y aparente, el ángulo de reposo, la humedad, la distribución de tamaño y el tamaño medio de partícula de cada una de ellas. Para los posos de café, se calculó, además, la solubilidad. Los pasos que seguir para obtener estos parámetros se encuentran resumidos en el **ANEXO 1**.

3.2.3.1 DENSIDAD BULK

La densidad de un material se define como la masa de este por unidad de volumen.

Partiendo de la consideración de que todo material está formado por un determinada cantidad real de materia (compacidad) y una cantidad de huecos (porosidad), se pueden considerar distintos volúmenes. Siendo el volumen total (V_T), Ecuación 1, el sumatorio de todos ellos (Fernández, 2020):

$$V_T = V_m^1 + V_{pc}^2 + V_{pa}^3 \quad (\text{Ec. 1})$$

La densidad global o bulk se expresa como:

$$\rho_{Bulk} = \frac{M}{V_T} \quad (\text{Ec. 2})$$

3.2.3.2 DENSIDAD APARENTE

La suma del volumen másico (V_m) más el volumen de los poros cerrados (V_{pc}) se denomina, habitualmente, volumen aparente (V_{ap}), es decir, no se consideran los huecos abiertos. Por lo tanto, la densidad aparente se calcula como:

$$\rho_{ap} = \frac{M}{V_{ap}} \quad (\text{Ec. 3})$$

3.2.3.3 ÁNGULO DE REPOSO

El ángulo de reposo de un producto granular es el ángulo comprendido entre la horizontal y el lado del montículo formado por el grano en su caída libre sobre una superficie estática. Este ángulo es una propiedad del producto y está relacionado directamente con las fuerzas de fricción entre los propios granos. Dependiendo del ángulo, se caracterizará el material como no cohesivo, las partículas no tienden a juntarse ni adherirse y son relativamente grandes (15-30°), o cohesivo, las partículas tienden a juntarse y son muy pequeñas (>30°).

3.2.3.4 HUMEDAD

La humedad es la cantidad de agua que posee el material y es uno de los parámetros que más afectan a los resultados obtenidos en el proceso de molienda. Por esto, es importante caracterizar el porcentaje de humedad del material antes de realizarla e intentar que sea siempre el mismo para que la comparación entre los experimentos y el estudio de los resultados sea lo más fiable posible.

3.2.3.5 SOLUBILIDAD

Debido a los problemas encontrados en el proceso de tamizado con los posos de café, **ANEXO 3**, se estudió la posibilidad de realizar el tamizado por vía húmeda y por ello se

¹ Volumen ocupado por la masa de material (Volumen másico)

² Volumen ocupado por los poros cerrados (No comunicados con el exterior)

³ Volumen ocupado por los poros abiertos (Accesibles desde el exterior).

determinó su solubilidad. Sin embargo, aunque se trata de posos de café, éstos siguen teniendo un porcentaje de solubilidad que no permite realizar el tamizado en húmedo asegurando fiabilidad en los resultados.

3.2.3.6 DISTRIBUCIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA (NORMA UNE-EN ISO 17892-4)

Tomando la Norma UNE-EN ISO 17892-4 como referencia para realizar la caracterización del tamaño de partícula de una muestra de sólidos, el procedimiento consta de dos partes: las partículas de diámetro mayor de 63 micras son analizadas por tamizado, y las partículas iguales o menores de 63 micras son analizadas mediante sedimentación.

El análisis total de la distribución de tamaños se obtiene teniendo en cuenta las dos partes. En este proyecto no se ha realizado la caracterización mediante sedimentación debido a que la Norma UNE-EN ISO 17892-4 indica que además de que las partículas tengan un tamaño inferior a 63 micras deben suponer más del 10% de la muestra y esto ha ocurrido en muy pocos experimentos por lo que no se puede realizar una comparación de todos los experimentos realizados.

TAMIZADO

Para calcular la distribución del tamaño de partícula tanto del material inicial como del molido se utilizó una tamizadora de la marca CISA modelo RP.20. Aunque esta tamizadora puede trabajar tanto en seco como en húmedo, en este proyecto solo se realizaron experimentos en seco. Dependiendo de la biomasa residual, se escogieron varios tamices con diferente luz de malla, **Tabla 8**, teniendo en cuenta las características iniciales de cada materia prima y la Norma ISO 3310/01 como referencia.

Tabla 8. Luz de malla de los tamices para cada material orgánico.

Material	Luz de malla (μm)									
SC	5000	3550	1600	1000	630	400	250	150	63	0
CSS	400	300	250	200	150	112	80	63	0	
S	1600	1000	630	400	250	150	112	80	63	0

3.2.4 PARÁMETROS UTILIZADOS PARA CARACTERIZAR LA MOLIENDA

Para comprobar la eficiencia del molino de bolas planetario, es necesario realizar una caracterización de las biomásas residuales tanto antes como después de la molienda.

Para ello se realizaron las distribuciones diferenciales y acumuladas de la fracción en masa y a partir de éstas se calcularon los parámetros que se refieren al tamaño representativo del global de la distribución y los que indican la dispersión o variedad de tamaños de partículas.

3.2.4.1 Distribución diferencial y acumulada de fracción en masa.

Los resultados del tamizado se expresan en masa o en fracciones en masa para poder realizar las distribuciones de tamaño y los diámetros medios. Las distribuciones de tamaño recogen los datos del tamizado para representar la fracciones obtenidas.

La distribución diferencial en masa se realiza representando las fracciones en masa de muestra retenida en cada tamiz frente al diámetro medio de cada tamiz. Las fracciones en masa (f_m), Ecuación 4, se obtienen mediante el cociente de la masa de partículas retenidas en un tamiz (m_i) y la masa total de la muestra (m_T):

$$f_m = \frac{m_i}{m_T} = \frac{m_i}{\sum m_i} \quad (\text{Ec. 4})$$

El cernido es la fracción de muestra que atraviesa cada tamiz. Y la distribución acumulada de cernido representa el porcentaje de cada intervalo de tamaños de partícula que pasan por la serie de tamices establecida.

La distribución acumulada de cernidos se realiza representando las fracciones acumuladas de masa (F_m), Ecuación 5, frente a la luz de malla de cada tamiz.

$$F_m = \frac{\sum_0^a \frac{m_i}{m_T}}{\sum_0^T \frac{m_i}{m_T}} \quad (\text{Ec. 5})$$

Todas las distribuciones diferenciales son de carácter no acumulativo, por ello se representan frente a los diámetros medios. Sin embargo, las distribuciones acumulativas se deben representar en función de la luz de malla de cada tamiz.

A partir de las distribuciones diferenciales y acumuladas se obtienen los parámetros que caracterizan estas distribuciones.

Estos parámetros son de dos tipos:

- ✓ Los que se refieren al tamaño representativo del global de la distribución (d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm})

- ✓ Los que indican la dispersión o variedad de tamaños de partículas (amplitud relativa de la distribución o span y coeficiente de uniformidad).

3.2.4.2 Diámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Los parámetros más comúnmente utilizados al describir las distribuciones de tamaño de partícula son los valores d_{10} , d_{50} y d_{90} , que son los que interceptan el 10%, 50% y 90% de la masa acumulada.

Así, el d_{10} es el diámetro tal que el 10% de la masa de la muestra está compuesta de partículas con un diámetro menor a este valor. El d_{50} corresponde al 50% y también es la mediana de la muestra y el d_{90} corresponde al 90%.

Estos parámetros se calculan por regresión lineal en las distribuciones acumuladas de cernidos.

El diámetro medio en masa (d_{mm}), Ecuación 6, representa el diámetro medio de las partículas de toda la muestra.

$$d_{mm} = \frac{m_i \cdot d_i}{\sum m_i} \quad (\text{Ec. 6})$$

3.2.4.3 Span o amplitud relativa de la distribución.

El span o amplitud relativa de la distribución se define como la dispersión relativa de tamaño de partícula de la distribución respecto a la mediana, Ecuación 7.

$$Span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}} \quad (\text{Ec. 7})$$

Cuanto menor es el valor del Span, menor diferencia habrá entre el tamaño de las partículas más pequeñas (d_{10}) y más grandes (d_{90}). Es decir, más homogénea será la muestra.

3.2.4.4 Coeficiente de uniformidad

El coeficiente de uniformidad, definido originalmente por Terzaghi y Peck, es un parámetro de la distribución granulométrica. A diferencia del span, relaciona la cantidad de partículas de tamaño medio con las de tamaño pequeño.

Cuantitativamente se expresa como:

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad (\text{Ec. 8})$$

Cuando el valor del coeficiente de uniformidad es menor de 3, se considera que la muestra es muy uniforme.

Además de conocer si la muestra es homogénea o heterogénea gracias al Span, es importante saber entorno a que orden de tamaño se encuentran las partículas. Cuanto menor sea el valor del Coeficiente de uniformidad, menor será la diferencia entre partículas medias y finas.

3.2.5 ESTUDIO DEL EFECTO DE LAS CONDICIONES DEL PROCESO

Con el fin de evaluar el efecto de las condiciones de operación empleadas sobre los valores de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} , se ajustaron los resultados obtenidos a un modelo lineal múltiple. En el presente proyecto, este modelado se realizó utilizando el software MODDE Pro-13 (Umetrics, Malmö, Suecia).

La regresión lineal múltiple explica la relación entre diferentes variables independientes (factores) y una variable dependiente (respuesta), de tal forma que la variable dependiente se modela como función de las variables independientes con sus coeficientes correspondientes y un término constante. De forma generalizada, la ecuación de regresión múltiple explicada adopta la siguiente forma:

$$y = b_1x_1 + b_2x_2 + \dots + b_nx_n + c \quad (\text{Ec. 9})$$

Donde b_i ($i = 1, 2 \dots n$) son los coeficientes de regresión.

En el presente proyecto, la importancia relativa de los diferentes factores en las respuestas se evaluó a través de las gráficas de dichos coeficientes. De esta forma, se permite ver cómo afectan los factores a todas las respuestas de una manera visual sencilla. Para que los coeficientes de regresión sean comparables cuando las respuestas (d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}) tienen rangos diferentes, los coeficientes se normalizan, es decir, se dividen por la desviación estándar de su respectiva respuesta.

El tamaño de los términos del modelo refleja la magnitud del cambio en la respuesta cuando un factor varía, siendo la magnitud del cambio directamente proporcional al tamaño de los términos. Si una respuesta aumenta cuando aumenta un factor, el signo

del coeficiente será positivo. Por tanto, el signo del coeficiente representa la relación de la influencia (directa o inversa) de ese factor en la respuesta.

El diseño de experimentos creado para evaluar los parámetros de funcionamiento se resume en la **Tabla 9**. Consta de cuatro factores y tres respuestas: d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Tabla 9. Descripción del diseño de experimentos con diferentes factores y respuestas.

Material		
Posos de café (SC)		
Piel de plata (CSS)		
Serrín (S)		
Factor	Tipo	
Velocidad de giro (rpm)	Cuantitativa	350/ 400/ 450
Tiempo de molienda (min)	Cuantitativa	2/ 3/ 5/ 10/ 15
Intervalo (s)	Cuantitativa	15/ 30/ 60/ 120
Inversión del sentido de giro	Cuantitativa	0/ 1
	(Sí/No)	
Respuestas		
d_{10} (μm)		
d_{50} (μm)		
d_{90} (μm)		
d_{mm} (μm)		

Los resultados permitirán:

1. Evaluar cómo las biomásas residuales responden a la acción de las variables operativas del molino de bolas planetario y analizar como difieren los resultados.
2. Reconocer la influencia de las variables en el comportamiento de los materiales en el proceso de molienda mediante el análisis del valor de los parámetros obtenidos en los productos.
3. Revelar las variables más significativas mediante el análisis estadístico de los resultados obtenidos. Esto servirá para evaluar la sensibilidad del proceso de molienda a cambios.

4. RESULTADOS

4.1 REPRODUCIBILIDAD DE LOS RESULTADOS

Cuando se realiza un procedimiento para medir cualquier magnitud de un cuerpo, ya sea volumen, longitud, diámetro medio de partícula, etc., no se obtendrá el mismo resultado cuando éste se repita. Esto se debe a que existe un error de medida. Bien sea una medida directa (la que da el aparato) o indirecta (utilizando una fórmula) existe un tratamiento de los errores de medida. Se puede distinguir dos tipos de errores que se utilizan en los cálculos (Tomas, 2010):

1. **Error absoluto.** Es la diferencia entre el valor de la medida y el valor tomado como exacto (valor medio).
2. **Error relativo.** Es el cociente entre el error absoluto y el valor exacto. Al multiplicarlo por 100 se obtiene el tanto por ciento (%) de error.

Se realizaron, para cada material, varios experimentos por duplicado para calcular el porcentaje de error existente en el procedimiento y poder diferenciar posteriormente en los resultados de molienda si las diferencias encontradas son significativas o no.

Se calculó el porcentaje de error relativo en los valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} . En el **ANEXO 4** se encuentran las tablas extendidas de la reproducibilidad de los resultados con el valor medio, el error absoluto y el error relativo.

Los errores encontrados son siempre inferiores al 2,4 % en los posos de café, al 1,5% en la piel de plata y al 1,9% en el serrín.

4.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS

4.2.1 DENSIDAD BULK, APARENTE, ÁNGULO DE REPOSO Y HUMEDAD

En la **Tabla 10** se resumen los resultados obtenidos en la caracterización de las biomásas residuales. Se observa que los materiales estudiados tienen, en el caso de la piel de plata y el serrín, una densidad bulk muy baja (son materiales que ocupan mucho volumen con poca masa), siendo la piel de plata el que menor densidad aparente presenta. De acuerdo con el ángulo de reposo obtenido, todos ellos son materiales cohesivos, y presentan una humedad bastante similar (entre 7 y 10% aproximadamente).

Tabla 10. Densidad bulk, aparente, ángulo de reposo y humedad de los materiales orgánicos.

MATERIAL	POSO DE CAFÉ (SC)	PIEL DE PLATA (CSS)	SERRÍN (S)
DENSIDAD BULK (g/ml)	0.40	0.11	0.05
DENSIDAD APARENTE (g/ml)	1.6	0.53	0.94
ÁNGULO DE REPOSO (°)	37.25	42.91	46.65
COHESIVO/ NO COHESIVO	Cohesivo	Cohesivo	Cohesivo
HUMEDAD (%)	10.03	7.7	8.42

4.2.2 DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA.

La distribución de tamaño de las muestras sin moler de los posos de café, la piel de plata y el serrín se han obtenido por tamizado. En la **Figura 10** se muestran las distribuciones diferenciales y acumuladas obtenidas, observándose que los posos de café son la biomasa residual con mayor cantidad de partículas finas, seguidos del serrín y, por último, la piel de plata.

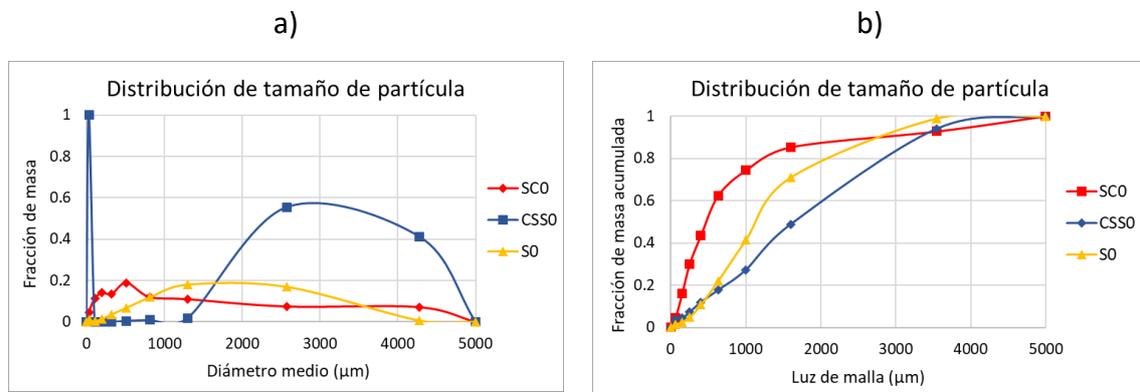


Figura 10. Distribución del tamaño de partícula de la muestra inicial de las biomazas residuales.

4.2.3 DIÁMETRO MEDIO

El diámetro medio de las biomazas residuales se calculó siguiendo la Ecuación 6.

Tabla 11. Diámetro medio de las materias orgánicas.

MATERIAL	POSO DE CAFÉ (SC)	PIEL DE PLATA (CSS)	SERRÍN (S)
DIÁMETRO MEDIO (µm)	922.2	1829.7	1391.4

En la **Tabla 11** se corrobora lo observado en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**, los posos de café son la biomasa residual con menor diámetro medio de partícula.

4.2.4 SOLUBILIDAD

De las tres biomosas estudiadas, los posos de café son la única soluble en agua. El procedimiento seguido para su cálculo se encuentra resumido en el **ANEXO 1**. Obteniéndose tras su realización, una solubilidad del 19.2 % en los posos de café.

4.3 MOLIENDA

4.3.1 POSOS DE CAFÉ (SC)

Se estudió la influencia de las variables tiempo, velocidad de giro, tiempo de pausa y tiempo de pausa con inversión del sentido de giro en el proceso de molienda. Para ello, se realizaron 21 experimentos con diferentes condiciones, **ANEXO 2**.

Para estudiar la influencia del tiempo y la velocidad se realizaron nueve experimentos, los tres primeros a 350 rpm, otros tres a 400 rpm y los tres últimos a 450 rpm. Los tiempos de molienda utilizados fueron de 5, 10 y 15 minutos.

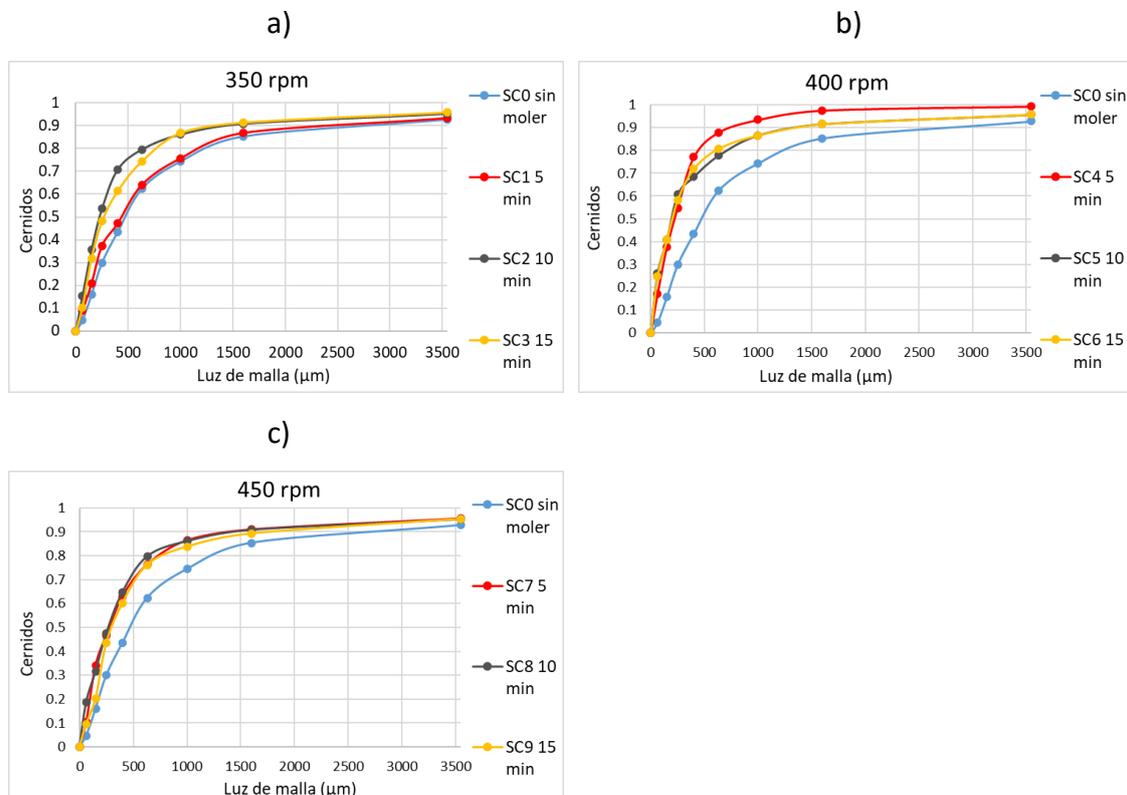


Figura 11. Efecto del tiempo de molienda a distintas velocidades (SC).

En la **Figura 11** se resumen los datos obtenidos al realizar la molienda a 5, 10 y 15 minutos a diferentes velocidades comparándolos con la muestra sin moler. En la **Figura 11a** se observa un aumento progresivo en la obtención de partículas más finas al aumentar el tiempo de molienda. Sin embargo, en la **Figura 11b** y la **Figura 11c** apenas se observan cambios al modificar el tiempo, sobre todo a 450 rpm, por lo que al aumentar la velocidad de giro el tiempo de molienda no es tan significativo.

Para un mejor análisis del efecto del tiempo de molienda, en la **Figura 12** se resumen los valores obtenidos d_{10}^4 y d_{50}^5 a los tiempos y velocidades representados en la **Figura 11**.

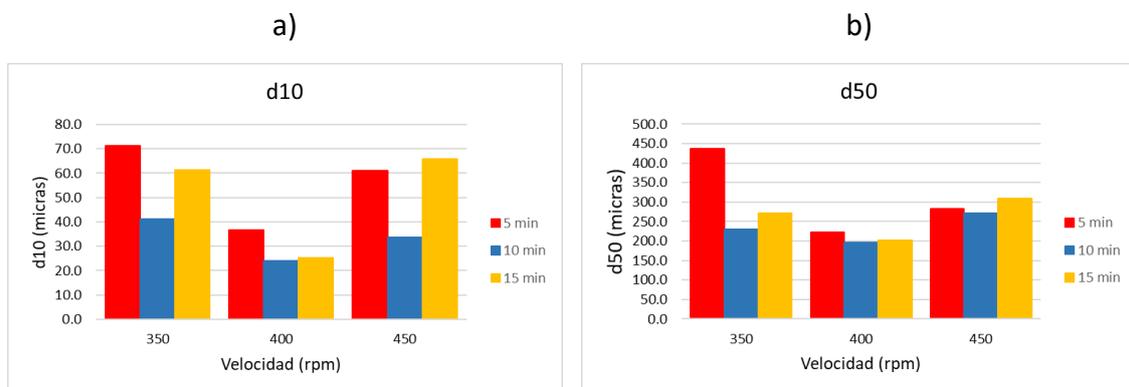


Figura 12. Efecto del tiempo en valores d_{10} y d_{50} (SC).

En la **Figura 12a** en cuanto a valores de d_{10} , se observa que, a velocidades demasiado bajas, 350 rpm, o demasiado altas, 450 rpm, el tiempo es muy significativo ya que varían mucho los valores obtenidos de d_{10} . Sin embargo, a velocidades intermedias, 400 rpm, el tiempo de molienda no es determinante.

Por otro lado, en la **Figura 12b**, en cuanto a valores d_{50} , se observa lo que en la **Figura 11** el tiempo de molienda es menos significativo cuanto mayor es la velocidad de giro.

Por todo esto, se concluye que en general, en cuanto a la obtención de valores de d_{10} pequeños, el tiempo de molienda es muy significativo, pero en cuanto a valores d_{50} , el tiempo de molienda al aumentar la velocidad de giro no es tan determinante.

⁴ d_{10} : Tamaño de partícula para el cual el 10% de la muestra es inferior a ese valor.

⁵ d_{50} : Tamaño de partícula para el cual el 50% de la muestra es inferior a ese valor. También es la mediana de la distribución (tamaño por el que se separa la mitad de la granulometría).

En cualquier caso, los menores valores d_{10} y d_{50} se obtienen a tiempos y velocidades intermedias, 10 minutos y 400 rpm. Podría pensarse que el aumento de tamaño de partícula a los tiempos de molienda más altos (15 minutos) o mayores revoluciones se debería a un apelmazamiento del material por excesivo calentamiento.

Una vez analizada la variable tiempo de molienda, se procede al análisis de la variable velocidad de giro.

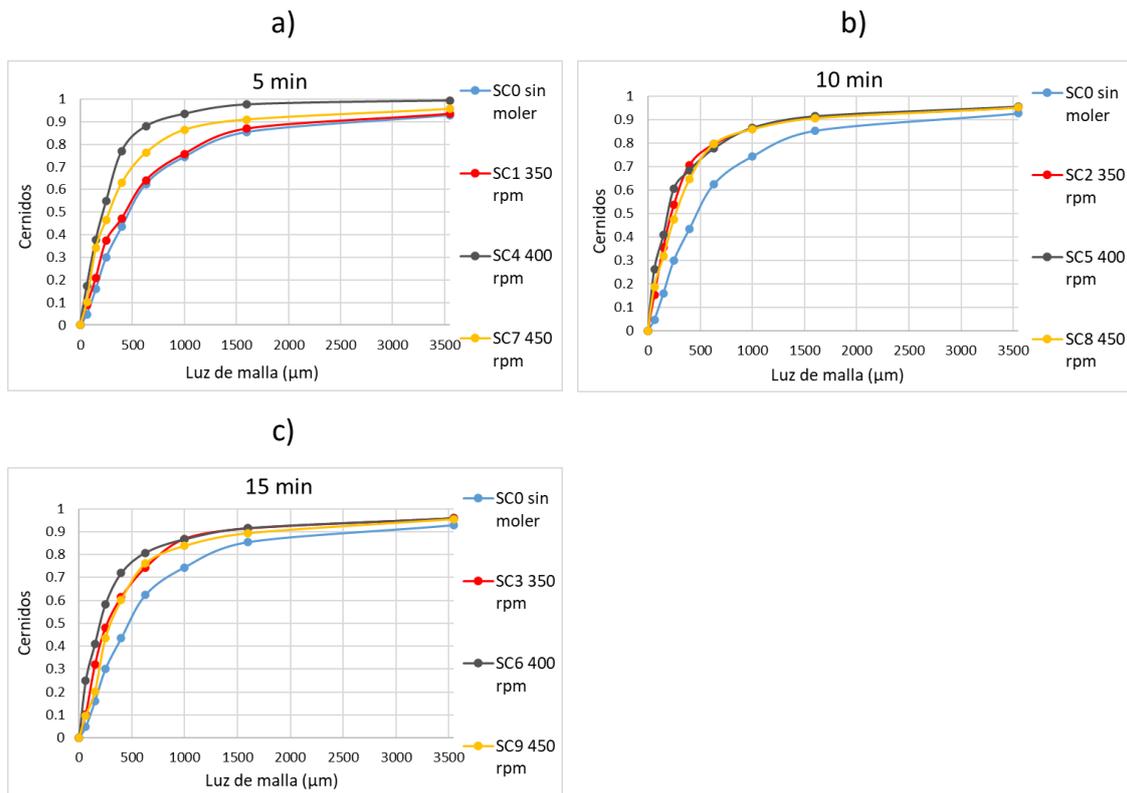


Figura 13. Efecto de la velocidad a diferentes tiempos (SC).

En la **Figura 13a** y la **Figura 13c** se observa que, a tiempos cortos, 5 min, y largos, 15 min, la velocidad de giro es muy determinante. Sin embargo, a tiempos intermedios, 10 min, los resultados no varían demasiado en función de la velocidad de giro.

En la **Figura 14a**, valores d_{10} , se puede observar que la influencia de la velocidad es muy significativa y que los menores valores de d_{10} se obtienen a velocidades intermedias, 400 rpm. Sin embargo, en la **Figura 14b**, valores d_{50} , se observa que la velocidad no es tan determinante.

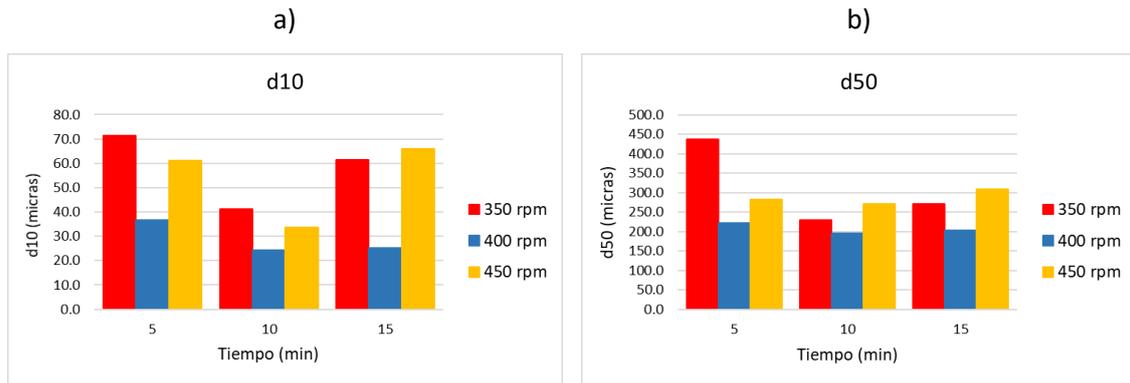


Figura 14. Efecto de la velocidad en valores d_{10} y d_{50} (SC).

Por lo tanto, se concluye que para obtener valores pequeños tanto de d_{10} como de d_{50} , como ya se había indicado, lo más apropiado es trabajar a velocidades y tiempos intermedios, 400 rpm y 10 minutos.

Una vez estudiada la influencia del tiempo y de la velocidad de giro en el proceso de molienda, se continúan realizando experimentos para estudiar la influencia del tiempo de pausa y el tiempo de pausa con inversión del sentido de giro.

Para ello, se escogieron los experimentos en los que se obtuvieron menores valores de d_{10} y d_{50} , los realizados a velocidades intermedias (400 rpm), para comprobar si añadiendo estas nuevas variables al proceso de molienda se obtenían valores aún más bajos. Se decidió estudiar la influencia de estas variables, también, en los experimentos realizados a velocidades bajas (350 rpm), para comprobar si añadiendo a éstos las variables tiempo de pausa y tiempo de pausa con inversión del sentido de giro se conseguían los mismos datos de d_{10} y d_{50} para una menor potencia, con menor consumo de energía.

En primer lugar, se estudia la influencia del tiempo de pausa. Para ello se han realizado seis experimentos. Tres de ellos a 350 rpm y otros tres a 400 rpm.

El tiempo de pausa o de descanso, fue de 30 segundos, se realizó a intervalos de 2 minutos de molienda y fue un tiempo que se añadió a los 5, 10 y 15 minutos. Siendo el tiempo total de molienda: 6, 12 y 18,5 minutos, respectivamente.

En la **Figura 15a** se puede observar que, para tiempos cortos y velocidades bajas con tiempo de pausa y sin ella, los resultados después de la molienda son prácticamente iguales a los de la muestra sin moler, por lo que independientemente de si se añade

pausa o no, no es recomendable trabajar a velocidades bajas y tiempos cortos pues no se produce rotura en las partículas.

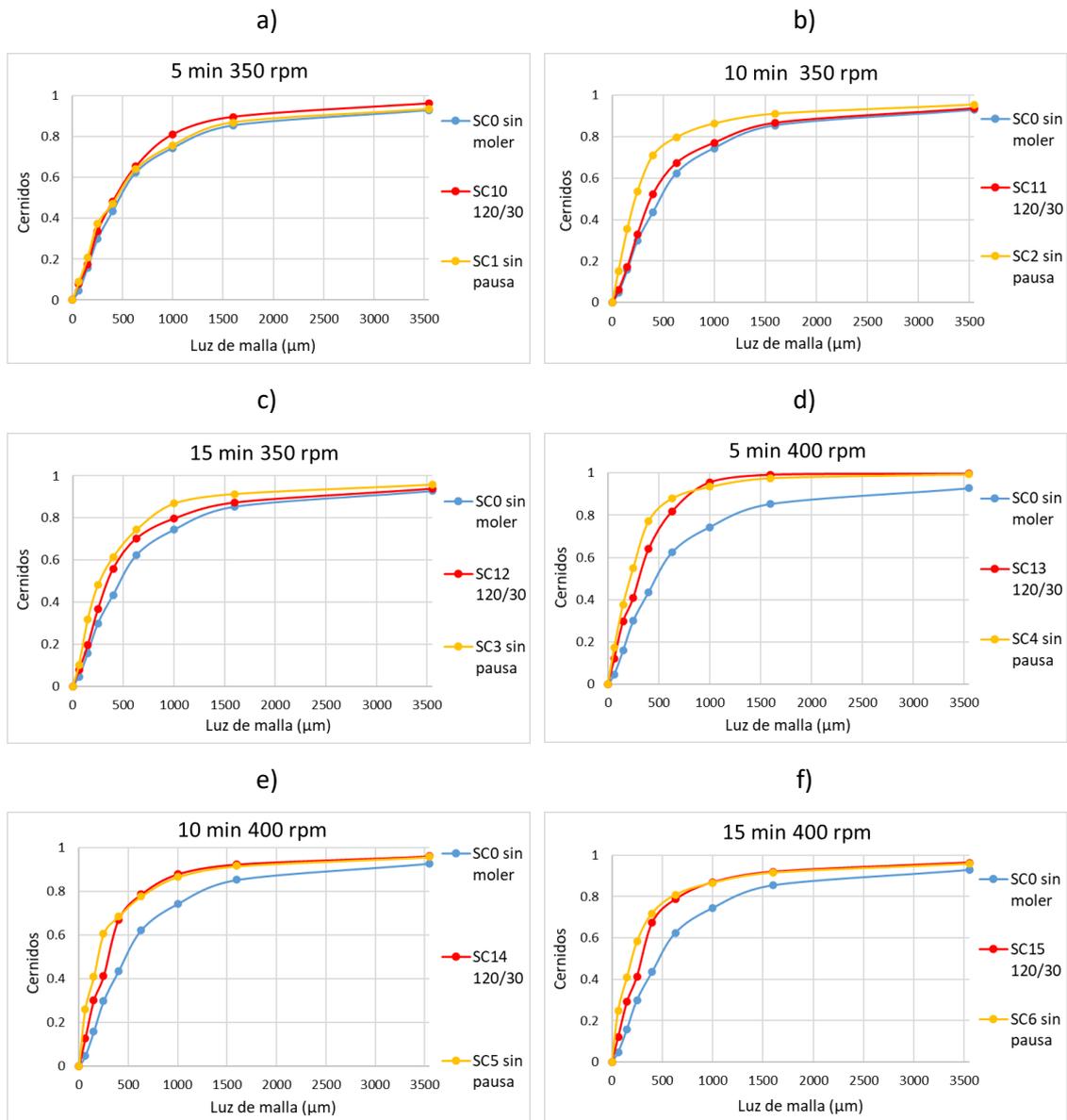


Figura 15. Efecto del tiempo de pausa en función del tiempo de molienda a 350 y 400 rpm (SC).

En la **Figura 15b** y la **Figura 15c** se puede observar que, a velocidades bajas, si se añade tiempo de pausa, si bien se produce rotura en las partículas (disminuye el porcentaje de las partículas de mayor tamaño), las partículas más pequeñas no sufren cambios significativos (disminuyen su proporción o se mantienen).

En las **Figura 15d e** y **f** a velocidades más altas, se observa que la influencia del tiempo habiendo añadido tiempo de pausa, conduce a disminuir la proporción de las partículas de menor tamaño.

En resumen, en todos los casos, se observa que la molienda es más efectiva si no se le añade tiempo de pausa.

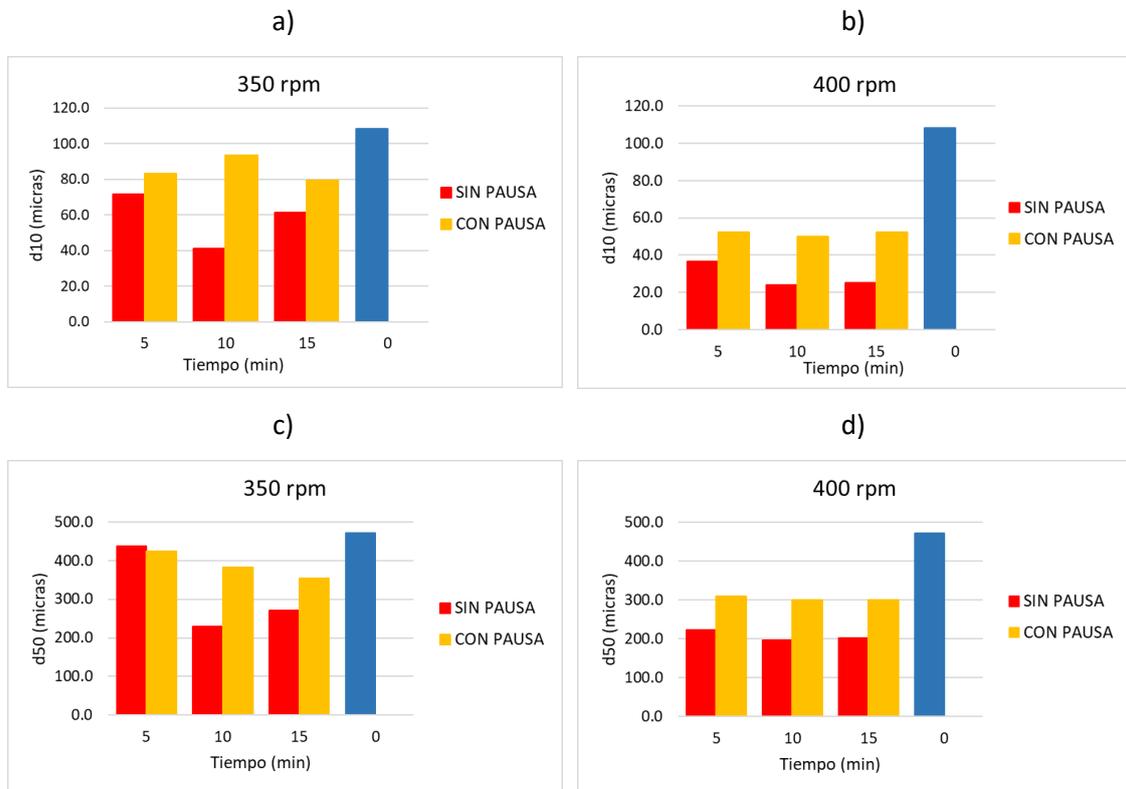


Figura 16. Efecto del tiempo de pausa en valores d_{10} y d_{50} (SC).

En la **Figura 16** en cuanto a valores d_{10} y d_{50} , se observa que, al aumentar la velocidad independientemente del tiempo de molienda, los resultados son muy similares. Tanto si se añade tiempo de pausa como si no. A velocidades más bajas (350 rpm) se observa que el tiempo de molienda cuando se añade tiempo de pausa sí es determinante.

Por último, se estudia la influencia de la variable tiempo de pausa con inversión del sentido de giro. Al igual que con la variable tiempo de pausa se realizan seis experimentos, tres de ellos a 350 rpm y otros tres a 400 rpm para tiempos de molienda de 5, 10 y 15 minutos.

Nuevamente, el tiempo de pausa o de descanso, fue de 30 segundos y se realizó a intervalos de 2 minutos, al finalizar éste es cuando se realiza la inversión del sentido de giro.

En la **Figura 17a** como ocurre en el caso de la variable tiempo de pausa, se observa que, al trabajar a velocidades bajas y tiempos de molida cortos, la molida no es efectiva y se obtienen resultados muy similares a los de la muestra de posos de café sin moler.

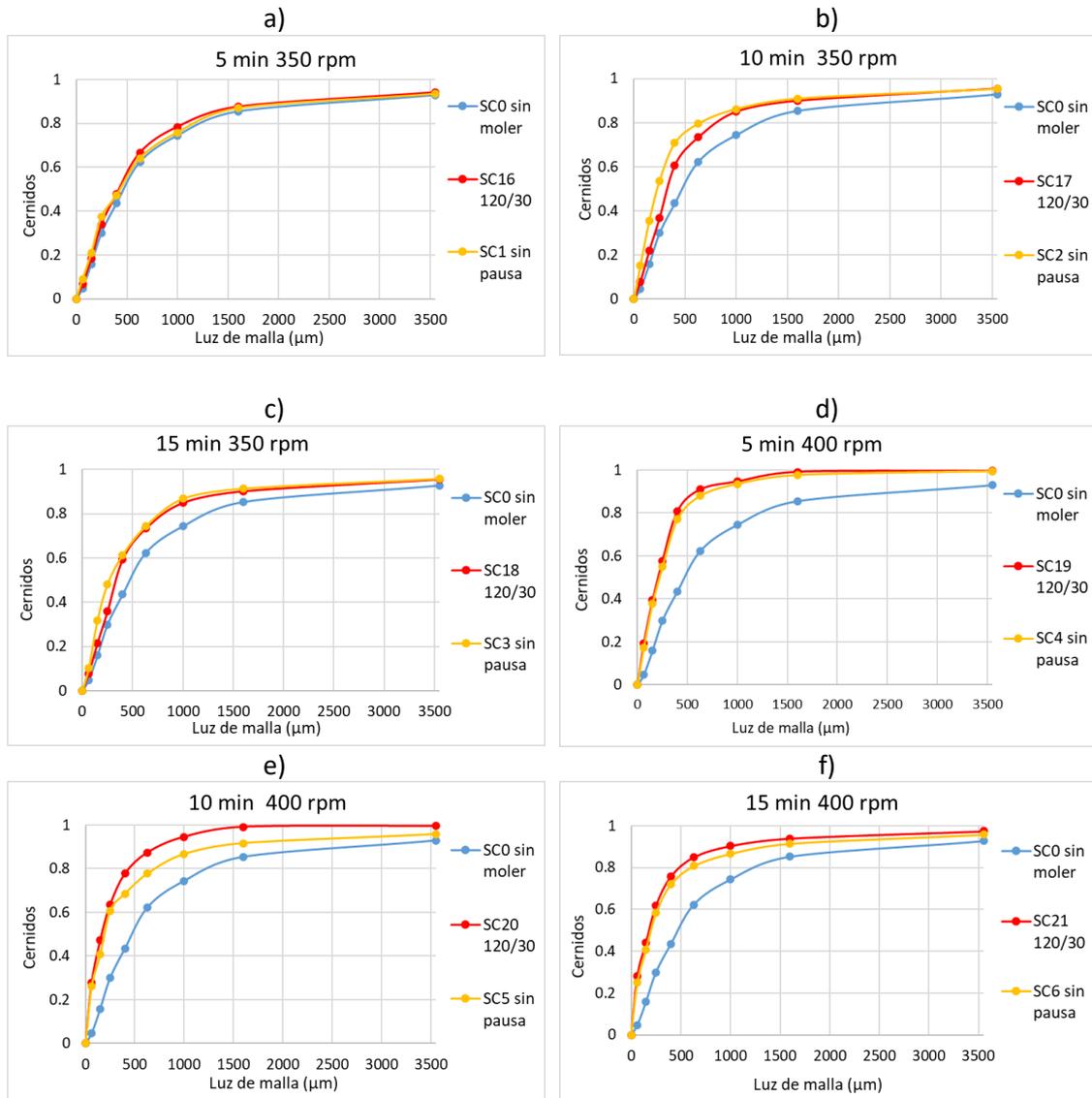


Figura 17. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro (SC).

En la **Figura 17b** y la **Figura 17c** se puede ver que, trabajando también a velocidades bajas, si se aumenta el tiempo de molida los resultados son mejores y se produce rotura en las partículas, sin embargo, la molida no es tan efectiva como en los experimentos realizados sin añadir tiempo de pausa e inversión del sentido de giro.

En la **Figura 17d e y f** se ha trabajado a una velocidad de giro más alta y se puede observar que a medida que se aumenta el tiempo de molida, añadir al tiempo de

pausa la inversión del sentido de giro sí que podría mejorar los resultados obtenidos en los experimentos realizados sin añadir tiempos de pausa.

Para ver de forma más clara los resultados, se representa cómo evolucionan los valores d_{10} y d_{50} con el tiempo de molienda a 350 y 400 rpm (**Figura 18**).

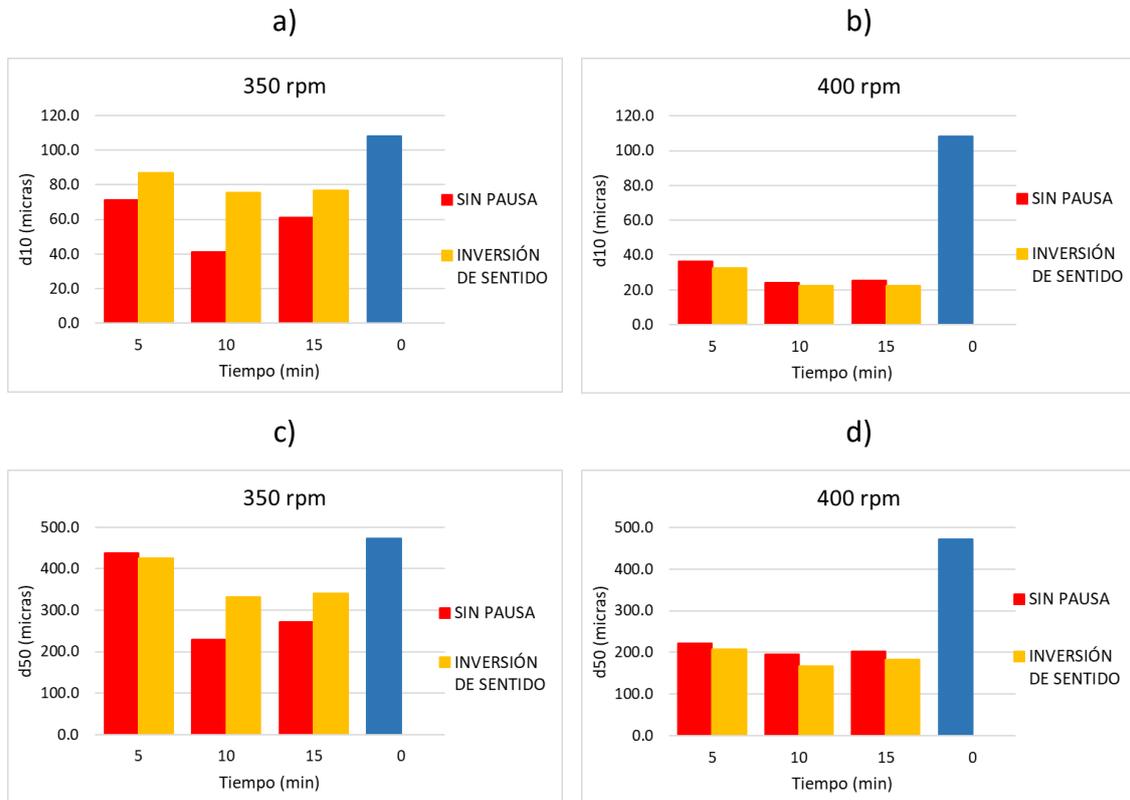


Figura 18. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro en valores d_{10} y d_{50} (SC).

En la **Figura 18a** y la **Figura 18c**, en cuanto a valores d_{10} y d_{50} , a bajas velocidades de giro (350 rpm) añadir la inversión del sentido de giro no provoca que se reduzcan de una manera significativa estos valores. Sin embargo, a velocidades más altas, 400 rpm, **Figura 18b** y **Figura 18d**, se consiguen reducciones del tamaño de partícula de más de la mitad respecto a los posos de café sin moler y reducciones de tamaño ligeras al añadir inversión del sentido de giro y aumentar el tiempo de molienda hasta los 10 minutos.

Puesto que el diámetro medio es un promedio que representa al conjunto de la fracción, y no solo a la fracción de partículas más pequeñas (d_{10}) o la mediana (d_{50}), se representó la evolución de este parámetro con todas las variables estudiadas (**Figura 19**).

En la **Figura 19** se puede observar que los valores más bajos se obtienen a velocidades intermedias (400 rpm).

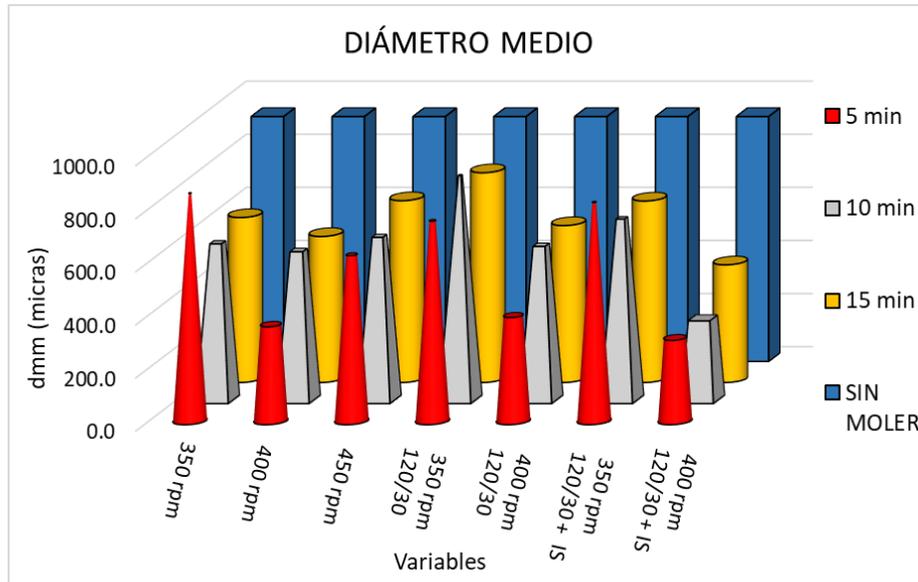


Figura 19. Diámetro medio de los posos de café (SC).

Trabajando a estas velocidades, se puede observar que los valores más pequeños de diámetro de partícula se obtienen cuando:

- El tiempo de molienda es bajo (5 minutos).
- El tiempo de molienda es bajo o intermedio (5 o 10 minutos) y se añade tiempo de pausa (120/30) con inversión del sentido de giro.

Finalmente, se concluye que para la biomasa residual posos de café (SC),

1. Trabajar a velocidades bajas (350 rpm) y tiempos cortos no es efectivo, pues apenas se produce rotura en las partículas.
2. A velocidades intermedias (400) y altas (450 rpm) el tiempo de molienda no es determinante.
3. A velocidades demasiado altas (450) se producen aglomeraciones.
4. Añadir únicamente tiempo de pausa independientemente de la velocidad y el tiempo de molienda no produce mejores resultados.
5. Añadir tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a velocidades bajas no consigue alcanzar los resultados obtenidos a velocidades intermedias (400 rpm) sin añadirlos.

6. Añadir tiempo de pausa e inversión del sentido de giro a velocidades intermedias (400 rpm) mejora los resultados obtenidos sin añadirlos, aunque con una relevancia mucho menor a lo que supone pasar de 350 a 400 rpm.

En las **Tabla 12** y **Tabla 13** se resumen las condiciones de operación de los experimentos con menor y mayor reducción de tamaño de partícula y la comparación de los valores obtenidos en los parámetros estudiados entre estos experimentos y la muestra sin moler.

Tabla 12. Experimento con mayor y menor porcentaje de reducción de tamaño de partícula (SC).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	PAUSA (s)	SENTIDO
SC0	0	0	NO	NO
SC1	5	350	NO	NO
SC20	10	400	120/30	SI

De todos los experimentos realizados, el menor porcentaje de reducción de tamaño de posos de café se obtuvo al realizar la molienda a una velocidad de giro de 350 rpm, sin tiempos de pausa ni inversiones del sentido de giro durante 5 minutos. Frente a la mayor reducción de tamaño de partícula que se obtuvo al moler durante 3 minutos a una velocidad de giro de 400 rpm, con tiempos de pausa de 30 segundos cada 120 segundos e inversiones del sentido de giro al finalizar éstos.

Tabla 13. Valor de los diferentes parámetros (SC).

MUESTRA	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)	Span	Coef. Uniformidad
SC0	108.2	472.3	966.7	922.2	1.8	5.6
SC1	71.4	437.7	936.5	856.5	5.6	8.0
SC20	22.6	166.6	763.7	306.6	4.4	10.1

Los tres experimentos de la **Tabla 13** tienen un span superior a 1 y un coeficiente de uniformidad superior a 4, lo que indica que las muestras son heterogéneas. Sin embargo, la muestra sin moler presenta menor grado de heterogeneidad, aumentando éste después de la molienda.

Tabla 14. % Reducción de tamaño.

% REDUCCIÓN				
Experimento	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)
SC1	34.01	7.32	3.12	7.12
SC20	79.11	64.72	20.99	66.75

En la **Tabla 14** se resumen los % de reducción obtenidos después de la molienda. La menor reducción obtenida en el diámetro medio de partícula fue del 7.12%, frente al mayor porcentaje obtenido que fue del 66,75%.

4.3.2 PIEL DE PLATA (CSS)

Al igual que con los posos de café, en la piel de plata se estudió la influencia de las variables tiempo y velocidad de giro. Sin embargo, como en los posos de café gastados se observó que añadir tiempo de pausa no favorecía el proceso de molienda, se decidió estudiar en la piel de plata como influye variar el intervalo al que se le añade el tiempo de pausa y el tiempo de pausa con inversión del sentido de giro en el proceso de molienda para la piel de plata.

Para ello, se realizaron 34 experimentos con diferentes condiciones, **ANEXO 2**.

Para estudiar la influencia del tiempo y la velocidad de giro se realizaron 10 experimentos, los 5 primeros a 350 rpm y los otros 5 a 400 rpm. Los tiempos de molienda utilizados fueron de 2, 3, 5, 10 y 15 minutos.

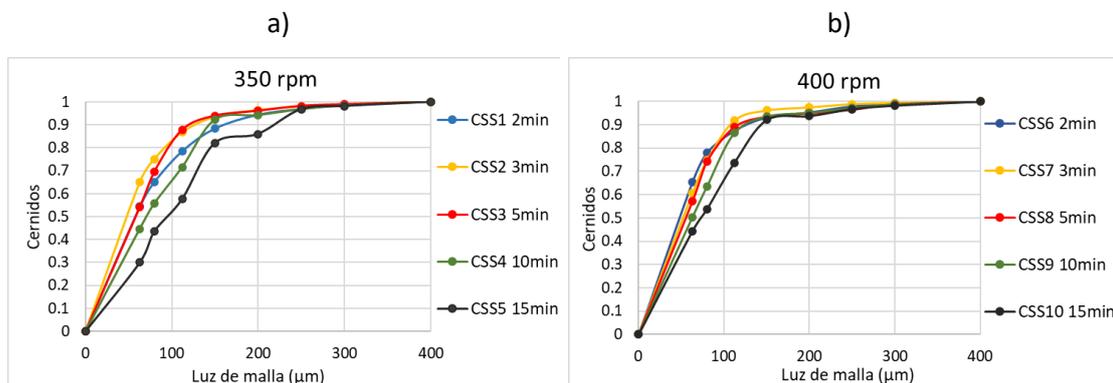


Figura 20. Efecto del tiempo de molienda a distintas velocidades (CSS).

En la **Figura 20**, se puede observar que tanto a velocidades bajas (350 rpm) como a velocidades altas (400 rpm) la molienda es más efectiva (se obtienen más cernidos con menor tamaño de partícula) cuanto menor es el tiempo de molienda (2 y 3 minutos). A

medida que se va aumentando este tiempo, la cantidad de partículas pequeñas obtenidas es menor. Esto puede deberse a un apelmazamiento del material por excesivo calentamiento.

En la **Figura 21**, se resumen los valores obtenidos d_{10} y d_{50} a 350 y 400 rpm y distintos tiempos de molienda.

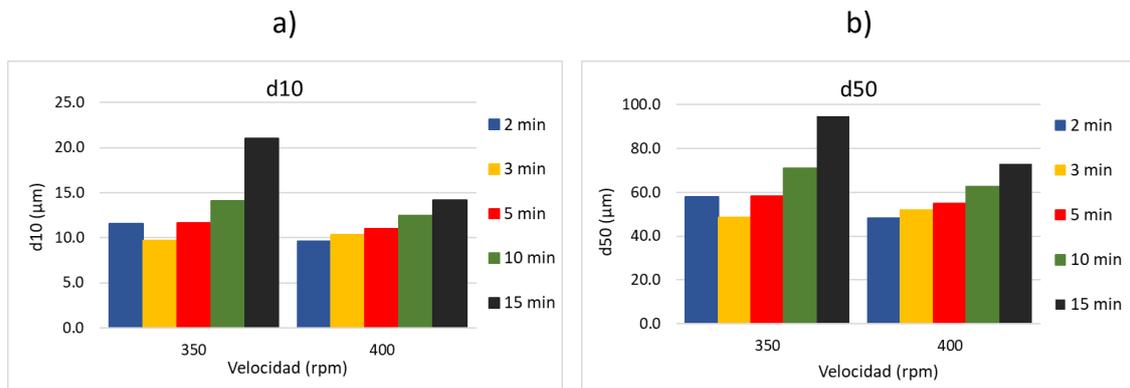
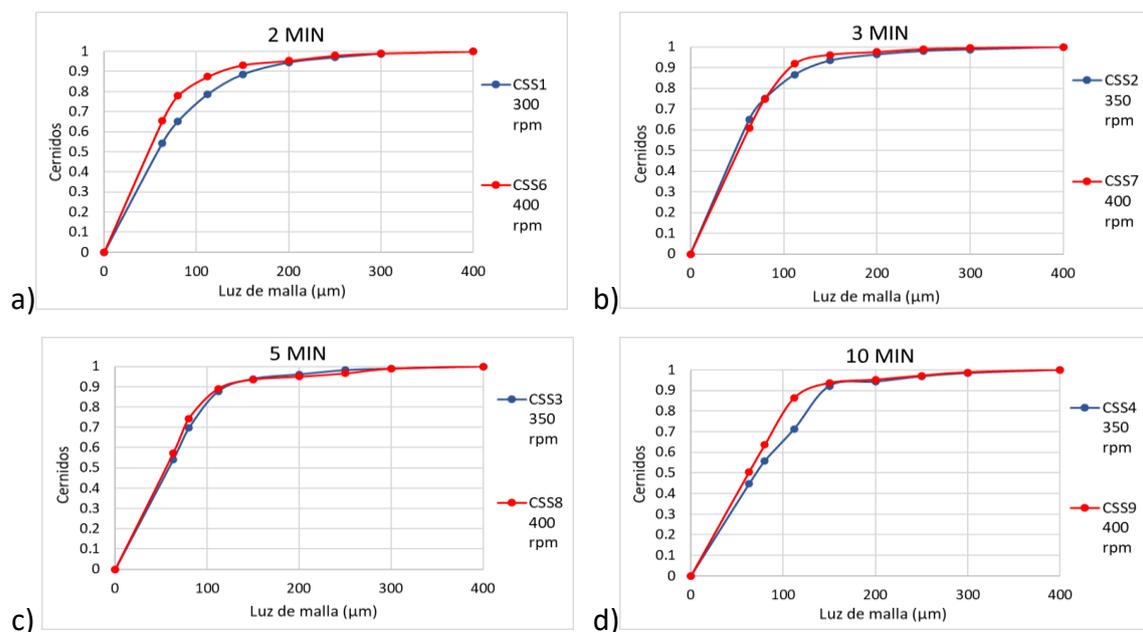


Figura 21. Efecto del tiempo de molienda en valores d_{10} y d_{50} (CSS).

Tanto la **Figura 21a** como en la **Figura 21b** se observa un aumento progresivo de los valores d_{10} y d_{50} a medida que se aumenta el tiempo de molienda. Se observa que tanto para valores d_{10} como d_{50} , a 350 rpm hay un mínimo a los 3 minutos de molienda.

Una vez analizado el tiempo de molienda, se analiza la velocidad de giro.



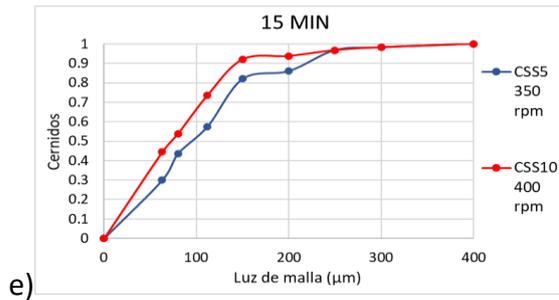


Figura 22. Efecto de la velocidad de giro a distintos tiempos (CSS).

En la **Figura 22** se puede observar que a tiempos de molienda cortos (2, 3 y 5 minutos) la diferencia entre trabajar a 350 rpm o 400 rpm es muy pequeña. Sin embargo, a medida que aumenta el tiempo de molienda (10 y 15 minutos) estos resultados se van distanciando, siendo considerablemente mejor trabajar a velocidades de giro altas (400 rpm).

Una vez analizadas las variables tiempo y velocidad, se continúa realizando experimentos añadiendo primero tiempo de pausa y después tiempo de pausa con inversión del sentido de giro. Para ello, se escogieron los experimentos en los que se obtuvo menor de d_{10} y d_{50} , los realizados a tiempos de molienda cortos (2 y 3 min).

Puesto que el objetivo de este estudio es conseguir la mayor cantidad posible de cernidos con un menor tamaño de partícula, para el menor tiempo y la menor velocidad de giro, y esto ya se ha conseguido, se va a comprobar si al añadir tiempo de pausa y tiempo de pausa con inversión del sentido se consiguen valores más pequeños d_{10} y d_{50} .

En primer lugar, se estudia la influencia del tiempo de pausa en el proceso de molienda. Para ello se decidió comprobar cómo influye añadir el mismo tiempo de pausa a distintos intervalos.

Puesto que los tiempos de molienda son muy cortos (2 y 3 minutos) se decidió añadir un tiempo de pausa de 15 segundos a intervalos de 15, 30 y 60 segundos respectivamente. En la **Tabla 26** del **ANEXO 2** se encuentran resumidas las variables escogidas para estos experimentos.

En la **Figura 23** se puede observar que apenas hay diferencias en la distribución granulométrica entre los experimentos realizados sin tiempos de pausa y los experimentos con tiempos de pausa añadidos a distintos intervalos.

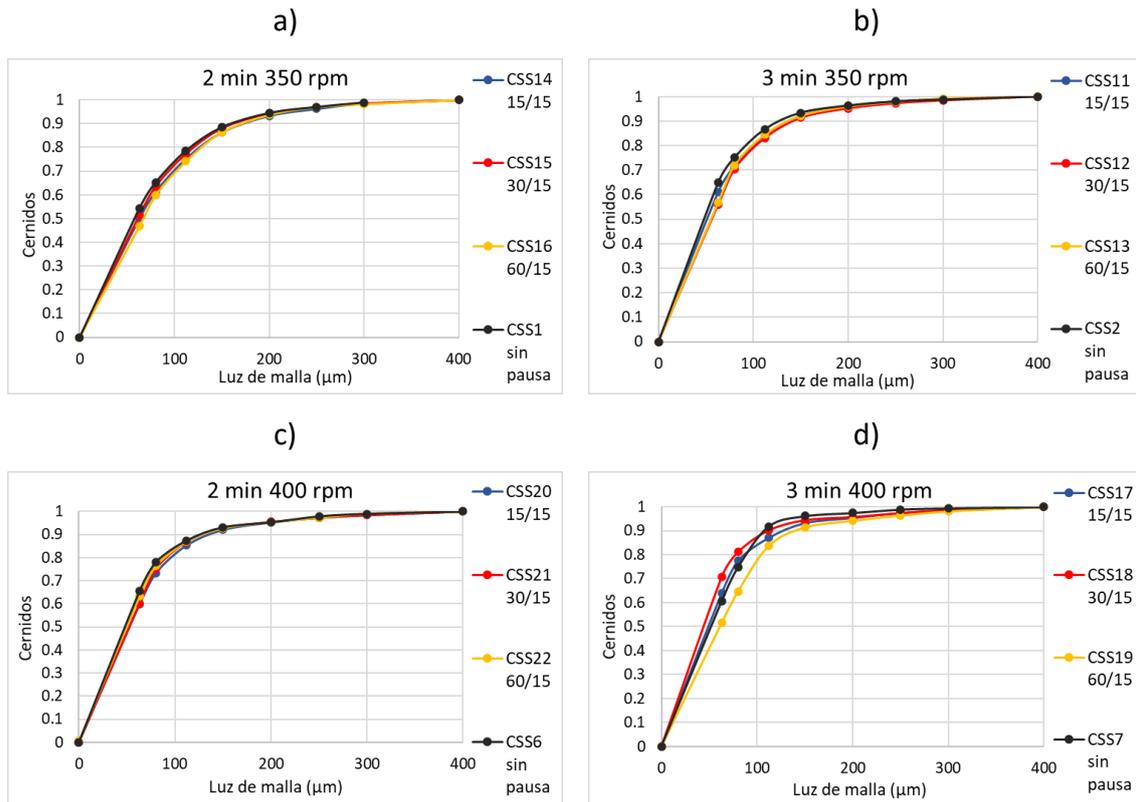


Figura 23. Efecto del tiempo de pausa a diferentes tiempos, velocidades de giro e intervalos (CSS).

Para tener una mejor visión de los resultados en la **Figura 24** se representan los valores de d_{10} y d_{50} .

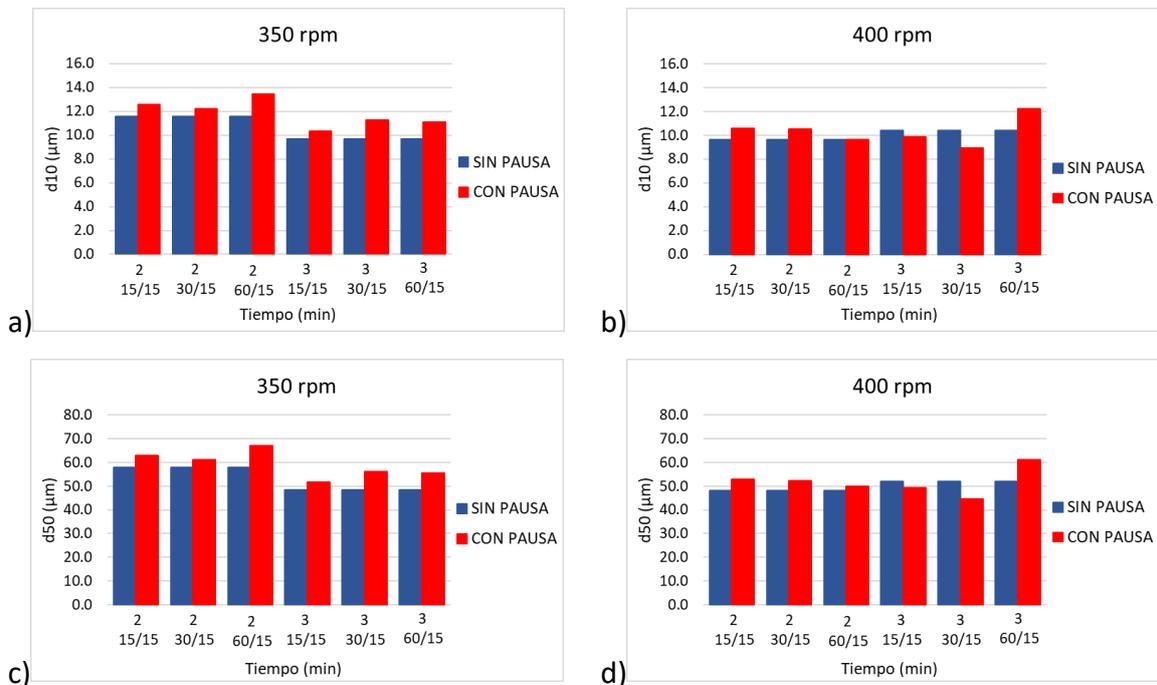


Figura 24. Efecto del tiempo de pausa a diferentes intervalos en valores d_{10} y d_{50} (CSS).

En la **Figura 24**, como en la **Figura 23** se puede observar que no hay diferencias relevantes entre los experimentos y que independientemente del tiempo de molienda y la velocidad de giro, se obtienen menores valores de d_{10} y d_{50} cuando no se añaden tiempos de pausa, excepto, y con una diferencia muy pequeña, cuando la velocidad de giro es alta (400 rpm), el intervalo es de 15 o 30 segundos y el tiempo de molienda es de 3 minutos (CSS17 y CSS18).

Finalmente se llevaron a cabo doce últimos ensayos en los que se estudió la influencia del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro en el proceso de molienda.

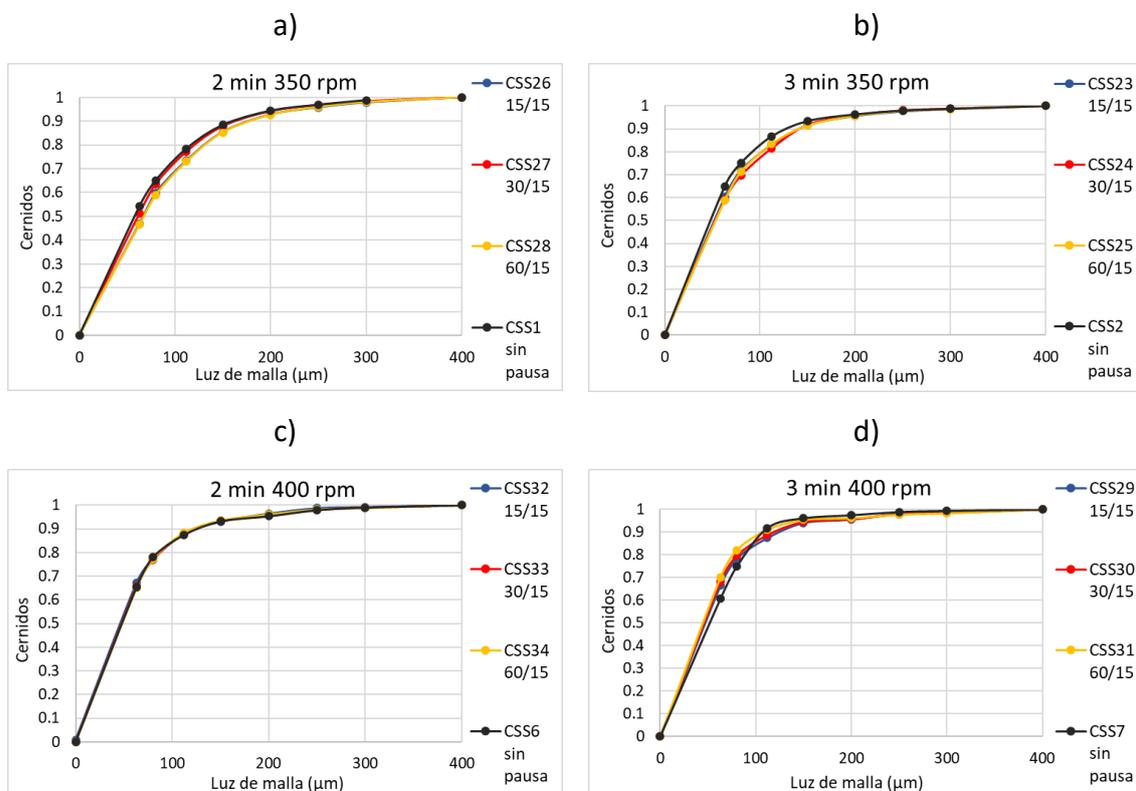


Figura 25. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a diferentes tiempos, velocidades de giro e intervalos (CSS).

En las **Figura 25** se puede observar que las distribuciones granulométricas a 2 minutos de molienda son prácticamente idénticas. A tiempos de 3 minutos, se observan diferencias, aunque insignificantes.

Para poder caracterizar de una mejor forma las diferencias obtenidas se calculan los valores de d_{10} y d_{50} , representados en la **Figura 26**.

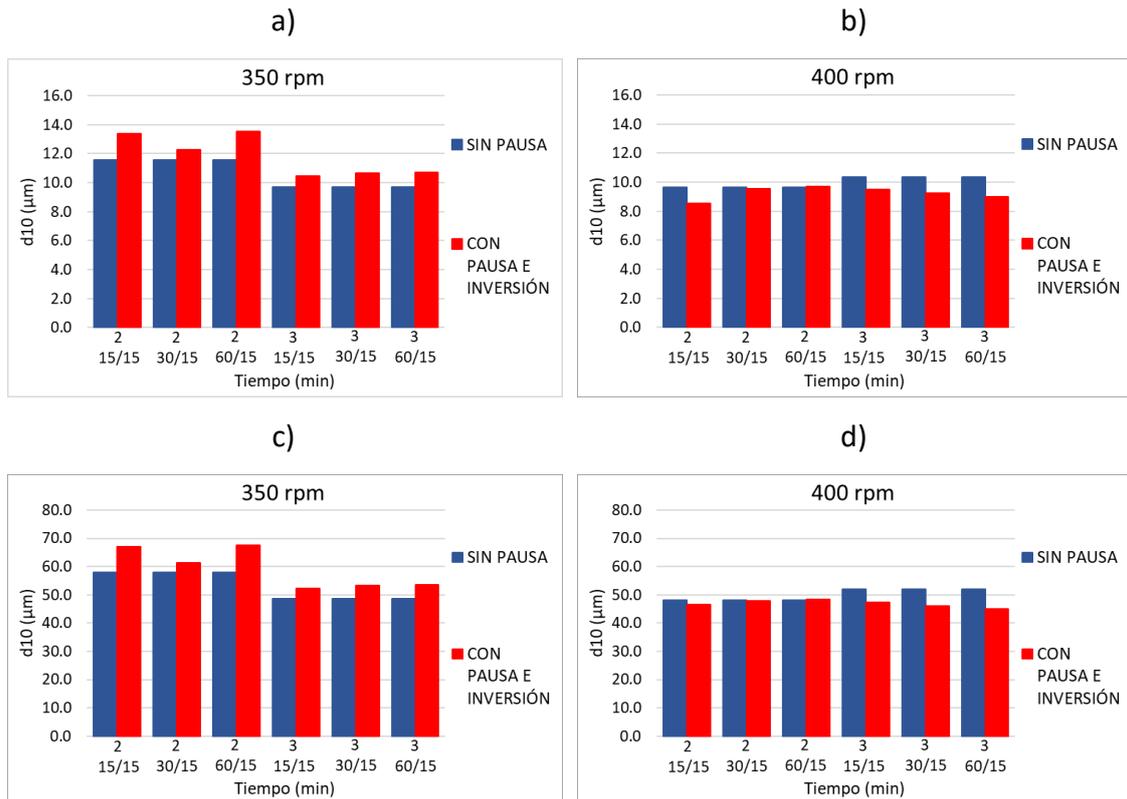


Figura 26. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a diferentes intervalos en valores d_{10} y d_{50} (CSS).

En la **Figura 26a** y la **Figura 26c** velocidades de giro bajas (350 rpm), se puede ver que los valores d_{10} y d_{50} varían considerablemente dependiendo del tiempo de molienda. Sin embargo, en la **Figura 26b** y la **Figura 26d** velocidades de giro altas (400 rpm), el tiempo de molienda no es tan determinante.

Por otro lado, se observa que a velocidades bajas (350 rpm) se obtienen menores valores d_{10} y d_{50} cuando no se aplica tiempo de pausa e inversión del sentido de giro, mientras que a velocidades altas (400 rpm) y tiempos de molienda de 3 minutos, ocurre lo contrario. Se obtienen menores valores d_{10} y d_{50} cuando se aplica tiempo de pausa con inversión del sentido de giro, aunque son similares a los encontrados a 2 minutos de molienda.

También, se observa que el intervalo escogido (15, 30 o 60 segundos) no tiene relevancia en cuanto a estos valores.

La evolución del diámetro medio en masa con los parámetros de molienda se muestra en la **Figura 27** y la **Figura 28**.

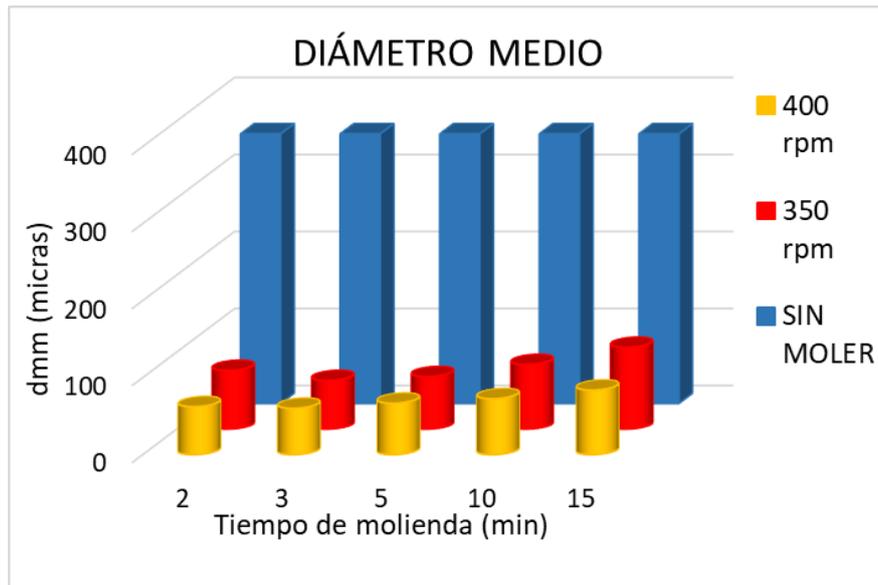


Figura 27. Diámetro medio de partícula en función del tiempo de molienda y la velocidad del giro (CSS).

En la **Figura 27** se observa, principalmente, la enorme reducción del diámetro medio con la molienda. Los menores diámetros medios se obtienen para tiempos cortos, independientemente de la velocidad de giro. A medida que se aumenta el tiempo de molienda, aumenta el valor del diámetro medio.

En la **Figura 28** se han representado los diámetros medios para 2 y 3 minutos de molienda cuando se añade tiempo de pausa (15 segundos) a distintos intervalos (15, 30 y 60 segundos) y cuando se añade ese tiempo de pausa con inversión del sentido de giro.

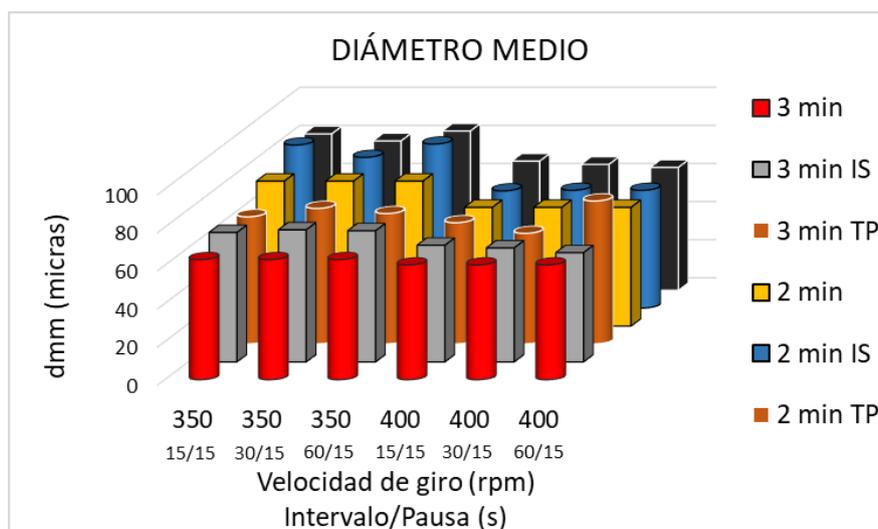


Figura 28. Diámetro medio de las partículas en función de las distintas variables (CSS).

Se puede observar que los menores diámetros medios se obtienen cuando se trabaja a velocidades altas (400 rpm) y tiempos de molienda de 3 minutos independientemente del intervalo escogido y de si hay inversión del sentido.

Finalmente, se concluye que para el residuo orgánico piel de plata (CSS),

1. Es ligeramente mejor trabajar a velocidad altas, 400 rpm (80,24% reducción de tamaño), que a bajas, 350 rpm (77.3% reducción de tamaño).
2. Los mejores resultados se obtienen a tiempos de molienda muy cortos (2 y 3 minutos).
3. El tiempo de pausa independientemente del intervalo escogido, no mejora los resultados obtenidos cuando no se añade.
4. El intervalo no es determinante.
5. Añadir inversión del sentido de giro solo mejora los resultados, y no de una manera drástica, cuando se trabaja a velocidades altas (400 rpm) y tiempos de molienda de 3 minutos.

En las **Tabla 15** y **Tabla 16** se resumen las condiciones de operación de los experimentos con menor y mayor reducción de tamaño de partícula y la comparación de los valores obtenidos en los parámetros estudiados entre estos experimentos.

Tabla 15. Experimento con mayor y menor porcentaje de reducción de tamaño de partícula (CSS).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	PAUSA (s)	SENTIDO
CSS0	0	0	NO	NO
CSS5	15	350	NO	NO
CSS31	3	400	60/15	SI

De todos los experimentos realizados, el menor porcentaje de reducción de tamaño de partícula de piel de plata se obtuvo cuando se realizó la molienda con una velocidad de giro de 350 rpm, sin tiempos de pausa ni inversiones del sentido de giro durante 15 minutos de molienda. Frente a la mayor reducción de tamaño de partícula que se obtuvo al realizar la molienda durante 3 minutos a una velocidad de giro de 400 rpm, con

tiempos de pausa de 15 segundos a intervalos de 60 segundos y con inversiones del sentido de giro al finalizar éstos.

Tabla 16. Valor de los diferentes parámetros (CSS).

MUESTRA	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)	Spam	Coef. Uniformidad
CSS0	336.4	1649.4	3377.2	1829.7	1.8	6.2
CSS5	21.0	94.7	218.6	106.1	2.1	5.5
CSS31	9.0	44.9	108.1	57.3	2.2	6

Los dos experimentos de la **Tabla 16**, el de menor y el de mayor % de reducción de tamaño de partícula, tienen un span superior a 1 y un coeficiente de uniformidad superior a 4, lo que indica que no se consiguen muestras homogéneas tras realizar la molienda.

Tabla 17. % Reducción de tamaño (CSS).

% REDUCCIÓN				
Experimento	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)
CSS5	93.75	94.25	93.52	94.20
CSS31	97.32	97.27	96.79	96.86

En la **Tabla 17** se puede observar que la diferencia de % de reducción entre el experimento con menor reducción de tamaño de partícula es de 94.2% y el experimento con mayor % reducción es 96.86%.

4.3.3 SERRÍN (S)

La última materia orgánica estudiada es el serrín. Al igual que con los posos de café y la piel de plata, se estudió la influencia de la variables tiempo de molienda, velocidad de giro, intervalo y tiempo de pausa y tiempo de pausa con inversión del sentido de giro. Para ello, se realizaron 33 experimentos con diferentes condiciones de operación, **ANEXO 2.**

Para estudiar la influencia del tiempo y la velocidad de giro se realizaron 9 experimentos, los 3 primeros a 350 rpm, los 3 siguientes a 400 rpm y los 3 últimos a 450 rpm. Los tiempos de molienda utilizados fueron de 5, 10 y 15 minutos.

Lo primero que se observa al moler, independientemente de las condiciones estudiadas, es que el tamaño se reduce enormemente, pasando a ser mayoritariamente inferior a 400 μm , como también pasaba con la piel de plata molida.

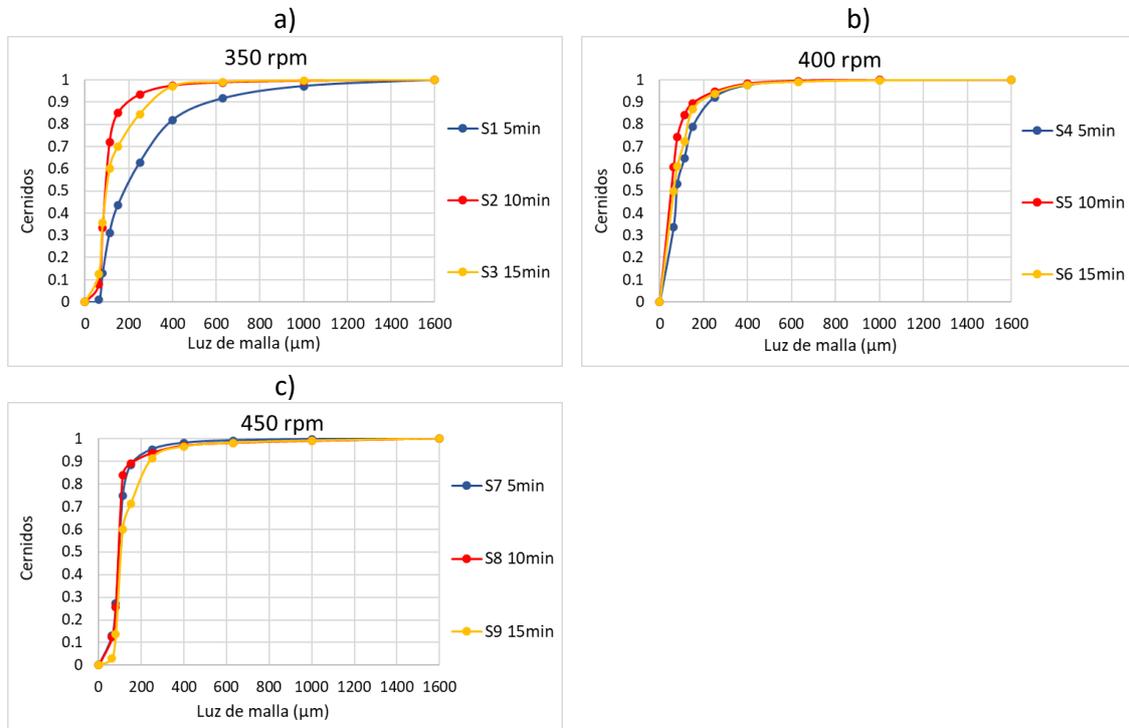


Figura 29. Efecto del tiempo de molienda a distintas velocidades (S).

En la Figura 29, se puede observar que a medida que aumenta la velocidad de giro, el tiempo de molienda es menos determinante.

Se observa también que a velocidades intermedias (400 rpm), si se emplean tiempos de molienda demasiado cortos (5 minutos) o demasiado largos (15 minutos), se obtienen peores resultados que a tiempos intermedios (10 minutos).

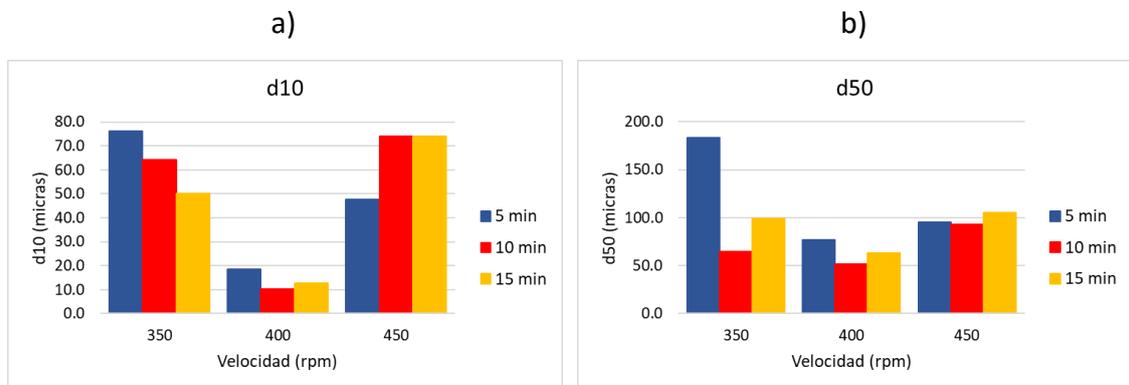


Figura 30. Efecto del tiempo de molienda en valores d_{10} y d_{50} a diferentes velocidades de giro (S).

En la **Figura 30a** se observan los resultados de una forma más clara. En cuanto a los valores d_{10} , son mucho mayores cuando se trabaja a velocidades bajas o altas (350 o 450 rpm), que si se trabaja a velocidades intermedias (400 rpm). Cuando se trabaja a velocidades bajas y se aumenta el tiempo de molienda, los valores d_{10} van disminuyendo, sin embargo, cuando se trabaja a velocidades altas (450 rpm), el menor tiempo de molienda permite obtener un menor diámetro d_{10} .

En la **Figura 30b** en cuanto a valores d_{50} , se observa que los valores se igualan mucho a diferentes tiempos de molienda a partir de 400 rpm. Pero los menores valores se observan a 400 rpm. Es más relevante la influencia de la velocidad de giro que el tiempo de molienda.

Una vez analizada la influencia del tiempo de molienda y la velocidad de giro y habiéndose concluido que la molienda es eficiente a velocidades de giro intermedias (400 rpm) y tiempos de 5 y 10 minutos, se procede al estudio del efecto del tiempo de pausa y el tiempo de pausa con inversión del sentido de giro. Al igual que con la piel de plata, además de estudiar el tiempo de pausa, se estudia también cómo influye el intervalo al que se le hace la pausa.

Se decidió aplicar estas nuevas variables a velocidades de giro de 350 y 400 rpm para comprobar, por un lado, si a velocidades bajas añadiendo tiempos de pausa e inversión del sentido de giro se consiguen obtener los mismos resultados que a velocidades de giro intermedias (**Figura 29b**), para así obtener los mejores resultados trabajando a menores velocidades de giro, y, por otro, si a velocidades intermedias se pueden obtener aun mejores resultados añadiendo estas variables.

Se comienza con el análisis de la influencia del tiempo de pausa y el intervalo. Para ello, se realizaron 12 experimentos. Los seis primeros a 350 rpm y los seis siguientes a 400 rpm. Al igual que con los posos de café gastados, el tiempo de pausa es de 30 segundos y los intervalos de 60 y 120 segundos. En la **Tabla 27** del **ANEXO 2** se encuentran recogidas de una manera más clara las variables escogidas para estos experimentos.

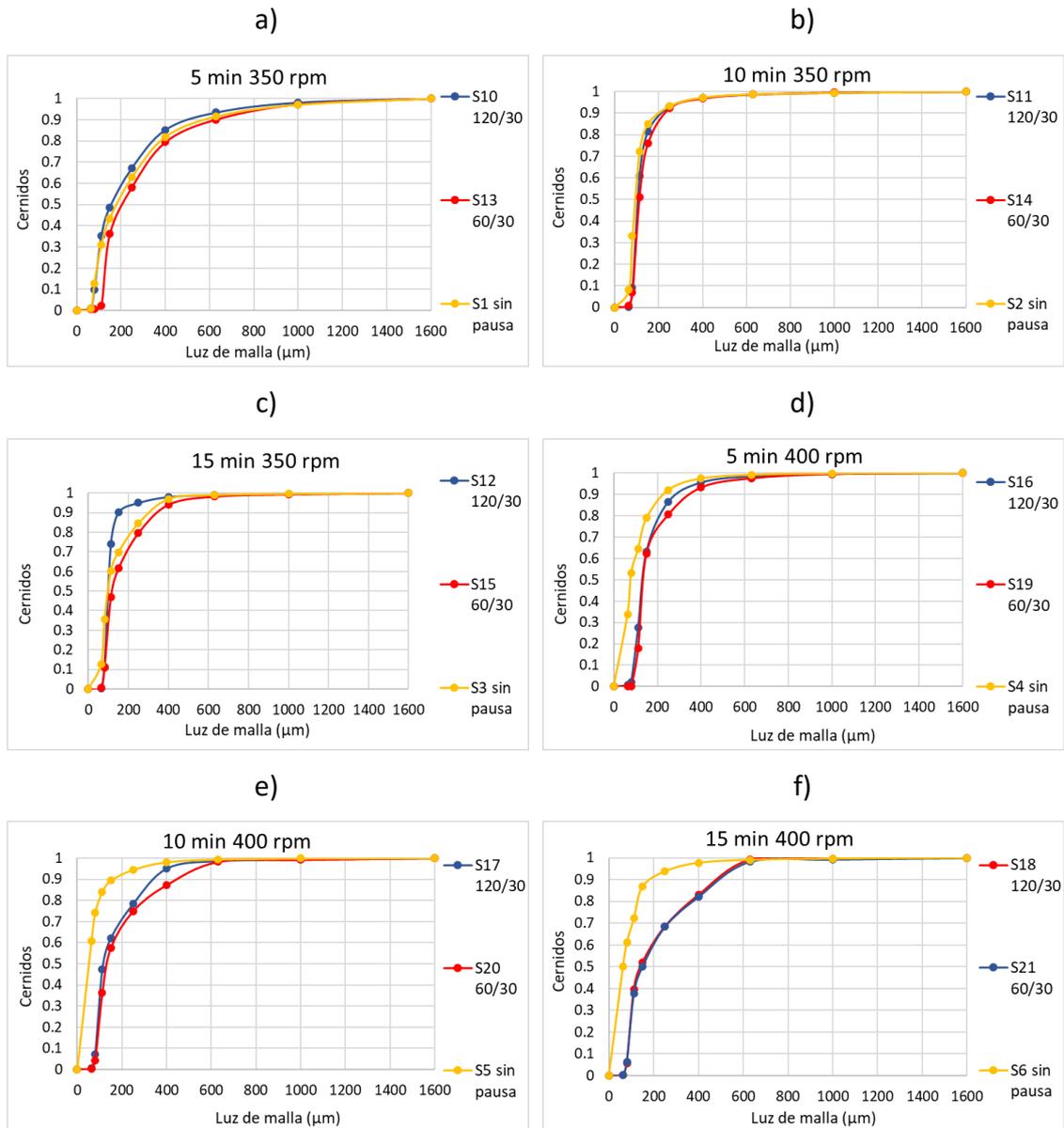


Figura 31. Efecto del tiempo de pausa a diferentes tiempo, velocidades de giro e intervalos (S).

En la **Figura 31a b y c** se puede observar que a velocidades de giro bajas (350 rpm) ni el tiempo de pausa ni el intervalo son determinantes y se obtienen resultados muy similares a los obtenidos sin tiempo de pausa, aunque a los 15 minutos las oscilaciones son mayores.

Sin embargo, en la **Figura 31d e y f** se observa que a velocidades intermedias (400 rpm) añadir tiempo de pausa independientemente del tiempo de molienda y el intervalo escogido provoca que la molienda sea mucho menos efectiva que si no se añaden.

Por lo tanto, en cualquier caso, se obtienen mejores resultados si no se añade tiempo de pausa.

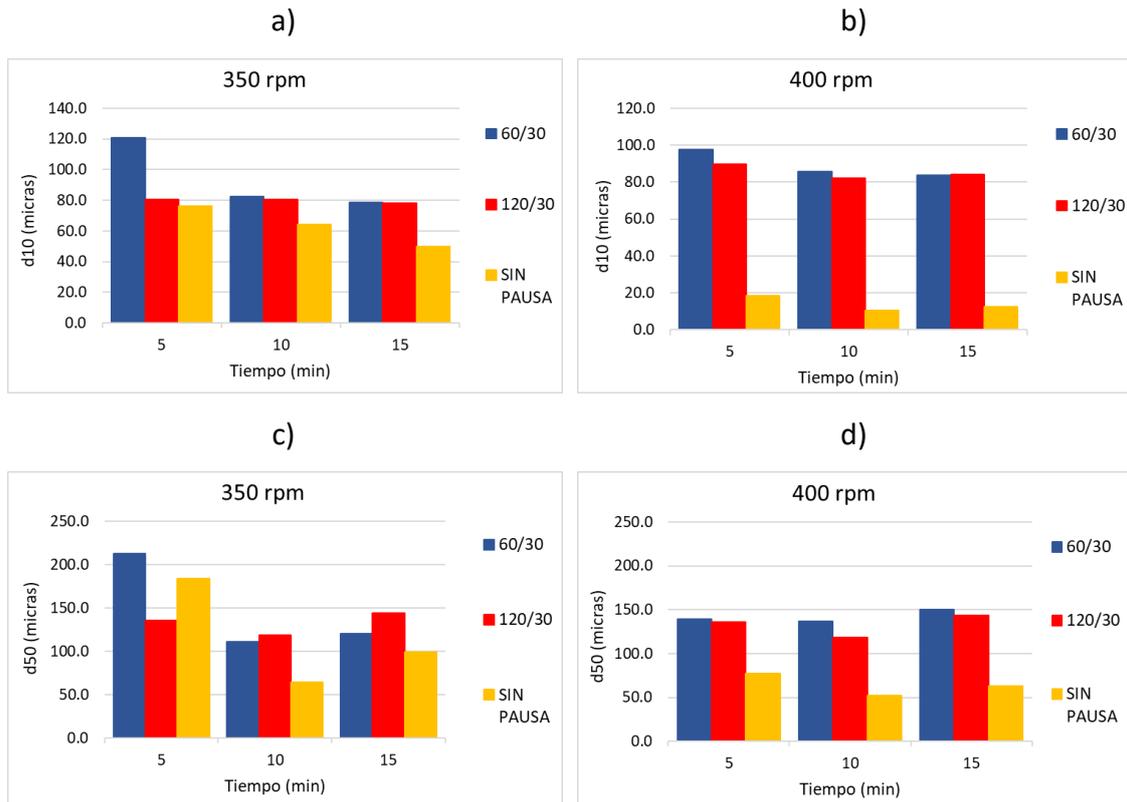


Figura 32. Efecto del tiempo de pausa a diferentes velocidades de giro e intervalos en valores d_{10} y d_{50} (S).

En la **Figura 32** se puede observar que igualmente cuando se trabaja a ambas velocidades los valores d_{10} y d_{50} son menores cuando no hay tiempo de pausa, con mayor empeoramiento a 400 rpm e independientemente del intervalo.

Para finalizar, se llevaron a cabo los 12 últimos experimentos en los que se estudió la influencia del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a distintas velocidades, tiempos e intervalos en el proceso de molienda.

Los 6 primeros a 350 rpm y los 6 siguientes a 400 rpm.

En la **Figura 33a b y c** se observa que a velocidades bajas (350 rpm), como ocurre cuando solo se añade tiempo de pausa, los resultados son muy semejantes entre sí, siendo, aun así, mejores cuando no se añade tiempo de pausa e inversión del sentido de giro. A 400 rpm, **Figura 33d e y f** es aún más negativo el efecto de añadir tiempo de pausa con inversión del sentido de giro. Parece que con el tiempo de pausa se añade tiempo de permanencia y esto, si el calor no se disipa, favorecería el apelmazamiento.

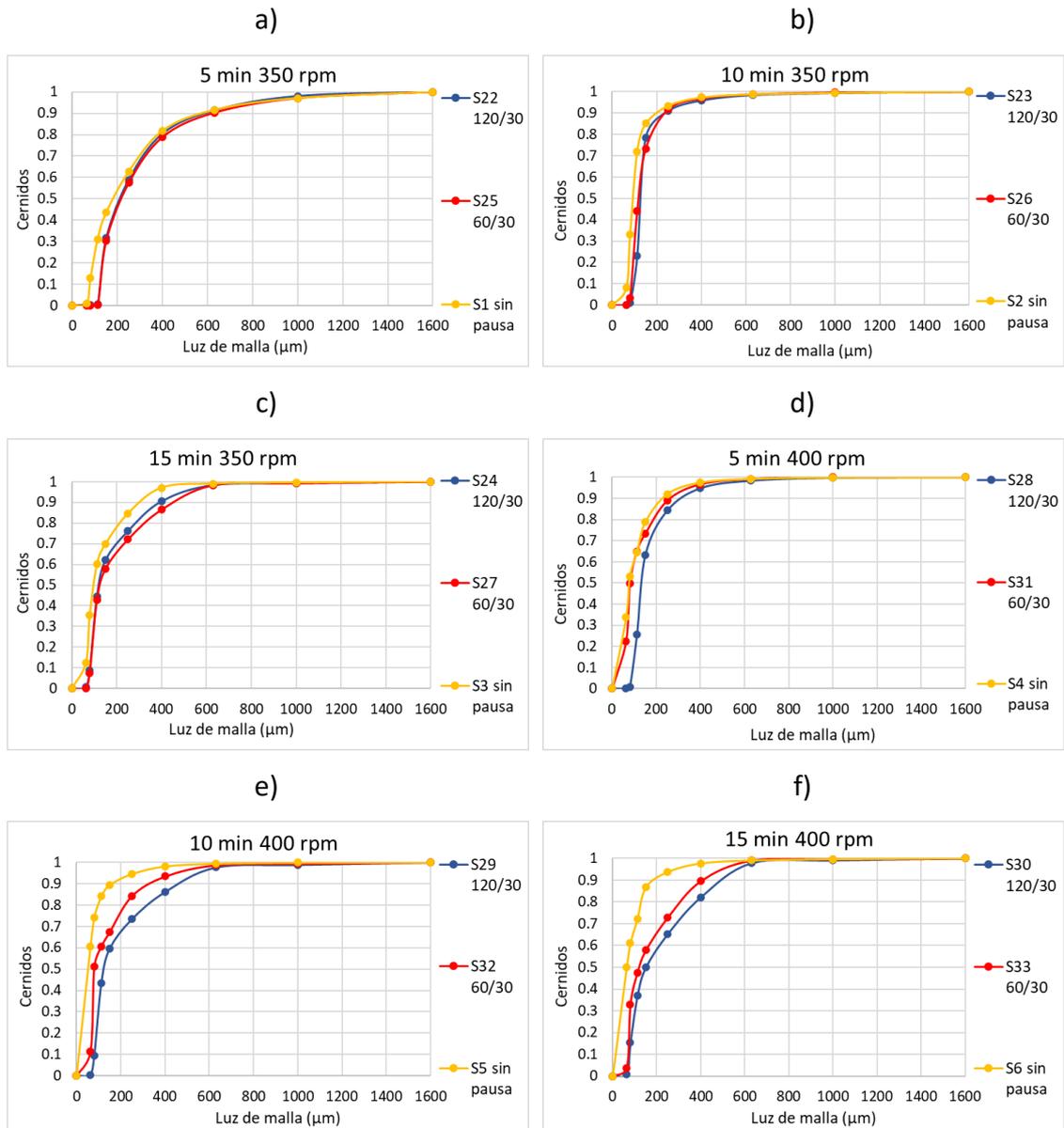


Figura 33. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a diferentes tiempos, velocidades de giro e intervalos (S).

En la **Figura 34** en cuanto a valores d_{10} y d_{50} se observa que a velocidades bajas (350 rpm) los valores obtenidos al trabajar a diferentes intervalos son muy similares entre sí, por lo que la elección del intervalo no es determinante. Y estos resultados, también, son cercanos a los que se obtienen cuando no se añaden tiempo de pausa e inversión del sentido de giro, siendo siempre menores cuando no se añaden.

Sin embargo, a velocidades más altas (400 rpm), si bien los valores más bajos se obtienen, también, cuando no hay pausa con inversión del sentido de giro, se observa que la elección del intervalo sí que es determinante en este caso. Siendo la operación

de molienda óptima cuando el intervalo de tiempo es más corto, es decir, cuando se realizan más paradas.

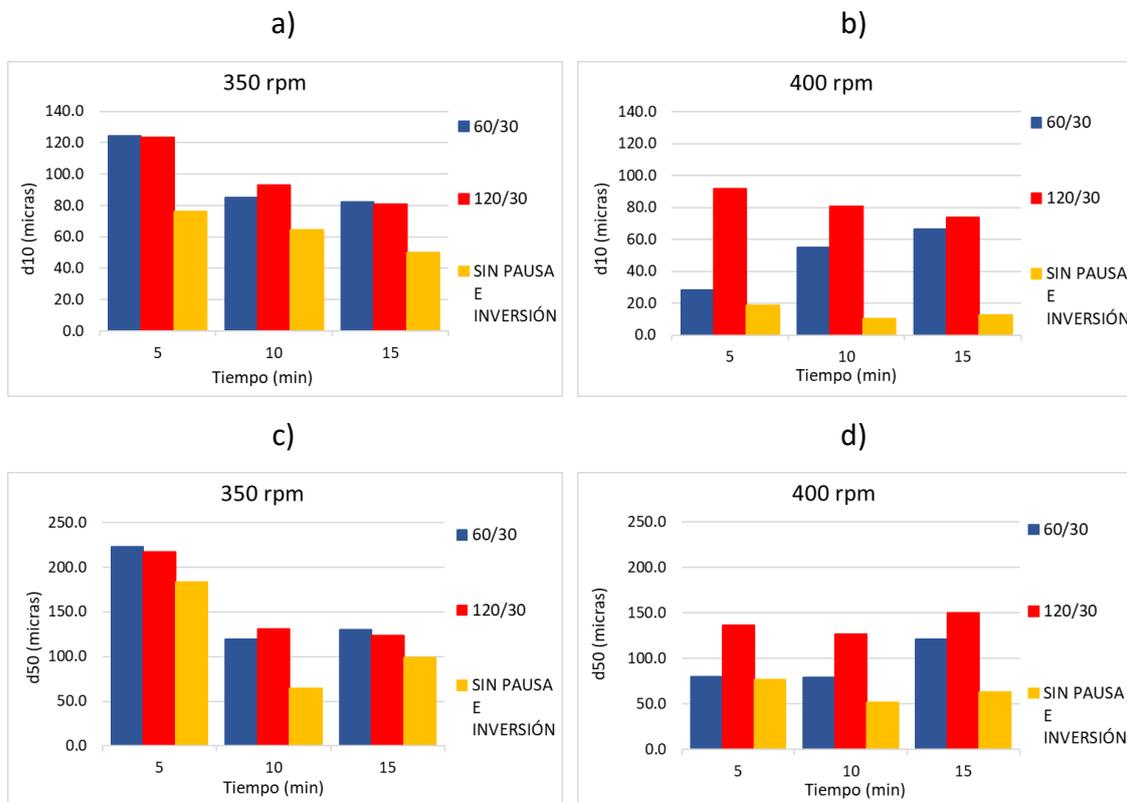


Figura 34. Efecto del tiempo de pausa con inversión del sentido de giro a diferentes velocidades, tiempos e intervalos en valores d_{10} y d_{50} (S).

En teoría, el tiempo de pausa provoca que al parar el molino las partículas de la muestra sedimenten y no se queden pegadas en la pared. Si al tiempo de pausa se le añade inversión del sentido de giro, además de sedimentar las partículas, al ponerse en marcha, las partículas reciben impacto desde la dirección contraria, lo que provocaría una molienda más efectiva. Pero nada de esto ocurre en esta muestra, donde parece que lo importante es que el tiempo de molienda sea el menor posible porque el calor producido “apelmaza” el producto, a pesar del tiempo de reposo o del giro.

En la molienda siempre se desprende algo de calor, a medida que se aumenta el tiempo y la velocidad este calentamiento es más alto. El tiempo de pausa evita que la temperatura se eleve demasiado y en teoría debería evitar aglomeraciones, aunque según los resultados obtenidos siempre es más efectivo trabajar sin tiempo de pausa.

La evolución del diámetro medio en masa con los parámetros de molienda se muestra en las **Figura 35** y **Figura 36**.

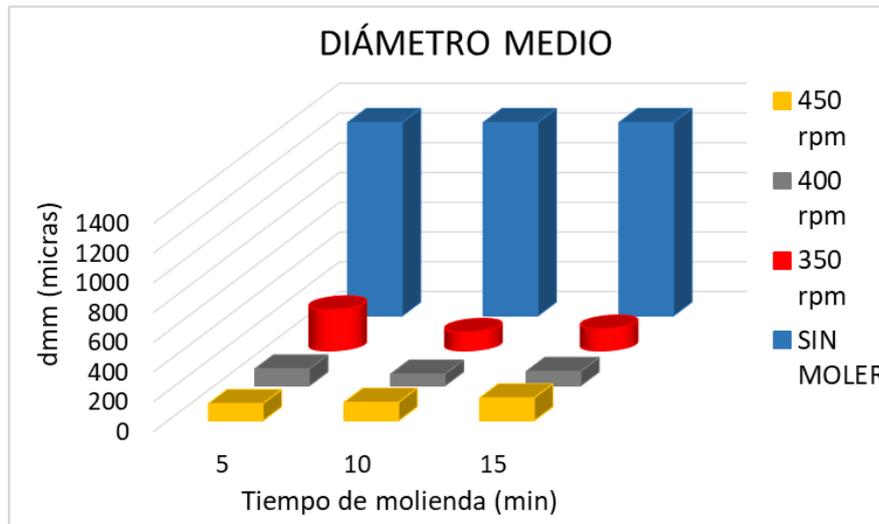


Figura 35. Diámetro medio de las partículas en función del tiempo de molienda y la velocidad de giro (S).

En la **Figura 35** se observa la gran reducción de tamaño obtenida en el proceso de molienda y que el menor diámetro medio de partícula se obtiene a una velocidad de giro intermedia (400 rpm).

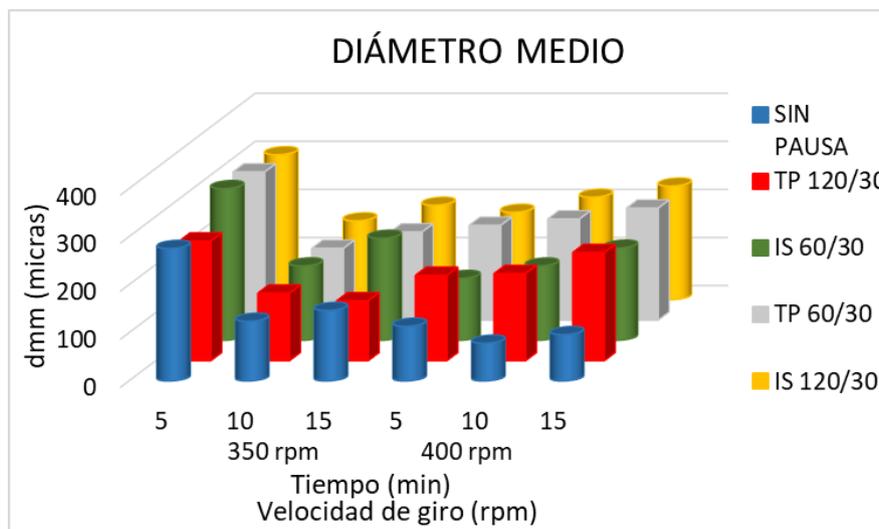


Figura 36. Diámetro medio de las partículas en función de las distintas variables (S).

En la **Figura 36** se observa que el menor diámetro de partícula se obtiene cuando no se añade ni pausa ni inversión del sentido de giro y se trabaja a velocidades y tiempos intermedios (400 rpm y 10 minutos).

Finalmente se concluye que para el residuo orgánico serrín (S),

1. Trabajar a velocidades bajas (350 rpm) y altas (450 rpm) no es tan efectivo como trabajar a velocidades intermedias (400 rpm).

2. A medida que se aumenta la velocidad, el tiempo tiene menor influencia en la disminución del tamaño.
3. Añadir tiempo de pausa en ningún caso mejora los resultados obtenidos cuando no se añade.
4. Cuando se añade tiempo de pausa, a medida que aumenta la velocidad y el tiempo, la elección del intervalo pierde relevancia.
5. Añadir tiempo de pausa con inversión del sentido de giro en ningún caso mejora los resultados obtenidos cuando no se añade.
6. Cuando se añade tiempo de pausa con inversión del sentido de giro, a velocidades altas escoger intervalos de tiempo grandes es bastante desfavorable en comparación a escoger intervalos de tiempo cortos.

En las **Tabla 18** y **Tabla 19** se resumen las condiciones de operación de los experimentos con menor y mayor reducción de tamaño de partícula y la comparación de los valores obtenidos en los parámetros estudiados entre estos experimentos.

Tabla 18. Experimento con mayor y menor porcentaje de reducción de tamaño de partícula (S).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	PAUSA (s)	SENTIDO
S0	0	0	0	0
S1	5	350	NO	NO
S5	10	400	NO	NO

De todos los experimentos realizados, el mayor reducción del tamaño de partícula que se obtuvo al moler durante 10 minutos, con una velocidad de giro de 400, sin tiempos de pausa ni inversiones del sentido del giro.

Tabla 19. Valor de los diferentes parámetros (S).

MUESTRA	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)	Span	Coef. Uniformidad
S0	382.9	1174.8	2924.7	1391.4	2.2	3.6
S1	76.1	183.6	592.2	275.7	2.8	3.1
S5	10.4	51.9	160.4	78.5	2.9	6

Los experimentos de la **Tabla 19** tienen un span superior a 1 y un coeficiente de uniformidad superior a 4 el de mayor reducción de tamaño de partícula e inferior a 4 el

de menor reducción de tamaño. Esto significa que, si se tienen en cuenta todas las partículas de la muestra, span, para calcular la amplitud relativa de la distribución, las dos muestras son heterogéneas. Sin embargo, si se tienen en cuenta las partículas de tamaño medio y finas, coeficiente de uniformidad, la muestra con menor % reducción de partícula se considera homogénea.

Tabla 20. % Reducción de tamaño (S).

% REDUCCIÓN				
Experimento	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)
S1	80.12	84.37	79.75	80.18
S5	97.28	95.58	94.51	94.35

La **Tabla 20** muestra la diferencia en el % de reducción del tamaño medio de partícula. En el peor de los casos, se obtiene un porcentaje de reducción de diámetro medio del 80.18% frente al 94.35% en el mejor de los casos.

4.4 REGRESIÓN LINEAL MÚLTIPLE DE RESULTADOS

Como se describió en el apartado 3.2.5, se ajustaron los resultados obtenidos a un modelo de regresión lineal múltiple con el objetivo de evaluar la influencia de las variables de operación de manera simultánea. A continuación, se incluyen los gráficos de coeficientes de los modelos.

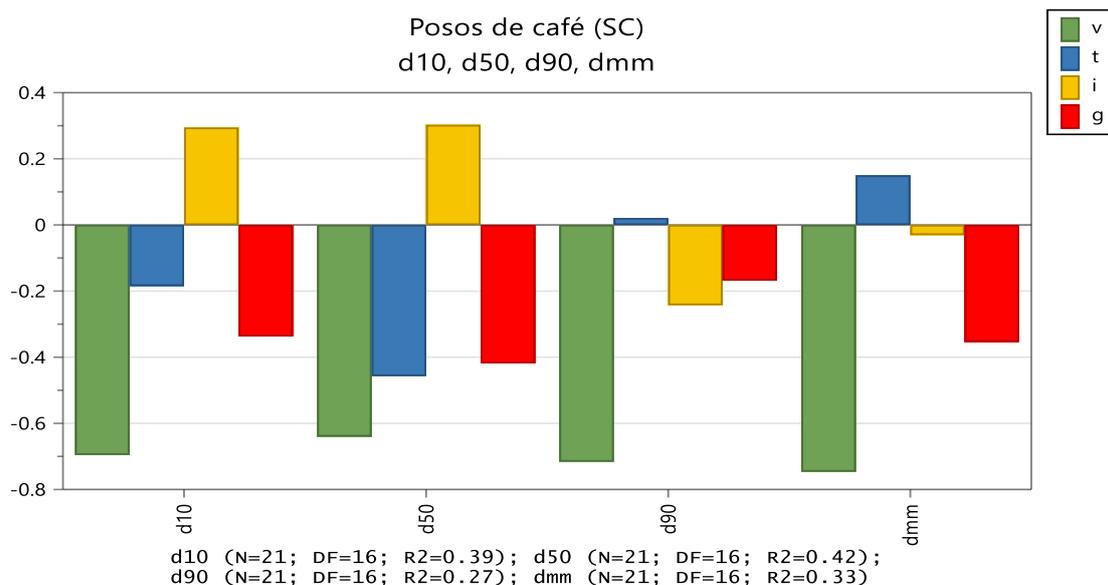


Figura 37. Gráfico de coeficientes para d₁₀, d₅₀, d₉₀ y d_{mm} para los posos de café (v= velocidad de giro, t= tiempo de molienda, l= Intervalo, g= Inversión del sentido de giro).

En la **Figura 37** se presenta el gráfico de coeficientes d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para los posos de café. Se puede observar que la velocidad de giro es el primer y más importante factor que tener en cuenta. El valor del coeficiente velocidad para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} es negativo, lo que significa que se obtienen valores menores de d_{10} con velocidades altas. El tiempo de molienda en d_{10} y d_{50} también tiene un valor negativo, lo que significa que a mayores tiempos menores serán los valores de d_{10} y d_{50} . Sin embargo, para d_{90} y d_{mm} el valor del tiempo es positivo, por lo que el valor d_{90} y d_{mm} será mayor. Con el intervalo ocurre lo contrario que con el tiempo de molienda, para d_{10} y d_{50} el valor es positivo, por lo que a mayores intervalos mayores valores d_{10} y d_{50} , y para d_{90} y d_{mm} el valor es negativo, por lo que a mayores tiempos de intervalo menor será el valor de d_{90} y d_{mm} . Por último, la inversión del sentido de giro tiene un valor negativo para los cuatro parámetros, por lo que añadir inversión del sentido de giro provocara menores valores para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

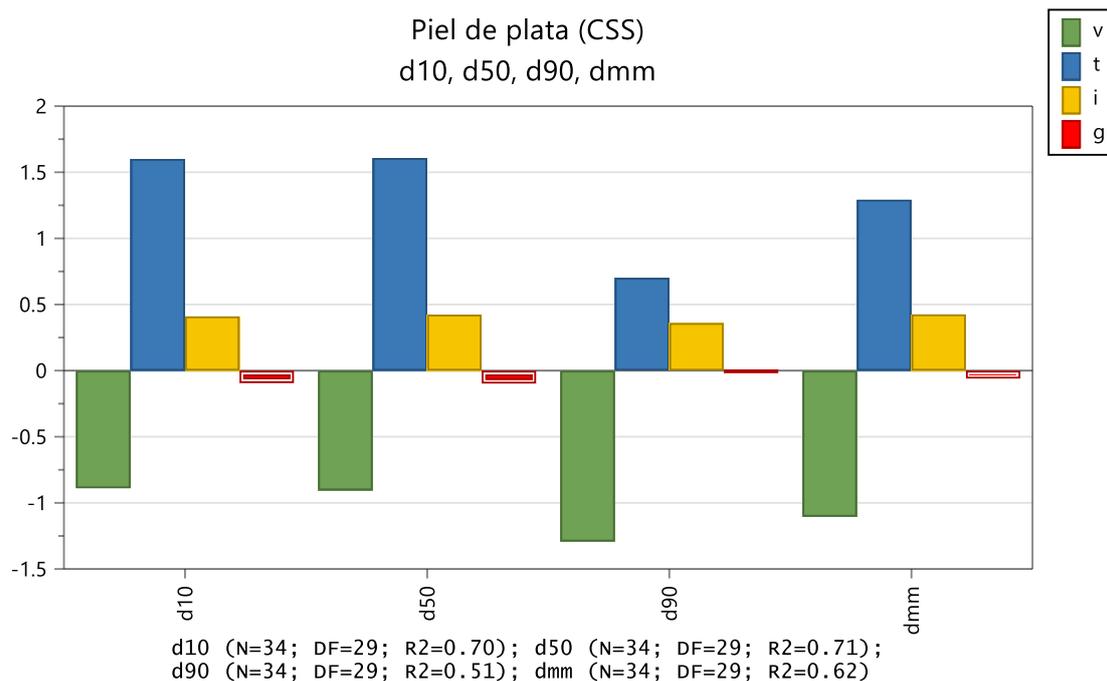


Figura 38. Gráfico de coeficientes para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para la piel de plata (v= velocidad de giro, t= tiempo de molienda, i= Intervalo, g= Inversión del sentido de giro).

En la **Figura 38** se presenta el gráfico de coeficientes d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para la piel de plata. Se puede observar que, en este caso, el tiempo de molienda es el factor más importante a tener en cuenta. El valor del coeficiente tiempo de pausa para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} es positivo, lo que significa que se obtienen valores mayores de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}

con tiempos de molienda altos. La velocidad de giro es negativa para los cuatro parámetros, lo que significa que a mayores velocidades de giro menores serán los valores de los parámetros. Con el intervalo ocurre lo mismo que con el tiempo de molienda, el valor es positivo, por lo que a mayores intervalos mayor será el valor de los cuatro diámetros. Por último, la inversión del sentido de giro tiene un valor negativo para los cuatro parámetros, por lo que añadir inversión del sentido de giro provocara menores valores para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} . Hay una clara diferencia en el tamaño de las barras, lo que indica la importancia de cada factor, el tiempo de molienda es el factor con mayor peso, seguido de la velocidad de giro. El intervalo y la inversión del sentido de giro son factores con menor importancia, ya que el tamaño de las barras es mucho menor.

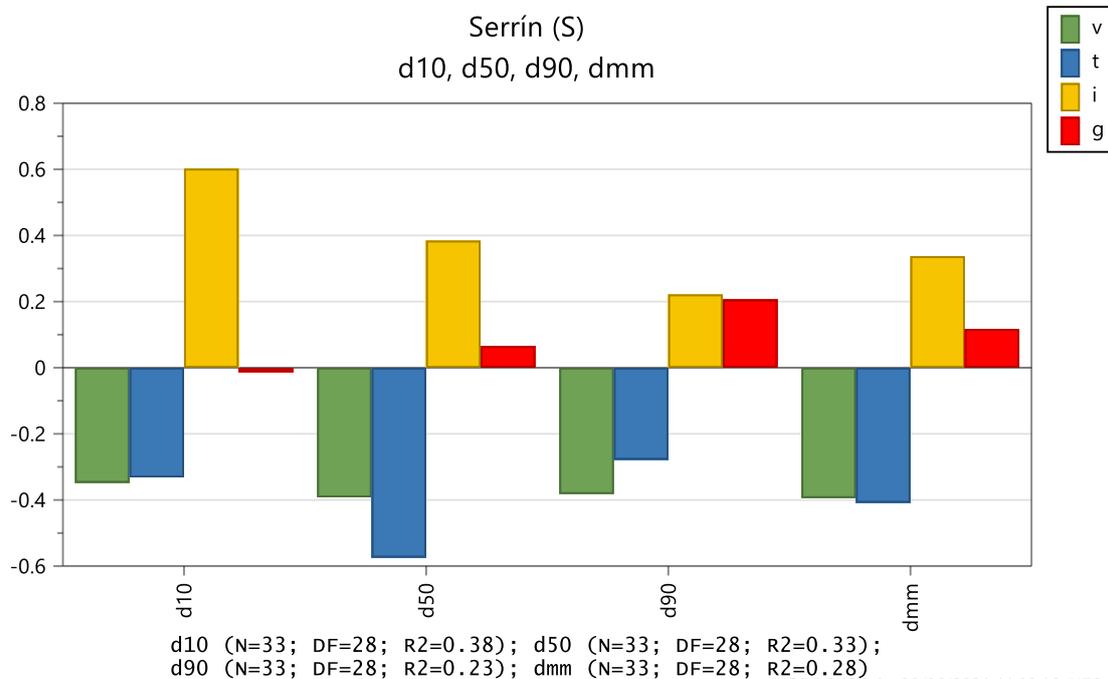


Figura 39. Gráfico de coeficientes para d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para el serrín (v= velocidad de giro, t= tiempo de molienda, i= Intervalo, g= Inversión del sentido de giro).

Por último, en la **Figura 39** se presenta el gráfico de coeficientes d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para el serrín. Se puede observar que, en este caso, tanto la velocidad de giro como el tiempo de molienda tienen signo negativo, por lo que a mayores velocidades giro y mayores tiempos de molienda, se obtendrán diámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} menores. Para el serrín, el intervalo tiene un mayor peso que en los posos de café y la piel de plata, siendo un factor, también, con mucha importancia. En los cuatro parámetros su signo es positivo,

lo que significa que cuanto mayor sea el tiempo de intervalo escogido, mayor será el valor de los diámetros. Si extrapolamos esto, quiere decir que, a menores intervalos, mayor número de veces que el molino para, menores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} se obtendrán. Por último, la inversión del sentido de giro es el factor con menor peso, tiene un valor negativo para d_{10} , y positivo para d_{50} , d_{90} y d_{mm} por lo que la inversión del sentido de giro favorece la obtención de valores de d_{10} menores, sin embargo, provoca que los valores de d_{50} , d_{90} y d_{mm} aumenten.

Con estas tres figuras se corroboran las conclusiones obtenidas en el apartado 4.3 y además se concluye que:

1. El tiempo de molienda y la velocidad de giro son las variables más importantes para tener en cuenta.
2. Las velocidades de giro altas favorecen la obtención de valores de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} más pequeños.
3. Excepto para la piel de plata, con tiempos de molienda largos se obtienen diámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} más pequeños.
4. El tiempo de pausa no favorece la molienda y, si se añade, se obtienen diámetros de partícula más pequeños cuando se escogen intervalos de tiempo cortos. (Mayor número de veces que el molino para).
5. La inversión del sentido de giro es la variable que menos influye en el proceso, pero, aunque muy poco, favorece la obtención de diámetros más pequeños.

4.5 COMPARACIÓN DE PARÁMETROS DE DISPERSIÓN Y TAMAÑO DE PARTÍCULA

4.5.1 PARÁMETROS DE DISPERSIÓN O VARIEDAD DE TAMAÑO DE PARTÍCULA.

4.5.1.1 Span o amplitud relativa de la distribución

En la **Figura 40** se han representado los Span obtenidos en cada experimento realizado a los diferentes materiales orgánicos, cuando el valor del Span ≤ 1 , la muestra es homogénea.

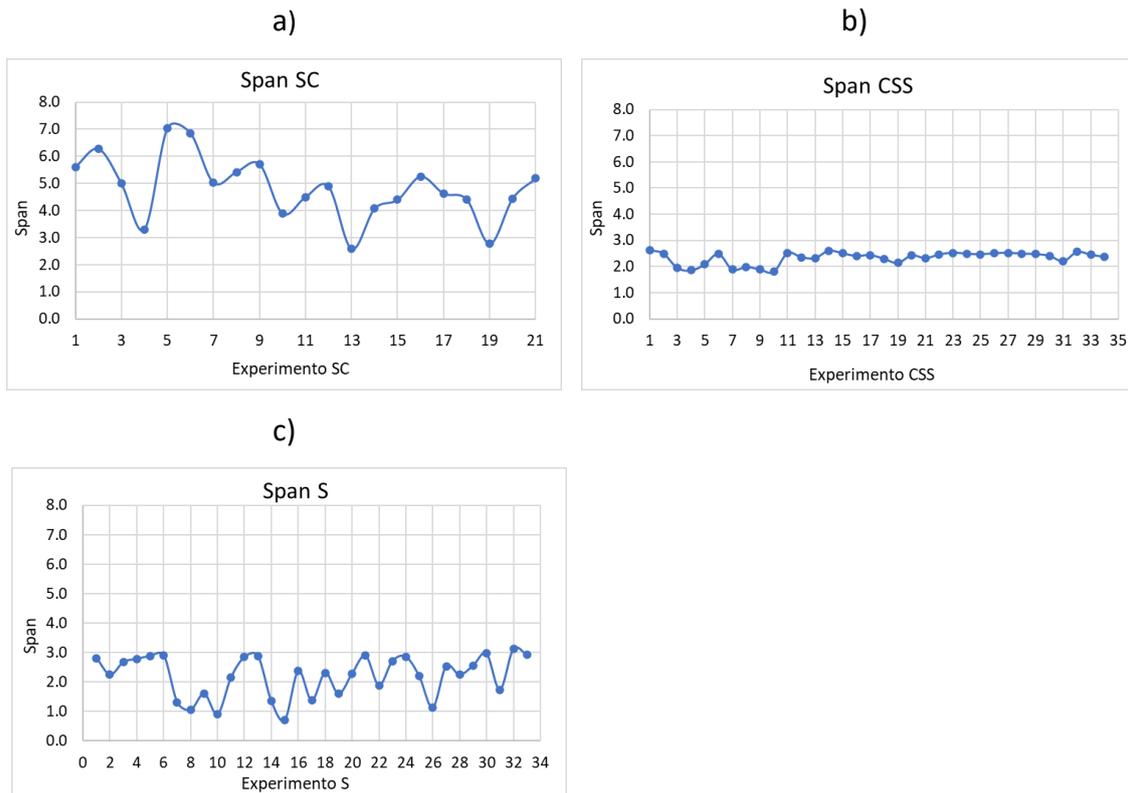


Figura 40. Span de los experimentos de los materiales orgánicos.

En la **Figura 40** se puede observar que existe una gran diferencia entre los Span obtenidos en cada material orgánico en las distintas condiciones de molienda.

Por un lado, los valores del Span en los posos de café, a), son muy diferentes dependiendo del experimento, es decir, dependiendo de las condiciones de operación, variando el Span entre 2.6-7.0, lo que quiere decir que las muestras son muy diferentes entre sí, siendo todas ellas heterogéneas, aunque algunas mucho más que otras.

Por otro lado, en b), para la piel de plata el valor del Span varía muy poco, entre 1.8-2.6, repitiéndose estos valores en varios experimentos. Esto quiere decir, que las condiciones de operación no afectan en gran medida a la uniformidad de la muestra.

Por último, en c), en cuanto al Serrín también hay bastante diferencia en los valores del Span dependiendo del experimento. Los valores varían entre 0.7-3.1, sin embargo, el rango de diferencia no es tan grande, como ocurre con los posos de café, por lo que las muestras son más similares entre sí. Las que tienen un Span igual o inferior a 1 se consideran homogéneas.

4.5.1.2 Coeficiente de uniformidad

Otro parámetro que indica la dispersión o variedad de tamaño de partícula es el coeficiente de uniformidad, C_u , que relaciona la cantidad de partículas de tamaño medio con las de tamaño pequeño.

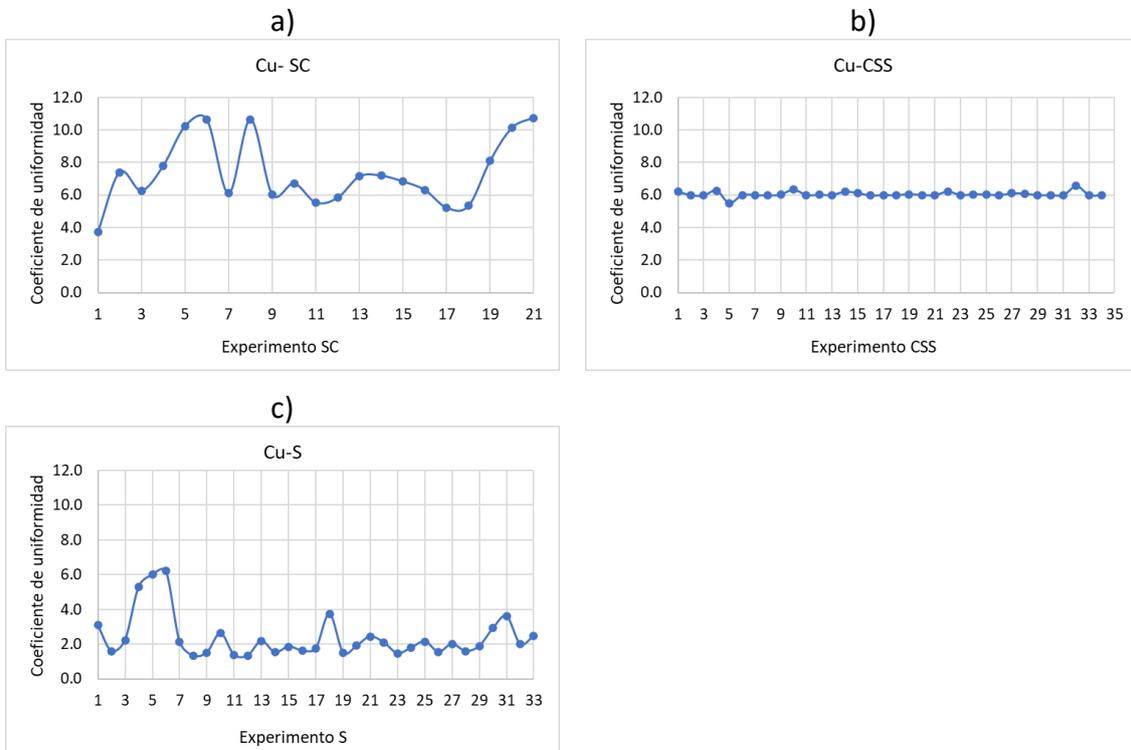


Figura 41. Coeficiente de uniformidad de los materiales orgánicos.

En la **Figura 41** se han representado los coeficientes de uniformidad de los experimentos realizados a los materiales orgánicos, cuando el de este parámetro es inferior de 4 se considera que las partículas tienen un tamaño uniforme.

En la **Figura 41a** se puede observar que al igual que ocurre con el Span, el valor del coeficiente de uniformidad para el café toma valores muy diferentes dependiendo del experimento. En todos los casos es valor de CU es mayor que 4, lo que corrobora que las muestras no son uniformes.

En el caso de la piel de plata, **Figura 41b**, todos los experimentos tienen un coeficiente de uniformidad en torno a 6, lo que indica, al igual que el Span, que las condiciones de operación no afectan a la uniformidad de la muestra, y que las muestras son heterogéneas.

Por último, en la **Figura 41c**, en cuanto al Serrín se obtienen valores del coeficiente de uniformidad inferiores a 4 en la mayoría de los experimentos, considerándose, por lo tanto, muestras homogéneas. A diferencia de lo que indica el Span, que al obtenerse en la mayoría de los experimentos valores superiores a 1, se considera que las muestras son heterogéneas. Aquí se observa la diferencia entre el coeficiente de uniformidad, que relaciona las partículas de tamaño medio con las de tamaño pequeño, y el Span, que tiene en cuenta todas las partículas de la muestra.

4.5.1.3 Distribución diferencial

En la **Figura 40** y la **Figura 41** se han estudiado dos parámetros que indican la amplitud relativa de la distribución. Esta amplitud puede ser la misma para dos materiales, lo que no quiere decir que la distribución diferencial sea la misma. En la **Figura 42** se han representado las distribuciones diferenciales de los experimentos con menor y mayor % de reducción de cada material.

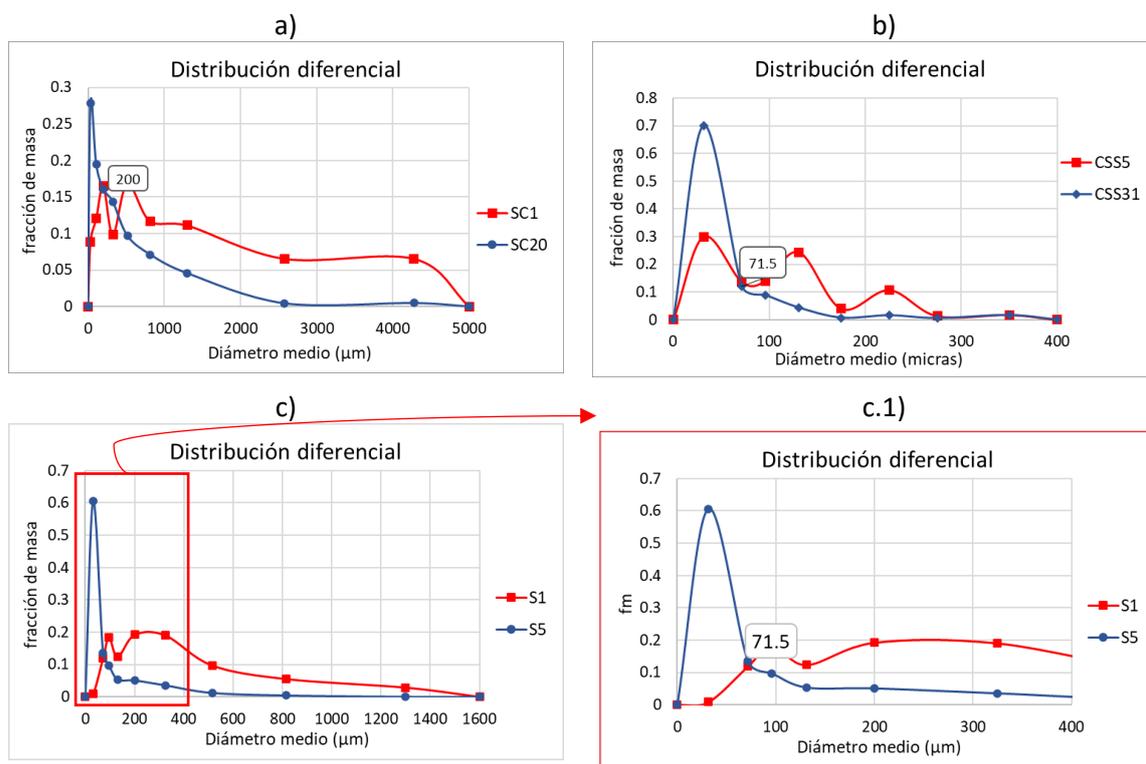


Figura 42. Distribución diferencial de los experimentos con menor y mayor porcentaje de reducción de los materiales orgánicos. (a) posos de café, b) piel de plata, c) serrín).

En la **Figura 42** se puede observar que existe una gran diferencia en la distribución diferencial de los experimentos con menor porcentaje de reducción (rojo) y los experimentos con mayor porcentaje de reducción (azul). En las distribuciones de los

experimentos con menor reducción de tamaño se observan varios picos, lo que significa que la muestra tiene grandes cantidades de material con ese diámetro medio de partícula. Por el contrario, se observa que las distribuciones con mayor porcentaje de reducción solo tienen un pico, por lo que la mayoría de las partículas de la muestra tienen ese diámetro. También se puede ver que están más desplazadas hacia la izquierda, por lo que el diámetro es menor.

En el caso de la piel de plata **Figura 42b** y el serrín **Figura 42c y c.1)** se puede ver que en los dos materiales la mayor parte de las partículas tienen un tamaño de entre 0 y 71.5 micras, sin embargo, los valores del span y del coeficiente de uniformidad son muy diferentes. Esto se debe a que el tamaño de partícula de la piel de plata varía entre 0-400 micras y el del serrín entre 0-1300 micras.

4.5.2 PARÁMETROS REPRESENTATIVOS DE TAMAÑO DE PARTÍCULA GLOBAL.

4.5.2.1 Diámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} de los experimentos óptimos.

En la **Figura 43** se han graficado los parámetros representativos de tamaño de partícula para los tres materiales orgánicos (d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}) a la misma escala (0-2500 micras) para observar la gran diferencia de tamaños de partícula obtenidos.

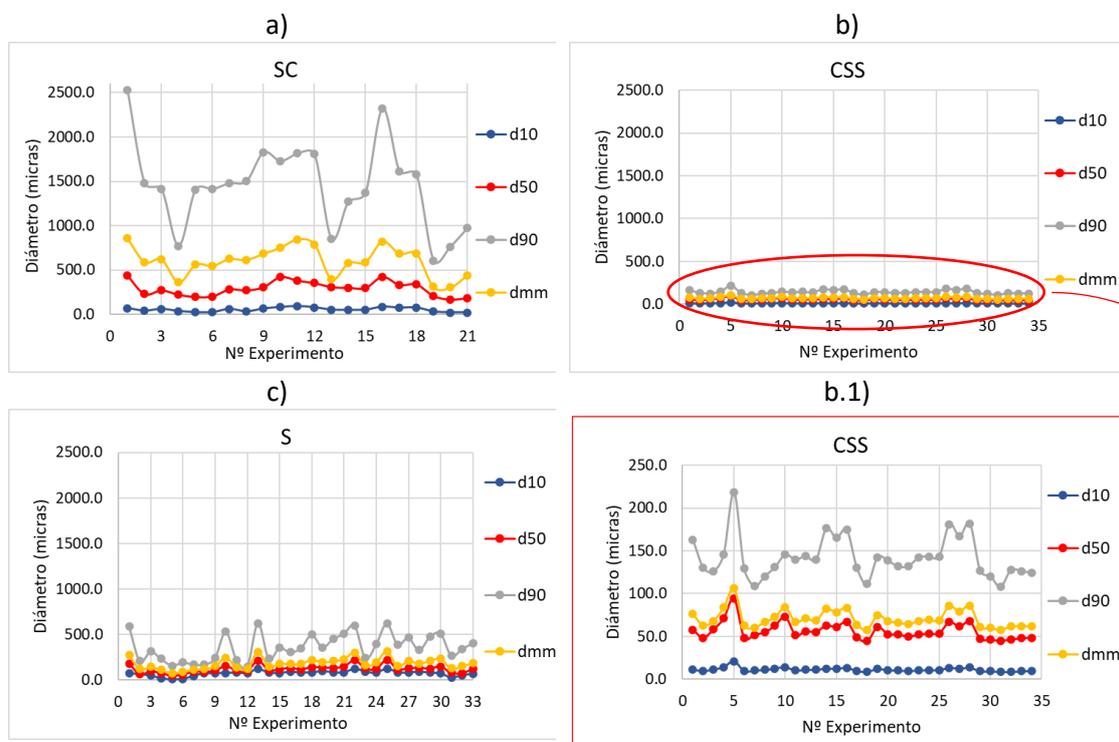


Figura 43. Gráfico de parámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} de los experimentos para SC, CSS y S.

Los diámetros más grandes se obtienen para los posos de café a), mientras que los valores más pequeños se obtienen para la piel de plata, b) (escala ampliada de la **Figura 43b** en **Figura 43b.1**)

Tabla 21. Diámetro medio inicial del material, diámetro medio final del experimento óptimo y % de reducción de SC, CSS y S.

	Posos de café (SC)	Piel de plata (CSS)	Serrín (S)
d_{mm} inicial (µm)	922.2	1829.7	1391.4
d_{mm} final (µm) (mejores condiciones)	306.6	57.3	78.5
% Reducción	66.75	98.50	94.35

La **Figura 43** y **Tabla 21** indican que el material con mayor tamaño de partícula inicial (Piel de plata, 1829.7 micras) es el que consigue un mayor porcentaje de reducción de tamaño y los menores valores de diámetro de partícula.

El serrín, con tamaño intermedio consigue el siguiente mejor porcentaje de reducción de tamaño y el siguiente valor de diámetro medio más bajo.

El que menor reducción de tamaño consigue son los posos de café, que inicialmente tenían el menor tamaño. Se corrobora que cuesta más moler las muestras de menor tamaño. Por otra parte, se obtienen distribuciones con bastante variedad de tamaños (bastante dispersas) pero en mayor medida también en los posos de café.

Tabla 22. Parámetros representativos de dispersión y tamaño de partícula de los experimentos óptimos.

Experimento óptimo	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)	Span	Cu
SC20	22.6	166.6	763.7	306.6	4.4	10.1
CSS31	9.0	44.9	108.1	57.3	2.2	6.0
S5	10.4	51.9	160.4	78.5	2.9	6.0

En la **Tabla 23** se resumen las condiciones de operación de los experimentos óptimos de cada material orgánico de la **Tabla 22**.

De la **Tabla 23** cabe destacar que la velocidad de giro óptima para todos los materiales orgánicos es de 400 rpm y que excepto para la piel de plata, el material con mayor

diámetro medio de partícula inicial (1829.7 μm) y con menor % de humedad, el tiempo óptimo de molienda es de 10 minutos.

Tabla 23. Condiciones de operación de los experimentos óptimos de cada material.

VARIABLES	POSOS DE CAFÉ	PIEL DE PLATA	SERRÍN
TIEMPO DE MOLIENDA (min)	10	3	10
VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	400	400	400
TIEMPO DE PAUSA	120/30	60/15	NO
INVERSIÓN DEL SENTIDO DE GIRO	SI	SI	NO

4.5.3 RELACIÓN CON LAS CARACTERÍSTICAS INICIALES DE LAS MATERIAS ORGÁNICAS.

En la realización de este trabajo se ha observado que la piel de plata y el serrín, que son los materiales con menor densidad bulk y aparente, más cohesivos, con menor porcentaje de humedad y mayor diámetro de partícula inicial, son los que mayor % de reducción de diámetro de partícula consiguen, 98.50% y 94.35% respectivamente. Frente a los posos de café, con densidades bulk y aparente más altas, cohesivo, pero con menor ángulo de reposo, con el % de humedad más alto y el menor diámetro de partícula inicial, que consigue el menor % de reducción de diámetro medio de partícula, 66.75%.

5. CONCLUSIONES

A lo largo de este proyecto se ha realizado la caracterización de tres materiales orgánicos elegidos como ejemplo de biomasa residual (posos de café, piel de plata y serrín) y se han llevado a cabo varios experimentos de molienda con diferentes condiciones de operación para analizar la influencia de éstas en la reducción de tamaño de partícula en un molino de bolas planetario. Tras evaluar los resultados de todas las pruebas experimentales se concluye lo siguiente:

- Cuanto mayor es el tamaño de partícula inicial, mayor es el porcentaje de reducción de tamaño que se consigue (66.75% posos de café, 98.50% piel de plata y 94.35% serrín).
- La velocidad de giro óptima coincide en los tres materiales: 400 rpm.

- El tiempo de molienda óptimo para los posos de café y el serrín coincide en 10 minutos. En el caso de la piel de plata, el tiempo de molienda óptimo es muy bajo (2-3 minutos).
- Las variables con mayor influencia para los tres materiales son la velocidad de giro y el tiempo de molienda llegando a tener en algunas ocasiones una influencia 10 veces mayor que el intervalo y la inversión del sentido del giro.
- En general, la elección del intervalo no es determinante.
- El tiempo de pausa, independientemente del intervalo y el material, no favorece el proceso de molienda. Esto podría deberse a que el tiempo de molienda aumenta el tiempo de residencia y esto provocaría que el calor producido "apelmace" el producto, a pesar del tiempo de reposo o del giro.
- El tiempo de pausa con inversión del sentido del giro influye mínimamente en el proceso, siendo una influencia favorable cuando se trabaja a velocidades giro altas.
- El resultado de la molienda son muestras heterogéneas para los tres materiales. Siendo el rango de heterogeneidad mucho mayor para los posos de café y el serrín que para la piel de plata.

6. BIBLIOGRAFÍA

ALCANTARA VALLADARES, J.R., 2005. "Diseño practico de un molino de bolas." *Ciencias Marinas* [en línea], vol. 49 Suppl 1, pp. 104. Disponible en: <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/15998525>.

BALAZ, P., WIRTSCHAFT, S., 2008. "Mechanochemistry in Nanoscience and Minerals Engineering" Weitere Fachgebiete > Technik > Technik Allgemein > Nanotechnologie schnell und portofrei erhältlich bei.

BORRELLI, R.C., ESPOSITO, F., NAPOLITANO, A., RITIENI, A. y FOGLIANO, V., 2004. "Characterization of a New Potential Functional Ingredient: Coffee Silverskin." *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, vol. 52, no. 5, pp. 1338-1343. ISSN 00218561. DOI 10.1021/jf034974x.

CALERO, S., 2016. "GUAYAQUIL COMO MATERIA PRIMA PARA LA PRODUCCIÓN DE DIVERSOS DETERMINATION OF THE POTENTIAL OF SAWDUST IN THE CITY OF GUAYAQUIL AS RAW MATERIAL FOR THE PRODUCTION OF VARIOUS ASSORTMENTS IN FORESTRY INDUSTRY." vol. 4, pp. 105-114. DOI 10.15628/holos.2016.3981.

CHAMBI, D., 2015. "Diseño De Un Molino De Bolas Para La Corporacion Minera Ananea S.a." [en línea], pp. 51-60. Disponible en: http://repositorio.unap.edu.pe/bitstream/handle/UNAP/1923/Chambi_Condori_Daysi.pdf?sequence=1&isAllowed=y.

- DAVIS, J.R., 2004. "Handbook of Thermal Spray Technology." S.I.: s.n. ISBN 0871707950.
- DESCROIX, L., GONZÁLEZ BARRIOS, J.L., ESTRADA AVALOS, J., 2012. DE LA SIERRA MADRE OCCIDENTAL. "Formación e Investigación en Medio Ambiente en el Contexto Departamento de Geografía." pp. 1-549.
- FERNÁNDEZ FERRERAS, J., PÉREZ GANDARILLAS, L. *Operaciones con sólidos*. MOODLE [2020]. Universidad de Cantabria. Prácticas 1,2,6 y 7.
- GAO, J., 2015. Fabricación de nanopartículas de hierro por molienda mecánica con introducción de partículas cerámicas.
- GIRALDI-DÍAZ, M.R., DE MEDINA-SALAS, L., CASTILLO-GONZÁLEZ, E. y LEÓN-LIRA, R., 2018. "Environmental impact associated with the supply chain and production of grounding and roasting coffee through life cycle analysis." *Sustainability (Switzerland)*, vol. 10, no. 12. ISSN 20711050. DOI 10.3390/su10124598.
- GMBH, R., 2017. "Manual de uso de molino de bolas planetario PM 100", pp. 1-68. Disponible en: <https://www.retsch.es/es/productos/molienda/molinos-de-bolas/molinos-planetarios-bolas-pm-100/funcionamiento-caracteristicas/>
- GU, D. y SHEN, Y., 2009. "Microstructures and properties of high Cr content coatings on inner surfaces of carbon steel tubular components prepared by a novel mechanical alloying method." *Applied Surface Science*, vol. 256, no. 1, pp. 223-230. ISSN 01694332. DOI 10.1016/j.apsusc.2009.08.004.
- JIMÉNEZ-ZAMORA, A., PASTORIZA, S. y RUFÍAN-HENARES, J.A., 2015. Revalorization of coffee by-products. Prebiotic, antimicrobial and antioxidant properties. *LWT - Food Science and Technology*, vol. 61, no. 1, pp. 12-18. ISSN 00236438. DOI 10.1016/j.lwt.2014.11.031.
- KIVAISI, A., 2004. "Pretreatment of robusta coffee hulls and co-digestion with cow-dung for enhanced anaerobic digestion."
- LICEA MORENO, R.J., 2016 "Biotecnología Forestal Aplicada a la Producción de Madera de Nogal." *Tesis de doctorado*. Universidad Politécnica de Madrid.
- LOUBES, M.A., 2015. "Molienda seca y húmeda de arroz en molino planetario. Cinética de la molienda, efecto de las condiciones de molienda en las propiedades funcionales de la harina y del almidón y diseño de mezclas para pastas sin gluten." *Facultad de Ciencias Exactas y Naturales* [en línea], Disponible en: https://bibliotecadigital.exactas.uba.ar/download/tesis/tesis_n5660_Loubes.pdf.
- MACHADO, E.M.S., RODRIGUEZ-JASSO, R.M., TEIXEIRA, J.A. y MUSSATTO, S.I., 2012. "Growth of fungal strains on coffee industry residues with removal of polyphenolic compounds." *Biochemical Engineering Journal*, vol. 60, pp. 87-90. ISSN 1369703X. DOI 10.1016/j.bej.2011.10.007.
- MURTHY, P.S. y MADHAVA NAIDU, M., 2012. "Sustainable management of coffee industry by-products and value addition" - *A review*. 1 septiembre 2012. S.I.: Elsevier.
- MUSSATTO, S.I., MACHADO, E.M.S., CARNEIRO, L.M. y TEIXEIRA, J.A., 2012. "Sugars metabolism and ethanol production by different yeast strains from coffee industry wastes hydrolysates." *Applied Energy* [en línea], vol. 92, pp. 763-768. ISSN 03062619. DOI 10.1016/j.apenergy.2011.08.020. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.apenergy.2011.08.020>.

MUSSATTO, S.I., MACHADO, E.M.S., MARTINS, S. y TEIXEIRA, J.A., 2011. "Production, Composition, and Application of Coffee and Its Industrial Residues." *Food and Bioprocess Technology*, vol. 4, no. 5, pp. 661-672. ISSN 19355130. DOI 10.1007/s11947-011-0565-z.

NARITA, Y. y INOUE, K., 2012. "High antioxidant activity of coffee silverskin extracts obtained by the treatment of coffee silverskin with subcritical water." *Food Chemistry*, vol. 135, no. 3, pp. 943-949. ISSN 03088146. DOI 10.1016/j.foodchem.2012.05.078.

PEREIRA, L.F.P. y IVAMOTO, S.T., 2015. "Characterization of Coffee Genes Involved in Isoprenoid and Diterpene Metabolic Pathways." *Coffee in Health and Disease Prevention*, no. December, pp. 45-51. DOI 10.1016/B978-0-12-409517-5.00006-1.

POZO, D., 2013. *Estudio del proceso de trituración de los residuos sólidos orgánicos para reducir la contaminación residual en el Mercado Mayorista de Ambato* [en línea]. S.l.: s.n. ISBN 1803675055. Disponible en: <http://repo.uta.edu.ec/bitstream/handle/123456789/5301/Mg.DCEv.Ed.1859.pdf?sequence=3>

RAMÍREZ HERNÁNDEZ, D., MARÍA, I., QUINTERO, M., CURBELO HERNÁNDEZ, C., CRESPO, L. y III, Z., 2016. Influencia del tamaño de partícula y la velocidad de agitación sobre el rendimiento de pectina Influence of the particle size and the stirring speed over the pectin yield. *Revista Cubana de Farmacia* [en línea], vol. 50, no. 1, pp. 98-105. Disponible en: <http://scielo.sld.cu>.

RAMIRO, I. y DOM, M., 2011. "FACTIBILIDAD DEL APROVECHAMIENTO DE LOS PELLETIZACIÓN EN CIUDAD MADERA CHIHUAHUA". ,

RODRÍGUEZ-YC, J.R., 2013. "La molienda en Mesoamérica, formas, funciones, usos y manufactura de los instrumentos." Un estudio etnoarqueológico en México. *Tesis*, pp. 573.

SERNA-JIMÉNEZ, J.A., TORRES-VALENZUELA, L.S., MARTÍNEZ CORTÍNEZ, K. y HERNÁNDEZ SANDOVAL, M.C., 2018. "Aprovechamiento de la pulpa de café como alternativa de valorización de subproductos." *Revista ION*, vol. 31, no. 1, pp. 37-42. ISSN 0120100X. DOI 10.18273/revion.v31n1-2018006.

SERRET-GUASCH, N., 2017. Tecnología Química. "Characterization of Sawdust of different Woods." pp. 1-9.

SINGH NEE NIGAM, P. y PANDEY, A., 2009. "Biotechnology for agro-industrial residues utilisation: Utilisation of agro-residues." S.l.: s.n. ISBN 9781402099410.

TOMAS, D., 2010. les Abastos Ámbito Científico Valencia Diversificación Curricular. [en línea], pp. 3-6. Disponible en: http://www.mclibre.org/otros/daniel_tomas/diversificacion/ecosistemas/ecosistemas.pdf.

TORRES VALENZUELA, L.S., 2020. "Obtención de componentes bioactivos de residuos de la industria cafetera mediante disolventes supramoleculares" AUTOR: Laura Sofía Torres Valenzuela. [en línea], pp. 29. Disponible en: <http://hdl.handle.net/10396/19733>.

VAQUERO, B.C., 2011. "Estudio del Efecto de la Molienda de Ultra Alta Energía en la Producción a Escala de Polvos de Magnesio y su Hidruración." *Universidad Carlos III de Madrid Departamento de Ciencia e Ingeniería de los Materiales*

7. ANEXOS

ANEXO 1. PROCEDIMIENTOS.

ANEXO 1.1 MOLINO DE BOLAS PLANETARIO PM100

El procedimiento de molienda de un molino de bolas planetario consta de los siguientes pasos:

1. Con ayuda de una probeta se mide el volumen de material que se va a moler, teniendo que estar comprendido entre 75-220 ml, rango recomendado por el fabricante, para que ocupe alrededor de un tercio del recipiente del molino. Una vez medido el volumen se pesa esta cantidad para saber qué cantidad de muestra se debe utilizar en posteriores experimentos y no tener que medir constantemente el volumen.

Tabla 24. Peso de cada material equivalente a 220 ml.

Material	SC	CSS	S
Peso (g)	55 g	25 g	20 g

2. Una vez pesada la cantidad de material que se va a moler, se introducen en el recipiente de molienda, primero, las 25 bolas de 20 mm de diámetro, que ocupan otro tercio del recipiente de molienda, y después, el material.
3. Se coloca el recipiente de molienda sobre su soporte en el plato de recipientes para molienda.
4. Seguidamente, se ajusta el contrapeso del recipiente. Para ello, se suman los pesos del recipiente, de las bolas de acero y de la biomasa residual y se pone un contrapeso igual a ese valor.
5. En el panel de mando se ajustan el tiempo total de molienda⁶, intervalo⁷, inversión del sentido de giro y tiempo de pausa⁸.

⁶ Tiempo total de molienda: Suma de los tiempos de intervalo y pausa.

⁷ Intervalo o tiempo de molienda: Tiempo que el molino está en funcionamiento.

⁸ Tiempo de pausa: Tiempo que el molino está pausado.

6. Una vez terminada la operación de molienda, se saca el recipiente del molino, se separan las bolas de acero de la biomasa residual ya molida y se procede a limpiar el recipiente y las bolas con agua y jabón.

ANEXO 1.2 DENSIDAD BULK

1. En primer lugar, en una balanza granataria se pesa en un vaso de precipitados una cantidad suficiente de muestra (vaso de precipitados + muestra) y se apunta el peso.
2. Se vierte la muestra en una probeta y se lee el volumen que indica.
3. Se anota el volumen y se pesa de nuevo el vaso de precipitados para calcular de manera exacta la masa de muestra de la que se ha tomado el volumen.
4. Se calcula la densidad bulk (Ecuación 2)
5. Por último, se repite el procedimiento por triplicado y se calcula el valor medio.

ANEXO 1.3 DENSIDAD APARENTE

1. En primer lugar, se vierte agua en un matraz de Le Chatelier hasta que alcance la zona graduada inferior.
2. Se toma la medida del primer volumen.
3. Seguidamente, se pesa una cantidad suficiente de muestra (vaso de precipitados + muestra).
4. Se añade la muestra hasta alcanzar la zona graduada superior del matraz.
5. Después, se agita enérgicamente para que no queden sólidos en la entrada del matraz.
6. Se deja reposar.
7. Se pesa la muestra que quedó sin añadir al matraz (vaso de precipitados + muestra).
8. Se le resta al peso de la muestra inicial para conocer qué cantidad se ha introducido.
9. Finalmente, se mide el volumen contenido del matraz y se le resta el medido inicialmente.
10. Se repite 3 veces el procedimiento y se determina el valor medio.

ANEXO 1.4 ÁNGULO DE REPOSO

1. Se coloca el aro en el soporte.

2. Se sitúa el embudo de plástico sobre el aro y se cierra por la parte inferior con Parafilm.
3. A continuación, se pesa una cantidad suficientemente grande como para llenar el embudo de muestra.
4. Por orden y con cada una de las materias primas, se llena el embudo, se quita el parafilm de cierre y se deja caer la muestra observando cómo se produce la misma.
5. En el “montículo” que se forma con cada una de las muestras se mide la altura y el diámetro en la base con una regla. Con estos datos se puede calcular el ángulo de reposo para cada caso, que dependerá de las diferentes propiedades de cada material.
6. Se repite 3 veces el procedimiento y se determina el valor medio.

ANEXO 1.5 HUMEDAD

1. Se pesa una cantidad suficiente de materia prima.
2. Se introduce en la estufa a 110º durante 24 horas (tiempo suficiente para obtener un peso constante).
3. Se vuelve a pesar la materia prima y por diferencia se obtiene el porcentaje de humedad.

ANEXO 1.6 SOLUBILIDAD

1. Se pesan una 25 g de posos de café gastados.
2. Seguidamente, se vierten en un vaso de precipitados de 1L de capacidad y se enrasa con agua.
3. Con ayuda de un agitador se mezcla la muestra durante 45 minutos.
4. Cuando haya pasado este tiempo, se realiza una filtración a vacío con ayuda de un matraz Kitasato, un embudo Büchner y papel de filtro para separar el agua y el café que se ha solubilizado de los posos de café.
5. A continuación, se introducen en la estufa a 25º los posos de café durante 48 horas hasta que estén completamente secos (peso constante).
6. Finalmente, se pesan y por diferencia se calcula la cantidad de posos que se han solubilizado.
7. Se repite el procedimiento 3 veces y se determina el valor medio.

ANEXO 1.7 TAMIZADO

Los pasos para la caracterización del tamaño de partícula por tamizado son los siguientes:

1. En primer lugar, se lavan e introducen los tamices en la estufa a 110°C durante unas horas para que estén completamente secos en el momento del uso.
2. Una vez se hayan secado los tamices, se pesan en una balanza granatario, se anota el peso de cada uno de ellos y se forma la torre de tamices colocándolos de menor a mayor.
3. Seguidamente, se pesa la cantidad de materia orgánica que se quiera tamizar y se introduce por la parte superior de la torre de tamices, sobre el tamiz con mayor luz de malla.
4. Se coloca la torre de tamices en la tamizadora y se asegura con la barra y las tuercas. Una vez asegurada la torre, se programa el tiempo de tamizado, la potencia de la tamizadora y, si es necesario, los intervalos de tamizado y de pausa. Se pulsa el botón “run” y comenzará el proceso de tamizado.
5. Finalmente, se pesa nuevamente cada tamiz sin haber retirado la materia orgánica retenida en cada uno de ellos. Por diferencia entre estos datos y los pesos de cada tamiz anotados antes de la molienda, se obtendrá la cantidad de materia orgánica que queda retenida en cada tamiz.

Es importante que la primera vez que se realice el tamizado de un material, se pesen los tamices cada 10 minutos de tamizado, pues una vez no haya diferencia entre el último peso anotado de cada tamiz y el peso anotado 10 minutos antes, se sabrá el tiempo necesario de tamizado para cada material.

ANEXO 2. DISEÑO DE EXPERIMENTOS DE CADA MATERIAL ORGÁNICO

Tabla 25. Diseño de experimentos de los posos de café (SC).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	INTERVALO (s)/ PAUSA (s)	SENTIDO (SI/NO)
SC0	0	0	0/0	NO
SC1	5	350	0/0	NO
SC2	10	350	0/0	NO
SC3	15	350	0/0	NO

SC4	5	400	0/0	NO
SC5	10	400	0/0	NO
SC6	15	400	0/0	NO
SC7	5	450	0/0	NO
SC8	10	450	0/0	NO
SC9	15	450	0/0	NO
SC10	5	350	120/30	NO
SC11	10	350	120/30	NO
SC12	15	350	120/30	NO
SC13	5	400	120/30	NO
SC14	10	400	120/30	NO
SC15	15	400	120/30	NO
SC16	5	350	120/30	120/30
SC17	10	350	120/30	120/30
SC18	15	350	120/30	120/30
SC19	5	400	120/30	120/30
SC20	10	400	120/30	120/30
SC21	15	400	120/30	120/30

Tabla 26. Diseño de experimento de la piel de plata (CSS).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	INTERVALO (s) /PAUSA (s)	SENTIDO (SI/NO)
CSS0	0	0	0/0	NO
CSS1	2	300	0/0	NO
CSS2	3	300	0/0	NO
CSS3	5	300	0/0	NO
CSS4	10	300	0/0	NO
CSS5	15	300	0/0	NO
CSS6	2	400	0/0	NO
CSS7	3	400	0/0	NO
CSS8	5	400	0/0	NO
CSS9	10	400	0/0	NO
CSS10	15	400	0/0	NO
CSS11	3	300	15/15	NO

CSS12	3	300	30/15	NO
CSS13	3	300	60/15	NO
CSS14	2	300	15/15	NO
CSS15	2	300	30/15	NO
CSS16	2	300	60/15	NO
CSS17	3	400	15/15	NO
CSS18	3	400	30/15	NO
CSS19	3	400	60/15	NO
CSS20	2	400	15/15	NO
CSS21	2	400	30/15	NO
CSS22	2	400	60/15	NO
CSS23	3	300	15/15	SI
CSS24	3	300	30/15	SI
CSS25	3	300	60/15	SI
CSS26	2	300	15/15	SI
CSS27	2	300	30/15	SI
CSS28	2	300	60/15	SI
CSS29	3	400	15/15	SI
CSS30	3	400	30/15	SI
CSS31	3	400	60/15	SI
CSS32	2	400	15/15	SI
CSS33	2	400	30/15	SI
CSS34	2	400	60/15	SI

Tabla 27. Diseño de experimento del serrín (S).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	INTERVALO (s) /PAUSA (s)	SENTIDO (SI/NO)
S0	0	0	0/0	NO
S1	5	350	0/0	NO
S2	10	350	0/0	NO
S3	15	350	0/0	NO
S4	5	400	0/0	NO
S5	10	400	0/0	NO
S6	15	400	0/0	NO

S7	5	450	0/0	NO
S8	10	450	0/0	NO
S9	15	450	0/0	NO
S10	5	350	120/30	NO
S11	10	350	120/30	NO
S12	15	350	120/30	NO
S13	5	350	60/30	NO
S14	10	350	60/30	NO
S15	15	350	60/30	NO
S16	5	400	120/30	NO
S17	10	400	120/30	NO
S18	15	400	120/30	NO
S19	5	400	60/30	NO
S20	10	400	60/30	NO
S21	15	400	60/30	NO
S22	5	350	120/30	SI
S23	10	350	120/30	SI
S24	15	350	120/30	SI
S25	5	350	60/30	SI
S26	10	350	60/30	SI
S27	15	350	60/30	SI
S28	5	400	120/30	SI
S29	10	400	120/30	SI
S30	15	400	120/30	SI
S31	5	400	60/30	SI
S32	10	400	60/30	SI
S33	15	400	60/30	SI

ANEXO 3. TAMIZADO DE LOS POSOS DE CAFÉ

El tamizado convencional para caracterizar la distribución de tamaño de los posos de café después de la molienda no es efectivo debido a las aglomeraciones que sufre el material. Ya que se observó que después de la molienda el tamizado daba como resultado diámetros medios de partícula superiores a los de la muestra sin moler.

Debido a esto, se fueron variando las condiciones de operación del tamizado hasta que se obtuvieron datos razonables. Después de varios ensayos el tamizado de los posos de café se realizó en todos los experimentos a intervalos de 3 segundos de molienda y 3 segundos de pausa. Se añadieron esferas de vidrio en cada tamiz **Figura 44a** de la torre de tamices y se añadió una corriente de aire durante el tamizado que entraba por la tapa superior de la torre de tamices y salía por la base haciendo vacío **Figura 44b**.

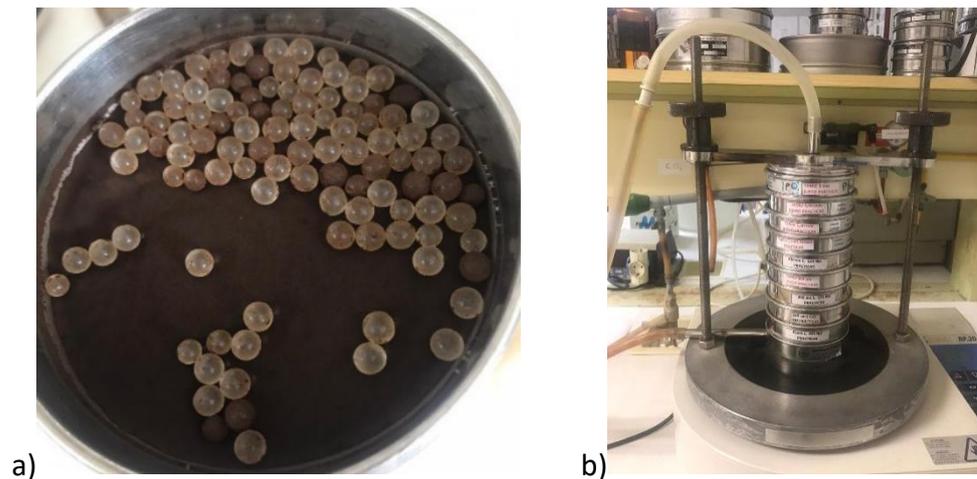


Figura 44. Tamizado de los posos de café.

ANEXO 4. REPRODUCIBILIDAD DE LOS RESULTADOS.

Tabla 28. Reproducibilidad de los resultados (SC).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	INTERVALO/ PAUSA (s/s)	SENTIDO (SI/NO)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)
SC1	5	350	NO	NO	71.4	437.7	2527.4	856.5
SC1 REP					74.7	446.9	2630.8	898.7
Valor medio					73.1	442.3	2579.1	877.6
Error absoluto					1.6	4.6	51.7	21.1
% ERROR					2.3	1.0	2.0	2.4
SC4	5	400	NO	NO	36.5	221.8	769.4	362.6
SC4 REP					33.6	230.2	776.1	380.4
Valor medio					35.1	226.0	772.8	371.5
Error absoluto					1.5	-4.2	-3.4	-8.9
% ERROR					4.1	-1.9	-0.4	-2.4
SC7	5	450	NO	NO	61.0	282.0	1478.9	625.9

SC7 REP					58.8	273.5	1453.9	603.6
Valor medio					59.9	277.8	1466.4	614.8
Error absoluto					1.1	4.3	12.5	11.2
% ERROR					1.8	1.5	0.9	1.8
SC10					82.9	423.6	1730.8	753.6
SC10 REP	5	0	120/30	NO	86.1	432.3	1701.6	747.2
Valor medio					84.5	428.0	1716.2	750.4
Error absoluto					-1.6	-4.4	14.6	3.2
% ERROR					-1.9	-1.0	0.9	0.4
SC14					49.8	300.2	1273.2	582.0
SC14 REP	10	400	120/30	NO	49.8	295.6	1232.6	554.3
Valor medio					49.8	297.9	1252.9	568.2
Error absoluto					0.0	2.3	20.3	13.9
% ERROR					0.0	0.8	1.6	2.4
SC17					75.5	332.5	1613.8	683.4
SC17 REP	10	350	120/30	120/30	72.5	322.4	1604.8	678.7
Valor medio					74.0	327.5	1609.3	681.1
Error absoluto					1.5	5.1	4.5	2.4
% ERROR					2.0	1.5	0.3	0.3
SC20					22.6	166.6	763.7	306.6
SC20 REP	10	400	120/30	120/30	21.8	164.8	778.1	317.6
Valor medio					22.2	165.7	770.9	312.1
Error absoluto					0.4	0.9	-7.2	-5.5
% ERROR					1.8	0.5	-0.9	-1.8

Tabla 29. Reproducibilidad de los resultados (CSS).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	INTERVALO/ PAUSA (s/s)	SENTIDO (SI/NO)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)
CSS3					11.6	58.2	163.2	76.1
CSS3 REP	5	350	NO	NO	11.4	57.7	158.5	74.9
Valor medio					11.5	58.0	160.9	75.5

Error relativo					0.1	0.3	2.3	0.6
% ERROR					0.9	0.4	1.5	0.8
CSS8	5	400	NO	NO	11.0	55.0	120.4	66.8
CSS8 REP					11.2	54.7	120.1	66.8
Valor medio					11.1	54.9	120.3	66.8
Error absoluto					-0.1	0.1	0.2	0.0
% ERROR					-0.9	0.3	0.1	0.0
CSS13	3	350	60/15	NO	11.1	55.4	139.7	68.4
CSS13 REP					11.1	55.5	144.0	69.6
Valor medio					11.1	55.5	141.9	69.0
Error absoluto					0.0	-0.1	-2.2	-0.6
% ERROR					0.0	-0.1	-1.5	-0.9
CSS22	2	400	60/15	NO	9.6	49.8	132.1	64.5
CSS22 REP					9.8	50.1	136.0	65.7
Valor medio					9.7	50.0	134.1	65.1
Error absoluto					-0.1	-0.2	-2.0	-0.6
% ERROR					-1.0	-0.3	-1.5	-0.9
CSS27	2	350	30/15	SI	12.3	61.5	167.1	79.1
CSS27 REP					12.4	61.8	169.7	80.7
Valor medio					12.4	61.7	168.4	79.9
Error absoluto					-0.1	-0.1	-1.3	-0.8
% ERROR					-0.4	-0.2	-0.8	-1.0
CSS33	2	400	30/15	SI	9.6	57.8	126.5	61.8
CSS33 REP					9.7	56.9	124.5	62.3
Valor medio					9.7	57.4	125.5	62.1
Error absoluto					0.0	0.5	1.0	-0.3
% ERROR					-0.5	0.8	0.8	-0.4

Tabla 30. Reproducibilidad de los resultados (S).

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD (rpm)	INTERVALO/PAUSA (s/s)	SENTIDO (SI/NO)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)
S1					76.1	183.6	592.2	275.7
S1 REP	5	350	NO	NO	76.0	184.1	587.9	275.8
Valor medio					76.1	183.9	590.1	275.8

Error absoluto					0.0	-0.3	2.2	-0.1
% ERROR					0.1	-0.1	0.4	0.0
S4					18.6	77.2	233.8	113.7
S4 REP	5	400	NO	NO	18.8	77.9	234.4	115.1
Valor medio					18.7	77.6	234.1	114.4
Error absoluto					-0.1	-0.4	-0.3	-0.7
% ERROR					-0.5	-0.5	-0.1	-0.6
S7					47.7	95.3	173.3	114.7
S7 REP	5	450	NO	NO	47.2	95.2	176.5	117.5
Valor medio					47.5	95.3	174.9	116.1
Error absoluto					0.3	0.0	-1.6	-1.4
% ERROR					0.5	0.1	-0.9	-1.2
S13					120.6	213.0	627.1	308.1
S13 REP	5	350	60/30	NO	119.5	210.8	624.1	303.2
Valor medio					120.1	211.9	625.6	305.7
Error absoluto					0.5	1.1	1.5	2.5
% ERROR					0.5	0.5	0.2	0.8
S19					97.8	139.6	361.5	197.0
S19 REP	5	400	60/30	NO	96.3	136.0	348.8	189.8
Valor medio					97.1	137.8	355.2	193.4
Error absoluto					0.8	1.8	6.4	3.6
% ERROR					0.8	1.3	1.8	1.9
S28					91.8	136.6	329.7	181.8
S28 REP	5	400	120/15	SI	91.8	136.4	332.2	185.4
Valor medio					91.8	136.5	331.0	183.6
Error absoluto					0.0	0.1	-1.3	-1.8
% ERROR					0.0	0.1	-0.4	-1.0