

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

UNIVERSIDAD DE CANTABRIA



Trabajo Fin de Grado

**ESTUDIO DE LAS VARIABLES DE
OPERACIÓN DE UN MOLINO DE BOLAS
PLANETARIO PARA MATERIALES
INORGÁNICOS.**

**(Study of the operating variables of a
planetary ball mill for inorganic materials.)**

Para acceder al Título de

Graduado/a en Ingeniería Química

Autor: Raquel Bueno Colina
Julio - 2021



AGRADECIMIENTOS

En primer lugar, a Josefa y Lucía, directoras de mi trabajo de fin de grado, por darme la oportunidad de desarrollar este estudio. Gracias por brindarme el privilegio de iniciarme en la investigación y ampliar así mis conocimientos, pero sobre todo por vuestra ayuda en todo momento.

A mi familia, especialmente a mis padres y mi hermana. Gracias por hacerme ver que la vida no es un camino de rosas y ayudarme a esquivar las espinas. Si he llegado hasta aquí ha sido gracias a vosotros.

A mis amigos, por ser un apoyo moral incondicional en todo momento.

Y a mi fiel compañera, por quererme tanto y tan bien. Ha llegado el momento de separar nuestros caminos, mucha suerte en esta nueva etapa que nos brinda la vida, amiga.

En este trabajo hay una parte de cada uno de vosotros.



TÍTULO	Estudio de las variables de operación de un molino de bolas planetario para materiales inorgánicos.		
AUTOR	Raquel Bueno Colina		
DIRECTOR / CODIRECTOR	Josefa Fernández Ferreras / Lucía Pérez Gandarillas		
TITULACIÓN	<i>Grado en Ingeniería Química</i>	FECHA	21/07/2021

PALABRAS CLAVE

Molienda, caliza, dolomía, arena, molino de bolas planetario, tiempo de molienda, sentido de giro, tiempo de pausa, d_{10} , d_{50} , d_{90} , diámetro medio en masa.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La molienda mecánica es una operación ampliamente extendida en la industria y que ha sido objeto de numerosos estudios metodológicos sobre la influencia de los parámetros de molienda en la evolución del material molido.

En el presente trabajo se ha llevado a cabo la puesta a punto del “Molino planetario de bolas PM 100, Retsch”, estudiando la operación de molienda para diferentes materiales inorgánicos mediante un diseño experimental que incluye todas las posibles variables de molienda. Se ha analizado la influencia de dichas variables en la distribución granulométrica obtenida, utilizando para su determinación la operación de tamizado y la velocidad de sedimentación o método del densímetro, tomando como base la normativa UNE EN ISO 17892-4. Además, se ha realizado un cálculo predictivo del consumo energético de la molienda de cada material.

Los materiales utilizados han sido caliza, arena y dolomía y han sido escogidos por ser materiales inorgánicos comunes para su uso posterior en una práctica con alumnos.

RESULTADOS

Se han obtenido resultados de distribución de tamaño de partícula analizando las variables de operación: tiempo de molienda, velocidad de giro, cambio de sentido de giro y tiempo de pausa, así como llevando a cabo la molienda en seco y en húmedo. El material molido se tamiza hasta 63 micras, y para partículas menores de 63 micras se determina su distribución de tamaño mediante sedimentación utilizando el método del densímetro, obteniéndose con el conjunto la distribución acumulada de cernidos y con

ella los parámetros característicos d_{10} , d_{50} , d_{90} y el diámetro medio en masa, que permiten comparar la eficacia de la molienda.

Se han evaluado también datos de amplitud de la distribución obtenida tras la molienda a través de los parámetros σ y coeficiente de uniformidad. Para el cálculo del consumo energético se ha utilizado la ley de Bond y los índices de trabajo de estos materiales referenciados en bibliografía.

CONCLUSIONES

Se ha conseguido mayor reducción del tamaño de partícula en el caso de la caliza y la dolomía realizando la molienda en húmedo, y en el caso de la arena en seco. El tiempo de molienda es la variable que presenta mayor influencia, con valores óptimos entre 3 y 5 minutos. Por otro lado, para las variables cambio de sentido de giro y tiempo de pausa, su influencia depende de que la operación sea en seco o húmedo, del tiempo de molienda y del material utilizado, pero en las condiciones óptimas de molienda para estos materiales, ninguna de ellas produce disminución en el tamaño de partícula. Respecto a la variable velocidad de giro estudiada en el caso de la dolomía, una mayor velocidad de giro no consigue mayores reducciones de tamaño, encontrándose un valor óptimo en 400 rpm.

El cálculo del requerimiento energético confirma que a medida que se va reduciendo el tamaño de partícula dentro del molino, la energía utilizada para seguir rompiendo las partículas crece. Por lo que cuanto menor sea el tamaño de partícula deseado, mayor será la energía requerida, en una relación no lineal.

Finalmente, todas las muestras molidas son heterogéneas y en el caso de la caliza, que es un material no cohesivo con el mayor tamaño de partícula inicial, se consigue la mayor reducción de tamaño (96.32%).

BIBLIOGRAFÍA

FERNÁNDEZ FERRERAS, J y PÉREZ GANDARILLAS, L. *Operaciones con sólidos*. MOODLE [2020]. Universidad de Cantabria. Prácticas 1,2,6 y 7.

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/>

TÍTULO	Study of the operating variables of a planetary ball mill for inorganic materials.		
AUTOR	Raquel Bueno Colina		
DIRECTOR / CODIRECTOR	Josefa Fernández Ferreras / Lucía Pérez Gandarillas		
TITULACIÓN	<i>Grado en Ingeniería Química</i>	FECHA	21/07/2021

KEYWORDS

Milling, limestone, dolomite, sand, planetary ball mill, milling time, rotational direction, milling pause time, d_{10} , d_{50} , d_{90} , d_{mm} .

SCOPE

Milling is a widely used operation in the industry and several methodological studies have been carried out on the influence of milling parameters on the evolution of the milled material.

In the present project, a study of the milling operation conditions in a Planetary Ball Mill (PM 100, Retsch) has been carried out based on an experimental design for different inorganic materials. The experimental design included all the possible operating variables of the mill. The particle size distribution has been obtained through the sieving operation and the sedimentation rate measured with an hydrometer density meter taking the UNE EN ISO 17892-4 standard as reference. In addition, the energy consumption of the milling of each material has been examined based on an empirical postulate.

The materials used in the present work have been: limestone, sand and dolomite. As they are common inorganic materials, they have been chosen in order to be used in a practical work with chemical engineering students afterwards.

RESULTS

Throughout this project, the influence of the operating variables (grinding time, speed of rotation, change of direction of rotation and pause time) and its interaction, as well as humidity conditions have been evaluated through particle size distributions. From these distributions, the parameters d_{10} , d_{50} , d_{90} and fundamentally the mass mean diameter have been calculated, allowing the comparison of milling efficiency.

In addition, the spam parameters and the uniformity coefficient have also been evaluated. Finally, for the calculation of energy consumption, Bond's law and the work indexes of these materials referenced in the bibliography have been used.

CONCLUSIONS

After analyzing the results, it can be concluded that a greater reduction in particle size has been achieved in the case of limestone and dolomite by wet milling, and by dry milling in the case of sand. The milling time is the variable that has the greatest influence. On the other hand, for the variables change of direction of rotation and pause time, their influence depends on whether the operation is dry or wet, the milling time and the material used. However, under the optimal milling conditions for these materials, none of those variables produces a relevant decrease in particle size. Regarding the variable speed of rotation studied in the case of the dolomite, a higher speed of rotation does not achieve major reduction in size, finding an optimal value at 400 rpm.

The calculation of the energy requirement confirms that as the particle size is reduced inside the mill, the energy required to continue breaking the particles increases. In other words, the smaller the desired particle size, the higher the energy required, following a non-linear relationship.

Finally, all the ground samples are heterogeneous and in the case of limestone, which is a non-cohesive material with the largest initial particle size, the greatest size reduction is achieved.

REFERENCES

FERNÁNDEZ FERRERAS, J y PÉREZ GANDARILLAS, L. *Operaciones con sólidos*. MOODLE [2020]. Universidad de Cantabria. Prácticas 1,2,6 y 7.

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/>

ÍNDICE

1. INTRODUCCIÓN	1
1.1. MOLINO DE BOLAS PLANETARIO PM 100.	1
1.1.1. Descripción y variables de operación	2
1.1.2. Valores orientativos para cantidades de material y bolas pm 100.	4
1.1.3. Principales usos de los materiales utilizados.	4
2. OBJETIVOS	4
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	5
3.1. MATERIAL	5
3.1.1. Sólidos:.....	5
3.3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL (DOES)	8
3.3.1. Preparaciones previas al ensayo	8
3.3.2. Proceso de molienda.....	8
3.3.3. Limpieza del molino de bolas planetario.	8
3.4. CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS SÓLIDAS.....	8
3.4.1. Tamizado	9
3.3.2. Método del densímetro (norma UNE EN ISO 17892-4).	11
3.3.3. Distribución de los tamaños de partícula.	12
3.3.4. Cálculo experimental de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}	13
3.3.5. Span o amplitud relativa de la distribución.	14
3.3.6. Coeficiente de uniformidad.	14
3.3.7. Ángulo de reposo	14
3.3.8. Reproducibilidad de resultados.	16
3.4. MODELO PREDICTIVO DE REQUERIMIENTO ENERGÉTICO.....	16
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	18
4.1. CALIZA	18
4.1.1. Experimentación en seco.	18
4.1.2. Experimentación en húmedo.	27
4.2. ARENA	30
4.2.1. Experimentación en seco.	30
4.2.2. Experimentación en húmedo.	36
4.3. DOLOMÍA	39
4.3.1. Experimentación en seco.	39
4.3.2. Experimentación en húmedo.	47
4.4. REQUERIMIENTO ENERGÉTICO.....	51
4.5. COMPARACIÓN DE PARÁMETROS DE DISPERSIÓN Y TAMAÑO DE PARTÍCULA	53
4.5.1. Span o amplitud relativa de la distribución.	53
4.5.2. Coeficiente de uniformidad.	54
4.5.3. Parámetros representativos del tamaño de partícula global.....	57
5. CONCLUSIONES	58

6. BIBLIOGRAFÍA.....	60
7. ANEXOS.....	62
<i>ANEXO I. PROCEDIMIENTOS EXPERIMENTALES.</i>	62
<i>Proceso de molienda.</i>	62
<i>Limpieza del molino.....</i>	62
<i>Método del densímetro.....</i>	63
<i>Ángulo de reposo.....</i>	64
<i>ANEXO II. PROPIEDADES Y CARACTERÍSTICAS DE CADA EXPERIMENTO.</i>	65
<i>ANEXO III. REPRODUCIBILIDAD DE RESULTADOS.....</i>	68

ÍNDICE DE TABLAS

<i>Tabla 1. Composición, derivados y usos de los materiales.</i>	4
<i>Tabla 2. Peso de cada material para 100 ml de volumen.</i>	8
<i>Tabla 3. Tamices utilizados para cada material según la norma ISO.</i>	10
<i>Tabla 4. Tiempos de tamizado.</i>	10
<i>Tabla 5. Densidad de cada material.</i>	12
<i>Tabla 6. Ángulos de reposo de los distintos sólidos.</i>	15
<i>Tabla 7. Índices de trabajo de Bond.</i>	18
<i>Tabla 8. Tiempos de pausa y de molienda real para la caliza.</i>	24
<i>Tabla 9. Tiempos de pausa y de molienda real en la dolomía.</i>	43
<i>Tabla 10. Tiempos de pausa y de molienda en la dolomía.</i>	46
<i>Tabla 11. Span mínimo y máximo de los materiales.</i>	54
<i>Tabla 12. Valores de d_{mm} inicial y final de las mejores condiciones de operación de cada material.</i>	58
<i>Tabla 13. Programas óptimos de cada material.</i>	58
<i>Tabla 14. Peso de cada material para 100 ml de volumen.</i>	62
<i>Tabla 15. Experimentos con Caliza.</i>	65
<i>Tabla 16. Experimentos con arena</i>	66
<i>Tabla 17. Experimentos con dolomía.</i>	67
<i>Tabla 18. Reproducibilidad de resultados de la caliza.</i>	68
<i>Tabla 19. Reproducibilidad de resultados de la arena.</i>	68
<i>Tabla 20. Reproducibilidad de resultados de la dolomía.</i>	69
<i>Tabla 21. Error absoluto y relativo de los experimentos con caliza.</i>	70
<i>Tabla 22. Error absoluto y relativo de los experimentos con arena.</i>	71
<i>Tabla 23. Error absoluto y relativo de los experimentos con dolomía.</i>	72
<i>Tabla 24. Error experimental en la dolomía cuando se utiliza cambio de sentido de giro.</i>	73
<i>Tabla 25. Diferencias en los resultados experimentales con distintas variables de operación.</i>	74

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. 1 Molino de bolas planetario PM 100. Fuente: Restch. 2

Fig. 2. Descripción de los movimientos del molino planetario. Fuente de la imagen: Fritsch. 2

Fig. 3. Caliza original utilizada en los experimentos..... 6

Fig. 4. Arena original utilizada en los experimentos..... 6

Fig. 5. Dolomía original utilizada en los experimentos..... 7

Fig. 6. Tamizadora CISA. 9

Fig. 7. Densímetro..... 11

Fig. 8. a) Distribución acumulada de cernidos y b) distribución diferencial. 13

Fig. 9 Cálculo de los d_{10} , d_{50} y d_{90} sobre un gráfico de distribución acumulada de cernidos..... 13

Fig. 10. Ángulo de reposo de la arena. 15

Fig. 11 Distribución acumulada de cernidos de la caliza original..... 18

Fig. 12 Influencia del tiempo en la distribución acumulada de cernidos..... 19

Fig. 13. Efecto del tiempo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} 20

Fig. 14 Influencia del intervalo a cada tiempo de molienda..... 21

Fig. 15. Efecto del intervalo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} 22

Fig. 16. Influencia del cambio de sentido de giro a cada tiempo de molienda. 23

Fig. 17. Efecto de la inversión del sentido en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} 24

Fig. 18 Comparación para los mismos tiempos y velocidad de la influencia de la variable tiempo de pausa. 25

Fig. 19. Efecto del tiempo de pausa en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} 26

Fig. 20. Efecto de las variables en los diámetros de partículas. 26

Fig. 21. Comparaciones de la experimentación en seco y húmedo de caliza con distintas variables para 5 minutos y 300 rpm. 28

Fig. 22. Comparación de los experimentos en seco y húmedo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} 29

Fig. 23 Distribución acumulada del lote de arena original..... 30

Fig. 24. Influencia del tiempo de molienda a 400 rpm. 31

Fig. 25. Efecto del tiempo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} 31

Fig. 26. Influencia de la inversión del sentido de giro..... 32

Fig. 27. Efecto del cambio de sentido para los distintos tiempos con velocidad de 400 rpm..... 33

Fig. 28. Efecto del cambio de sentido en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} 33

Fig. 29. Influencia del tiempo de pausa más cambio en el sentido de giro. 34

Fig. 30. Comparación a distintos tiempos la variable tiempo de pausa más cambio en el sentido de giro. 34

Fig. 31. Efecto del tiempo de pausa en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} 35

Fig. 32. d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} a distintos tiempos de operación. 36

Fig. 33. Comparación en seco y en húmedo de la arena para un tiempo de 5 minutos y una velocidad de 400 rpm. 37

Fig. 34. Comparación en seco y en húmedo de la arena para un tiempo de 10 minutos y una velocidad de 400 rpm.	38
Fig. 35. Comparación de experimentos en seco y húmedo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}	38
Fig. 36. Distribución acumulada de la dolomía original.	39
Fig. 37. Influencia del tiempo de molienda para 400 rpm.	40
Fig. 38. Efecto del tiempo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}	40
Fig. 39. Influencia de la velocidad para un tiempo de 3 minutos.	41
Fig. 40. Resultados con cambio de sentido de giro a 3, 5 y 10 minutos a 400 rpm.	41
Fig. 41. Comparación a distintos tiempos a 400 rpm de la variable cambio de sentido.	42
Fig. 42. Efecto del cambio de sentido en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}	43
Fig. 43. Influencia del tiempo de pausa para distintos tiempos a 400 rpm.	44
Fig. 44. Comparación a distintos tiempos a 400 rpm de la variable tiempo de pausa.	44
Fig. 45. Efecto del tiempo de pausa en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}	45
Fig. 46. Comparación de la variable tiempo de pausa modificando el tiempo total de molienda a 400 rpm.	46
Fig. 47. Comparación de muestras en seco y en húmedo para 3 minutos a 400 rpm (D).	48
Fig. 48. Efecto de la experimentación en húmedo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} a 400rpm.	48
Fig. 49. Comparación de muestras en seco y en húmedo para 5 minutos a 400 rpm.	49
Fig. 50. Efecto de la experimentación en húmedo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} a 400 rpm.	50
Fig. 51. Requerimiento energético de caliza, arena y dolomía.	51
Fig. 52. Datos extrapolados de requerimiento energético de caliza, arena y dolomía.	52
Fig. 53. Spans de los experimentos.	53
Fig. 54. Coeficiente de uniformidad de los experimentos.	54
Fig. 55. Distribución diferencial de caliza para la muestra inicial y con mayor y menor reducción de tamaño de partícula.	55
Fig. 56. Distribución diferencial de arena para la muestra inicial y con mayor y menor reducción de tamaño de partícula.	56
Fig. 57. Distribución diferencial de dolomía para la muestra inicial y con mayor y menor reducción de tamaño de partícula.	56
Fig. 58. Comparación de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} en los experimentos de C, A y D.	57
Fig. 59. Lavado del equipo tras la molienda con arena.	63

1. INTRODUCCIÓN

La notable mejora en las propiedades químicas, eléctricas, magnéticas, ópticas y mecánicas que se obtiene en los nanomateriales ha propiciado una eclosión en su estudio durante la última década. La amplia variedad de aplicaciones de estos materiales en diferentes áreas (electrónica, catálisis, almacenamiento de energía,...) ha generado una necesidad tecnológica de procesos que transformen materiales comunes de la escala macrométrica a una escala micrométrica y nanométrica. Entre estas técnicas se encuentra la molienda mecánica, que ha sido objeto de numerosos estudios metodológicos sobre la influencia de los parámetros de molienda en la evolución del material molido. Ello ha permitido obtener tamaños de grano nanométrico en diversos materiales.

Con el objetivo de introducir en la docencia de los alumnos de grado nuevos métodos de molienda que pueden usarse en este campo de gran interés y en otros más comunes, el departamento de Química e Ingeniería de Procesos y Recursos de la Universidad de Cantabria adquirió recientemente un molino planetario de bolas PM 100, Retsch.

En el presente trabajo se ha llevado a cabo la puesta a punto de dicho molino con el objetivo de conocer el mecanismo de funcionamiento para materiales comunes y poder trasladarlo en un futuro a los alumnos de grado a través de una práctica de laboratorio.

1.1. Molino de bolas planetario pm 100.

Los molinos planetarios de bolas pueden usarse para todas aquellas aplicaciones en las que se deben obtener granulometrías muy finas. Además de realizar los procesos clásicos de trituración y mezcla, estos molinos cumplen técnicamente con todos los requisitos para la molienda coloidal y cuentan con el rendimiento energético necesario para efectuar aleaciones mecánicas. La fuerza centrífuga extremadamente alta de estos molinos planetarios de bolas hace que se genere una energía de trituración muy alta, la cual se traduce en tiempos muy cortos de molienda.



Fig. 1 Molino de bolas planetario PM 100. Fuente: Restch.

1.1.1. Descripción y variables de operación

Los recipientes de molienda se encuentran colocados de forma excéntrica sobre la rueda principal. La rueda principal gira en sentido contrario que los recipientes de molienda, con una relación de velocidad 1:2. El movimiento de las bolas dentro de los recipientes es afectado por un efecto Coriolis debido al movimiento giratorio diferente de éstos con respecto a la rueda principal. La diferencia de velocidad entre las bolas y los recipientes se traduce en una acción combinada de fuerzas de choque y fricción que libera gran cantidad de energía dinámica. La gran interacción entre dichas fuerzas es responsable del alto grado de trituración de los molinos de bolas planetarios.

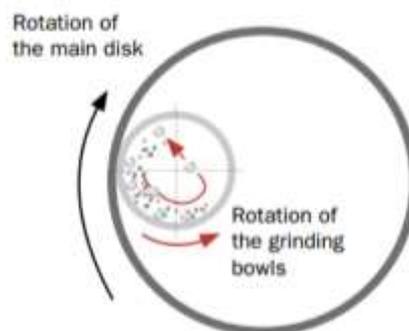


Fig. 2. Descripción de los movimientos del molino planetario. Fuente de la imagen: Fritsch.

En la Fig. 2 se muestran los dos movimientos del molino planetario y el efecto en el interior del recipiente. Como ya se ha indicado, los dos movimientos son: movimiento del disco principal y rotación de los recipientes. (Serrano Ferreres, 2016)

El PM 100 puede garantizar, incluso con fuerzas máximas de trituración dentro de los recipientes de molienda, una operación silenciosa y segura con una compensación máxima de las vibraciones.

En cuanto a la granulometría inicial, el molino PM 100 permite trabajar con sólidos inferiores a 10 mm, llegando a alcanzar una granulometría final inferior a una micra. Además, permite trabajar con materiales blandos, duros, frágiles o fibrosos, en seco o en húmedo (Gmbh, 2017), pudiendo utilizarse distintos materiales en los recipientes de molienda y bolas, como ágata, carburo de tungsteno, óxido de circonio, acero endurecido o acero inoxidable. Este último es el utilizado en este estudio.

1.1.2 Definición de términos, conceptos y parámetros de molienda.

Para llevar a cabo la molienda en un molino de bolas planetario existen distintas variables que se deben tener en cuenta antes de empezar.

- Tiempo de molienda: El PM 100 puede operar desde 00:00:01 hasta 99:59:59 horas.
- Velocidad de giro: puede operar desde 100 hasta 650 rpm.
- Operación con intervalos: Se denomina intervalo al tiempo real de molienda. El molino tiene la posibilidad de invertir el sentido de giro.
- Tiempo de pausa: desde 00:00:01 hasta 99:59:59 horas.

A causa de la versatilidad que proporciona la combinación de todas las variables mencionadas, este molino puede adaptarse para la molienda de diversos tipos de materiales. Sin embargo, el elevado número de variables operativas dificulta la selección de la región experimental y la obtención del punto óptimo de operación, para lograr el grado adecuado de molienda en el material estudiado.

Por lo expuesto, resulta interesante investigar el potencial del molino planetario, el cual ofrece la posibilidad de trabajar tanto por vía seca como por vía húmeda y permite además programar los períodos de molienda y pausa, para abordar el desarrollo de protocolos de molienda adecuados, para la reducción del tamaño de partícula (Loubes, 2015)

1.1.2. Valores orientativos para cantidades de material y bolas pm 100.

Dependiendo de la cantidad y el tamaño de partícula inicial del sólido que se utilice en la molienda se debe escoger un recipiente apropiado, del cual va a depender el tamaño de las bolas y el número de éstas.

Aparte de las configuraciones del aparato, para el éxito de la molienda también es decisivo el grado de llenado del recipiente de molienda. Durante la operación, el llenado del recipiente de molienda debería estar compuesto por un tercio del material de muestra y un tercio de bolas. El tercio restante es un volumen libre del recipiente de molienda, necesario para la secuencia de movimiento de bolas.

Si durante la molienda se espera que haya un aumento o una reducción del volumen, la cantidad de la muestra puede adaptarse en el marco de la gama indicada por la tabla.

En nuestro caso, se ha utilizado para todos los ensayos un recipiente de molienda de 500 ml de acero inoxidable, con 25 bolas de 25 mm de diámetro y un volumen de sólido de 100 ml aproximadamente.

1.2.3. Principales usos de los materiales utilizados.

Los materiales utilizados para la puesta en marcha del molino de bolas planetario PM 100 fueron escogidos por ser materiales inorgánicos comunes para su uso posterior en una práctica con alumnos. La utilidad de cada uno de ellos se detalla a continuación.

Tabla 1. Composición, derivados y usos de los materiales.

MATERIAL	COMPOSICIÓN, DERIVADOS	USO
CALIZA	Carbonato de calcio, cal y cemento.	Construcción, productos químicos, agroquímicos y vidrio.
ARENA	Sílice	Tratamiento de agua, adsorción de humedad, fabricación de vidrio.
DOLOMÍA	Carbonato de calcio y magnesio, óxido de calcio y óxido de magnesio.	Agregado en proyectos de construcción, fuente de magnesio, vidrio y cerámica.

2. OBJETIVOS

En este trabajo se pretende llevar a cabo un estudio de la molienda de diferentes materiales inorgánicos comunes utilizando un molino de bolas planetario. Puesto que supone el primer contacto con el equipo, se llevará a cabo un diseño

experimental que incluya todas las posibles variables de molienda y se estudiará su influencia en la distribución granulométrica obtenida, utilizando para su determinación la operación de tamizado y el densímetro de acuerdo con la norma UNE EN 17892-4. Se plantea también como objetivo el estudio del consumo energético de la molienda de cada material.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

3.1. Material

3.1.1. Sólidos:

Se han utilizado tres tipos de sólidos inorgánicos:

CALIZA (C)

La caliza es una roca sedimentaria compuesta en un 90% por Carbonato de Calcio (CaCO_3), fundamentalmente aportado por el mineral Calcita y en menor cantidad puede tener Aragonita o Magnesita. En su versión más pura es de color blanco, pero mezclada con arcilla, hematita, óxido de hierro y cuarzo, adquiere tonalidades diferentes como marfil, marrón y gris azulado, entre otras (ALONZO L. et al, 2003).

El carácter prácticamente monomineral de las calizas permite reconocerlas fácilmente gracias a dos características físicas y químicas fundamentales de la calcita: es menos dura que el cobre (su dureza en la escala de Mohs es de 3) y reacciona con efervescencia en presencia de ácidos tales como el ácido clorhídrico.

En el ámbito de las rocas industriales o de áridos para construcción recibe también el nombre de piedra caliza. Junto a las dolomías y las margas, las calizas forman parte de lo que se conocen como rocas carbonáticas o calcáreas.

Si se calcina (se lleva a alta temperatura), la caliza da lugar a cal (óxido de calcio impuro, CaO).



Fig. 3. Caliza original utilizada en los experimentos.

La caliza utilizada en el proyecto presente ha sido suministrada por la empresa Calcinor.

ARENA (A)

La arena es un conjunto de partículas de rocas disgregadas. En geología se denomina arena al material compuesto de partículas cuyo tamaño varía entre 63 y 2000 μm .

El componente más común de la arena, en tierra continental y en las costas no tropicales, es la sílice, generalmente en forma de cuarzo. (Susunaga Miranda, Estévez-Garrido y Susunaga-Estévez, 2020).



Fig. 4. Arena original utilizada en los experimentos.

La arena utilizada en este trabajo ha sido recogida en la playa del Sardinero (Santander).

DOLOMÍA (D)

La dolomía es una roca sedimentaria de origen químico compuesta básicamente de dolomita, cuya composición química es carbonato de calcio y magnesio $[\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2]$. Fue distinguida de la caliza por el geólogo francés Dolomieu en el S. XVIII. La dolomía debe contener al menos 50% de dolomita; si contiene menos es una caliza dolomítica. Se considera pura cuando ese porcentaje pasa del 90%.

La dolomía es una roca grisácea y porosa, muy común. Se utilizan como materia prima en diversas industrias, principalmente como alternativa a la magnesita en la metalurgia y en la producción de morteros y cementos especiales. (Alpujarride, 1977)



Fig. 5. Dolomía original utilizada en los experimentos.

La dolomía utilizada en este estudio ha sido suministrada por la empresa Calcinor.

3.2. Equipos:

Los equipos empleados para el desarrollo experimental del proyecto se presentan a continuación:

- Molino planetario de bolas PM 100 (Retsch)
- Tamices, utilizando diferentes series dependiendo del material.
- Tamizadora CISA RP20
- Balanza digital Nahita blue serie 5172.
- Probeta 1L
- Vaso de precipitados
- Densímetro
- Polifosfato sódico al 70% en masa.
- Estufa JP selecta, s.a.
- Picnómetro Le Chatelier.
- Material general de laboratorio.

3.3. Metodología experimental (DOES)

3.3.1. Preparaciones previas al ensayo.

En cuanto a la molienda en seco, se escogieron lotes aleatorios con un volumen de 100 ml de los distintos sólidos y se guardaron en la estufa a 100°C durante 4 días, bajando posteriormente la temperatura a 20°C, de tal forma que todo el lote de cada muestra estuviese en las mismas condiciones de temperatura antes de comenzar la molienda.

Para la molienda en húmedo también se guardaron en la estufa y posteriormente se le añadió una pequeña cantidad de agua para humedecer la muestra justo antes de introducirlo en el molino, consiguiendo así que todas las muestras entraran al molino en las mismas condiciones de humedad y temperatura. Se han utilizado 6 ml de agua en el caso de la caliza, 8 ml en la arena y 4 ml en la dolomía.

3.3.2. Proceso de molienda.

Para llevar a cabo del proceso de molienda se han seguido los pasos recogidos en el ANEXO I.

En la Tabla 2 se muestra la masa inicial de cada material correspondiente a 100 ml de volumen.

Tabla 2. Peso de cada material para 100 ml de volumen.

Material	C	A	D
Peso (g)	170 g	150 g	140

3.3.3. Limpieza del molino de bolas planetario.

Los pasos a seguir para la limpieza del molino se encuentran recogidos en el ANEXO I.

Es de destacar que se ha conseguido una limpieza óptima utilizando residuos de café, que desincrusta los restos de material inorgánico que han quedado en el tarro y bolas de forma rápida y muy efectiva.

3.4. Caracterización de partículas sólidas.

Las partículas sólidas individuales se caracterizan por su tamaño, forma y densidad. Las partículas de sólidos homogéneos tienen la misma densidad que el material original.

El tamaño y la forma se pueden especificar fácilmente para partículas regulares, tales como esferas o cubos, pero para partículas irregulares, como granos de arena los términos tamaño y forma no resultan tan claros y es preciso definirlos arbitrariamente.

Los sólidos grandes y regulares se caracterizan generalmente por calibrado, midiendo sus dimensiones.

Para sólidos irregulares y pequeños, la caracterización se puede realizar mediante el tamizado.

3.4.1. Tamizado

El tamizado es un método de separación de partículas basado exclusivamente en el tamaño de las partículas. Las de menor tamaño (finos o cernido) pasan a través del tamiz mientras que las de mayor tamaño (colas o rechazo) no pasan. Un solo tamiz puede realizar una separación en dos fracciones. Dichas fracciones se dice que no están dimensionadas, ya que, sólo se conocen los límites superior e inferior de los tamaños de partícula de cada una de las fracciones. El material que se hace pasar a través de una serie de tamices de diferentes tamaños se separa en fracciones clasificadas por tamaños, es decir, fracciones en las que se conocen los tamaños máximo y mínimo de las partículas. Ocasionalmente el tamizado se realiza en húmedo, si bien, lo más frecuente es operar en seco.



Fig. 6. Tamizadora CISA.

Existen varios juegos de tamices que siguen las normativas de los diferentes países y en cada uno de ellos las aberturas de los tamices o luz de malla tienen unas relaciones establecidas.

El diámetro de las partículas retenidas en un tamiz es el diámetro medio aritmético entre la luz del tamiz por el que han pasado y la del tamiz en el que han sido retenidas.

Los resultados del tamizado se dan en masa o en fracciones en masa.

Se ha usado el método del tamizado para la caracterización del tamaño de partícula de los materiales antes y después de la molienda.

Se configuró la tamizadora en amplitud media de vibración, para lo cual las especificaciones del fabricante indicaban que se debían utilizar un máximo de 9 tamices, incluyendo la tapa superior e inferior.

Se pesa cada tamiz por separado y se anotan los datos, posteriormente se vierte la muestra en la torre de tamices y se pone en marcha ésta.

Tabla 3. Tamices utilizados para cada material según la norma ISO.

Material	Luz de malla (μm)								
	3550	2000	1600	1000	400	250	150	630	0
C	3550	2000	1600	1000	400	250	150	630	0
A	1000	630	400	250	150	112	80	63	0
D	2000	1600	1000	400	250	150	80	63	0

Inicialmente se tamiza en periodos de 10 minutos. Se pesan los tamices con la muestra para determinar el tiempo en que ya no varían los datos de peso durante el tamizado. Esto se hace una sola vez, posteriormente se hacen todas las muestras del mismo material el tiempo que se ha determinado, que se indica en la Tabla 4.

Tabla 4. Tiempos de tamizado.

	C	A	D
TIEMPO	20 min	40 min	40 min

Finalmente se limpian los tamices con aire comprimido y con un pincel para quitar los restos.

En este caso, se guarda la muestra <math> < 63 \mu\text{m}</math> en un bote y el resto de la muestra en otro diferente. Esto se debe a que el siguiente paso es realizar el método del densímetro en aquellas muestras cuyo 50% de la muestra esté por debajo de 63 μm .

3.3.2. Método del densímetro (norma UNE EN ISO 17892-4).

Como indica la norma UNE EN ISO 17892-4 (AENOR, 2019), para hacer el estudio de la distribución de tamaños de una muestra de sólidos, el procedimiento consta de dos partes: las partículas de diámetro mayor de 63 μm son analizadas por tamizado, y las partículas iguales o menores de 63 μm son analizadas mediante sedimentación en régimen de Stokes. El análisis total de la distribución de tamaños se obtiene teniendo en cuenta las dos partes.

La norma se basa en calcular el diámetro D de la partícula (el de la esfera de igual volumen que tiene la velocidad límite o terminal ($\mu t = H/t$), conocidas la densidad de las partículas ρ_p , la densidad del líquido ρ_d (mezcla de agua desionizada y dispersante), la viscosidad del líquido μ , y la altura H desde dónde sedimenta el sólido a los diferentes tiempos (FERNÁNDEZ, 2020)

La expresión que se utilizará es por tanto la ley de Stokes en la que se ha despejado el diámetro de partícula y donde la velocidad límite= H/t .

$$D = \sqrt{\frac{18\mu H}{(\rho_p - \rho_d)g \cdot t}} \quad \text{Ec. (1)}$$



Fig. 7. Densímetro

La densidad de los materiales se determina utilizando el picnómetro de Le Chatelier. Se utiliza como líquido agua desionizada. En la Tabla 5 se muestran los resultados obtenidos.

Tabla 5. Densidad de cada material.

	C	A	D
DENSIDAD (g/ml)	2.71	2.71	2.84

El procedimiento para la determinación de la distribución de tamaño de una muestra por el método del densímetro se encuentra en el ANEXO I.

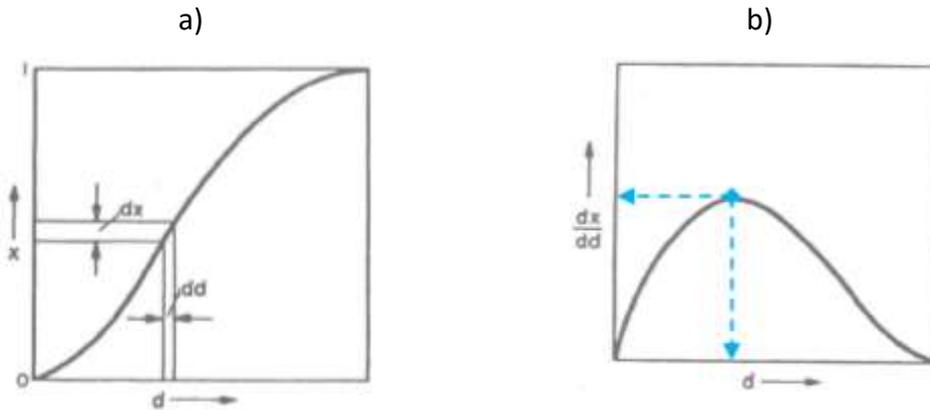
3.3.3. Distribución de los tamaños de partícula.

La descripción más completa de una mezcla de partículas viene dada por la curva de distribución de tamaños. Esta se representa gráficamente basándose en el porcentaje acumulado de tamaños mayores o menores con relación a los diámetros de tamiz. También se puede representar como la distribución de cantidades presentes en cada unidad de diámetro.

La mayor parte de los sistemas de partículas de interés práctico están formados por partículas de una amplia gama de tamaños, siendo necesario poder dar una indicación cuantitativa del tamaño medio y de la distribución de tamaños.

Los resultados de un análisis granulométrico los representamos mediante una curva acumulativa de fracciones en peso, en la que la proporción de partículas (x) menores que un tamaño (d) se representa frente a ese tamaño (d), y se denomina distribución acumulada de cernidos.

En la mayoría de las determinaciones prácticas de tamaños de partículas, el análisis granulométrico se obtendrá en forma de una serie de escalones, cada uno de los cuales representa la proporción de partículas comprendidas dentro de una pequeña gama de tamaños de los tamices usados para la distribución. A partir de estos resultados puede construirse una distribución acumulada de tamaños, que permite la posterior aproximación por medio de una curva, suponiendo que los intervalos de tamaños sean suficientemente pequeños.



La curva de distribución de tamaños puede verse más fácilmente representado en una curva de frecuencia de distribución de tamaños o distribución diferencial. En ella, la pendiente de la curva acumulativa (dx/dd) (fracción de peso de cada tamiz) se representa frente al tamaño de partícula (d), considerando como tal el valor medio entre el diámetro del tamiz superior y el del tamiz con la fracción de sólido. El valor máximo que aparece en la curva nos señala el tamaño que aparece con más frecuencia. En el caso de materiales corrientes, la curva representa generalmente un único máximo. En mezclas de partículas puede haber tantos máximos como componentes en la mezcla.

3.3.4. Cálculo experimental de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

A partir de la curva de distribución granulométrica, se pueden obtener diámetros característicos tales como el d_{10} , d_{50} y d_{90} . El d se refiere al tamaño de grano, o diámetro aparente, de la partícula de sólido y el subíndice (10, 50 y 90) denota el porcentaje de material que queda por debajo de una determinada fracción de masa (10, 50 y 90). Por ejemplo, d_{10} significa que el 10% de los granos son menores al tamaño indicado por el corte sobre la curva y proyectado al eje X, como se muestra en la Fig. 9 (Simeon, 2017).

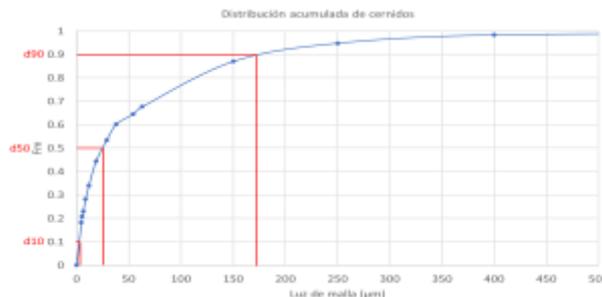


Fig. 9 Cálculo de los d_{10} , d_{50} y d_{90} sobre un gráfico de distribución acumulada de cernidos.

A partir de los datos de la distribución de tamaños obtenidos con los diferentes métodos expuestos, se pueden determinar los diámetros medios.

El tamaño medio describe únicamente una característica particular del polvo, siendo importante decidir cuál es esta característica antes de calcular la medida. Por ejemplo, puede ser interesante definir el tamaño de partícula de tal forma que su peso, superficie o longitud sea el valor medio para todas las partículas del sistema.

En la Ec. (2) se muestra la ecuación utilizada para la obtención del diámetro medio en masa a través de los datos experimentales.

$$d_{mm} = \frac{\sum m_i \times d_i}{\sum m_i} \text{ (mm)} \quad \text{Ec. (2)}$$

3.3.5. *Span o amplitud relativa de la distribución.*

El span muestra la amplitud de la distribución de la muestra y generalmente se considera que ésta es amplia cuando su valor es superior a 1, en este caso se considera que la mezcla es heterogénea. Sin embargo, para valores inferiores a 1 la muestra se considera homogénea (Beltrán, 2011).

$$Span = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}} \quad \text{Ec. (3)}$$

3.3.6. *Coficiente de uniformidad.*

El coeficiente de uniformidad relaciona la cantidad de partículas de tamaño medio con las de tamaño pequeño. Cuando el valor de este parámetro es menor de 4 se considera que las partículas tienen un tamaño uniforme (homogéneo) (Beltrán, 2011).

$$Cu = \frac{d_{60}}{d_{10}} \quad \text{Ec. (4)}$$

El span y el coeficiente de uniformidad muestran ratios entre la cantidad de partículas de tamaño grande y la cantidad de partículas de tamaño pequeño, es por ello por lo que dan una idea de la dispersión de la distribución de la muestra.

3.3.7. *Ángulo de reposo*

Se denomina ángulo de reposo al ángulo máximo con que un montículo de suelo se mantiene estable sin que se produzca una falla por deslizamiento. Esta es una propiedad del suelo que está determinada por la fricción, cohesión y forma de las partículas.

Cuando material granular es vertido lentamente sobre una superficie horizontal, este fluye formando un montículo en que la superficie libre va fallando intermitentemente hasta que el proceso se detiene y se forma una pendiente estable. Así, el ángulo de reposo corresponde al ángulo formado entre la superficie inclinada del montículo y la base y se obtiene por medición directa o midiendo el diámetro y altura del montículo de sólido.

En la práctica, el ángulo de reposo juega un rol fundamental en la estimación de valores máximos de inclinación de masas de suelo, que aseguren que no habrá deslizamiento del material (Rodas y Rousé, 2010).



Fig. 10. Ángulo de reposo de la arena.

En la Tabla 6 se muestran los ángulos de reposo de los materiales orgánicos. Se han hecho tres experimentos para cada uno de ellos y posteriormente se ha calculado el ángulo medio.

Tabla 6. Ángulos de reposo de los distintos sólidos.

	ÁNGULO DE REPOSO (º)		
MATERIAL	CALIZA	ARENA	DOLOMÍA
MEDIA ARIMÉTICA	28.70	35.13	33.50

Cuando el ángulo de reposo es mayor que 30º el material es cohesivo, como es el caso de la arena y la dolomía. Sin embargo, la caliza es un material no cohesivo, debido a que las partículas no tienden a juntarse ni adherirse, ya que son relativamente grandes.

En el ANEXO I se muestra el procedimiento que se ha llevado a cabo para su determinación (FERNÁNDEZ, 2020).

3.3.8. Reproducibilidad de resultados.

Se han realizado experimentos repetidos de molienda con el mismo procedimiento y condiciones de operación con el fin de calcular el error experimental en cada caso.

Se muestran en el ANEXO III los resultados obtenidos por duplicado en la operación de tamizado, procedentes de la repetición de experimentos en la molienda.

Además, se ha calculado el error absoluto y el error relativo, también presente en el ANEXO III. Dichos resultados confirman que se obtiene un error experimental como máximo de 1.2% en el caso de la caliza, 2.56% en la arena y 1.85% en la dolomía.

3.4. Modelo predictivo de requerimiento energético.

La operación de molienda requiere de un cierto consumo de energía que dependerá de las propiedades del material a moler, así como de las características propias del molino. Del consumo total de energía, solamente una parte muy pequeña (menos del 1%) se consume como trabajo útil de reducción de tamaño, mientras que la mayor parte, más del 99%, se pierde, sobre todo en forma de calor y de cambios en el régimen de trabajo mecánico (Springenschmidy y Sommer, 1970).

En este contexto, resulta de especial interés poder predecir el consumo energético real para poder optimizar los procesos de molienda y reducir las pérdidas de energía.

A lo largo de los años se han propuesto diversas relaciones empíricas que permiten determinar el consumo de energía total desde un tamaño de partícula hasta un tamaño de producto molido: Rittinger (1867), Kick (1885) y Bond (1952), conocidas como las tres teorías de la molienda. La más aceptada y empleada es el postulado de Bond (1952) (Jankovic, Dundar y Mehta, 2010). Esta ley se puede aplicar a molinos de bolas y es adecuada para emplearla en el diseño de este tipo de molinos (Rhodes, 2008).

La ley de Bond se fundamenta en que el requerimiento de energía por unidad de masa molida es proporcional a la relación entre la superficie y el volumen de la partícula generada tras la molienda. La fórmula para el cálculo de energía es:

$$E_B = C_B \cdot \left(\frac{1}{\sqrt{x_2}} - \frac{1}{\sqrt{x_1}} \right) \quad \text{Ec. (5)}$$

Donde E_B es la energía requerida para reducir el tamaño de partícula desde un diámetro X_1 a un diámetro X_2 y C_B es una constante.

Esta ley se basa en datos que Bond obtuvo de procesos industriales y a escala de laboratorio para diferentes materiales. Estos experimentos le permitieron definir “índices de trabajo” (W_i) para los materiales testeados. Es decir, para utilizar la ley, Bond puso su constante en función de unos índices de trabajo que él definió y calculó para distintos sólidos.

$$W_i = E \left(\frac{Kw \cdot h}{ton} \right) = C_B \frac{1}{\sqrt{100}} \quad \text{Ec. (6)}$$

$$C_B = 10 \cdot w_i$$

Estos índices de trabajos se definen como la energía total en Kw·h por cada 2000 libras de alimentación (aproximadamente 1 ton), que se necesita para reducir una alimentación de un diámetro de partícula X_1 a un diámetro X_2 tal que el 80% de las partículas del producto pase por un tamiz determinado (Bond usó el de 100 μm (0,1 mm)). Por tanto, en la práctica, X_1 a X_2 se toman como el tamaño del tamiz en micrómetros a través de los cuales el 80% del material, en la alimentación y el producto, es decir, d_{80} .

Sustituyendo la ecuación 6 en la ecuación 5, la ecuación final resulta:

$$E = \left(\frac{Kw \cdot h}{ton} \right) = w_i \left[\frac{10}{\sqrt{x_2}} - \frac{10}{\sqrt{x_1}} \right] \quad \text{Ec. (7)}$$

Tanto E_B como W_i tienen las dimensiones de energía por unidad de masa y comúnmente expresado en las unidades de kilovatios-hora por tonelada corta (2000 lb). Aproximadamente, 1 kWh / tonelada corta equivale a 4000J / kg.

Los índices de trabajo de Bond para los materiales empleados en el presente proyecto son (FERNÁNDEZ, 2020):

Tabla 7. índices de trabajo de Bond.

Material	W _i (kWh/ton corta)	W _i (J/g)
Caliza	12,74	50,96
Arena	14,10	56,4
Dolomía	11,27	45,08

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. Caliza

Caracterización de la caliza original

La determinación de la distribución de tamaños de la caliza original se llevó a cabo por tamizado, utilizando una serie de tamices de 3.55, 2, 1.6, 1, 0.4, 0.25, 0.15, 0.063 y 0 mm de luz de malla, siguiendo la norma de tamices ISO.

4.1.1. Experimentación en seco.

En la Fig. 11 se muestra la distribución de tamaños de la caliza original. Se han utilizado dos lotes de caliza, el primero de ellos para los ensayos en seco y el segundo para los experimentos en húmedo. El diámetro medio del primer lote es de 2075 μm (aparece en la Tabla 15, ANEXO II como C0-L1)

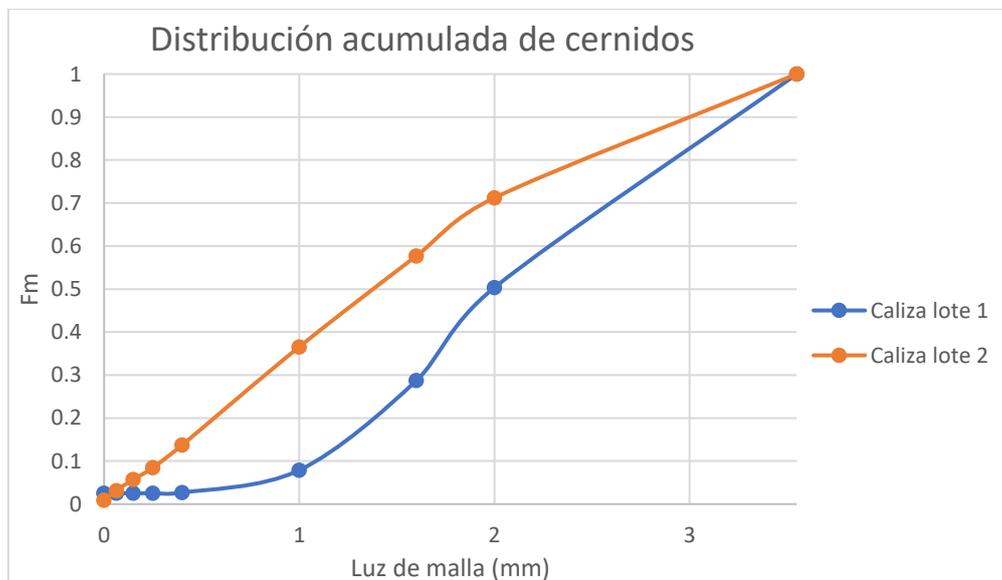


Fig. 11 Distribución acumulada de cernidos de la caliza original.

Una vez determinada la distribución de los tamaños de partícula inicial se procede al estudio de las variables de molienda: tiempo de molienda, cambio o no de sentido de giro y tiempo de pausa.

Se han realizado 25 experimentos con la finalidad de conseguir las condiciones óptimas de molienda y probar la reproducibilidad de resultados.

En el ANEXO II se muestran las características de cada experimento y los resultados obtenidos (d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}). Los experimentos se enumeran por orden correlativo, añadiendo en los que son en húmedo una H.

Para los experimentos en seco, a una velocidad de 300 rpm se han realizado 4 experimentos a distintos tiempos: 5, 10, 20 y 30 min.

La Fig. 12 muestra los resultados obtenidos comparados con la distribución de tamaño inicial de la caliza y se detallan en la ampliación estos resultados para los diámetros de partícula más pequeños.

Puede observarse que en todos los casos las muestras molidas presentan, como es de esperar, una distribución de tamaños mucho menor que la muestra de partida. Para los diámetros más pequeños, parece observarse una secuencia y cuanto mayor es el tiempo de molienda, menor es la distribución que se aprecia.

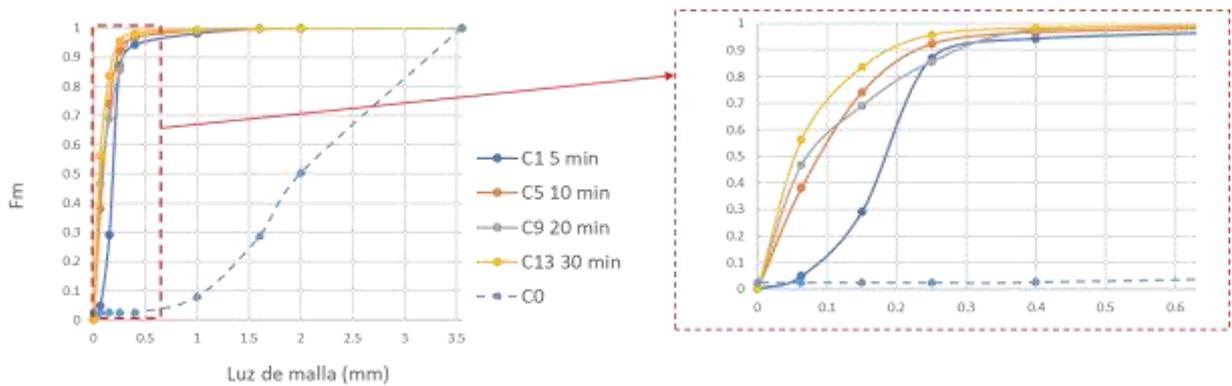


Fig. 12 Influencia del tiempo en la distribución acumulada de cernidos.

En la Fig. 13 se muestran en forma de diagrama de barras la evolución de los valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} . Se puede observar que, efectivamente, a medida que aumenta el tiempo de molienda se consigue mayor cantidad de finos (d_{10}) y también de tamaños medios

(d_{50}). A pesar de que la caliza tiene una dureza de grado 3 en la escala de Mohs, lo que significa que es un material blando, un mayor tiempo de molienda produce una disminución del tamaño de partícula. Pero se observa que para valores de 10 minutos ya se obtiene una reducción drástica de tamaño respecto al inicial. El diámetro medio en masa también muestra esta disminución a partir de 10 minutos.

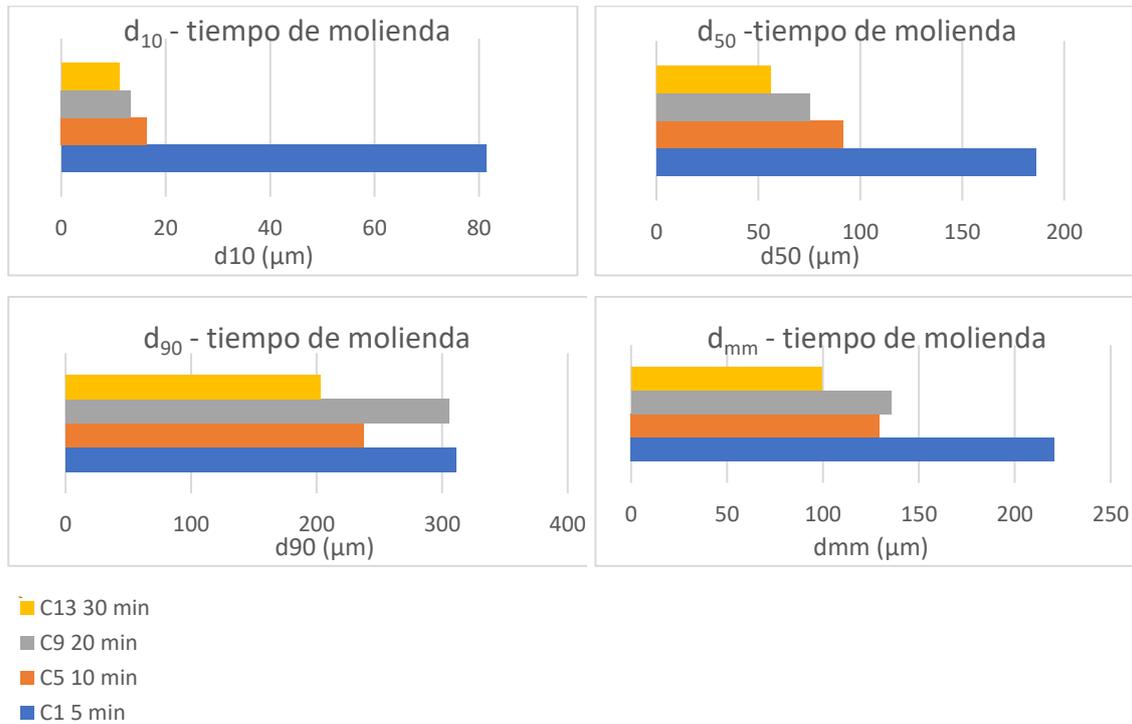


Fig. 13. Efecto del tiempo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

La variable intervalo consiste en bajar las revoluciones hasta cero y volverlas a subir a 300 rpm, esto se produce cada 1 minuto de molienda.

En la Fig. 14 se realiza la comparación para los mismos tiempos y velocidad (300 rpm) de la influencia del intervalo.

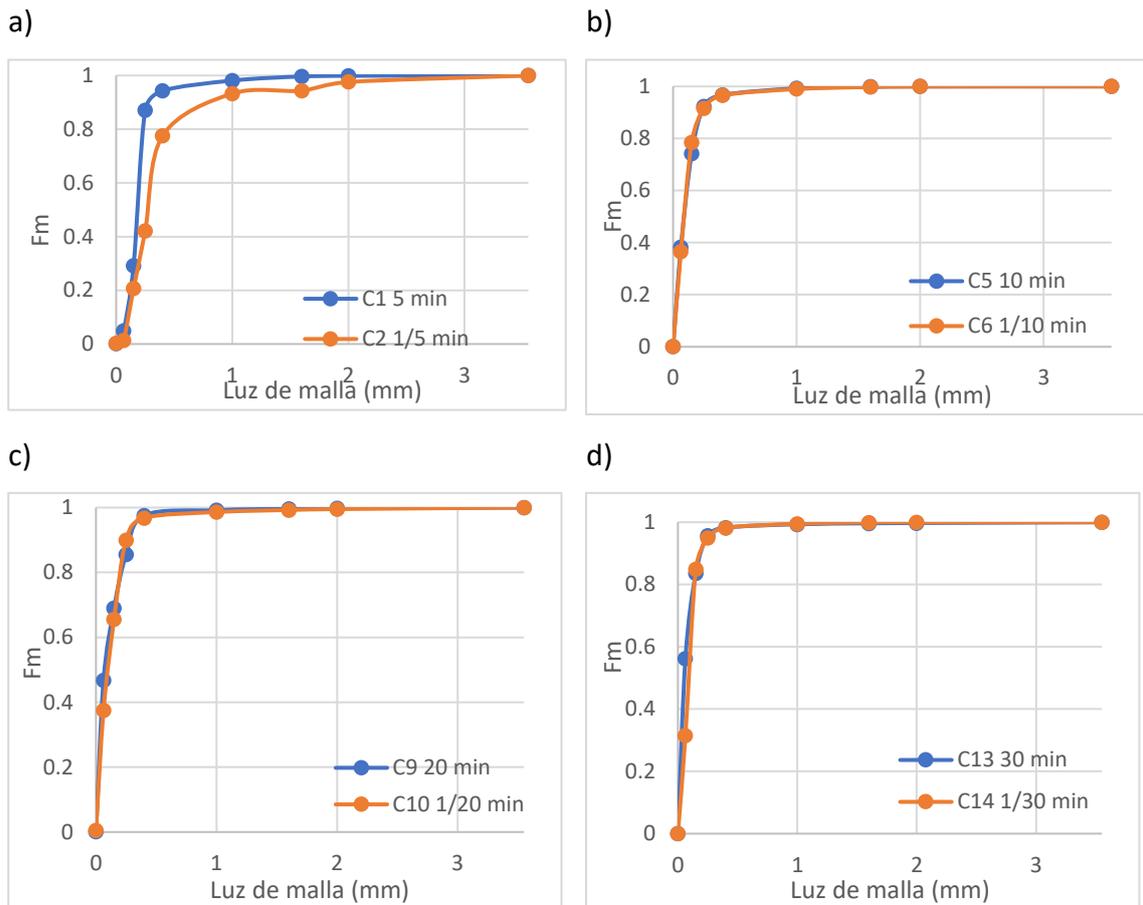


Fig. 14 Influencia del intervalo a cada tiempo de molienda.

Analizando las anteriores distribuciones acumuladas se puede concluir que el intervalo a tiempos de molienda de 10 o más minutos no parece influir en la distribución de tamaños. A 5 minutos tiene un efecto claramente negativo, ya que aumenta la distribución de tamaños. En la Fig. 15 se comparan los diámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} en muestras molidas a distintos tiempos con y sin intervalo. Se puede observar de forma más evidente que el efecto claramente es negativo a los 5 minutos de molienda, que es mucho menos notable para los demás tiempos.

En cualquier caso, no se consiguen mejoras en la molienda haciendo que muele el mismo tiempo en intervalos de 1 minuto.

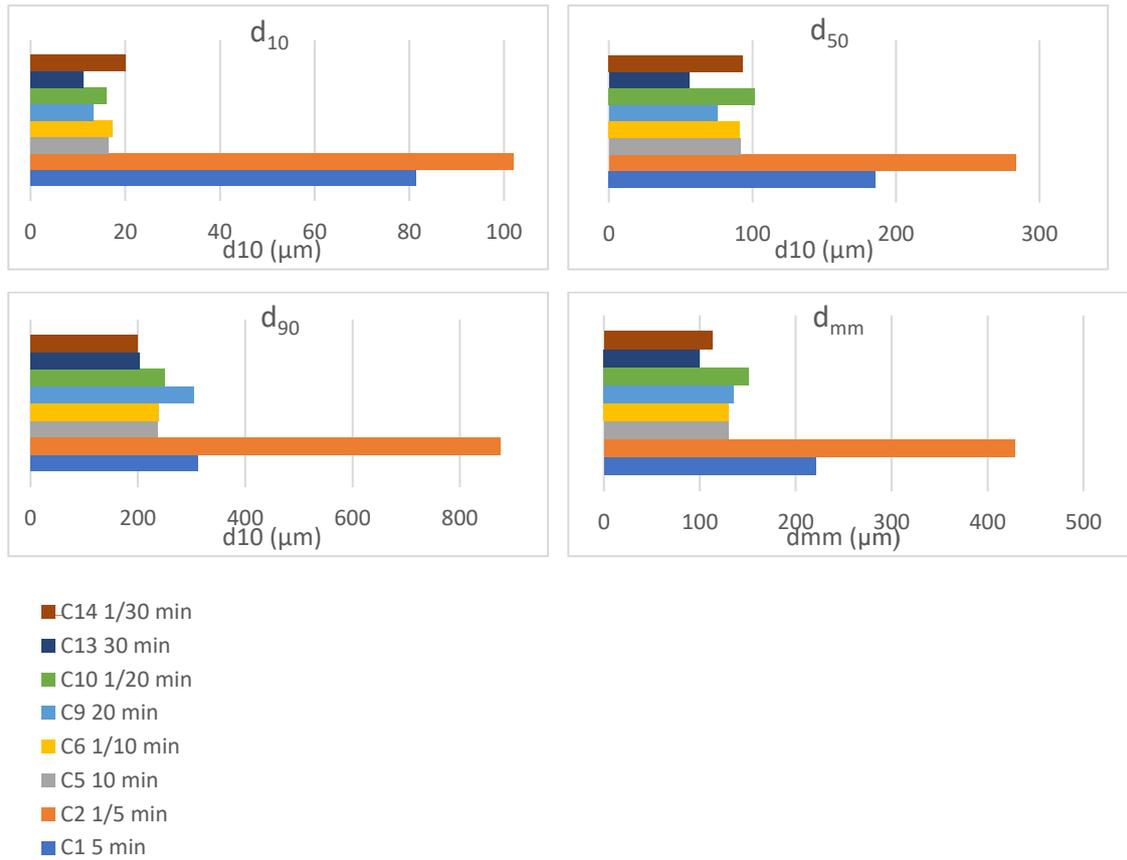


Fig. 15. Efecto del intervalo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Siguiendo con el estudio de variables de molienda se procede a examinar el cambio de sentido.

Incluir esta variable implica que las bolas cambian de sentido y se producen cambios en los impactos de las bolas con el material. La Fig. 16 compara el efecto del cambio de sentido del giro a cada tiempo de molienda.

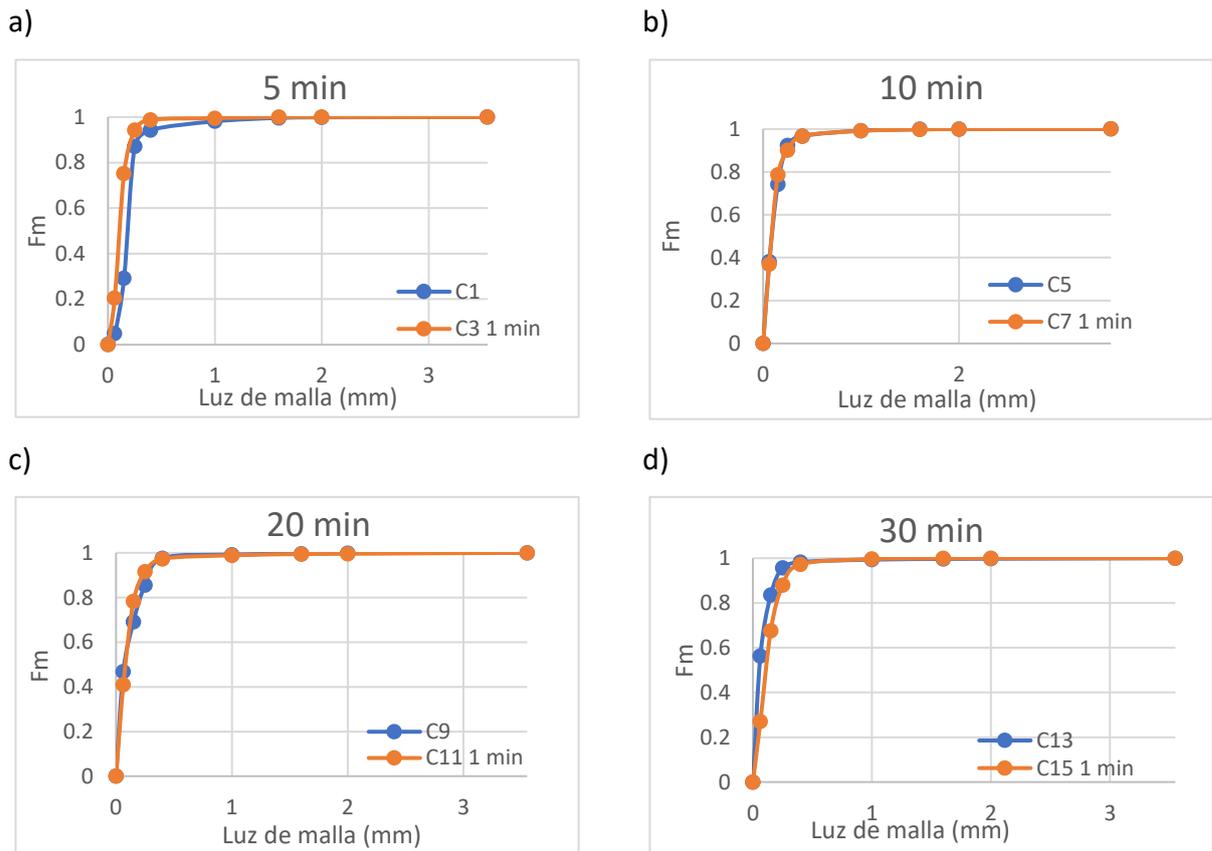


Fig. 16. Influencia del cambio de sentido de giro a cada tiempo de molienda.

Al añadir la variable mencionada se obtiene mejora para tiempos pequeños, 5 minutos. Sin embargo, para tiempos altos, se obtienen resultados desfavorables y para tiempos intermedios, la diferencia entre utilizar un programa y otro es insignificante.

En la Fig. 17 se pueden observar los cambios en los valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} respecto del tiempo como justificación de lo mencionado anteriormente.

Se ve claramente el efecto positivo a los 5 minutos que es mayor en las partículas más finas (d_{10}). También, que el conjunto de partículas aumenta su tamaño a tiempos largos (30 min). Es decir, el cambio de sentido de giro a tiempos largos de operación provoca un apelmazamiento del material, probablemente la fricción disminuye, y el impacto que provoca el cambio de sentido no produce mayores roturas.

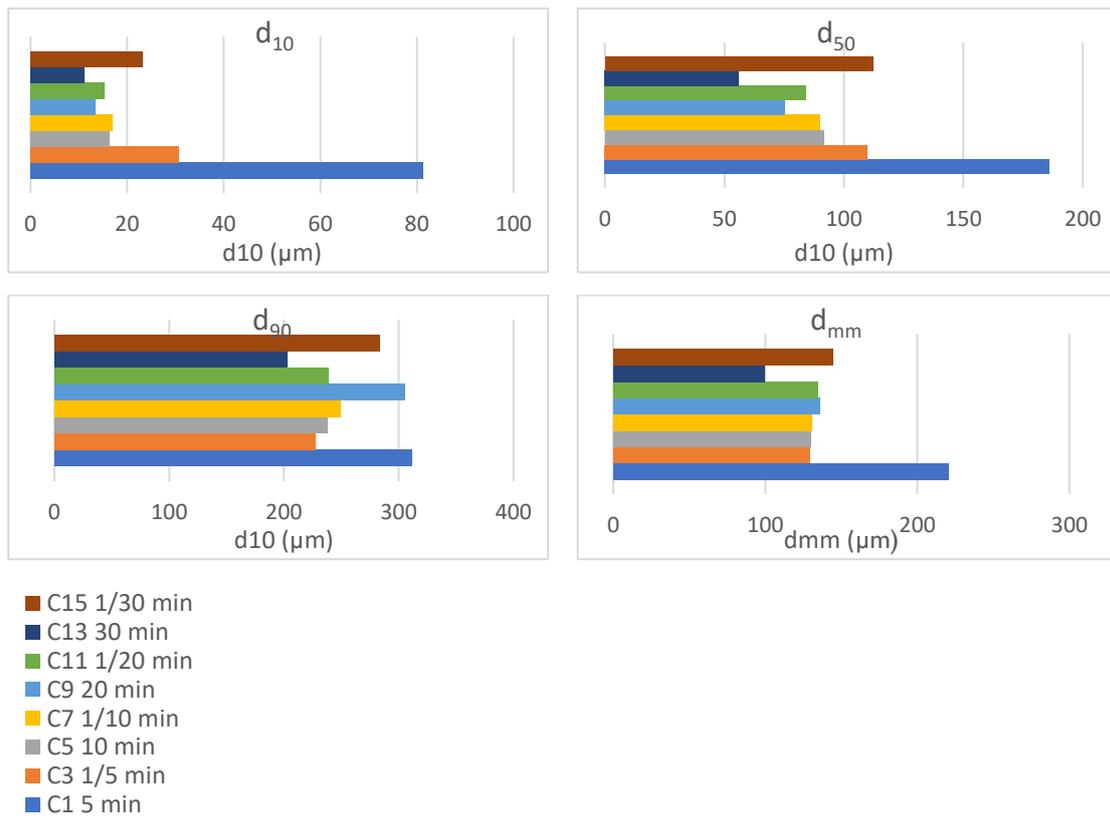


Fig. 17. Efecto de la inversión del sentido en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Finalmente, se analiza la influencia del cambio de sentido con tiempo de pausa. Se han hecho pausas de 30 segundos en intervalos de tiempo de 1 minuto. Se evalúa la influencia del cambio de sentido con pausa para un tiempo total de operación idéntico (pero no de molienda efectiva, que será menor). Por ejemplo, para 5 minutos de operación, el molino ha molido la muestra durante 3,5 minutos y ha estado 1,5 minutos pausado. La tabla siguiente muestra el detalle para cada experimento.

Tabla 8. Tiempos de pausa y de molienda real para la caliza.

Tiempo total de molienda (min)	Tiempo de molienda (min)	Tiempo de pausa (min)
5	3.5	1.5
10	7	3
20	14	6
30	21	9

Para ver los resultados la Fig. 18 compara el efecto del cambio de sentido con tiempo de pausa con respecto al mismo tiempo total de operación.

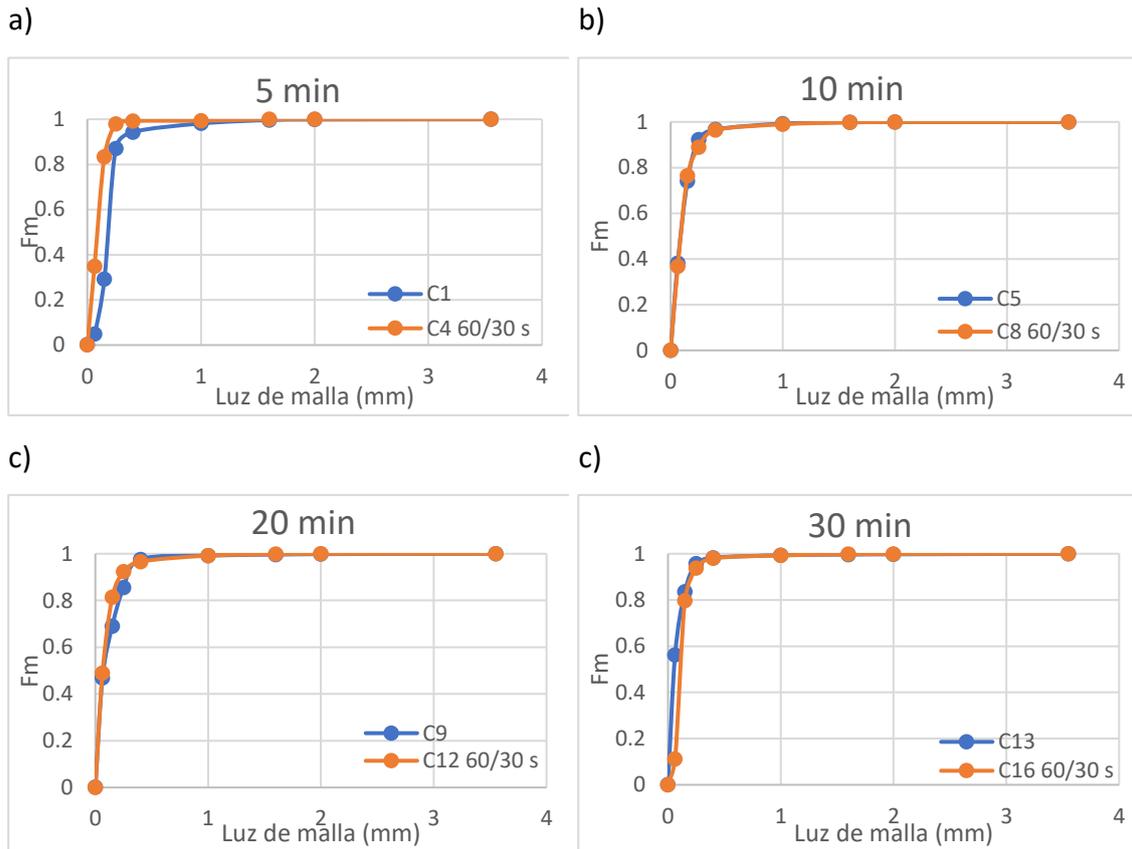


Fig. 18 Comparación para los mismos tiempos y velocidad de la influencia de la variable tiempo de pausa.

Puede apreciarse una mejora a tiempos de operación de 5 minutos, menos apreciable a 10 minutos y un efecto negativo a 30 minutos, como también se puede observar en la Fig. 19.

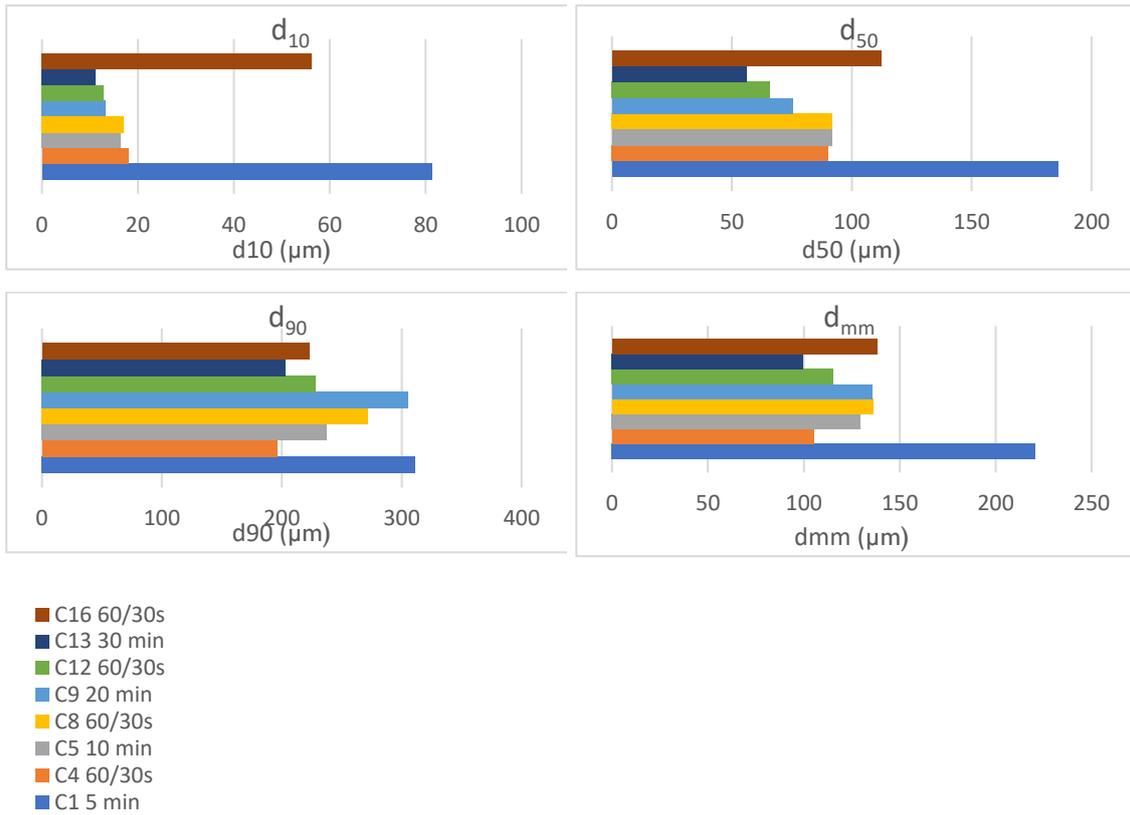


Fig. 19. Efecto del tiempo de pausa en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Así pues, tras estudiar las variables de intervalo, cambio de sentido y cambio de sentido con tiempo de pausa, las condiciones en que se obtiene una distribución de la caliza molida de menor tamaño siguen siendo la molienda durante 30 minutos. Pero la molienda durante 5 minutos con cambio de sentido y pausa de 30 segundos consigue un grado de molienda similar a la obtenida a los 10 minutos y bastante próxima a ésta.

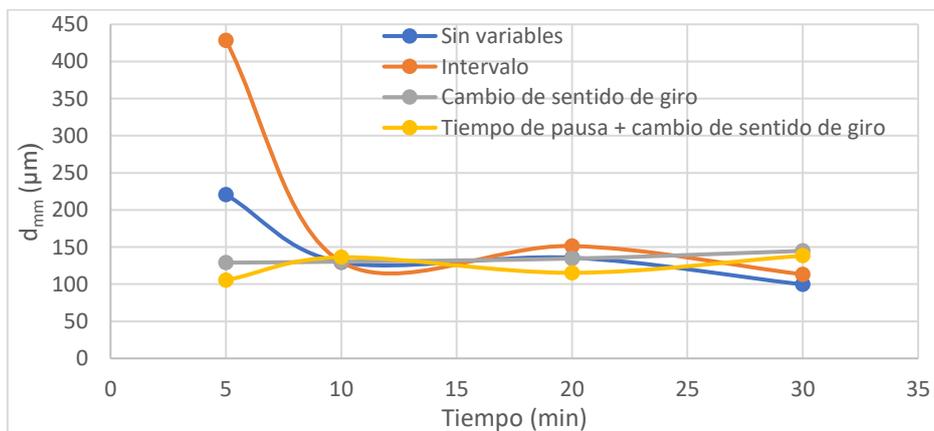


Fig. 20. Efecto de las variables en los diámetros de partículas.

La Fig. 20 analiza la evolución del diámetro medio de partícula considerado todas las variables estudiadas. Se observa que estas variables tienen gran influencia a tiempos cortos de molienda (5 minutos), reduciendo enormemente el tamaño de partícula, y altos (30 minutos) produciendo en este caso un aumento. A 10 minutos apenas tienen influencia, y a 20 minutos apenas influye en los finos y lo hace de una manera desigual en el conjunto de partículas (d_{mm}).

Teniendo en cuenta el tiempo de operación y las variables anteriormente mencionadas cabe destacar que para un tiempo total de operación de 5 minutos con cambio de sentido de giro más tiempo de pausa se obtienen resultados muy similares a los de un programa de 20 o 30 minutos con o sin variables de molienda. Por esta razón, se consideran las condiciones de operación más adecuadas y se van a seleccionar para la realización de la práctica de laboratorio.

4.1.2. Experimentación en húmedo.

En cuanto a la experimentación de la caliza, se ha partido de un lote de caliza original diferente al utilizado para la experimentación en seco, cuyo diámetro medio en masa es de $1502.7 \mu\text{m}$. A este lote se le ha denominado *Lote 2* (aparece en la Tabla 15, ANEXO II C0-L2) y se han hecho los mismos ensayos en seco y en húmedo para comprobar en qué condiciones es más efectivo (experimentos C18 a C25-H). El uso de un lote diferente dificulta la comparación de resultados respecto a los primeros experimentos realizados en seco.

Una vez preparada la muestra para introducirla en el molino, se han añadido 6 ml de agua con la finalidad de humedecer la muestra.

Se han llevado a cabo 3 experimentos en seco y 3 en húmedo únicamente a 5 minutos por considerarlo el tiempo de molienda óptimo, como se ha indicado. En el ANEXO II se detallan las variables estudiadas en cada experimento.

En la Fig. 21 se comparan resultados de distribuciones acumuladas de cernidos en seco y en húmedo del mismo lote de caliza. En la figura a) se muestran los resultados obtenidos sin variables adicionales, en la figura b) se comparan resultados con cambio de sentido de giro y en la c) con tiempo de pausa añadido al cambio de sentido de giro.

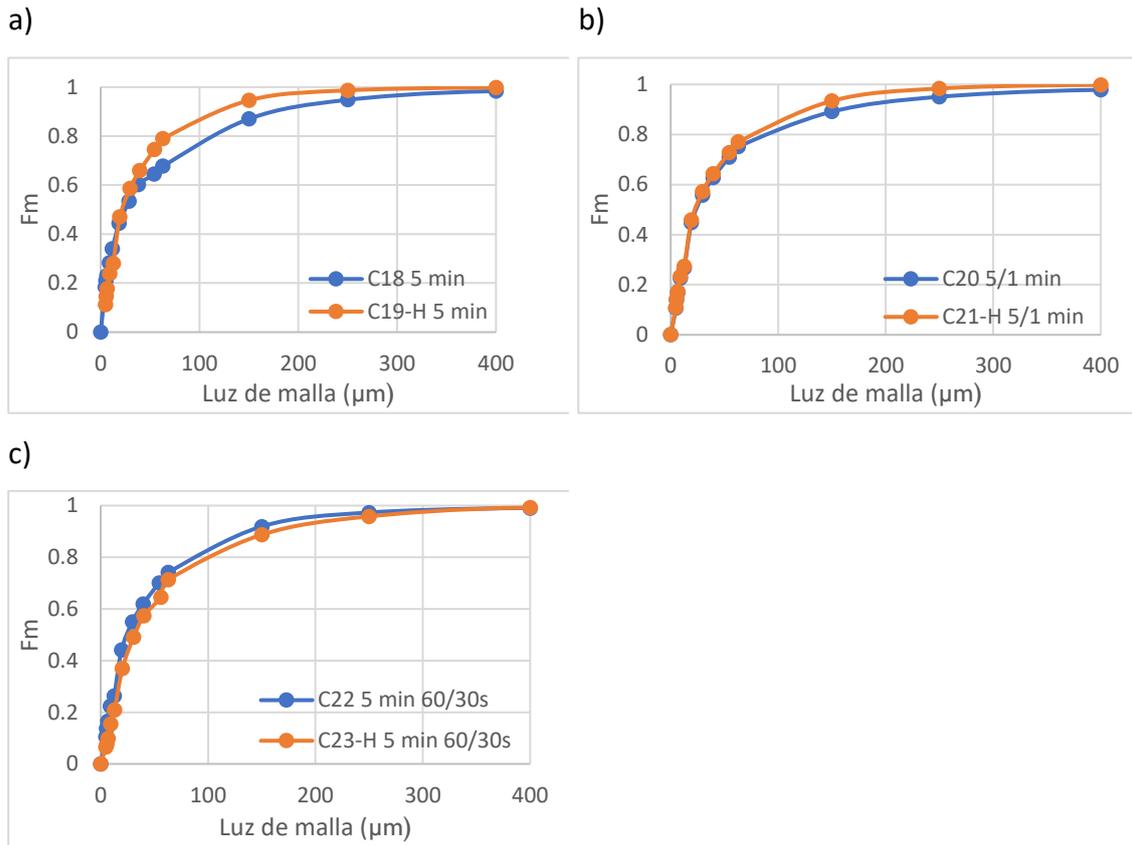


Fig. 21. Comparaciones de la experimentación en seco y húmedo de caliza con distintas variables para 5 minutos y 300 rpm.

Se puede ver que, excepto cuando interviene el tiempo de pausa en la molienda, la mejor opción es utilizar la experimentación en húmedo para este material.

Con la finalidad de comprobar de forma más clara la influencia de esta variable en el tamaño de partícula, se grafican en la Fig. 22. los d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} de los 6 experimentos.

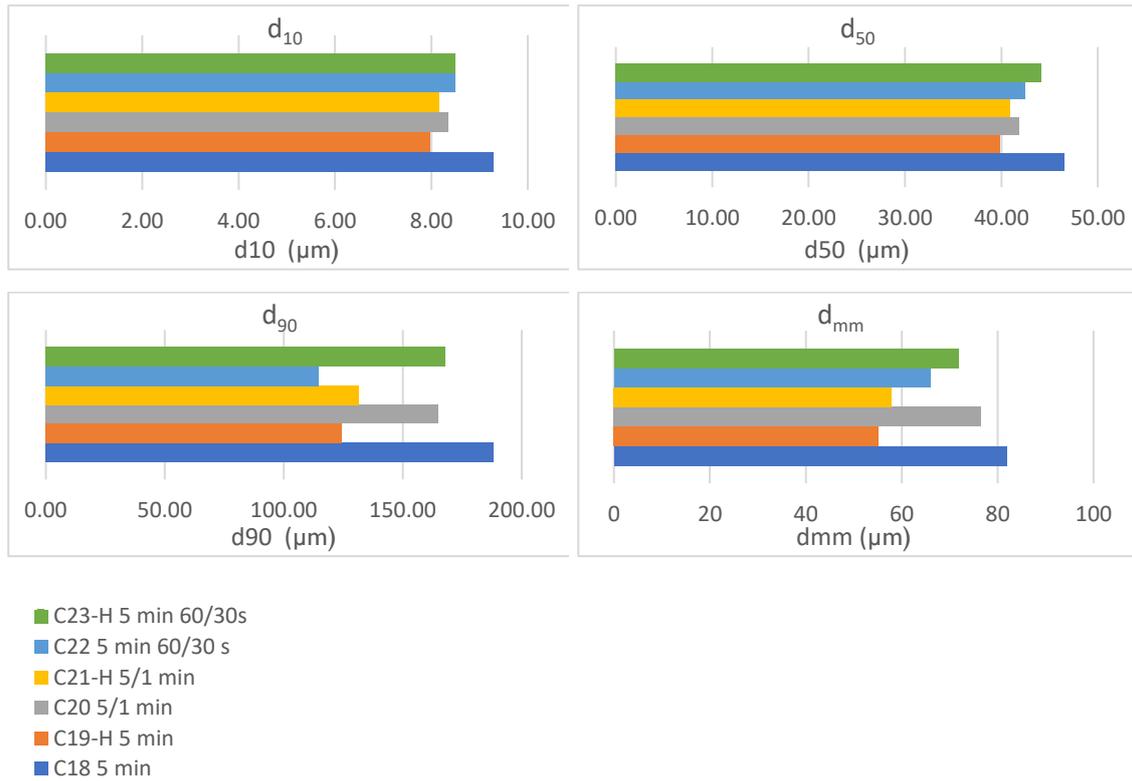


Fig. 22. Comparación de los experimentos en seco y húmedo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Como se puede observar, en todos los diámetros estudiados se encuentra que el menor tamaño se consigue cuando se opera en húmedo durante 5 minutos sin ninguna variable adicional.

El cambio en el sentido de giro en húmedo mejora los resultados respecto a la molienda en seco, pero cuando se añade pausa globalmente empeora la molienda, aumentando los tamaños de partícula (d_{50} , d_{90} y d_{mm}).

Con estos resultados, se puede concluir que las mejores condiciones para conseguir partículas de caliza de menor tamaño serían llevar a cabo una molienda en húmedo durante 5 minutos sin variables adicionales.

4.2. Arena

4.2.1. Experimentación en seco.

En la Fig. 23 se muestra la distribución acumulada de cernidos de la arena original.

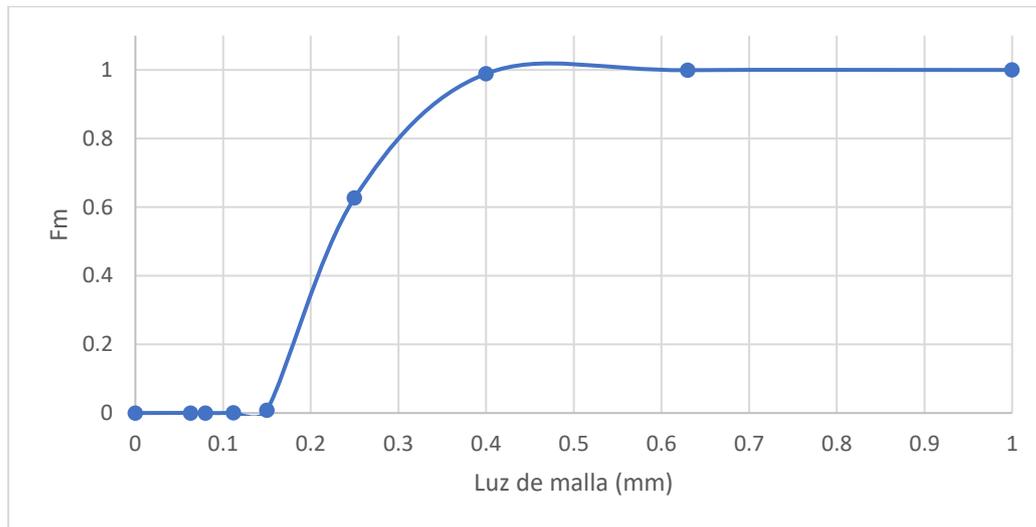


Fig. 23 Distribución acumulada del lote de arena original.

En el ANEXO II se incluyen todos los experimentos de molienda llevados a cabo con las variables de cada experimento, así como los resultados de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} de cada uno de ellos.

En el caso de la arena, se parte de un tamaño inicial bastante pequeño (d_{mm} de 248.2 μm), y tras la molienda se obtienen porcentajes altos de partículas menores de 63 μm , de acuerdo con la norma UNE EN ISO 17892-4. Por este motivo, en muchos casos se presentan resultados agregados de distribución de tamaño de partícula obtenidos por tamizado (>63 μm) y por sedimentación con densímetro (<63 μm) para una misma muestra.

Como se puede observar en la Fig. 23, la mayor parte de la muestra se encuentra entre 0.1 y 0.4 mm, por lo tanto, se realizan distintos ensayos con la finalidad de reducir el tamaño de partícula lo máximo posible. Se estudian las variables detalladas anteriormente, realizándose un total de 17 ensayos en seco y en húmedo.

Al tratarse de un material más duro que la caliza (7 en la escala de Mohs), y una vez llevadas a cabo ya las primeras experiencias con el molino, se ha trabajado con una velocidad de 400 rpm para los distintos experimentos.

En primer lugar, se analizan los resultados de la variable tiempo de molienda.

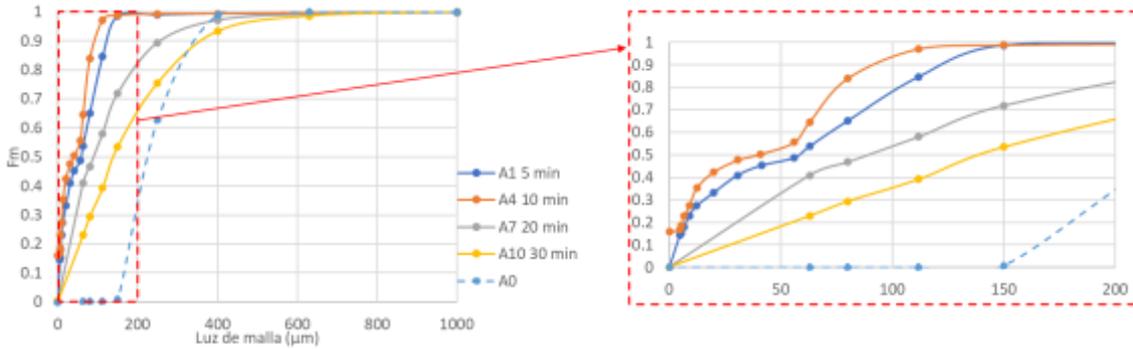


Fig. 24. Influencia del tiempo de molienda a 400 rpm.

De forma global, se puede ver tanto en la Fig. 24 como en la Fig. 25, que compara los valores de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} , que se consiguen menores tamaños de partícula cuando se trabaja a tiempos cortos de molienda. Llama la atención que para un tiempo de 5 minutos se consigue el menor diámetro de partícula, y para tiempos de 20 o 30 minutos la muestra comienza a apelmazarse y aumentar su tamaño. Por lo tanto, el mejor tiempo de molienda es 5 minutos.

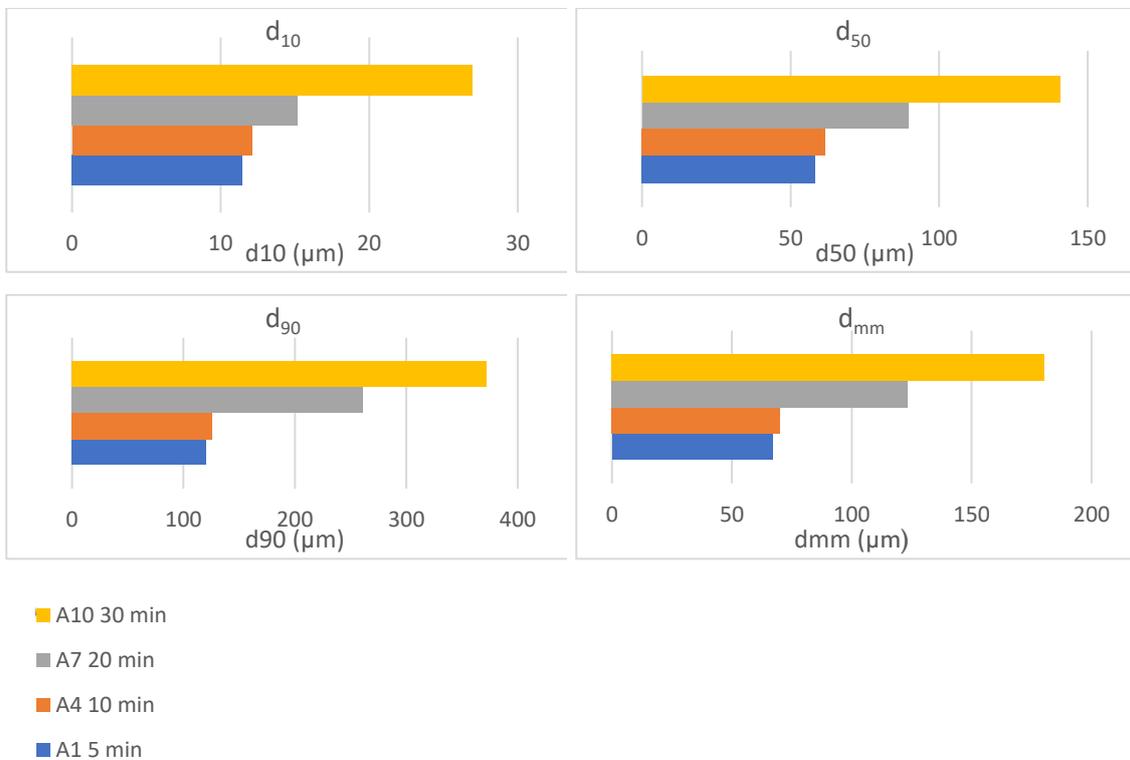


Fig. 25. Efecto del tiempo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Por otro lado, cabe destacar, que se hizo un experimento a una velocidad de 550 rpm, pero no se presentan resultados debido a que se consiguieron tales cantidades de finos que se suspendieron en el aire al destapar el tarro donde se llevó a cabo la molienda, provocando que, al tamizar la muestra, los resultados fueran similares a la molienda a 400 rpm. Pero puede afirmarse de forma cualitativa que el tamaño disminuye más, aunque su manejo es complicado.

Se estudia a continuación la variable inversión del sentido de giro, realizada a intervalos de 1 minuto de operación. Los resultados obtenidos a los distintos tiempos se detallan en la siguiente figura, comparada con la muestra sin moler y detallando la comparación para los tamaños más pequeños.

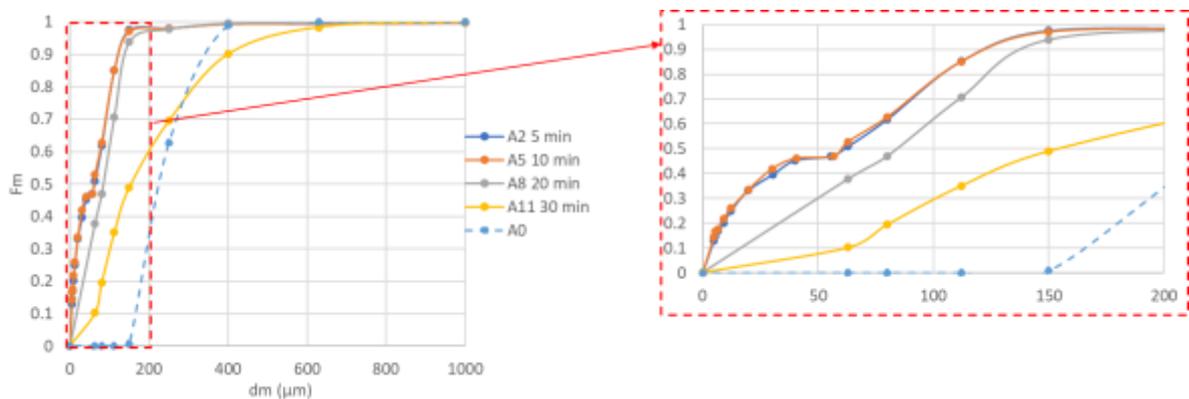
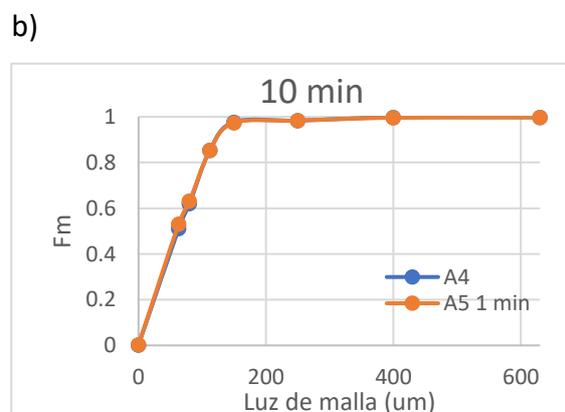
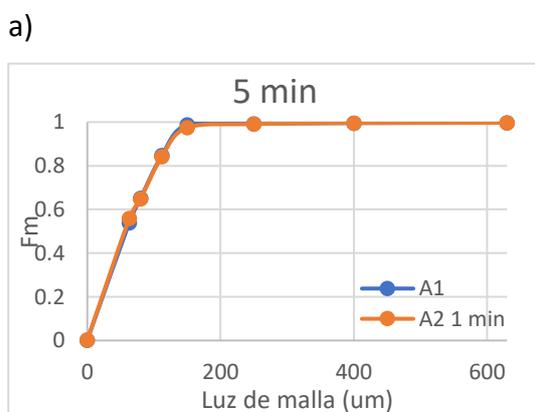


Fig. 26. Influencia de la inversión del sentido de giro.

Se consiguen prácticamente los mismos resultados para los tiempos de 5 y 10 minutos, como ocurre cuando no hay cambio en el sentido de giro.



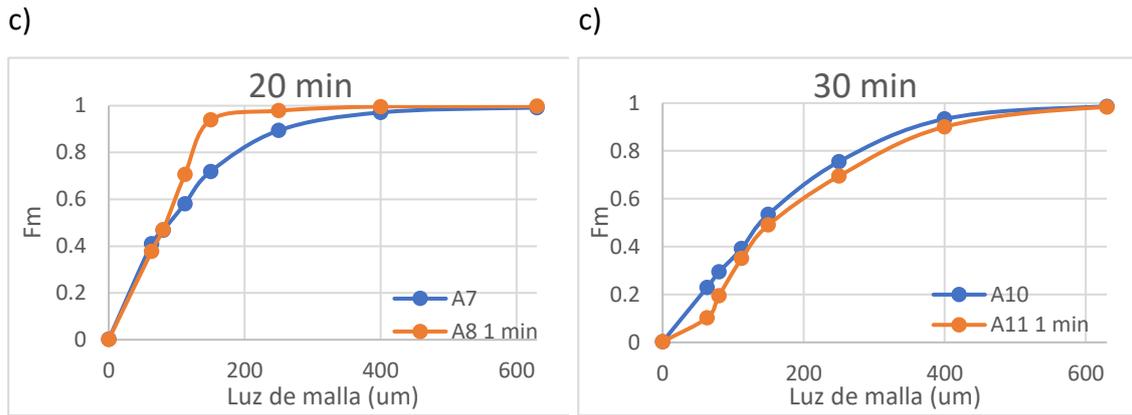


Fig. 27. Efecto del cambio de sentido para los distintos tiempos con velocidad de 400 rpm.

Tanto en la Fig. 27 como en la Fig. 28, que compara los d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} con y sin cambio de sentido, se observa que para los tiempos de 5 y 10 minutos se obtienen similares resultados. Sin embargo, es mejor cambiar el sentido de giro en moliendas de 20 minutos y cambiar el giro empeora notablemente a los 30 minutos. Por lo tanto, no se consigue ninguna mejora notable introduciendo este parámetro.

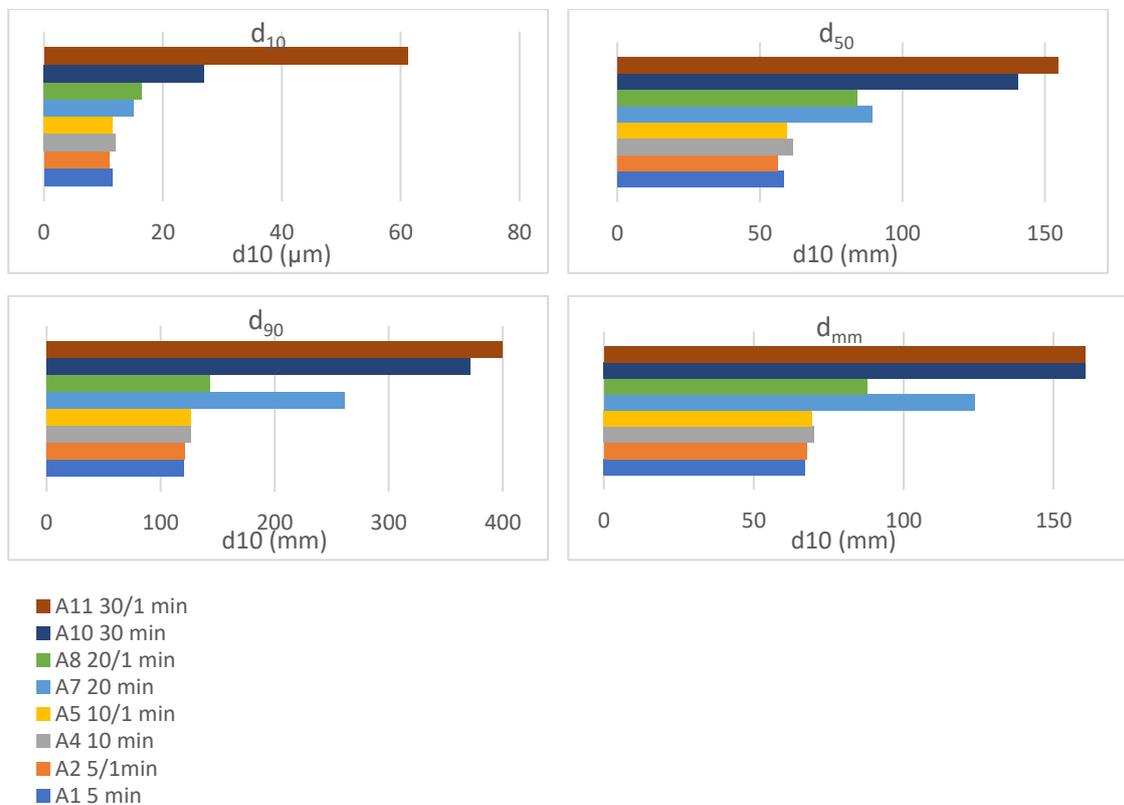


Fig. 28. Efecto del cambio de sentido en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Finalmente, se procede a analizar la variable tiempo de pausa además de cambio en el sentido de giro. La Fig. 29 compara los experimentos realizados con este parámetro a los distintos tiempos y con la muestra inicial sin moler en todo el rango de tamaños de partícula.

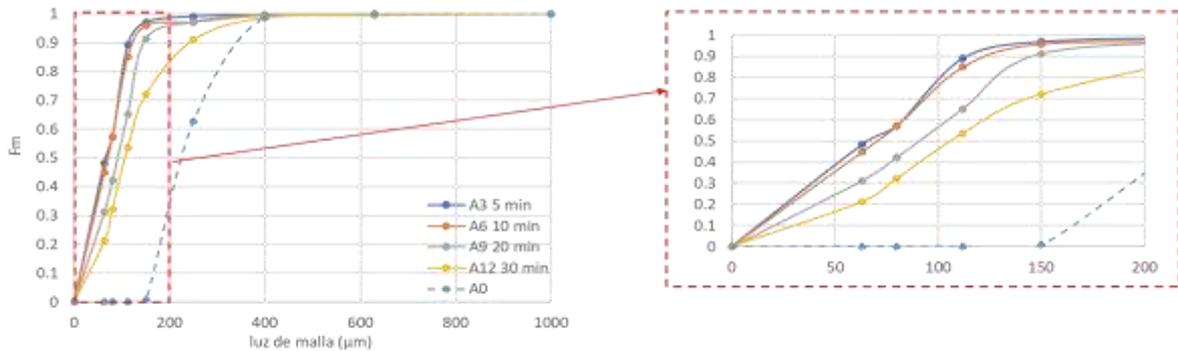


Fig. 29. Influencia del tiempo de pausa más cambio en el sentido de giro.

Se siguen obteniendo los mejores resultados a tiempos cortos (5 y 10 minutos). Añadir tiempo de molienda, aumenta el apelmazamiento notablemente por el calor que se genera.

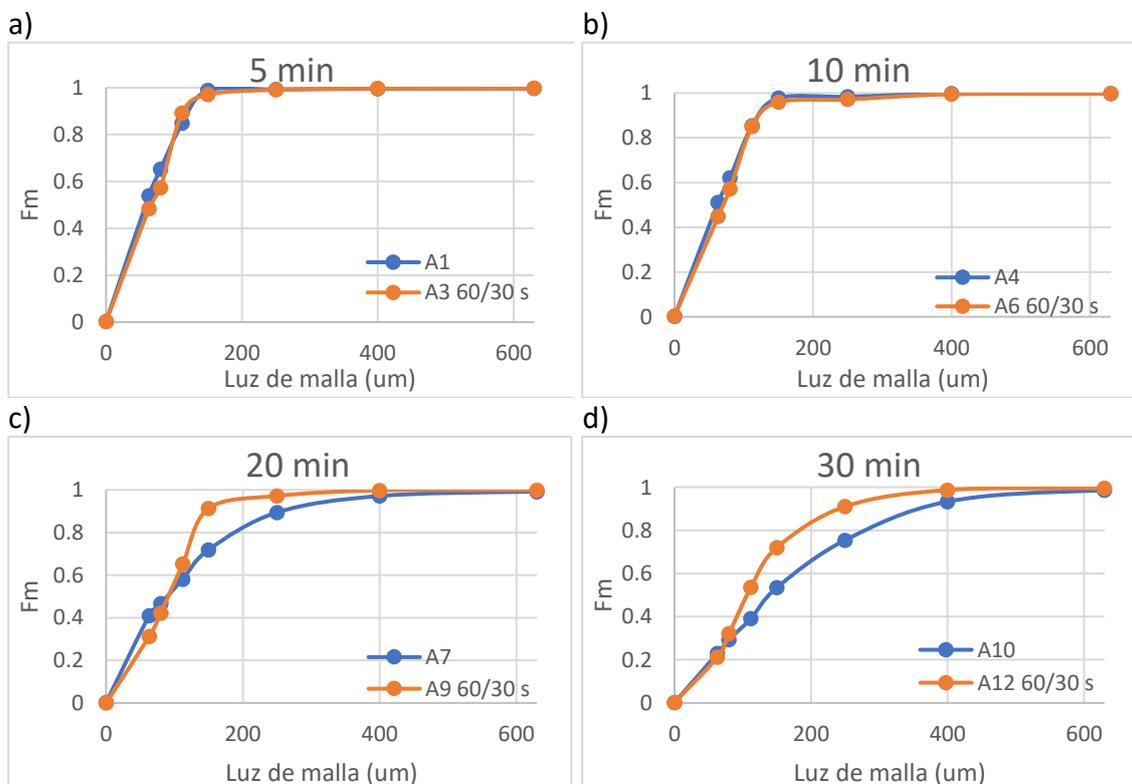


Fig. 30. Comparación a distintos tiempos la variable tiempo de pausa más cambio en el sentido de giro.

En la Fig. 30 se muestran las gráficas comparativas con y sin cambio en el sentido de giro y tiempo de pausa a cada tiempo de molienda. Se ve que para los tiempos más bajos (5 y 10 minutos) la influencia del tiempo de pausa es insignificante, con valores de d_{10} , d_{50} y d_{90} similares o ligeramente mayores (Fig. 31). Sin embargo, para tiempos largos de operación, aunque el valor del d_{10} no es menor, el d_{90} disminuye de forma importante, lo que indica que la mayoría de las partículas son de menor tamaño. Pero siguen siendo mayores que a tiempos cortos de molienda (5 minutos). Esto indica que a tiempos largos de molienda mejora la disipación de calor y con ello el apelmazamiento, pero no se consiguen mejorar los resultados a tiempos cortos de molienda, que generan menos calor.

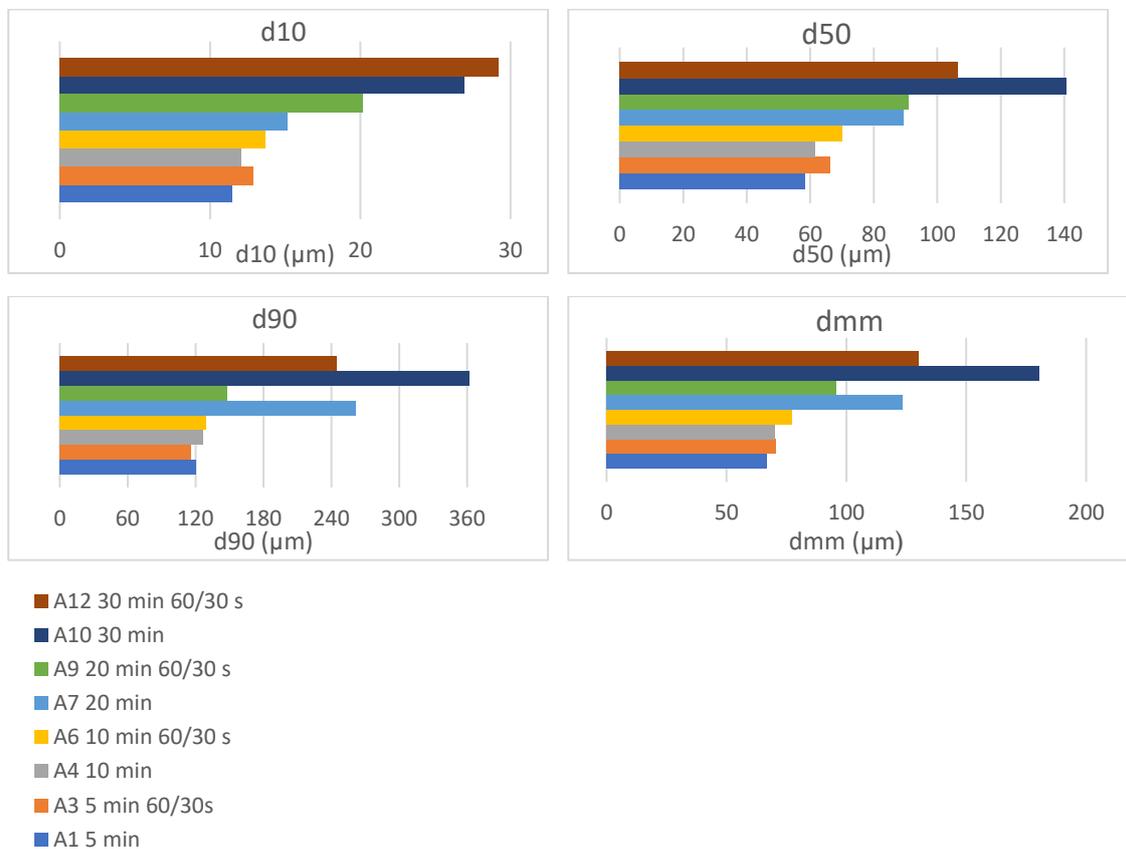


Fig. 31. Efecto del tiempo de pausa en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Una vez analizados los resultados a los distintos tiempos se puede concluir que la molienda durante 5 minutos con o sin inversión de sentido de giro, consigue la mayor reducción de tamaño.

La Fig. 32. recoge de forma comparativa los valores d_{10} , d_{50} y d_{90} a los distintos tiempos y con todas las variables estudiadas, que nos permiten ver de forma más clara las mejores condiciones de molienda.

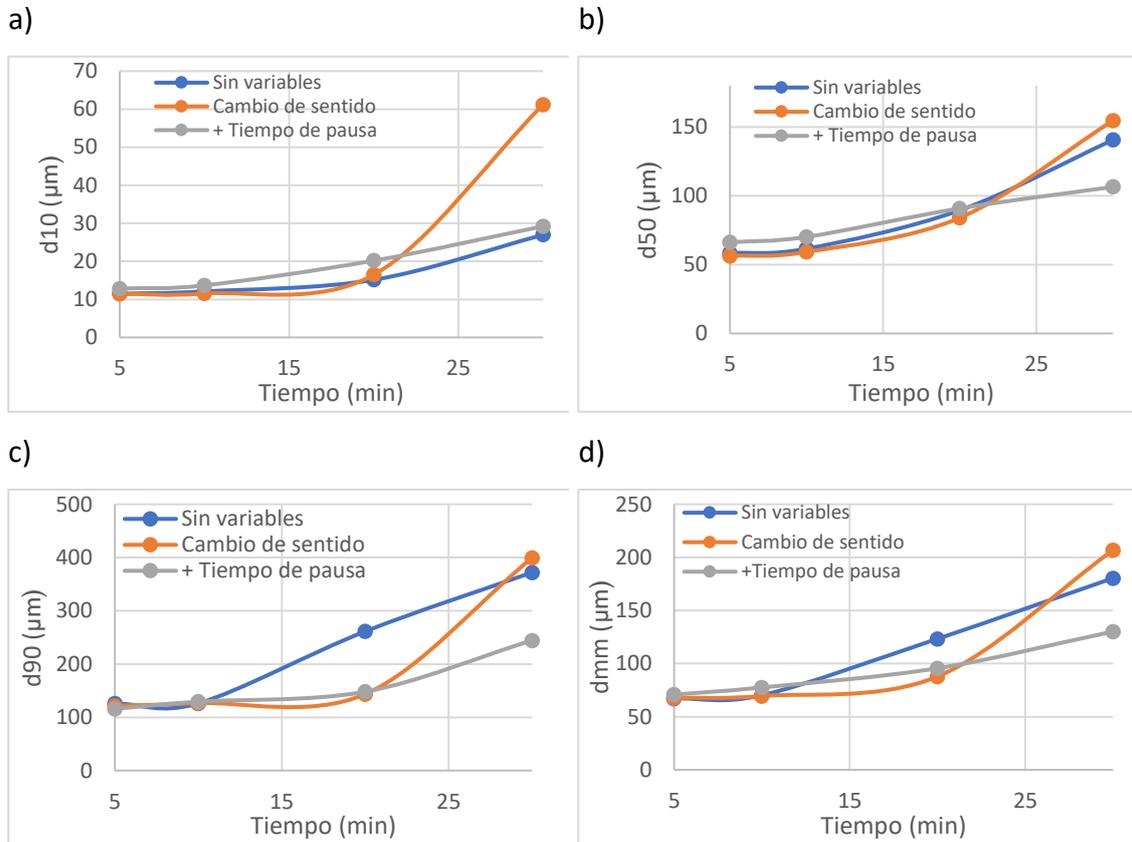


Fig. 32. d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} a distintos tiempos de operación.

Se observa de nuevo que en la experimentación a 5 minutos se consigue la mayor reducción de tamaño de partícula, obteniéndose el menor d_{mm} cuando se opera con o sin cambio de sentido de giro.

4.2.2. Experimentación en húmedo.

Por otro lado, se han hecho ensayos con arena en húmedo con el fin de comprobar si es posible reducir aún más el tamaño de partícula. Una vez preparada la muestra para introducirla en el molino, se han añadido 8 ml de agua para humedecer la misma.

Se han llevado a cabo 4 ensayos a una velocidad de 400 rpm y un tiempo de 5 y 10 minutos, con y sin variación en el sentido de giro.

En la Fig. 33 a) se muestra la comparación entre seco y húmedo sin variables y en la figura b) se compara el cambio de sentido de giro en seco y húmedo. En ambos casos se muestra la distribución inicial de la arena sin moler.

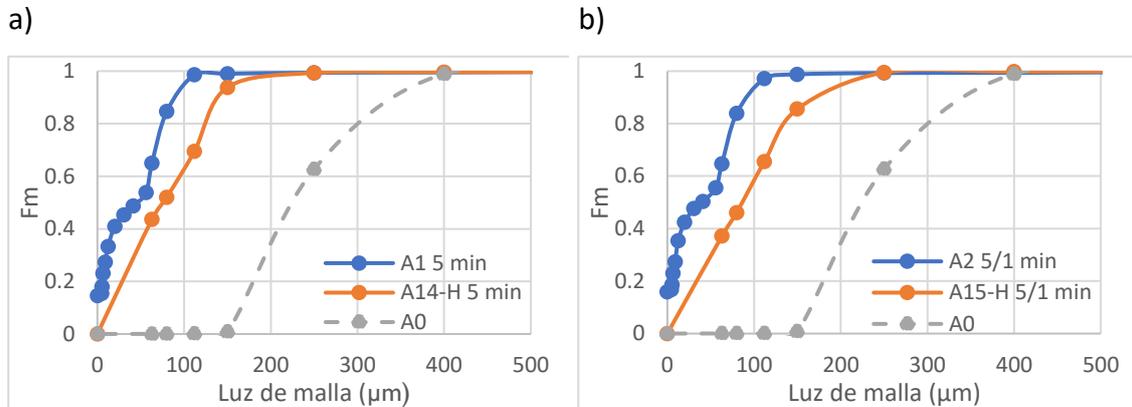


Fig. 33. Comparación en seco y en húmedo de la arena para un tiempo de 5 minutos y una velocidad de 400 rpm.

Como se puede observar, en los dos casos e independientemente de las variables utilizadas, la experimentación en seco es mucho más efectiva en el caso de la arena. Esto puede deberse a que se parte de un tamaño de partícula inicial inferior a 1 mm, por lo que las partículas, una vez humedecidas se aglomeran y se pegan rápidamente en las paredes del molino, por lo que su reducción de tamaño se complica y por ello no se consiguen resultados favorables frente a la experimentación en seco.

También se ha repetido el mismo procedimiento para un tiempo de 10 minutos y 400 rpm, con el fin de comprobar si a mayor tiempo se conseguían menores tamaños de partícula en la experimentación en húmedo. En la Fig. 34 se pueden ver los resultados, conteniendo la figura a) los experimentos sin variables y la figura b) los experimentos con cambio de sentido de giro.

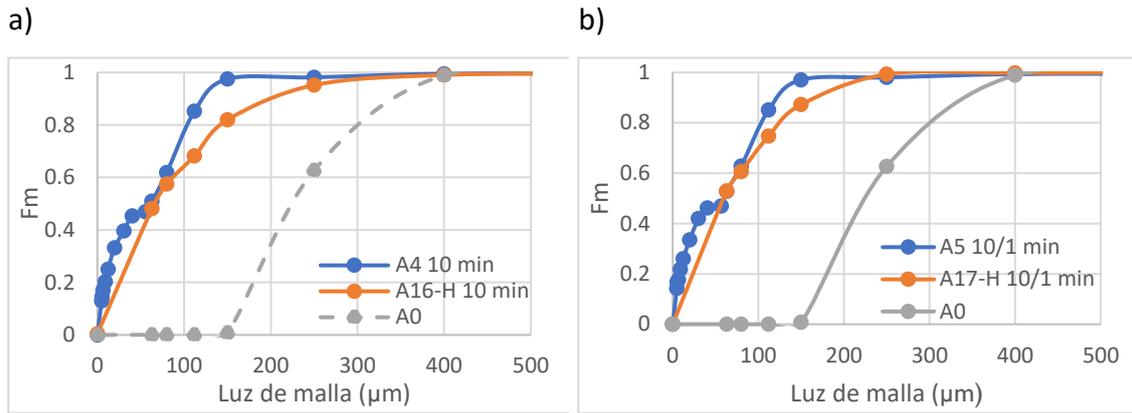


Fig. 34. Comparación en seco y en húmedo de la arena para un tiempo de 10 minutos y una velocidad de 400 rpm.

Igual que anteriormente, en las muestras en seco se obtienen distribuciones con menores tamaños de partículas. La Fig. 35 compara los d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} de ambas experimentaciones con el fin de comprobar estos resultados.

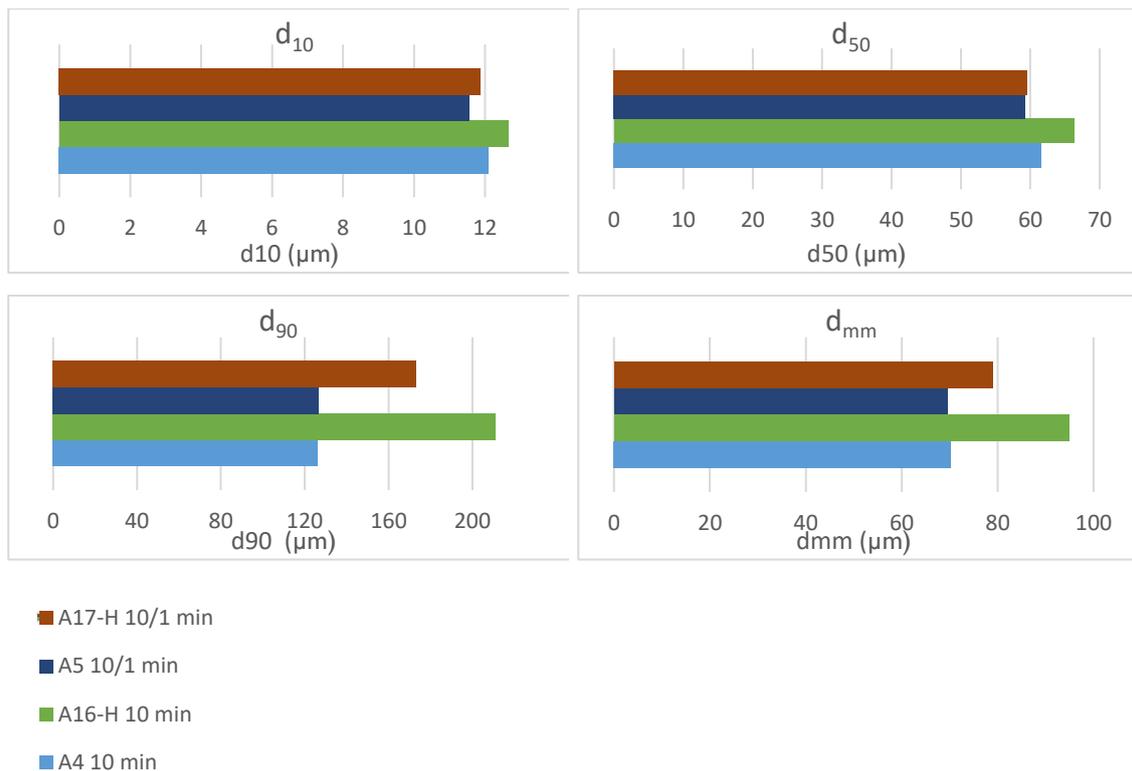


Fig. 35. Comparación de experimentos en seco y húmedo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

La Fig. 35. muestra que los valores de d_{10} y d_{50} en seco con o sin cambio en el sentido del giro son los menores, aunque no hay mucha diferencia en húmedo. Pero en el d_{90} y d_{mm} se observa un claro aumento de tamaño al trabajar en húmedo.

Por lo tanto, se puede concluir que para conseguir el menor tamaño de partícula de la arena la mejor opción es escoger los ensayos en seco a 5 minutos de molienda.

4.3. Dolomía

4.3.1. Experimentación en seco.

Se parte de dolomía, con tamaño de partícula inferior a 2 mm. Los tamices utilizados para este material han sido: 2, 1.6, 1, 0.4, 0.25, 0.15, 0.08, 0.063 mm y la tapa. Se han establecido estos tamices según la norma ISO.

En la Fig. 36 se muestra la distribución acumulada de cernidos, resultando un d_{mm} de 568.7 μm .

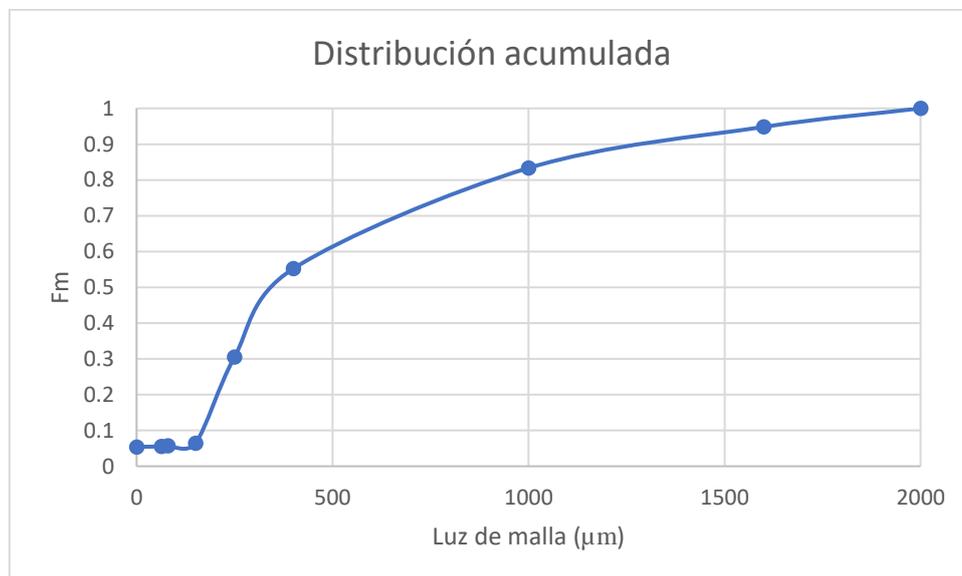


Fig. 36. Distribución acumulada de la dolomía original.

En el ANEXO II se muestra la tabla que recoge las condiciones de los 25 experimentos realizados y los resultados d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} obtenidos.

A continuación, se estudia la influencia del tiempo a una velocidad de giro de 400 rpm.

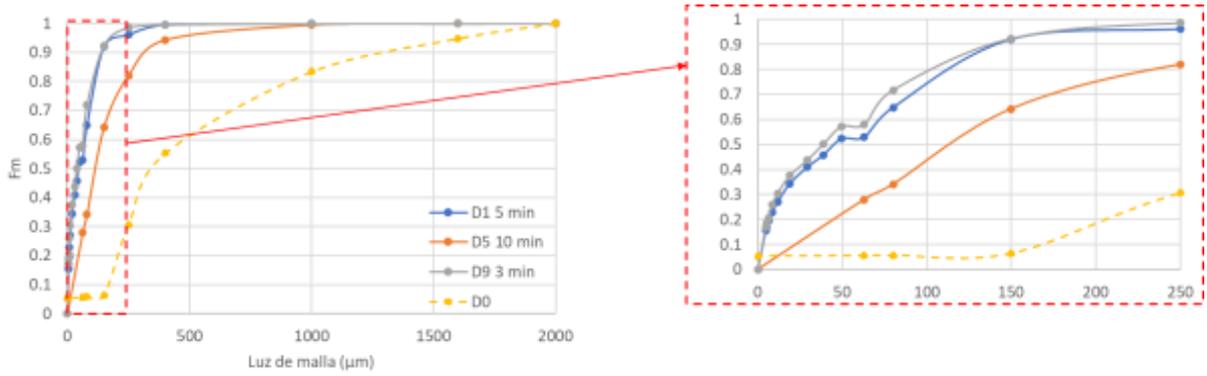


Fig. 37. Influencia del tiempo de molienda para 400 rpm.

Como se puede observar en la Fig. 37, a menor tiempo de molienda (3 minutos), se obtienen menores tamaños. Por ello, en el caso de la dolomía no se han llevado a cabo experimentos con tiempos largos de operación.

Se muestra en la Fig. 38 los d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} para los diferentes tiempos de molienda (3, 5 y 10 minutos), confirmando, que el menor tamaño de finos, medios y gruesos, así como del diámetro medio en masa, se produce cuando se trabaja a un tiempo de molienda de 3 minutos.

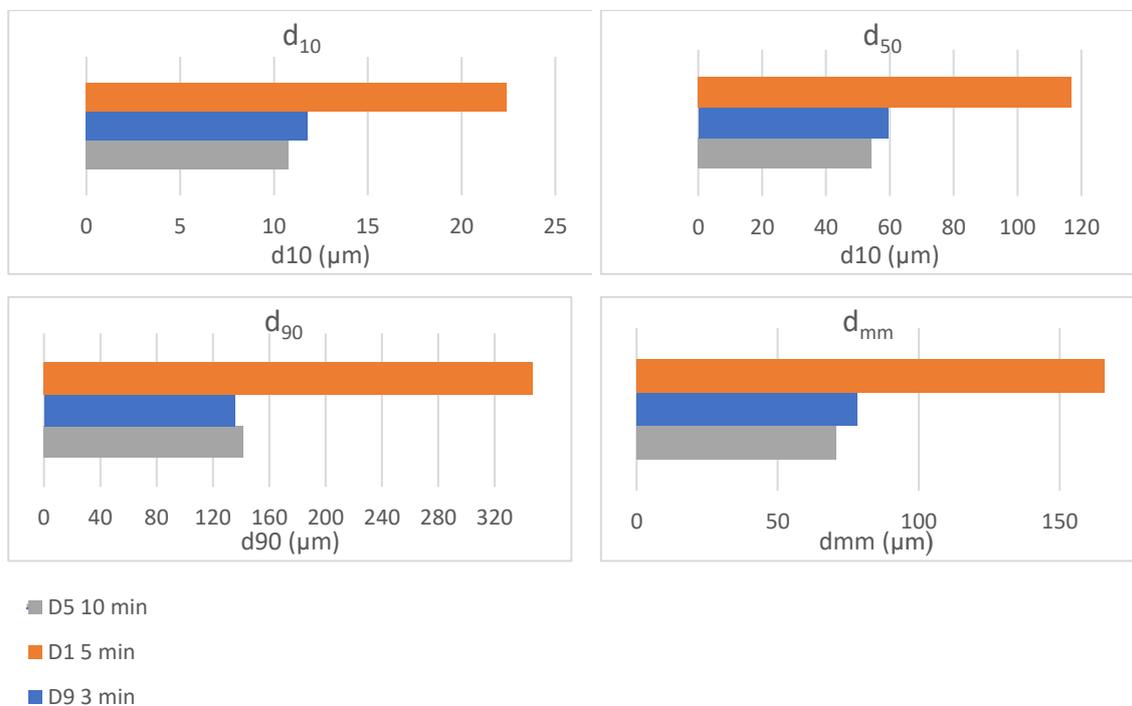


Fig. 38. Efecto del tiempo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

En la Fig. 39 se muestra la influencia de la velocidad de giro para un tiempo de 3 minutos. Se han hecho experimentos a 300, 400 y 450 rpm con la finalidad de escoger la más conveniente.

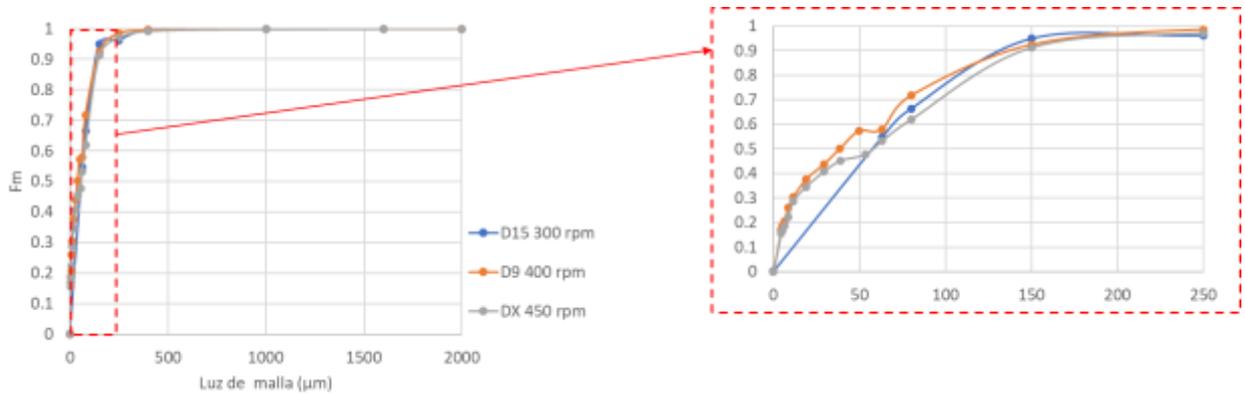


Fig. 39 Influencia de la velocidad para un tiempo de 3 minutos.

La Fig. 39 muestra que la velocidad de giro que nos da la distribución de tamaños más pequeños es 400 rpm. Por esta razón, se ha seguido utilizando dicha velocidad de giro en los restantes experimentos.

En cuanto al cambio de sentido de giro, se han establecido intervalos de 1 minuto, es decir, cada minuto que el molino ha estado en funcionamiento, se para y seguidamente vuelve a funcionar, pero en el sentido contrario, repitiendo este proceso durante todo el tiempo de molienda. En la Fig. 40 se presentan los resultados obtenidos.

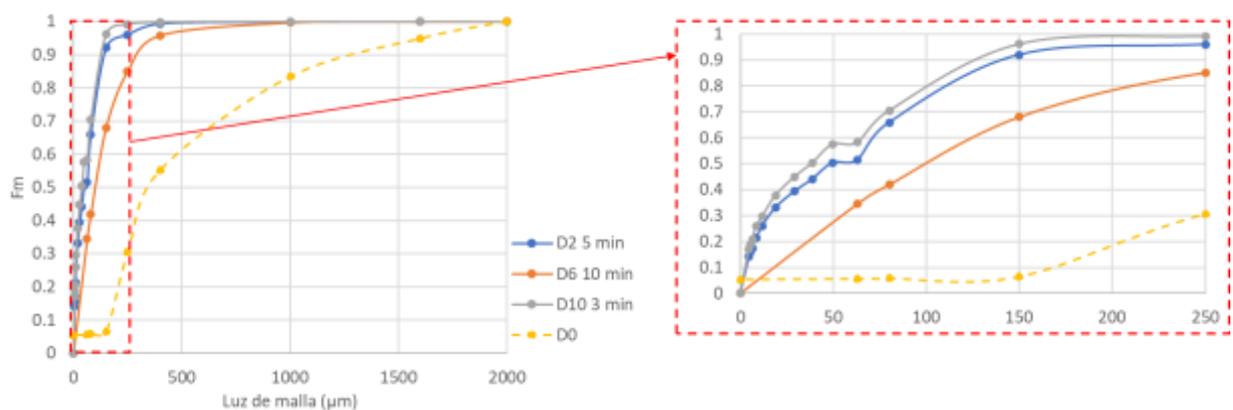


Fig. 40. Resultados con cambio de sentido de giro a 3, 5 y 10 minutos a 400 rpm.

Se confirma de nuevo que los mejores resultados se obtienen a tiempos de molienda de 3 minutos. En la Fig. 41 se comparan los resultados con y sin cambio de sentido de giro

a los distintos tiempos mediante la distribución acumulada de cernidos y en la Fig. 42 se comparan los valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

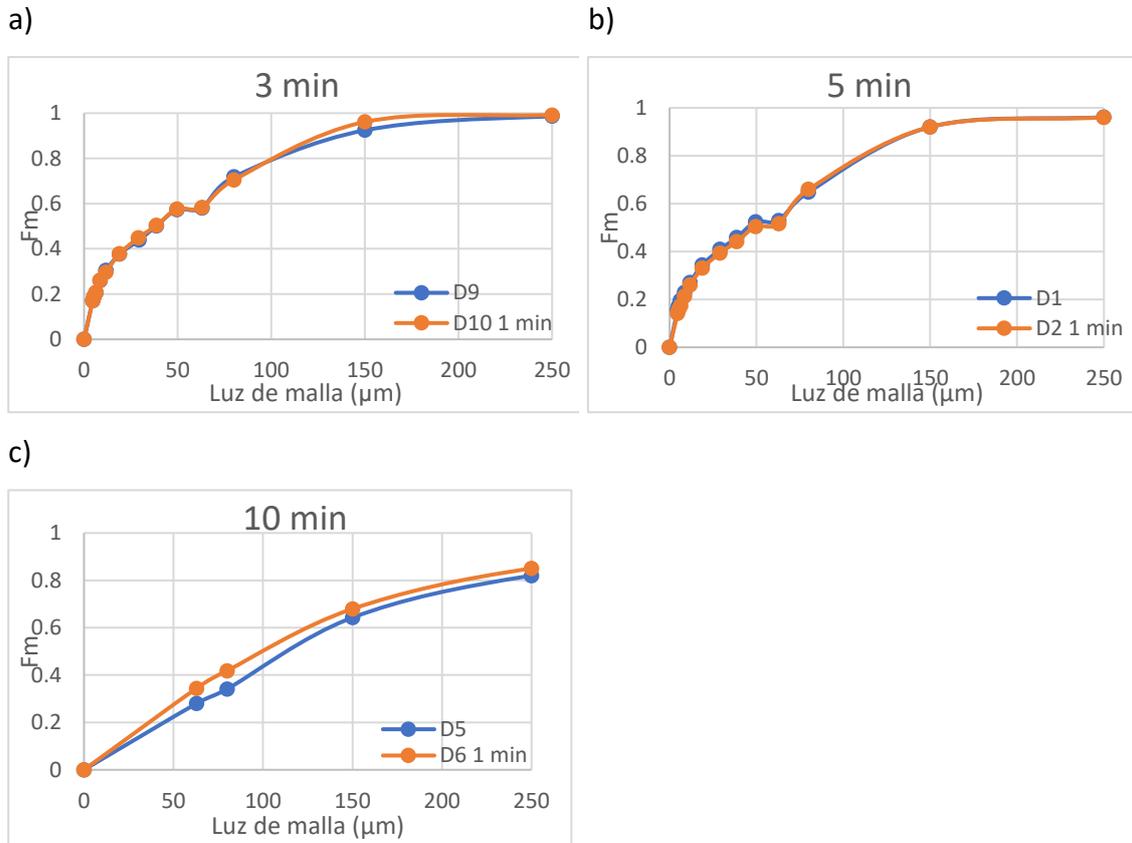


Fig. 41. Comparación a distintos tiempos a 400 rpm de la variable cambio de sentido.

Estudiando el caso para 3 y 5 minutos, la Fig. 41 muestra que apenas hay diferencia entre hacer un programa con cambio de sentido o no. Aunque si observamos la Fig. 42 se puede ver que cuando existe cambio de sentido se obtienen valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} ligeramente menores a los 3 minutos.

Por otro lado, dicha variable es muy útil cuando se experimenta a tiempo mayores, como el de 10 minutos, pudiéndose apreciar gran diferencia entre utilizar cambio de sentido de giro y no. Cambiar el sentido de giro es en definitiva como moler menos tiempo, por eso se produce mejora.

Con la finalidad de comprobar si las pequeñas diferencias observadas están dentro o no del error experimental se ha calculado éste para dichas muestras. En caso de 3 y 5 minutos estamos cerca del error experimental, con valores de 2.33% y 1.96% respectivamente, lo que lo significa que la variable no influye directamente sobre el

tamaño final de partícula del sólido. Sin embargo, para un tiempo de 10 minutos, las diferencias son del -5.5%, por lo que no se trata de un error experimental si no que influye el cambio de sentido para este tiempo de molienda. Se muestran los cálculos correspondientes en el ANEXO III, Tabla 24.

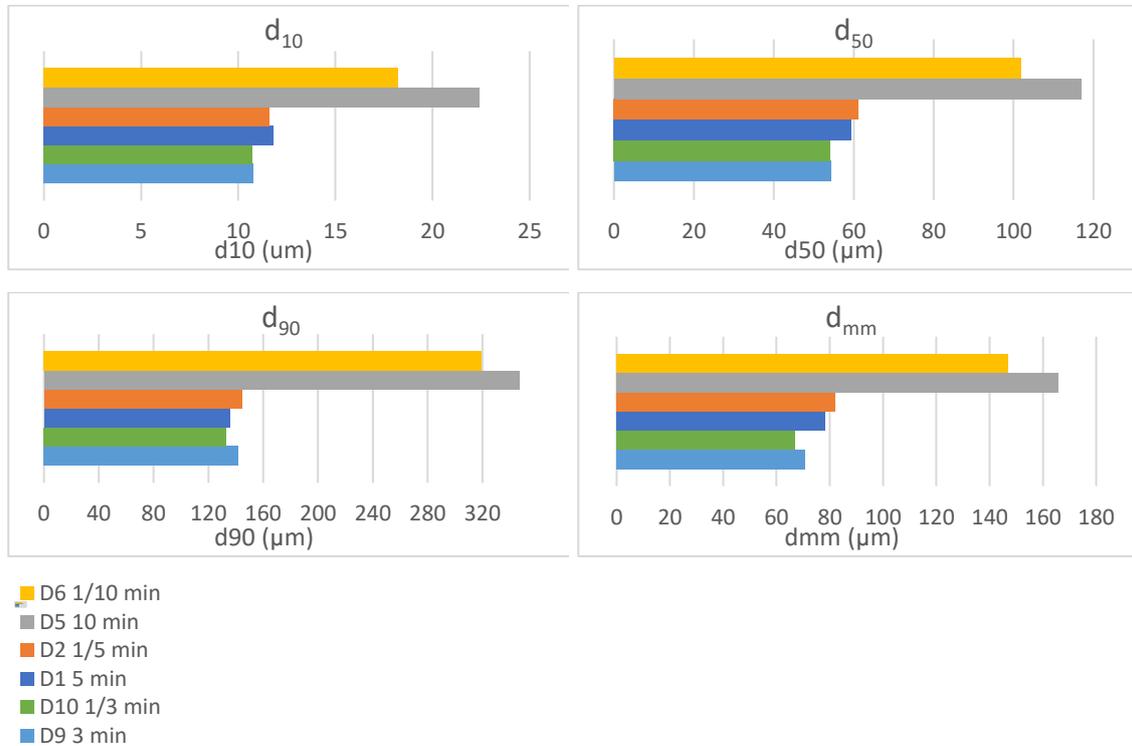


Fig. 42. Efecto del cambio de sentido en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Por lo tanto, la mayor reducción de tamaño de partícula se produce cuando se lleva a cabo la molienda durante 3 minutos sin mejora significativa si hay cambio de sentido de giro.

Finalmente se analiza el tiempo de pausa de 30 segundos con cambio de sentido de giro en la molienda, que se producen en intervalos de 1 minuto. En la Tabla 9 se muestran los tiempos de estos experimentos.

Tabla 9. Tiempos de pausa y de molienda real en la dolomía.

Tiempo total de molienda (min)	Tiempo de molienda (min)	Tiempo de pausa (min)
3	2	1
5	3.5	1.5
10	7	3

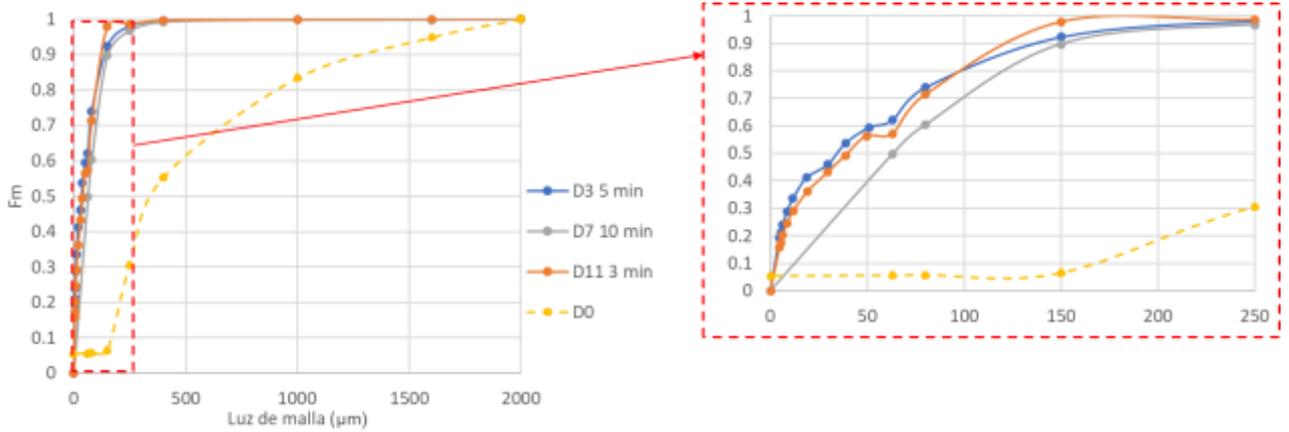


Fig. 43. Influencia del tiempo de pausa para distintos tiempos a 400 rpm.

Los resultados con menor tamaño de partícula son nuevamente para el tiempo de 3 minutos, muy similares a los obtenidos con 5 minutos. Para comprobar la eficacia de esta variable se muestra en la Fig. 44 la comparación entre el tiempo de pausa con cambio del sentido de giro y sin variables para 3, 5 y 10 minutos de molienda total.

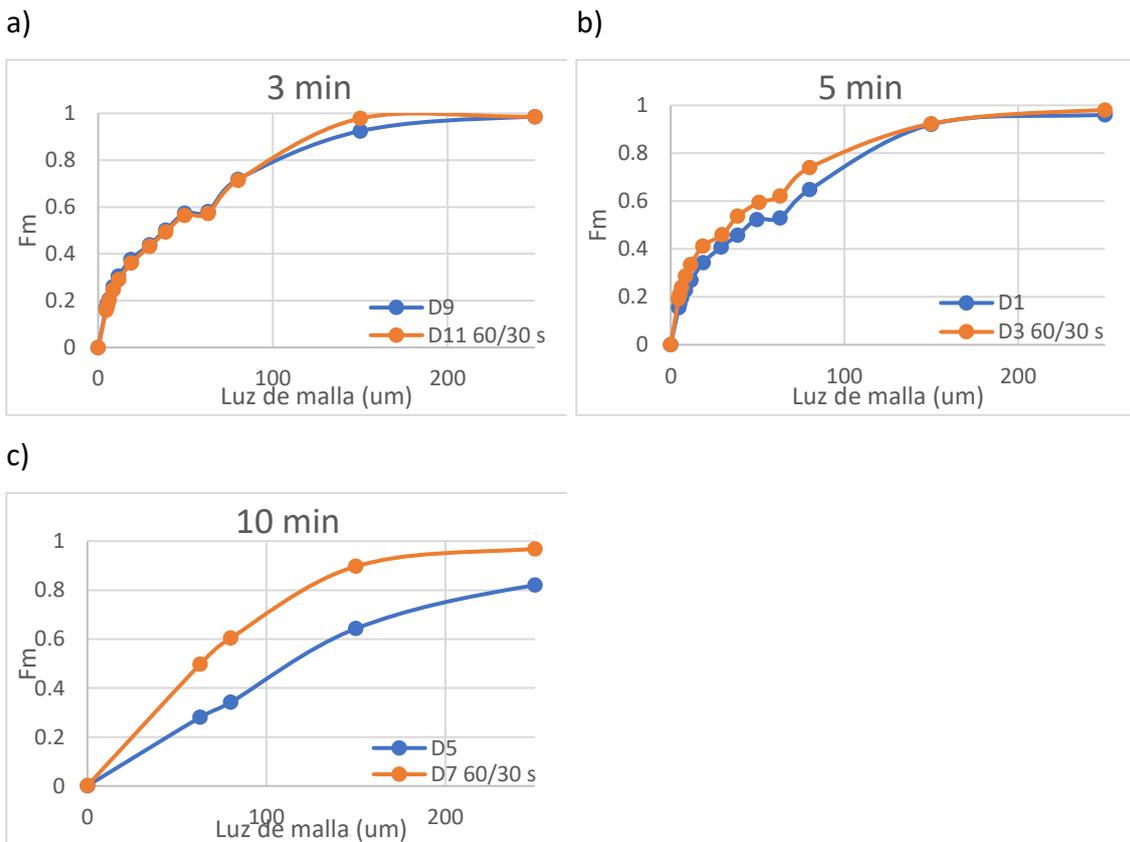


Fig. 44. Comparación a distintos tiempos a 400 rpm de la variable tiempo de pausa.

Como se puede observar, para un tiempo de 3 minutos, no parece conseguirse menores tamaños de partícula. Sin embargo, para tiempos mayores, 5 y 10 minutos, al añadir el

tiempo de pausa con cambio de sentido de giro si se obtienen mejores resultados que sin variables, sobre todo a 10 minutos.

Con la finalidad de cuantificar los resultados, se han graficado los valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} en la Fig. 45. Puede observarse que el tiempo de pausa en todos los tiempos de molienda conduce a menores tamaños de partícula (d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}), y que la reducción es mayor al aumentar el tiempo de molienda. Pero el menor tamaño se consigue con 3 minutos de operación total de molienda ($67.4 \mu\text{m}$) y comparando en la *Tabla 17* el d_{mm} , no se mejora con el tiempo de pausa el valor obtenido cambiando únicamente el sentido de giro ($67.1 \mu\text{m}$)

Es para el tiempo de 3 minutos el único valor que se encuentra cerca del error experimental (1.93%), lo que significa que el tiempo de pausa a tiempos cortos de molienda no influye significativamente, debido a que se reduce considerablemente el tiempo real de molienda (2 minutos). Sin embargo, se considera que el tiempo de pausa influye cuando se trabaja a 5 o 10 minutos, porque las diferencias obtenidas en estos casos son de 6.15 y 32.12% respectivamente.

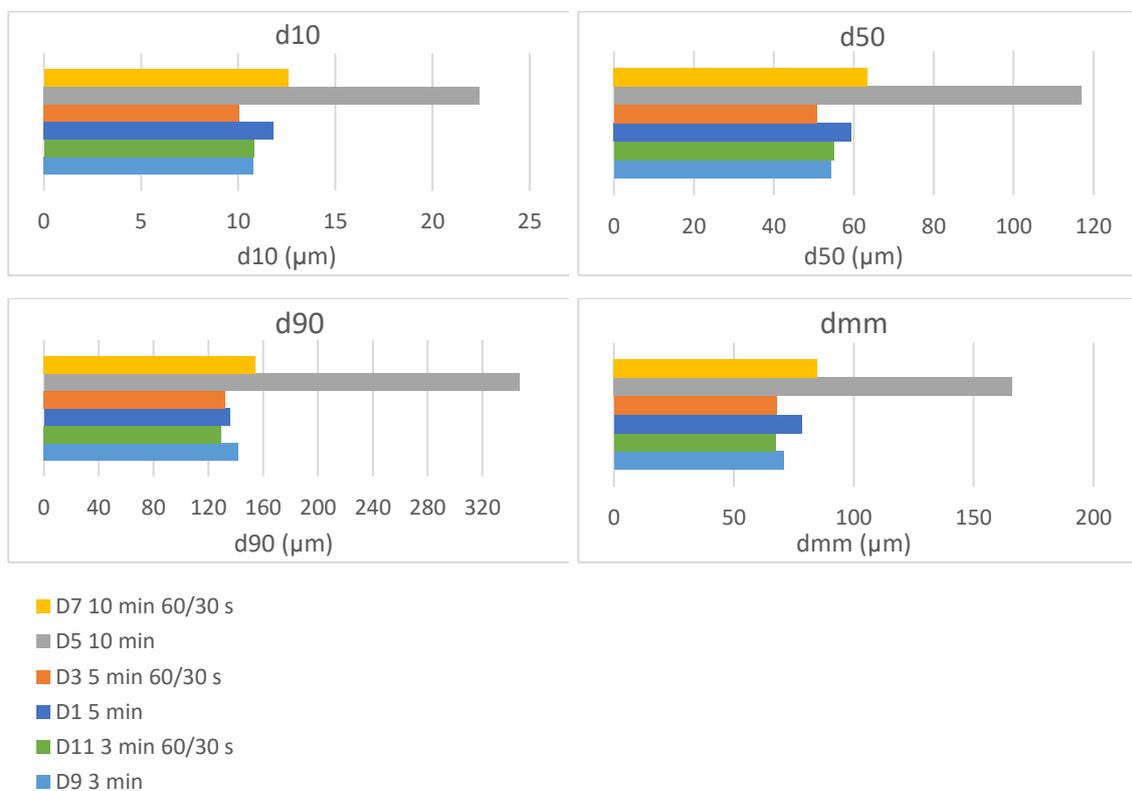


Fig. 45. Efecto del tiempo de pausa en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} .

Para el caso de la dolomía, también se ha estudiado cómo influye el tiempo de pausa cuando el tiempo real (no total) de molienda es de 3, 5 y 10 minutos. La Tabla 10 muestra los nuevos tiempos utilizados.

Tabla 10. Tiempos de pausa y de molienda en la dolomía.

Tiempo total de molienda (min)	Tiempo de molienda (min)	Tiempo de pausa (min)
4	3	1
7	5	2
14.5	10	4.5

La comparación entre utilizar el tiempo de molienda total y el tiempo de molienda real sumando el tiempo de pausa se realiza en la Fig. 46.

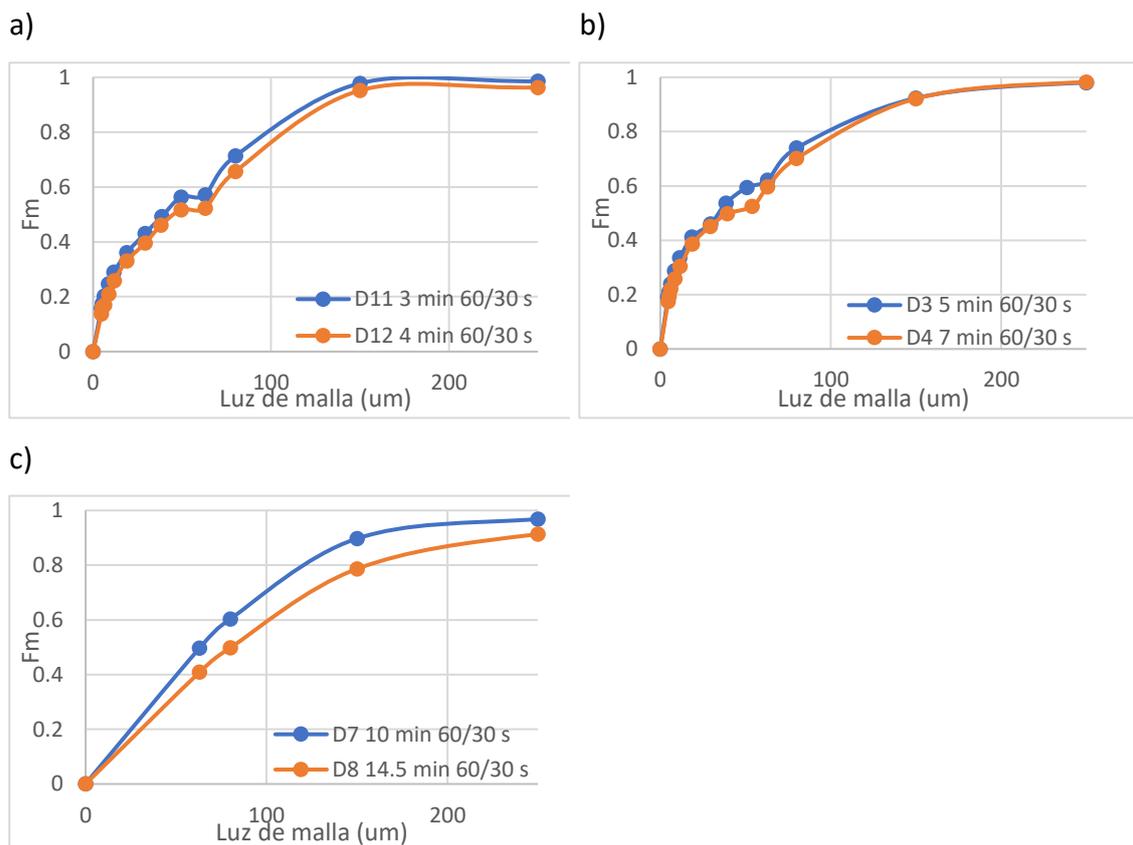


Fig. 46. Comparación de la variable tiempo de pausa modificando el tiempo total de molienda a 400 rpm.

Se puede ver que, para todos los tiempos de molienda, 3, 5 y 10 minutos, la opción en la que se obtienen menores tamaños de partícula es utilizando el tiempo total de

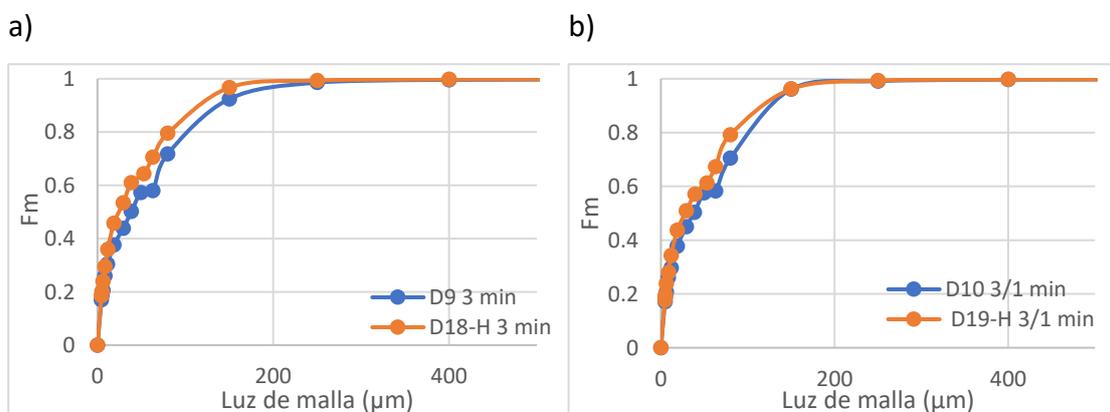
molienda (tiempo real más tiempo de pausa) de 3, 5 y 10 minutos. De la misma forma, se observa que, para tiempos pequeños de molienda, la diferencia entre ambos experimentos es insignificante. Sin embargo, para tiempos reales de molienda de 5 y 10 minutos, la mejor opción, menores tamaños, se produce cuando no se le añade el tiempo de pausa adicional al tiempo de molienda. Esto ocurrirá debido a que, en el caso de la dolomía, lo mejor es utilizar tiempos cortos de operación y al añadir el tiempo de pausa de forma adicional se está alargando el tiempo real de molienda, el tiempo en que la muestra está sometida al calor de molienda, que lo aglomera.

4.3.2. Experimentación en húmedo.

En cuanto a la evaluación de los resultados experimentales de las muestras de dolomía para los ensayos en húmedo, se han llevado a cabo 8 experimentos, utilizando las condiciones que proporcionaban los mejores resultados en la experimentación en seco.

En este caso, una vez preparada la muestra para introducirla en el molino, se determinó que eran 4 ml de agua los que conseguían humedecer la muestra. A continuación, se muestran las conclusiones obtenidas para los ensayos en húmedo.

En la Fig. 47 se comparan los resultados en seco y en húmedo para 3 minutos a 400 rpm. La figura a) muestra los resultados obtenidos cuando no interviene ninguna otra variable, la figura b) introduce el cambio de sentido de giro, la figura c) añade el tiempo de pausa y cambio de sentido de giro, y la figura d) muestra el tiempo de pausa adicional a los 3 minutos reales de molienda, siendo el tiempo total de molienda 4 minutos.



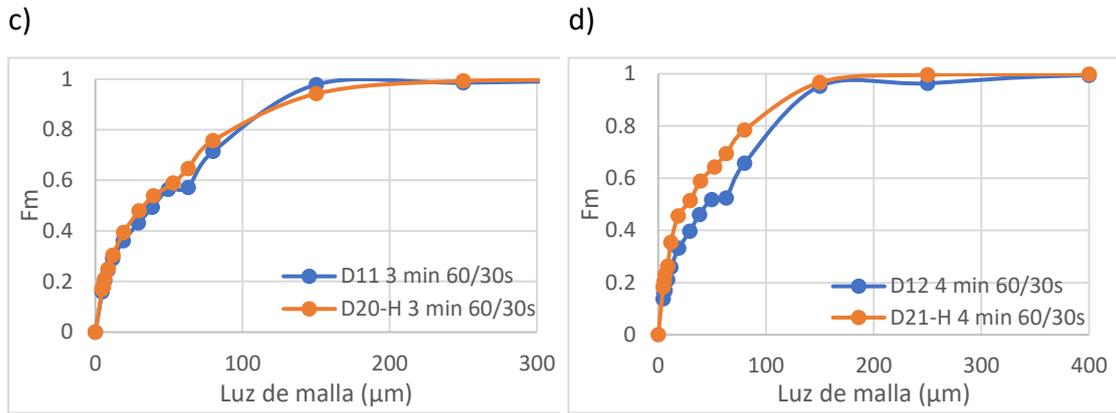


Fig. 47. Comparación de muestras en seco y en húmedo para 3 minutos a 400 rpm (D).

Como se puede observar, en todos los casos, se obtiene menor tamaño de partícula en los experimentos en húmedo. Para poder comprobar la eficacia del tiempo se muestra en la siguiente figura una comparación únicamente de las muestras en húmedo, dónde se pueden ver los d_{10} , d_{50} y d_{90} de las mismas.

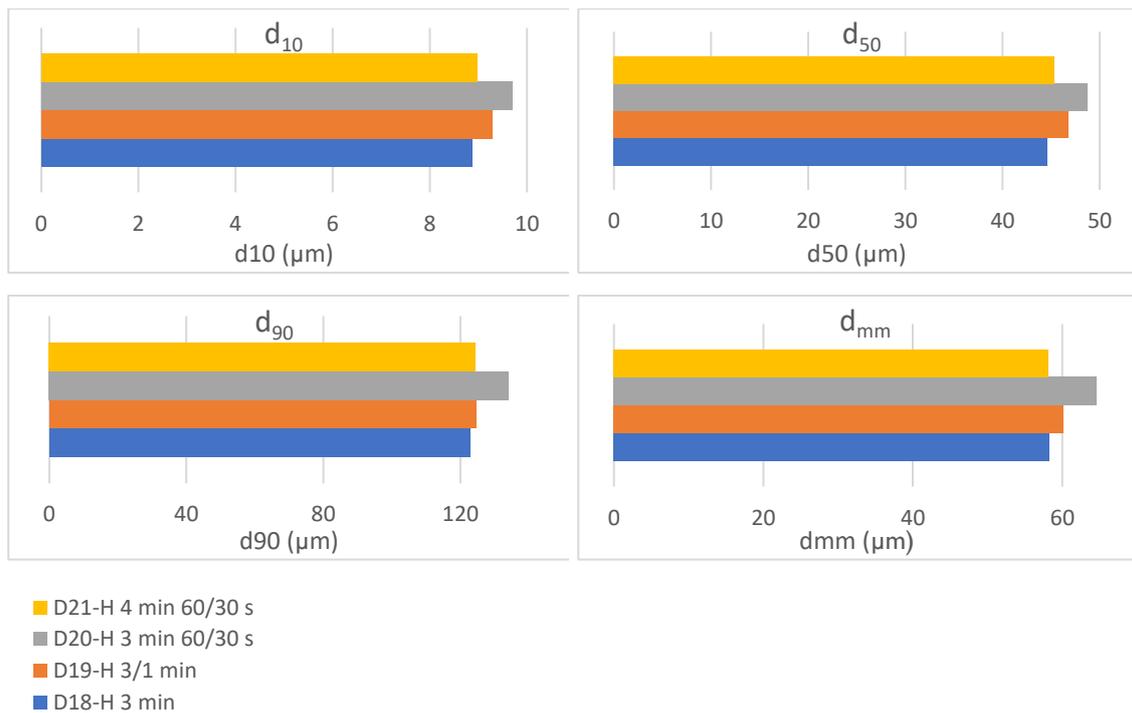


Fig. 48. Efecto de la experimentación en húmedo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} a 400rpm.

Puede verse que, la mejor opción (en la que menores tamaños de partícula se obtienen) corresponde a un tiempo de 3 minutos de molienda sin variables adicionales.

Por otro lado, también se ha estudiado la influencia de las variables en húmedo para un tiempo de 5 minutos.

En la Fig. 49 se muestran los resultados experimentales. En la figura a) se comparan sin variables adicionales, en la figura b) cuando se le añade cambio de sentido de giro, en la figura c) tiempo de pausa y cambio de sentido de giro y en el figura d) tiempo de pausa adicional y cambio de sentido de giro cuando el tiempo real de molienda es de 5 minutos.

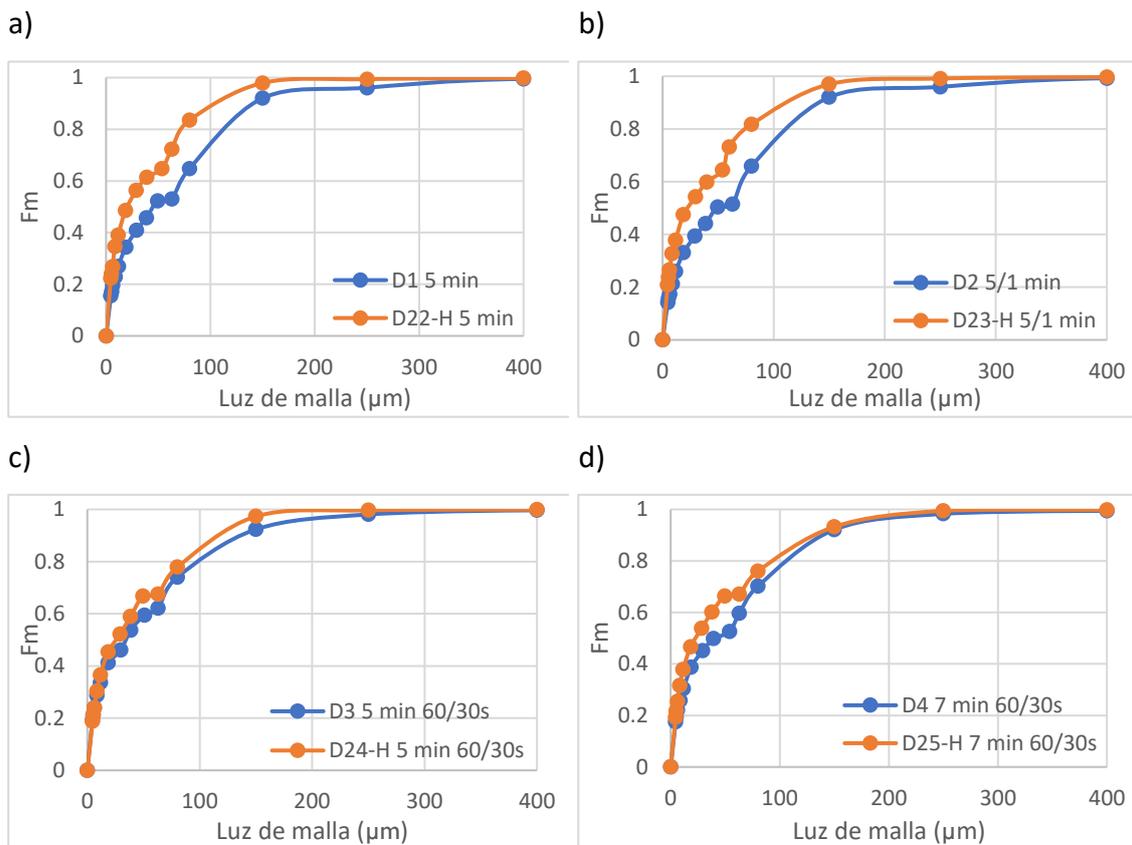


Fig. 49. Comparación de muestras en seco y en húmedo para 5 minutos a 400 rpm.

Queda constancia de que la influencia de la humedad es significativa en cuanto a los resultados obtenidos. Siendo para todos los casos mejor opción la molienda en húmedo.

La siguiente figura muestra una comparación entre las muestras con tiempos de operación de 3 y 5 minutos de los experimentos en húmedo (valores de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm}).

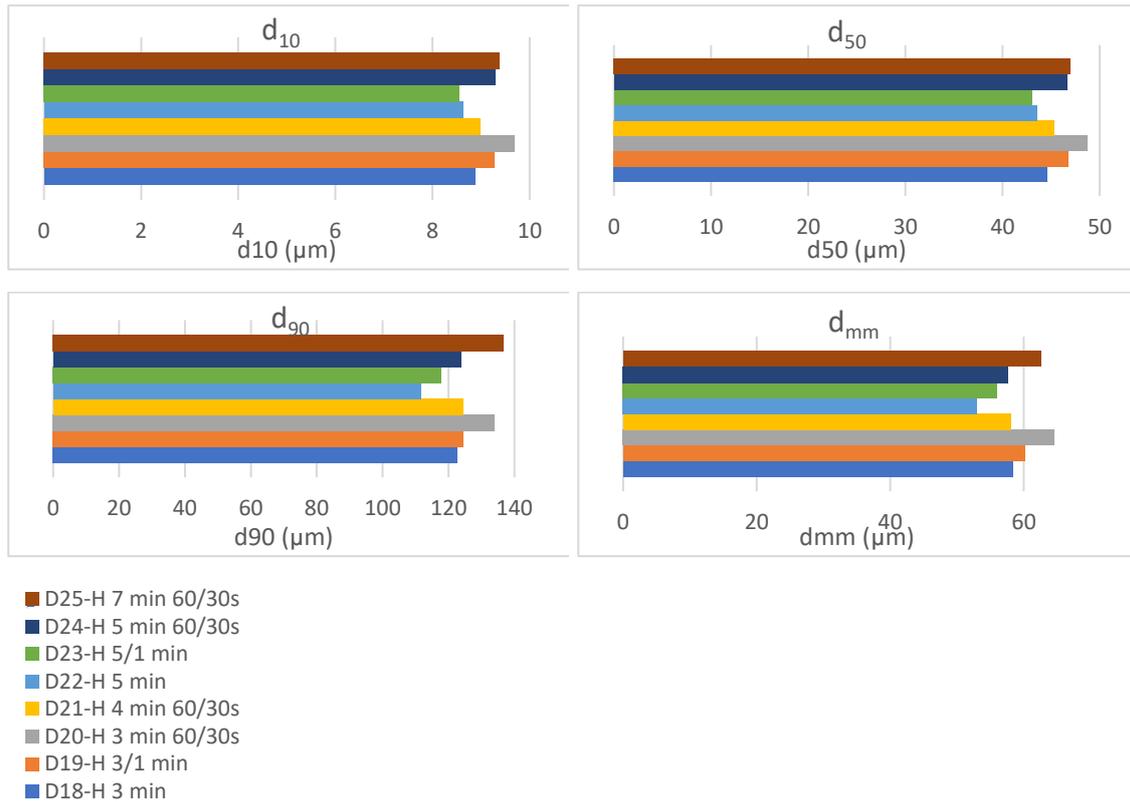


Fig. 50. Efecto de la experimentación en húmedo en valores d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} a 400 rpm.

Como se puede observar, los valores de d_{10} y d_{50} son similares cuando se trabaja a 5 minutos con cambio de sentido a cada minuto para los experimentos en húmedo. Sin embargo, el 90% de la muestra tiene un tamaño menor cuando se trabaja a 5 minutos en húmedo sin variables adicionales.

Así pues, para el caso de la molienda en húmedo, el tiempo idóneo se encuentra a los 5 minutos de operación, siendo éste el que consigue los menores tamaños comparado con la molienda en húmedo o seco durante 3 minutos.

Resumiendo, la molienda en húmedo permite pasar de un d_{mm} de 67.1 μm que se obtiene moliendo en seco durante 3 minutos con cambio de sentido de giro, a un valor de 53 μm moliendo en húmedo 5 minutos.

Parece que, en estos rangos de tamaño tan pequeños, al moler en seco el calor generado aglomera el material, y los mejores resultados se consiguen con el menor tiempo de molienda y cambiando el sentido de giro, lo cual es casi como disminuir el tiempo total de molienda. Mientras que, en húmedo, el calor se disiparía mejor, y un pequeño

aumento en el tiempo de molienda (de 3 a 5 minutos) disminuye el diámetro medio (de 58.3 μm a 53 μm)

4.4. *Requerimiento energético.*

Se aplicó la ley de Bond descrita en el apartado 3.4 para los tres tipos de materiales empleados. La relación entre el tamaño de partícula del producto y la energía requerida se puede observar en la Fig. 51.

El uso de este tipo de modelado con los resultados obtenidos permite el cálculo del requerimiento energético efectivo para alcanzar tamaños de partícula, sin realizar los ensayos experimentales.

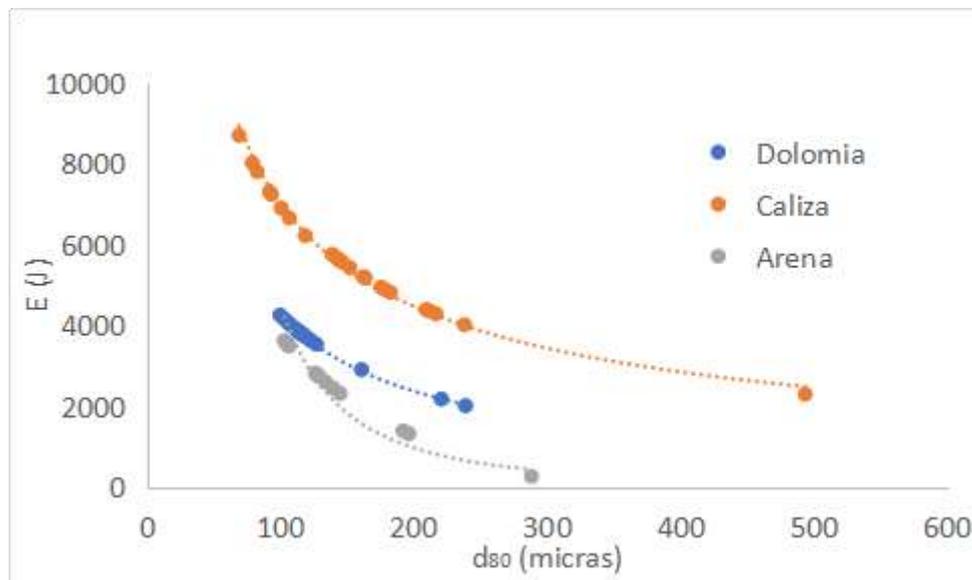


Fig. 51. *Requerimiento energético de caliza, arena y dolomía.*

Anteriormente se había concluido que el porcentaje de reducción de tamaño es mayor para los materiales con mayor d_{mm} inicial, siguiendo el orden de caliza, dolomía y arena respectivamente. Como dicha reducción es mayor para la caliza, este material es el que necesitará un mayor uso de energía. Además, se constata que la relación de energía requerida versus tamaño deseado no es lineal, confirmando la máxima de la operación de molienda de que cuanto más pequeñas sean las partículas son más difíciles de romper que partículas de mayor tamaño y que, por tanto, cuanto menor sea el tamaño de partícula deseado, mayor será el requerimiento de energía.

Esto se cumple para el rango de tamaños con el que se ha trabajado en el presente proyecto. Sin embargo, si los datos anteriores se extrapolan a un rango de tamaños más pequeños, Fig. 52, se observa que el material con mayor requerimiento energético es la arena. Esto se debe a que, los materiales más duros (mayor índice de trabajo) son más difíciles de romper y, por tanto, se requiere mayor energía para su molienda.

Cabe mencionar, que la relación entre consumo energético y tamaño de partícula es un compendio de las tres leyes de molienda: Kick, Rittinger y Bond. Fue Hukki (1962) el que determinó que cada una de ellas es aplicable dentro de un rango de tamaños (Crespo, 2017). La validez del índice de Bond se adapta hasta las 100 micras, tamaño a partir del cual Hukki afirma que es más fiable la teoría de Rittinger. Sin embargo, no existen datos en la bibliografía sobre la constante de Rittinger para este tipo de materiales, motivo por el cual la mayor parte de referencias bibliográficas emplean la ley de Bond. Por estas razones, la predicción del consumo energético basada en la ley de Bond se ha empleado en el presente proyecto.

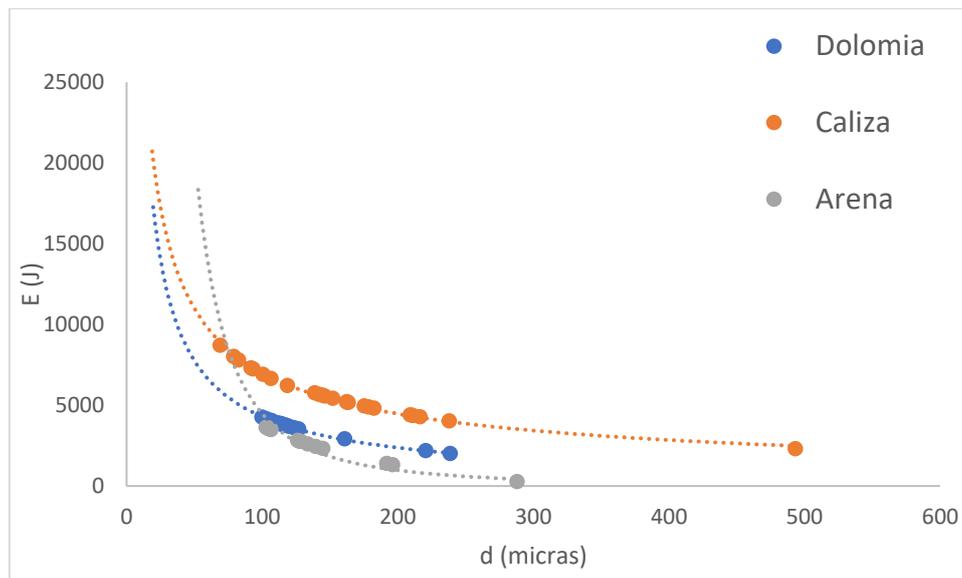


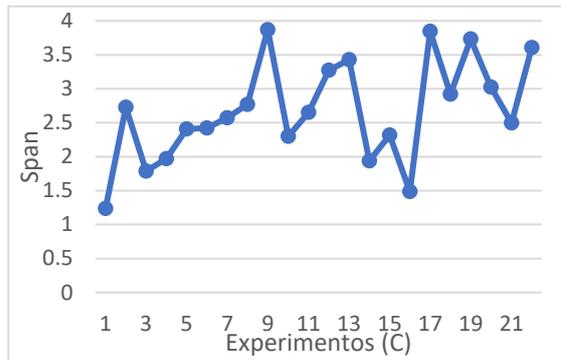
Fig. 52. Datos extrapolados de requerimiento energético de caliza, arena y dolomía.

4.5. Comparación de parámetros de dispersión y tamaño de partícula

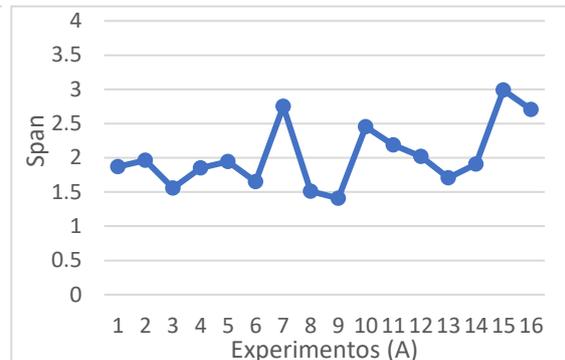
4.5.1. Span o amplitud relativa de la distribución.

En la Fig. 53 se muestran los valores de span determinados en los distintos experimentos realizados con cada uno de los materiales ensayados.

a) CALIZA



b) ARENA



c) DOLOMÍA

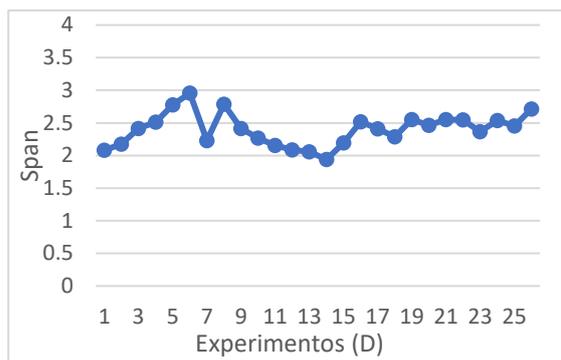


Fig. 53. Spans de los experimentos.

Se observa que en todos los casos el span es mayor que 1, lo que significa que todas las muestras son heterogéneas. Aunque presentan distintos grados de heterogeneidad. La caliza es la que mayor span presenta, considerándose como el material en el que se obtiene mayor rango de tamaños de partículas. En la arena los valores oscilan entre 1,4 y 2,96 y la dolomía presenta menores oscilaciones (entre 1,94 y 2,96). En la Tabla 11 se pueden ver los valores máximos y mínimos de spam de cada material.

Tabla 11. Span mínimo y máximo de los materiales.

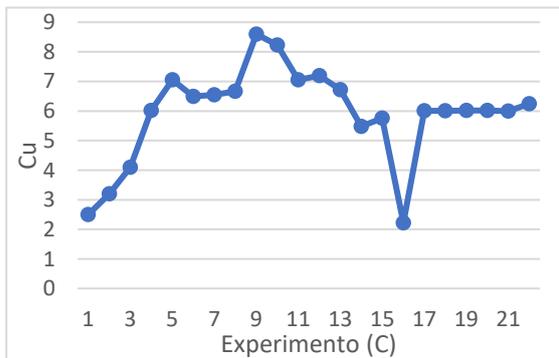
MATERIAL	SPAN MÍNIMO	SPAN MÁXIMO
CALIZA	1.24	3.87
ARENA	1.4	2.99
DOLOMÍA	1.94	2.96

Cabe destacar que los rangos de valores entre los que están comprendidos los spans de los diferentes sólidos varían muy poco, lo que quiere decir que las condiciones de operación no afectan de forma exagerada a la uniformidad de la muestra, por lo que las muestras son bastante similares entre sí.

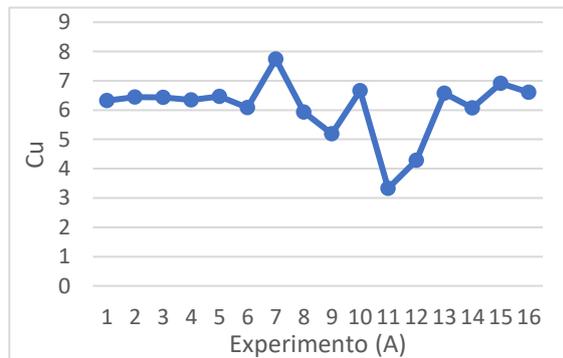
4.5.2. Coeficiente de uniformidad.

Por otro lado, se encuentra el coeficiente de uniformidad (Cu), que relaciona las partículas de tamaño medio con las de tamaño pequeño, como se muestra en la Fig. 54.

a) CALIZA



b) ARENA



c) DOLOMÍA

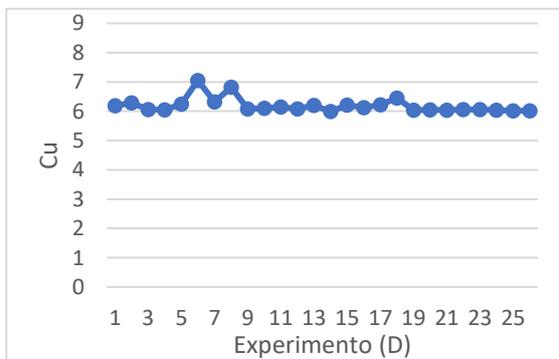


Fig. 54. Coeficiente de uniformidad de los experimentos.

Cuando el coeficiente de uniformidad toma valores inferiores a 4 se considera que la muestra presenta un tamaño de partícula uniforme, es decir, que es homogénea.

En las Fig. 54 a) se observa que el coeficiente de uniformidad toma valores muy diferentes entre las muestras en seco. Sin embargo, se observa que para las muestras en húmedo dicho coeficiente es muy similar, aunque sean experimentos heterogéneos, con un valor medio de 6.04. Por otro lado, en la Fig. 54 b) la mayor parte de las muestras también son heterogéneas, pero se puede ver que los experimentos realizados a tiempos bajos son uniformes entre sí. Finalmente, en la Fig. 54 c) todas las muestras presentan prácticamente la misma relación de uniformidad, lo que significa que la relación entre las partículas de tamaño medio y pequeño de los diferentes experimentos son similares, poseyendo un valor en torno al 6.

En el caso de la caliza, cuando se trabaja con tiempos de operación de 5 minutos con o sin cambio de sentido de giro o a 30 minutos con tiempo de pausa y cambio de sentido ocurre que las muestras son homogéneas ($C_u < 4$). También, en el caso de arena, cuando se trabaja a 30 minutos con cambio de sentido de giro.

A continuación, se muestra la distribución diferencial de la caliza original y de las muestras con mayor y menor reducción de tamaño de partícula, Fig. 55.

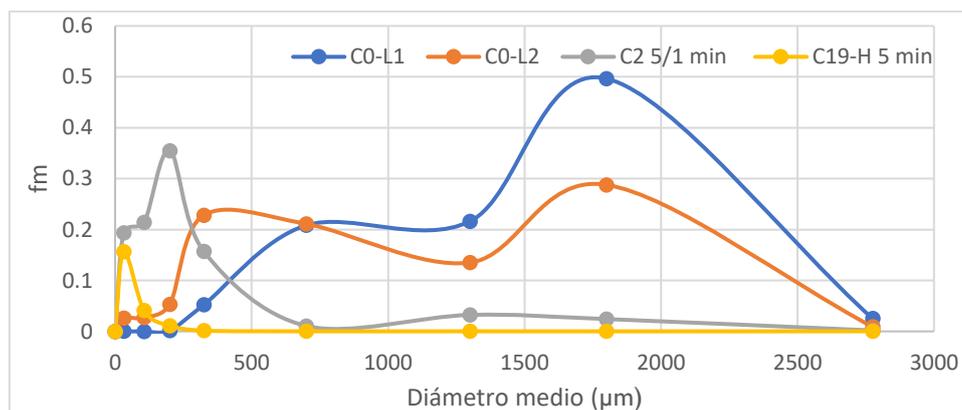


Fig. 55. Distribución diferencial de caliza para la muestra inicial y con mayor y menor reducción de tamaño de partícula.

Como se ha comentado anteriormente, la muestra en seco pertenece al lote 1 y el experimento en húmedo al lote 2. Por lo tanto, ocurre que cuando se produce la menor

reducción del tamaño de partícula, el coeficiente de uniformidad es inferior a 4, por lo que la muestra es homogénea.

En base a lo anterior, se muestra en la Fig. 56 la distribución diferencial de la arena para la muestra original (A0), la de mayor reducción de tamaño (A1) y la de menor (A11).

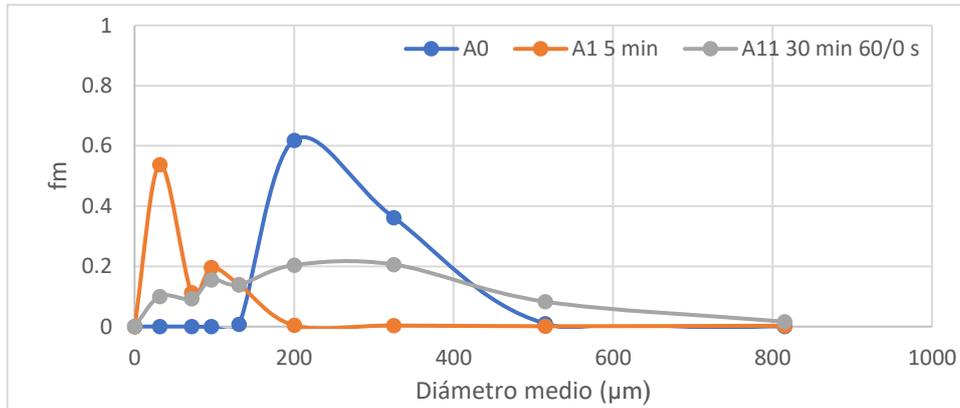


Fig. 56 Distribución diferencial de arena para la muestra inicial y con mayor y menor reducción de tamaño de partícula.

Es en el caso de la arena a 30 minutos con cambio de sentido de giro cuando se produce la menor reducción de tamaño (A11), es de nuevo la única muestra homogénea. Cabe destacar, que el lote de arena inicial presenta un coeficiente de uniformidad de 0.39, lo que quiere decir que la muestra inicialmente era homogénea.

Se muestra en la Fig. 57 la distribución diferencial de la dolomía para la muestra inicial (D0), la de mayor reducción de tamaño (D22-H) y la de menor (D5).

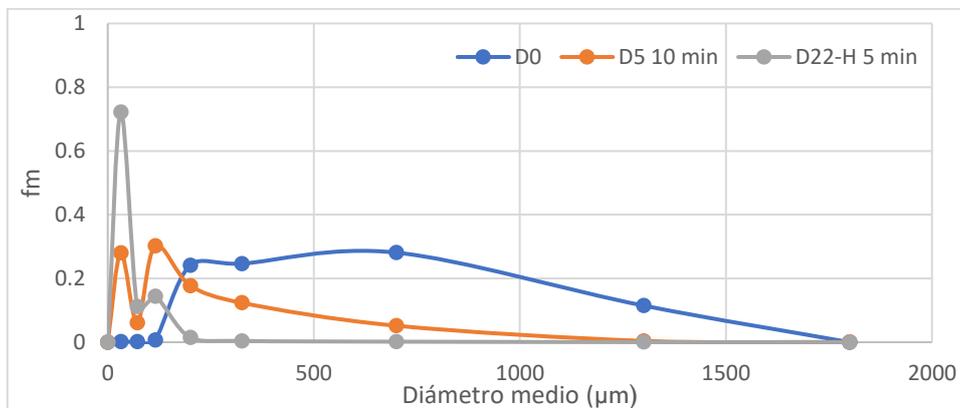


Fig. 57. Distribución diferencial de dolomía para la muestra inicial y con mayor y menor reducción de tamaño de partícula.

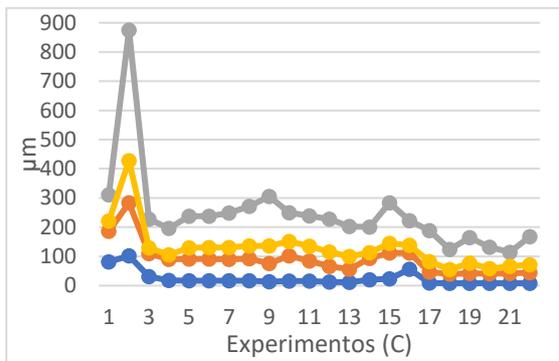
La dolomía presenta la menor reducción de tamaño cuando se opera a 10 minutos sin variables (D5), siendo una muestra heterogénea debido a que posee un coeficiente de uniformidad de 6.25. A su vez, la muestra con mayor reducción de tamaño (D22-H) se consigue operando en húmedo a 5 minutos sin variables, también heterogénea, con un valor de 6.06.

4.5.3. *Parámetros representativos del tamaño de partícula global.*

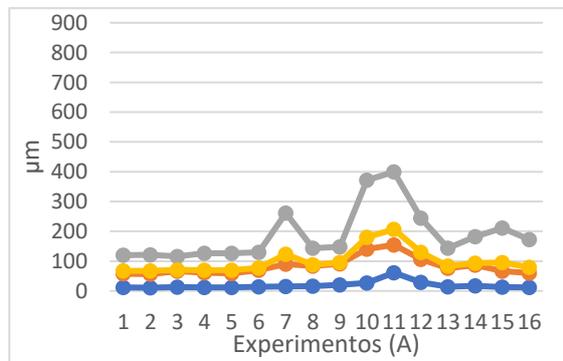
En la Fig. 58 se muestran las comparaciones de los d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} de todos los experimentos de los tres materiales utilizados a lo largo de este proyecto, todos ellos a la misma escala para poder observar con claridad sus diferencias y similitudes.

Como se puede observar, los valores más altos se obtienen para la caliza, que también es el material que mayor tamaño de partícula inicial tiene. Y los valores más pequeños los ofrece la arena, cuyo tamaño inicial es el menor de los tres. La dolomía posee valores intermedios en comparación a los otros materiales, consiguiendo reducir el tamaño de partícula inicial significativamente.

a) CALIZA



b) ARENA



c) DOLOMÍA

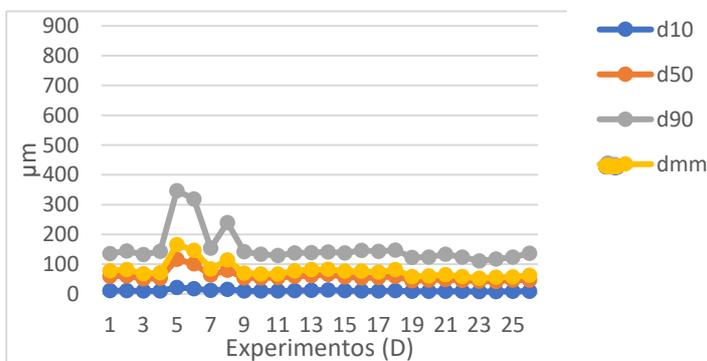


Fig. 58. Comparación de d_{10} , d_{50} , d_{90} y d_{mm} en los experimentos de C, A y D.

En la Tabla 12 se muestran los valores iniciales y finales del diámetro medio en masa (d_{mm}) cuando se trabaja con las mejores condiciones de operación en cada uno de ellos.

Tabla 12. Valores de d_{mm} inicial y final de las mejores condiciones de operación de cada material.

	CALIZA	ARENA	DOLOMÍA
d_{mm} inicial (μm)	1502.7	248.2	568.7
d_{mm} final (μm)	55.2	67.1	53
% Reducción	96.32	72.96	90.68

Como es de esperar, cuanto mayor es el d_{mm} de partícula inicial del sólido, mayor porcentaje de reducción se obtiene, como es el caso de la caliza y a menor tamaño, menor reducción (caso de la arena).

En la Tabla 13 se muestran las configuraciones de los programas óptimos, teniendo en cuenta las variables estudiadas en el proyecto.

Tabla 13. Programas óptimos de cada material.

VARIABLES	CALIZA-H	ARENA	DOLOMÍA-H
TIEMPO DE MOLIENDA (min)	5	5	5
VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	300	400	400
CAMBIO DE SENTIDO DE GIRO	No	No	No
TIEMPO DE PAUSA (s)	No	No	No

Se concluye que para cada material es necesario hacer un estudio totalmente personalizado, ya que sus propiedades son diferentes y la influencia de las variables no siempre es la misma. Aunque es en el caso de la caliza y la dolomía, con similar dureza, dónde el programa óptimo se consigue trabajando en húmedo con las mismas variables de operación.

5. CONCLUSIONES

A lo largo de este proyecto se ha explicado la importancia de las variables de operación y cómo influyen de forma directa en la molienda de cada uno de los materiales, evaluada a través de los parámetros d_{10} , d_{50} , d_{90} y fundamentalmente el diámetro medio en

masa. Tras evaluar los resultados de todas las pruebas experimentales se concluye lo siguiente:

- Las condiciones de humedad influyen sobre los resultados de molienda dependiendo de los materiales de partida. En el caso de la caliza y la dolomía se consigue un tamaño de partícula inferior cuando se opera en húmedo. Sin embargo, en el caso de la arena empeora los resultados, siendo la mejor opción trabajar en ambiente seco, probablemente debido al menor tamaño de partícula inicial.
- Para materiales con similar dureza, como caliza y dolomía, se encuentra que si se parte de mayor tamaño de partícula (caliza), el porcentaje de reducción que se obtiene es mayor, obteniéndose tamaños medios finales similares. Cuesta más reducir el tamaño de los sólidos inicialmente más pequeños. Es lo que se aprecia en la arena.
- El tiempo de molienda es la variable que presenta mayor influencia. Si bien en la caliza, cuyo tamaño inicial es el mayor, un mayor tiempo de molienda en seco consigue tamaños menores, al ser un material blando la mayor reducción se produce a tiempos cortos de molienda. Y tanto en la dolomía como en la arena, los menores tamaños se consiguen a tiempos bajos (5 y 3 minutos), produciendo en este caso el aumento de tiempo de molienda apelmazamiento.
- La influencia del cambio de sentido de giro y tiempo de pausa depende de que la operación sea en seco o húmedo, del tiempo de molienda y del material utilizado. Pero en las condiciones óptimas para estos materiales, ni el cambio en el sentido de giro ni el tiempo de pausa producen disminución en el tamaño de partícula, si bien para la operación en seco con caliza se consiguen reducciones similares a la obtenida a tiempos de molienda de 30 minutos.
- En el caso de la dolomía, una mayor velocidad de giro no consigue mayores reducciones de tamaño, encontrándose un óptimo a 400 rpm (entre 350 y 450).
- El requerimiento energético confirma que a medida que se va reduciendo el tamaño de partícula dentro del molino, la energía utilizada para seguir rompiendo las partículas crece. Por lo que cuanto menor es el tamaño de partícula deseado, mayor es la energía requerida.

- Todas las muestras molidas son heterogéneas y aunque los materiales presentan distintos grados de heterogeneidad, la caliza, que es un material no cohesivo, es el de mayor tamaño de partícula inicial y el que a su vez consigue una mayor reducción de tamaño.

6. BIBLIOGRAFÍA

AENOR, 2019. UNE-EN ISO 17892-4:2019 Investigación y ensayos geotécnicos. Ensayos de laboratorio de suelos. Parte 4: determinación de la distribución granulométrica.

Une, pp. 1-31.

ALONZO SALOMÓN, L. y ESPINOSA GRAHAM, L, 2003. Estudio de las propiedades de la roca calizade Yucatán. Ingeniería [en línea]. Vol 7(1), 27-36 ISSN: 1665-529X. Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=46770103>

ALPUJARRIDE, D.E.L.T., 1977. Cuadernas Geología Ibérica Madrid 1977. , vol. 4, no. 1967, pp. 295-306.

BELTRÁN, L., 2011. Ingeniería Industrial Caracterización del producto obtenido en el pretratamiento de molienda de biomasa con molino de martillos bajo diferentes condiciones de operación. , pp. 1-34.

CRESPO, N., 2017. Análisis comparativo de la teoría de Bond, Rittinger y Hukki sobre consumo energético en la molienda ultrafina de minerales. Universidad de Oviedo.

FERNÁNDEZ FERRERAS, J y PÉREZ GANDARILLAS, L. *Operaciones con sólidos*. MOODLE [2020]. Universidad de Cantabria. Prácticas 1,2,6 y 7.

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/>

JANKOVIC, A., DUNDAR, H. y MEHTA, R., 2010. Relationships between comminution energy and product size for a magnetite ore. *Journal of the Southern African Institute of Mining and Metallurgy*, vol. 110, no. 3, pp. 141-146. ISSN 22256253.

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.

RODAS, R. y ROUSÉ, P., 2010. A Comparative analysis of methods to measure the angle of repose of granular soils. *Revista de la Construcción*, vol. 9, no. 1, pp. 98-106. ISSN 0718-915X. DOI 10.4067/S0718-915X2010000100011.

SERRANO FERRERES, F., 2016. Fabricación de nanopartículas de carbonato cálcico mediante molienda mecánica. ,

SIMEON, J., 2017. ANALISIS DE TAMAÑO DE PARTÍCULAS POR TAMIZADO EN AGREGADO FINO Y GRUESO Y DETERMINACIÓN DE MATERIAL MÁS FINO QUE EL TAMIZ No. 200 (75 um) EN AGREGADO MINERAL POR LAVADO [en línea], vol. 1, no. 01, pp. 15. Disponible en: <file:///C:/Users/alum.fial8/Desktop/shi/GRANULOMETRIA.pdf>.

SPRINGENSCHMIDY, R. y SOMMER, H., 1970. Prueba de calidad de estabilizaciones de suelos con cement. *Materiales de Construcción*, vol. 20, no. 140, pp. 5-17. ISSN 19883226. DOI 10.3989/mc.1970.v20.i140.1523.

SUSUNAGA MIRANDA, M.A., ESTÉVEZ-GARRIDO, B.M. y SUSUNAGA-ESTÉVEZ, R.M., 2020. Características de la arena sílica de Alvarado, Veracruz, México, como material para barreras reactivas permeables, para la remediación de acuíferos contaminados con lixiviados de basureros no controlados. *Enfoque UTE*, vol. 11, no. 4, pp. 87-100. ISSN 1390-9363. DOI 10.29019/enfoqueute.v11n4.674.

7. ANEXOS

ANEXO I. Procedimientos experimentales.

Proceso de molienda.

Para llevar a cabo del proceso de molienda se han seguido los siguientes pasos:

1. Se vierte el material que se quiere moler en una probeta de 100 ml, teniendo en cuenta que el volumen ha de estar comprendido entre 75-220 ml para que ocupe un tercio del recipiente del molino y, posteriormente, se pesa la probeta con el material.

Tabla 14. Peso de cada material para 100 ml de volumen.

Material	C	A	D
Peso (g)	170 g	150 g	140 g

2. A continuación, se introduce en el recipiente de molienda las 25 bolas de 20mm de diámetro, que ocupan un tercio de este, y se vierte la muestra anteriormente medida y pesada.
3. Se coloca el recipiente en el interior del molino y se ajusta mediante el cierre de seguridad. Una vez asegurado el mismo, se ajusta el contrapeso del recipiente de molienda. Para ello, se suman los pesos del recipiente, las bolas y la muestra.
4. En el panel de mando se ajustan las variables.
5. Finalmente, se saca el recipiente del molino, se separan las bolas del material y se procede a la limpieza del equipo.

Limpieza del molino

La limpieza del equipo cuando se ha utilizado arena consta de los siguientes pasos:

1. Tarro y bolas con resto del material molido.
2. Lavado con agua de corriente.
3. Lavado con agua y jabón y posterior secado. Como se puede observar el resultado es nefasto, por lo que aplicamos el paso 4.
4. Se humedece el material, se vierte 30g de café y se introduce al molino con un programa de 1 minuto a una velocidad de 300 rpm. La imagen muestra la

situación posterior al programa. El café actúa como exfoliante y desincrusta los restos de material inorgánico que han quedado en el tarro y bolas.

5. Secado del material.



Fig. 59. Lavado del equipo tras la molienda con arena.

Método del densímetro

En cuanto a la preparación de la suspensión, se pesan 50 g de muestra < 63 micras y se añaden 125 ml de Polifosfato sódico al 70% en masa anteriormente preparado, a la vez que se agita con agitación magnética. Transcurridos 15 min sin detener la agitación, se pasa toda la suspensión a la probeta de 1L, lavando y recogiendo todas las partículas con agua desionizada y enrasando hasta 1L.

A continuación, se tapa con parafilm el extremo abierto y se agita, invirtiéndola y volviéndola a su posición inicial. Seguidamente se destapa y se pone en marcha el cronómetro, a la vez que se introduce el densímetro con mucho cuidado de manera que quede vertical y que oscile lo menos posible al dejarlo flotar. Se anotan las lecturas de las densidades leídas en el vástago del densímetro en los tiempos indicados.

Se realizan 8 lecturas, a los tiempos de 0.5, 1, 2, 5, 15, 30, 60, 90 y 120 minutos, las tres primeras sin retirar el densímetro, y las posteriores retirando el densímetro en una segunda probeta con agua desionizada, una vez realizada la lectura.

Ángulo de reposo

En cuanto a la determinación del ángulo de reposo se ha seguido el procedimiento que a continuación se expone.

1. Se coloca el aro en el soporte.
2. Medir y anotar las características de cada uno de los embudos.
3. Se sitúa el embudo de plástico sobre el aro, a una altura de 27.5 cm y se cierra por la parte inferior con parafilm.
4. Se pesa una cantidad suficientemente grande como para llenar el embudo de muestra.
5. Por orden y con cada una de las muestras (caliza, arena y dolomía) 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 transparente. Con esos datos podemos calcular el ángulo de rozamiento para cada caso que, dependerá de las diferentes propiedades de cada sólido.

ANEXO II. Propiedades y características de cada experimento.

Tabla 15. Experimentos con Caliza.

MUESTRA	TIEMPO DE MOLIENDA (min)	VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	INVERSIÓN DEL SENTIDO DE GIRO	TIEMPO DE PAUSA (s)	d ₁₀ (μm)	d ₅₀ (μm)	d ₉₀ (μm)	d _{mm} (μm)
C0-L1	0	0	No	No	1060.9	1993.7	3237.9	2075.0
C0-L2	0	0	No	No	294.1	1381.5	3011.6	1502.7
C1	5	300	No	No	81.3	186.0	311.2	220.7
C2	5	300	No	60/0	101.9	283.4	875.0	428.3
C3	5	300	Sí	60/0	30.8	110.0	227.4	129
C4	5	300	Sí	60/30	18.0	90.3	195.9	105.2
C5	10	300	No	No	16.4	91.6	237.3	129.6
C6	10	300	No	60/0	17.2	91.1	238.0	130.1
C7	10	300	Sí	60/0	17.0	90.2	249.1	130.3
C8	10	300	Sí	60/30	17.1	92.0	271.8	136.2
C9	20	300	No	No	13.3	75.4	305.3	135.6
C10	20	300	No	60/0	16.1	101.6	250.0	151.4
C11	20	300	Sí	60/0	15.2	84.2	238.6	134.5
C12	20	300	Sí	60/30	12.9	65.8	228.3	115.3
C13	30	300	No	No	11.2	56.0	203.0	99.6
C14	30	300	No	60/0	20.0	93.1	200.3	113.2
C15	30	300	Sí	60/0	23.2	112.2	283.4	144.8
C16	30	300	Sí	60/30	56.3	112.3	222.9	138.3
C18	5	300	No	No	9.3	46.5	188.2	81.9
C19-H	5	300	No	No	9.3	39.9	124.4	55.2
C20	5	300	Sí	No	8.4	41.9	164.8	76.5
C21-H	5	300	Sí	No	9.3	40.9	80.7	57.9
C22	5	300	Sí	60/30	8.5	42.5	114.6	65.9
C23-H	5	300	Sí	60/30	8.5	44.2	167.8	71.8
C24	10	300	No	No	8.6	42.9	171.1	87.7
C25-H	10	300	No	No	8.2	41.1	128.8	59.3

Tabla 16. Experimentos con arena

MUESTRA	TIEMPO DE MOLIENDA (min)	VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	INVERSIÓN DEL SENTIDO DE GIRO	TIEMPO DE PAUSA (s)	d ₁₀ (µm)	d ₅₀ (µm)	d ₉₀ (µm)	d _{mm} (µm)
A0	0	0	No	No	615.1	229.4	363.1	248.2
A1	5	400	No	No	11.5	58.4	126	67.1
A2	5	400	Sí	60/0	11.0	56.3	121.6	67.7
A3	5	400	Sí	60/30	12.9	66.2	115.9	70.8
A4	10	400	No	no	12.1	61.6	126.2	70.2
A5	10	400	Sí	60/0	11.6	59.2	126.6	69.5
A6	10	400	Sí	60/30	13.7	70.2	129.4	77.5
A7	20	400	No	No	15.1	89.5	261.3	123.3
A8	20	400	No	60/0	16.5	84.1	143.6	87.8
A9	20	400	Sí	60/30	20.2	90.9	148.1	95.6
A10	30	400	No	No	27.0	140.7	372.0	180.4
A11	30	400	Sí	60/0	61.2	154.7	399.4	206.8
A12	30	400	Sí	60/30	29.2	106.5	244.4	130.1
A14-H	5	400	No	No	14.4	75.9	144.1	83.2
A15-H	5	400	Sí	60/0	16.9	86.4	181.9	93.2
A16-H	10	400	No	no	12.6	66.4	210.9	94.9
A17-H	10	400	Sí	60/0	11.9	59.6	173.0	79

Tabla 17. Experimentos con dolomía.

MUESTRA	TIEMPO DE MOLIENDA (min)	VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	INVERSIÓN DEL SENTIDO DE GIRO	TIEMPO DE PAUSA (s)	d_{10} (μm)	d_{50} (μm)	d_{90} (μm)	d_{mm} (μm)
D0	0	0	No	No	164.8	368.2	1347.9	568.7
D1	5	400	No	No	11.8	59.5	135.5	78.3
D2	5	400	Sí	60/0	11.6	61.1	144.6	82.2
D3	5	400	Sí	60/30	10.0	50.7	132.3	67.8
D4	7	400	Sí	60/30	10.5	52.8	143.2	71.9
D5	10	400	No	No	22.4	116.9	347.0	166.0
D6	10	400	Sí	60/0	18.2	101.8	319.2	146.9
D7	10	400	Sí	60/30	12.6	63.5	154.0	84.8
D8	14.5	400	Sí	60/30	15.4	80.5	239.6	114.4
D9	3	400	No	No	10.8	54.3	141.8	70.8
D10	3	400	Sí	60/0	10.7	54.1	133.3	67.1
D11	3	400	Sí	60/30	10.8	55.1	129.3	67.4
D12	4	400	Sí	60/30	12.0	60.2	137.6	77.7
D13	5	300	Sí	60/30	12.1	61.8	139.1	82.5
D14	3	300	Sí	60/0	13.1	65.9	140.9	82.9
D15	3	300	No	No	11.4	57.5	137.7	76.4
D16	5	450	Sí	60/30	10.7	53.9	146.3	76.4
D17	3	450	Sí	60/0	10.9	55.2	143.7	74.0
DX	3	450	No	No	11.8	59.2	147.2	81.9
D18-H	3	400	No	No	8.9	44.6	122.7	58.3
D19-H	3	400	Sí	60/0	9.3	46.8	124.5	60.2
D20-H	3	400	Sí	60/30	9.7	48.7	134.1	64.6
D21-H	4	400	Sí	60/30	9.0	45.4	124.4	58.1
D22-H	5	400	No	No	8.6	43.5	111.5	53.0
D23-H	5	400	Sí	60/0	8.6	43.0	117.8	56.0
D24-H	5	400	Sí	60/30	9.3	46.7	123.7	57.7
D25-H	7	400	Sí	60/30	9.4	47.0	136.8	62.6

ANEXO III. Reproducibilidad de resultados.

Tabla 18. Reproducibilidad de resultados de la caliza.

Luz de malla (μm)	Masa (g)							
	C4		C15		C11		C17	
1000	113.05	113.1	112.98	112.99	113.06	113.45	112.94	112.98
630	111.90	111.87	111.70	111.65	112.11	112.19	111.65	111.69
400	106.56	107.03	106.43	106.43	106.56	106.67	106.41	106.4
250	104.81	103.99	104.39	104.39	104.68	104.75	104.16	104.15
120	91.87	92.1	93.90	93.75	92.77	93.1	91.89	91.75
112	90.07	90.14	103.67	97.81	94.25	95.17	89.99	90.69
80	89.83	90.06	109.79	105.7	88.63	99.78	90.91	92.73
63	128.68	129.68	107.9	121.04	117.72	104.53	99.26	98.08
0	110.84	107.26	102.77	103.57	117.04	113.4	150.20	148.17

Tabla 19. Reproducibilidad de resultados de la arena.

Luz de malla (μm)	Masa (g)							
	A1		A3		A6		A7	
1000	104.34	104.28	104.15	104.26	104.25	104.42	104.27	104.28
630	88.35	88.27	88.10	88.22	88.17	88.27	88.23	88.81
400	91.55	91.74	91.48	91.52	91.52	91.68	92.30	93.48
250	90.38	88.86	89.48	89.05	90.09	90.80	91.02	96.18
150	88.54	85.77	86.90	87.39	94.29	86.60	89.84	102.84
112	95.64	95.70	95.03	89.60	88.16	92.61	99.16	95.57
80	106.86	104.61	112.09	116.90	104.59	112.90	105.49	96.32
63	92.96	91.87	90.99	89.61	95.89	92.91	89.53	86.42
0	122.24	130.23	123.88	124.60	114.06	120.94	121.29	117.24

Tabla 20. Reproducibilidad de resultados de la dolomía.

Luz de malla (μm)	Masa (g)							
	D1		D3		D9		D14	
2000	111.77	111.74	111.73	111.65	111.71	111.71	111.87	111.71
1600	106.44	106.41	106.41	106.40	106.39	106.41	106.56	106.43
1000	104.16	104.15	104.18	104.14	104.17	104.14	104.22	104.29
400	92.02	91.85	91.64	91.60	91.72	91.63	92.08	91.79
250	94.64	91.86	90.03	89.24	89.45	89.00	91.39	91.45
150	91.52	89.43	91.07	89.14	91.50	88.38	86.62	87.42
80	109.92	112.15	103.33	103.37	105.57	110.66	115.97	118.07
63	93.42	92.48	92.49	94.19	94.40	92.88	93.46	94.15
0	125.43	129.28	137.57	138.40	133.41	133.78	126.39	123.25

Tabla 21. Error absoluto y relativo de los experimentos con caliza.

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	CAMBIO DE SENTIDO DE GIRO	TIEMPO DE PAUSA (s)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)
C4	5	300	Sí	60/30	18	90.3	195.9	105.2
C4'	5	300	Sí	60/30	19.7	91.5	196.9	105
Valor medio					18.85	90.9	196.4	105.1
Valor absoluto					-0.85	-0.6	-0.5	0.1
%Error					3.5	3.66	0.25	0.09
C11	20	300	Sí	60/0	15.2	84.2	238.6	134.5
C11'	20	300	Sí	60/0	14.5	83.9	240.2	133.9
Valor medio					14.85	84.05	239.4	134.2
Valor absoluto					0.35	0.15	-0.8	0.3
%Error					2.36	0.18	-0.34	0.224
C15	30	300	No	60/0	23.2	112.2	283.4	144.8
C15'	30	300	No	60/0	23.21	112.19	283.4	144.9
Valor medio					23.21	112.2	283.4	144.85
Valor absoluto					-0.005	0.005	0	-0.05
%Error					0.022	0.004	0	0.035
C17	7	300	Sí	60/30	8.86	44.58	134.6	64.4
C17'	7	300	Sí	30/0	8.5	42.9	130.8	60.32
Valor medio					8.68	43.74	132.7	62.36
Valor absoluto					0.18	0.84	1.9	2.04
%Error					2.07	1.92	1.43	3.27

Tabla 22. Error absoluto y relativo de los experimentos con arena.

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	CAMBIO DE SENTIDO DE GIRO	TIEMPO DE PAUSA (s)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	dmm (µm)
A1	5	400	No	No	11.40	58.40	126.00	67.10
A1'	5	400	No	No	11.48	63.33	132.00	75.55
Valor medio					11.44	60.87	129.00	71.33
Valor absoluto					-0.04	-2.47	-3.00	-4.22
%Error					0.35	4.05	2.33	4.92
A3	5	400	SÍ	60/30	12.90	66.20	115.90	70.80
A3'	5	400	SÍ	60/30	13.32	67.93	128.92	72.60
Valor medio					13.11	67.07	122.41	71.70
Valor absoluto					-0.21	-0.86	-6.51	-0.90
%Error					1.60	1.29	5.32	1.26
A6	10	400	SÍ	60/30	13.70	70.20	129.40	77.50
A6'	10	400	SÍ	60/30	13.50	68.20	126.90	79.20
Valor medio					13.60	69.20	128.15	78.35
Valor absoluto					0.10	1.00	1.25	-0.85
%Error					0.74	1.45	0.98	1.08
A7'	20	400	No	No	15.10	89.50	261.30	12.30
A7	20	400	No	No	13.78	85.60	240.10	13.50
Valor medio					14.44	87.55	250.70	12.90
Valor absoluto					0.66	1.95	10.60	-0.60
%Error					4.57	2.23	4.23	4.65

Tabla 23. Error absoluto y relativo de los experimentos con dolomía.

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	CAMBIO DE SENTIDO DE GIRO	TIEMPO DE PAUSA (s)	d10 (μm)	d50 (μm)	d90 (μm)	dmm (μm)
D1	5	400	No	No	11.80	59.50	135.50	78.30
D1'	5	400	No	No	11.48	63.33	132.00	75.55
Valor medio					11.64	61.42	133.75	76.93
Valor absoluto					0.16	-1.92	1.75	1.38
%Error					1.37	3.12	1.31	1.79
D3	5	400	Sí	60/30	10.00	50.70	132.30	67.80
D3'	5	400	Sí	60/30	10.00	49.91	123.27	62.10
Valor medio					10.00	50.31	127.79	64.95
Valor absoluto					0.00	0.40	4.52	2.85
%Error					0.00	0.79	3.53	4.39
D9	3	400	No	No	10.80	54.30	129.40	77.50
D9'	3	400	No	No	10.77	54.09	133.10	72.35
Valor medio					10.79	54.20	131.25	74.93
Valor absoluto					0.02	0.10	-1.85	2.58
%Error					0.14	0.19	1.41	3.44
D14	3	300	Sí	60/0	13.10	65.90	140.90	82.90
D14'	3	300	Sí	60/0	12.09	61.68	139.13	82.46
Valor medio					12.60	63.79	140.02	82.68
Valor absoluto					0.51	2.11	0.89	0.22
%Error					4.01	3.31	0.63	0.27

Tabla 24. Error experimental en la dolomía cuando se utiliza cambio de sentido de giro.

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD DE GIRO (rpm)	CAMBIO DE SENTIDO DE GIRO	TIEMPO DE PAUSA (s)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	Dmm (µm)
D1	5	400	No	No	11.80	59.50	135.50	78.30
D2	5	400	Si	60/0	11.60	61.10	144.60	82.20
Valor medio					11.70	60.30	140.05	80.25
Valor absoluto					0.10	-0.80	-4.55	-1.95
%Error					0.85	-1.33	-3.25	-2.43
D5	10	400	No	No	22.40	116.90	347.00	166.00
D6	10	400	Si	60/0	18.20	101.80	319.20	146.90
Valor medio					20.30	109.35	333.10	156.45
Valor absoluto					2.10	7.55	13.90	9.55
%Error					10.34	6.90	4.17	6.10
D9	3	400	No	No	10.80	54.30	129.40	77.50
D10	3	400	Sí	60/0	10.70	54.10	133.30	67.10
Valor medio					10.75	54.20	131.35	72.30
Valor absoluto					0.05	0.10	-1.95	5.20
%Error					0.47	0.18	-1.48	7.19

Tabla 25. Diferencias en los resultados experimentales con distintas variables de operación.

MUESTRA	TIEMPO (min)	VELOCIDAD DE GIRO	CAMBIO DE SENTIDO	TIEMPO DE PAUSA (s)	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	Dmm (µm)
D1	5	400	No	No	11.80	59.50	135.50	78.30
D3	5	400	Si	60/30	10.00	50.70	132.30	67.80
Valor medio					10.90	55.10	133.90	73.05
Valor absoluto					0.90	4.40	1.60	5.25
%Error					8.26	7.99	1.19	7.19
D5	10	400	No	No	22.40	116.90	347.00	166.00
D7	10	400	Si	60/30	12.60	63.50	154.00	84.80
Valor medio					17.50	90.20	250.50	125.40
Valor absoluto					4.90	26.70	96.50	40.60
%Error					28.00	29.60	38.52	32.38
D9	3	400	No	No	10.80	54.30	129.40	77.50
D11	3	400	Sí	60/30	10.80	55.10	129.30	67.40
Valor medio					10.80	54.70	129.35	72.45
Valor absoluto					0.00	-0.40	0.05	5.05
%Error					0.00	-0.73	0.04	6.97