



**UNIVERSIDAD MICHOACANA DE SAN
NICOLÁS DE HIDALGO**



DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO EN INGENIERÍA MECÁNICA
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA DE LA UMSNH

**Efecto de los parámetros en el proceso de secado de
nanopartículas de sílice**

TESIS PROFESIONAL

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA**

PRESENTA

Ing. Raúl Méndez Gordillo

DIRECTOR

Dra. Alicia Aguilar Corona

CO- DIRECTOR

Dra. Mallorie Tourbin

Institut National Polytechnique de Toulouse - INPT



Morelia, Michoacán, México Mayo de 2019

Dedicatoria

Rem tene, verba sequentur (Si dominas
el tema, las palabras vendrán solas)
Catón el Viejo

A:

Dios, por haberme permitido llegar hasta este punto y haberme dado salud para lograr mis objetivos, además de su infinita bondad y amor.

A mis padres *Raúl Méndez Sandoval* y *Graciela Gordillo Ruiz*, por ser el pilar fundamental en todo lo que soy, en toda mi educación, tanto académica, como de la vida, por su incondicional apoyo perfectamente mantenido a través del tiempo.

Todo este trabajo ha sido posible gracias a ellos. ¡La entrega, el compromiso y la paciencia trabajando en conjunto con el amor sólo se pueden resumir en el hecho de ser padres!

Mis hermanos, *Lizbeth Lucía Méndez Gordillo*, *Alma Rosa Méndez Gordillo* y *Carlos Alberto Méndez Gordillo*, por estar conmigo y apoyarme siempre durante esta nueva etapa de mi vida, no tengo como agradecerles todo su afecto pero quiero que sepan que siempre estaré ahí para ustedes, los quiero mucho.

Todos aquellos familiares y amigos que me apoyaron durante este trayecto y siempre me han brindado consejos o de cualquier índole, siempre estaré agradecido con todos ustedes y que no recordé al momento de escribir esto. Ustedes saben quiénes son.

Agradecimientos

Nunca es demasiado el agradecimiento, a quien no te abandonó en tus peores momentos.

Mi agradecimiento a la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo (UMSNH), no existen palabras para demostrar mi sentimiento; por hacer mis metas y sueños posibles, forjarme como un profesional de bien. Gracias UMSNH por acogerme como mi segunda casa, agradezco a mis profesores de la Facultad de Ingeniería Mecánica, así como de la División del Posgrado, por ser académicos con un gran compromiso por la educación. Gracias a esta gran Institución con grande calidad y humanidad por ser mi hogar por muchos años, siempre le deberé los que soy profesionalmente.

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) para realizar mis estudios de Maestría.

Mi reconocimiento a la Universidad École Nationale Supérieure des Ingénieurs en Arts Chimiques et Technologiques. Y de una manera especial al Laboratoire de Genie Chimique por su soporte técnico para realización de pruebas experimentales fundamentales en mi trabajo de tesis, durante mis estancias realizadas, bajo la supervisión de la Dra. Mallorie Tourbin.

Agradezco al Programa de Fortalecimiento de la Calidad Educativa (PFCE) por el apoyo económico otorgado para poder realizar las estancias de investigación necesarias para el desarrollo de mi proyecto de tesis.

Agradecer a mi asesora la Dra. Alicia Aguilar Corona y co-asesora la Dra. Mallorie Tourbin por su apoyo incondicional, asesorías, paciencia y ayuda brindada en este camino, por creer en mi persona desde el comienzo de este difícil sendero y lograr una marca total en mi vida profesional.

Agradezco a los miembros de mi comité tutorial, la Doctora Laura Alicia Ibarra Bracamontes y a los Doctores Gildardo Solorio Díaz y Carlos Rubio Maya, reconociendo su colaboración en mi trabajo de tesis para obtener el grado de Maestro, desde el inicio del proceso y hasta el día de hoy. Gracias por la ayuda en mi formación profesional y humana, por sus comentarios y revisiones, durante el periodo de estudios.

Agradezco a mis amigos de la maestría: Cristian Cáliz Reyes, Tizoc López López, Julio Adrián Ruiz Vilchez y Erik Pérez Juárez, no cambiaría todos los momentos que hemos compartido por nada en el mundo. Logramos una gran amistad.

De manera especial agradezco a Cristian Cáliz Reyes y Tizoc López López, ya que nunca me han dado la espalda cuando se trata de ayudarme a salir de los problemas. Siempre han creído en mí y me han alentado para alcanzar mis metas. Gracias amigos incondicionales.

Resumen

En este trabajo se utilizó el proceso de secado por atomización el cual consiste en la atomización de una suspensión dentro de una cámara cerrada, la cual se pone en contacto con una corriente de aire a alta temperatura con la finalidad de evaporar la humedad existente en las pequeñas gotas atomizadas y se formen así las micropartículas, las cuales se depositan en el interior del equipo por la acción de un electrodo colector. La importancia de este proceso radica en encontrar las condiciones que permitan controlar la morfología y el tamaño de las micropartículas.

El presente trabajo abarca los campos científico, tecnológico y experimental, y propone el estudio de micropartículas con la finalidad de determinar las condiciones más apropiadas para su formación y su posterior empleo en el campo farmacéutico.

Para llevar acabo este proceso se utilizó el equipo (Nano Spray Dryer B-90) que es un equipo a escala de laboratorio, utilizado para producir micropartículas a partir de la pulverización de una suspensión.

A fin de observar el efecto de los parámetros del proceso de secado en las micropartículas fue necesario realizar un análisis de morfología y tamaño a las micropartículas obtenidas en cada secado, para poder determinar la influencia que ejerce cada parámetro en las micropartículas. Los parámetros que se analizaron durante el proceso de secado por atomización fueron los siguientes:

- Temperatura de secado
- Porcentaje de Atomización
- Concentración de Sílice en la Suspensión

Palabras clave: Micropartículas, sílice, atomización, morfología y tamaño.

Abstract

In this work, the spray drying process was used, which consists in the atomization of a suspension inside a closed chamber, which is put in contact with a stream of air at high temperature in order to evaporate the existing moisture in the small atomized drops and thus form the microparticles, which are deposited inside the equipment by the action of a collector electrode. The importance of this process lies in finding the conditions that allow controlling the morphology and the size of the microparticles.

The present work covers the scientific, technological and experimental fields, and proposes the study of microparticles with the purpose of determining the most appropriate conditions for its formation and its later use in the pharmaceutical field.

To carry out this process the equipment was used (Nano Spray Dryer B-90) which is a laboratory-scale equipment used to produce microparticles from the spray of a suspension.

In order to observe the effect of the parameters of the drying process on the microparticles, it was necessary to perform a morphology and size analysis of the microparticles obtained in each drying, in order to determine the influence exerted by each parameter on the microparticles. The parameters that were analyzed during the spray drying process were the following:

- Drying temperature
- Atomization percentage
- Concentration of silica in the suspension

Keywords: microparticles, Silica, Atomization, Morphology and Size.

Índice general

Dedicatoria	II
Agradecimientos	III
Resumen	V
Abstract	VI
1. Introducción	3
1.1. Planteamiento del Problema	7
1.2. Objetivos	8
1.3. Justificación	8
1.4. Hipótesis	9
2. Marco teórico	10
2.1. Proceso de secado	18
2.1.1. Variación de la humedad de la gota	18
2.1.2. Número de Peclet	19
2.1.3. Modelado de curvas de secado	21
2.1.4. Modelos de difusión	21
2.1.5. Técnicas de medición específicas para la atomización	22
2.1.6. Número de Weber	22
2.2. Características del proceso de secado por atomización por el método del filamento	23
3. Metodología	25
3.1. Suspensión de micropartículas de sílice	25
3.2. Secador Nano Spray Dryer B-90	25
3.3. Atomizador Nano Spray Dryer B-90 (Buchi)	27
3.4. Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) de mesa Hitachi TM3000	29
3.5. Granulómetro Malvern Mastersizer 2000	32
3.6. Equipos de protección individual para realizar experimentos con micropartículas de sílice	33

4. Análisis de Resultados	35
4.1. Estudio preliminar: calibración de la bomba	35
4.2. Método del estudio de la micropartículas de sílice	46
4.2.1. Efecto del porcentaje de atomización	47
4.2.2. Efecto de la temperatura del aire de secado	47
4.2.3. Efecto del contenido en sólido de la suspensión	48
4.2.4. Enfoque en muestras particulares	48
5. Conclusiones	59
Anexo A	61
Anexo B	66
Anexo C	68
Anexo D	85
Anexo E	87

Índice de figuras

1.1.	B. Patel et. al. Review of Patents and Application of Spray Drying in Pharmaceutical, Food and Flavor Industry.	5
1.2.	Clasificación de nanotransportadores en función de su naturaleza (Tomada de <i>Guisasola, 2017</i>).	6
2.1.	Esquema del proceso de atomización [2].	10
2.2.	Ejemplos de gotas deformadas por un flujo de gas: (a) caída libre de la gota de agua en el aire y (b) gotas de lava solidificadas después de una erupción volcánica, las más grandes exhiben formas de las llamadas lágrimas de Pele (Tomada de <i>Lintingre, 2016</i>).	11
2.3.	Ejemplos de granos obtenidos después del secado de una gota de una suspensión de nanopartículas utilizando el efecto Leidenfrost (la barra de escala representa $1mm$) (Tomado de <i>Lintingre, 2016</i>).	14
2.4.	Técnica del filamento (Tomada de <i>Mondragon, 2013</i>).	16
2.5.	Levitador acústico (Tomada de <i>Mondragon, 2013</i>).	17
2.6.	(a) Variación de la humedad con el tiempo. (b) Evolución de la temperatura de la gota durante el secado (tomado de <i>Mondragón, 2013</i>).	18
2.7.	Formación de gránulos: (a) huecos y (b) compactos durante el proceso de secado (tomada de <i>Mondragón, 2013</i>).	21
2.8.	Diagrama esquemático del secado de una gota (Técnica del Filamento) (Tomada de <i>Cubillos, 2016</i>).	23
2.9.	(a). Transferencia de gota de agua (2) en el filamento de vidrio (1) con la microjeringa (3). (b). Medición de temperatura donde la militermocupla sostiene la gota de $3\mu l$, durante el secado con velocidad de aire $0.75m/s$ y temperatura $368K$. Se muestra en cada foto el tiempo correspondiente de secado en segundos (Tomada de <i>Cubillos, 2016</i>).	24
3.1.	Nano Spray Dryer B-90 (Tomada de <i>Harsha, 2015</i>).	26
3.2.	Nano Nano Spray Dryer B-90 (Configuración pequeña) (Tomada de <i>Harsha, 2015</i>).	27
3.3.	Secador Nano Nano Spray Dryer B-90 (Configuración alta) (Tomada de <i>López, 2010</i>).	28
3.4.	Recolección de las micropartículas de sílice.	28
3.5.	Inicializar el Microscopio Hitachi TM3000.	29
3.6.	Colocando la cantidad de muestra deseada para analizar.	30

3.7. Análisis visto desde el ordenador para la muestra que se encuentra en el equipo.	30
3.8. Recorrido general de la muestra para encontrar el enfoque deseado.	31
3.9. Las imágenes a), b), y c) son de sílice mesoporosa preparada con diámetros de: a) 20nm, b) 45nm, y c) 80nm. SEM d) imagen de (b). Los recuadros son aumentos de partículas de sílice mesoporosa.	31
3.10. Instalación de la muestra de las micropartículas en el granulómetro Malvern Mastersizer 2000.	32
3.11. Muestra el proceso de granulómetro Malvern Mastersizer 2000 y el en ordenador se muestra la distribución de tamaños de la muestra.	33
3.12. Trabajador que labora en la producción de nanopartículas viste un equipo de protección dérmico, respiratorio y auditivo y un aparato de muestreo personal de aire durante una operación de vertimiento.	34
4.1. Atomización al 100 % (bomba con velocidad 1).	36
4.2. Atomización al 80 % (bomba con velocidad 1).	36
4.3. Atomización al 80 % (bomba con velocidad 1).	37
4.4. Atomización al 40 % (bomba con velocidad 1).	38
4.5. Atomización al 100 % (bomba con velocidad 2).	38
4.6. Atomización al 80 % (bomba con velocidad 2).	39
4.7. Atomización al 60 % (bomba con velocidad 2).	40
4.8. Atomización al 40 % (bomba con velocidad 2).	40
4.9. Atomización al 100 % (bomba con velocidad 3).	41
4.10. Atomización al 80 % (bomba con velocidad 3).	42
4.11. Atomización al 60 % (bomba con velocidad 3).	42
4.12. Atomización al 40 % (bomba con velocidad 2).	43
4.13. Atomización al 100 % (bomba con velocidad 3).	43
4.14. Atomización al 80 % (bomba con velocidad 3).	44
4.15. Atomización al 40 % (bomba con velocidad 2).	45
4.16. Atomización al 40 % (bomba con velocidad 3).	45
4.17. Curvas de funcionamiento de la bomba peristáltica para las cuatro velocidades de <i>Nano Spray Dryer B-90</i>	46
4.18. Muestra 9 vista desde el microscopio electrónico de barrido TM3000 y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.	49
4.19. Muestra 20 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.	49
4.20. Muestra 29 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.	50
4.21. Muestra 31 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.	51
4.22. Muestra 32 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.	51
4.23. Muestra 29 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.	52
4.24. Muestra 34 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.	53

4.25. Muestra 33 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.	53
4.26. Muestra 38 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño fue obtenida por el granulómetro de <i>MalvernMS2000</i>	54
4.27. Muestra 39 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño fue obtenida por el granulómetro de <i>MalvernMS2000</i>	55
4.28. Muestra 31 vista desde el microscopio electrónico de barrido <i>TM3000</i> y su gráfica que muestra la distribución de tamaño fue obtenida por el granulómetro de <i>Malvern MS2000</i>	55
4.29. Comparación de las muestras 29, 31 y 32 para el % de Atomización constante.	56
4.30. Comparación de las muestras 29, 34 y 33 para la temperatura de entrada constante.	57
4.31. Comparación de las muestras 38, 31 y 39 para la temperatura de entra constante.	57
4.32. Comparación de los tres parámetros utilizados para controlar la morfología y el tamaño de las micropartículas de sílice.	58

Índice de tablas

4.1. Efecto del % de atomización en el proceso de secado.	47
4.2. Efecto de la temperatura en el proceso de secado.	48
4.3. Efecto de la temperatura en el proceso de secado.	48
5.1. Análisis para la velocidad no.1 de la bomba (% de Atomización de 100 %). . .	68
5.2. Análisis para la velocidad no.1 de la bomba (% de Atomización de 80 %). . .	69
5.3. Análisis para la velocidad no.1 de la bomba (% de Atomización del 60 %). . .	70
5.4. Análisis para la velocidad no.1 de la bomba (% de Atomización del 40 %). . .	71
5.5. Análisis para la velocidad no.2 de la bomba (% de Atomización del 100 %). . .	72
5.6. Análisis para la velocidad no.2 de la bomba (% de Atomización del 80 %). . .	73
5.7. Análisis para la velocidad no.2 de la bomba (% de Atomización del 60 %). . .	74
5.8. Análisis para la velocidad no.2 de la bomba (% de Atomización del 40 %). . .	75
5.9. Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 100 %). . .	76
5.10. Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 100 %). . .	77
5.11. Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 80 %). . .	78
5.12. Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 60 %). . .	79
5.13. Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 40 %). . .	80
5.14. Análisis para la velocidad no.4 de la bomba (% de Atomización del 100 %). . .	81
5.15. Análisis para la velocidad no.4 de la bomba (% de Atomización del 80 %). . .	82
5.16. Análisis para la velocidad no.4 de la bomba (% de Atomización del 60 %). . .	83
5.17. Análisis para la velocidad no.4 de la bomba (% de Atomización del 40 %). . .	84
5.18. Muestras de micropartículas de sílice de la 1 a 5 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros que fueron controlados.	87
5.19. Muestras de micropartículas de sílice de la 6 a 10 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.	88
5.20. Muestras de micropartículas de sílice de la 11 a 15 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.	89
5.21. Muestras de micropartículas de sílice de la 16 a 20 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.	90
5.22. Muestras de micropartículas de sílice de la 21 a 25 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.	91
5.23. Muestras de micropartículas de sílice de la 26 a 30 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.	92
5.24. Muestras de micropartículas de sílice de la 31 a 35 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.	93

5.25. Muestras de micropartículas de sílice de la 36 a 39 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados. 94

1

Introducción

Capítulo

El proceso de secado por atomización es una operación básica que consiste en la transformación de una suspensión o una solución en un material seco particulado mediante la atomización del primero en un medio caliente y seco. El proceso de secado por atomización es utilizado en muchas aplicaciones industriales de los sectores cerámico, químico, alimentario, farmacéutico [1, 2].

Cada proceso industrial y uso posterior del polvo atomizado obtenido requiere de unas propiedades determinadas, que sean óptimas para la aplicación en cuestión. Por ejemplo, en industria farmacéutica se desea producir gránulos huecos y porosos que actúen como portadores de fármacos [3].

Dentro de las variables que influyen en el proceso se puede distinguir entre aquellas propias de la *suspensión* como por ejemplo [2]:

- Densidad de la suspensión
- Viscosidad
- Tensión superficial
- Temperatura de la suspensión

Y las del *equipo de secado* como son:

- Temperatura de secado
- Caudal de la suspensión
- Caudal del gas de secado
- Humedad relativa del aire de secado
- Presión de inyección en la cámara de secado
- Diámetro de salida del inyector

El método de **secado por atomización** es una técnica bien conocida predominantemente utilizada en la industria farmacéutica y alimenticia desde la década de 1940 [4].

El secado por atomización es una tecnología basada en dispersión sólida que transforma un material en estado líquido en un polvo seco al pulverizar la solución o suspensión de solución en un medio caliente con un gas secador. Además, la fabricación de partículas

secas a partir de una alimentación líquida en una única etapa de procesamiento hace que la tecnología de secado por atomización sea un proceso único y esencial. La mayoría de las nanopartículas sintetizadas por varias empresas farmacéuticas innovadoras así como la mayoría de los medicamentos existentes tienen problemas como pobre solubilidad o sabor amargo y ambos pueden ser resueltos fácilmente por encapsulación con la tecnología de secado por atomización. Para mejorar la solubilidad de una molécula por medio de ésta tecnología se debe convertir la partícula de su forma cristalina a su forma amorfa, la cual es la responsable de la mejora en la solubilidad. Esta tecnología también ofrece una mejor alternativa al enmascarar el sabor amargo de los fármacos mediante la formación de un complejo de inclusión de fármaco y polímero. La mezcla de fármacos con portadores de polímero durante la etapa de secado se logra variando algunos parámetros del proceso como [4]:

- Velocidad de alimentación
- La temperatura de entrada
- El contenido de los sólidos de alimentación

Estos parámetros son útiles para mejorar el rendimiento del producto dentro de una especificación de calidad predefinida [4]. En la Figura 1.1 se muestran varias aplicaciones del secado por pulverización:

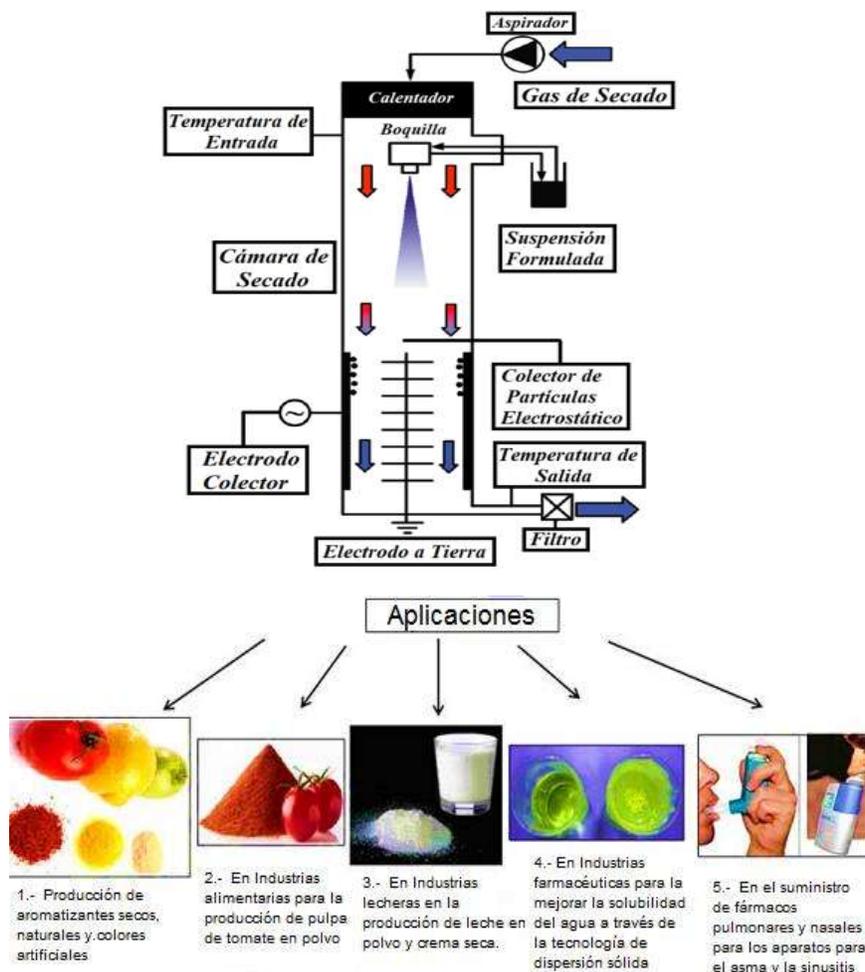


Figura 1.1: B. Patel et. al. Review of Patents and Application of Spray Drying in Pharmaceutical, Food and Flavor Industry.

Cada proceso industrial y uso posterior del polvo atomizado obtenido requiere de unas propiedades determinadas, que sean óptimas para la aplicación en cuestión. Por ejemplo, en industria farmacéutica se desea producir gránulos huecos y porosos que actúen como portadores de fármacos. Por el contrario, para optimizar el proceso de proyección por plasma de materiales, es necesario hacer uso de gránulos de elevada densidad y compacidad [5].

En el caso de la industria de detergentes, la microestructura interna y la porosidad de los gránulos también debe ser la adecuada para permitir la retención de agentes activos en su interior [5]. Las características del polvo atomizado resultante del proceso de secado por atomización vienen determinadas, para cada instalación industrial, por varios factores.

Otro caso es el campo farmacéutico, donde existen ciertos materiales que podían controlar la liberación de agentes biológicos activos y fármacos durante días e incluso meses [6, 7]. En las décadas posteriores los sistemas de liberación sostenida evolucionaron hacia el uso de di-

ferentes tipos de materiales como hidrogeles [8], microesferas [9] o polímeros hidrofóbicos que ya permitían la liberación controlada de macromoléculas [10]. Después de la incorporación de los nanomateriales en medicina, el campo de investigación en administración de fármacos ha crecido de forma importante [11].

Los nanotransportadores clasificados en función de su composición y propiedades da lugar a tres clases o tipos: orgánicos, inorgánicos e híbridos (ver Figura 1.2). Los mecanismos de liberación controlada de fármacos dependen de las características físicas y químicas de cada nanotransportador y su interacción con el medio [11, 12].

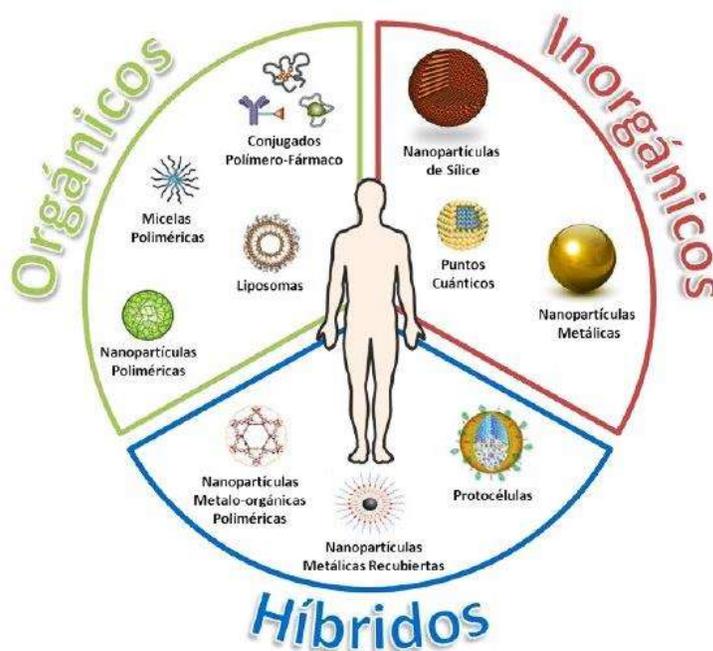


Figura 1.2: Clasificación de nanotransportadores en función de su naturaleza (Tomada de *Guisasola, 2017*).

1.1. Planteamiento del Problema

Este trabajo se encuentra enfocado en el secado por pulverización de una suspensión formada por la mezcla de sílice y agua. Al momento de la atomización, la suspensión elaborada sigue el siguiente proceso [13]:

- 1) Evaporación del solvente (Agua).
- 2) Difusión de las moléculas de soluto (si solución) o difusión de las partículas (si suspensión).
- 3) Precipitación de moléculas de soluto (si solución) o aglomeración de las partículas (si suspensión).
- 4) Secado del conjunto.

En nuestro caso, finalmente se obtiene un polvo seco que está formado de aglomerados de nanopartículas de sílice.

Para el entendimiento de este proceso es necesario hacer la conexión entre lo que se observa y los mecanismos que tienen lugar a nivel local en el proceso de secado de la suspensión. Para lograr esto, dos etapas de investigación son importantes [13]:

- a) Experimental, en donde se debe de realizar la medición del tamaño de gotas al momento de la atomización utilizando técnicas de visualización.
 - Caracterización del tamaño y de la morfología de las partículas secas.
- b) Teórica, en la cual se debe de realizar:
 - Cinética de secado de la gota durante la atomización.
 - Modelización de la estructuración de las partículas dentro de la gota durante el secado.

Este trabajo esta inscrito en la primera etapa, en la cual se determina el efecto de las variables del proceso de secado sobre la morfología y el tamaño de las micropartículas obtenidas en el proceso de secado por atomización.

1.2. Objetivos

Objetivo General

Determinar el efecto que produce la variación del % de atomización, la Temperatura de entrada del aire de secado y la Concentración de sílice, sobre el tamaño y la morfología de las micropartículas de sílice obtenidas mediante el proceso de secado.

Objetivos Particulares

- Ser capacitado en el manejo del dispositivo “Nano Spray Dryer B-90”.
- Crear micropartículas de sílice (formadas con nanopartículas aglomeradas) con los parámetros del proceso de secado por atomización.
- Variar el % de atomización y determinar el efecto que ejerce este parámetro sobre la morfología y el tamaño de las micropartículas de sílice.
- Variar la temperatura de entrada del aire de secado y determinar el efecto de este parámetro sobre la morfología y el tamaño de las micropartículas.
- Variar la concentración de sílice en la suspensión y producir micropartículas de sílice en el Nano Spray Dryer B-90 verificando el efecto de este parámetro sobre la morfología y el tamaño de las micropartículas.
- Determinar de manera cualitativa y cuantitativa la morfología y el tamaño de las micropartículas usando el Microscopio Electrónico de Barrido y el Granulómetro Malvern.

1.3. Justificación

La importancia de éste trabajo radica en el estudio experimental del método de secado por atomización, el cual, es un método establecido que se inicia por la pulverización de pequeñas gotas de sílice en suspensión, seguido de un proceso de secado, lo que resulta en partículas sólidas. El secado por atomización de gotas es utilizado en muchas aplicaciones industriales de los sectores cerámico, químico, alimentario, farmacéutico [2].

El objetivo de este estudio es determinar el efecto del % de atomización, de la Temperatura de entrada del aire de secado y de la Concentración de sílice en la suspensión, en el tamaño y la morfología de las micropartículas de sílice y de esta forma contribuir al entendimiento del mecanismo permitiendo en un futuro la producción de micropartículas adecuadas para su empleo en fines farmacéuticos.

Investigaciones sugieren que la nanotecnología (creación y manipulación de materiales a escala nanométrica para formar productos que presentan nuevas propiedades), tendrá un profundo impacto en la prevención, diagnóstico y tratamiento de enfermedades [14–16], debido a su incomparable posibilidad de convertirse en vehículos biológicos con información

farmacológica, capaces de resolver algunas limitaciones de los sistemas convencionales de suministro de fármacos no específicos.

Las nanopartículas de sílice son una buena opción para encapsular fármacos gracias a su alta estabilidad térmica y química en suspensiones acuosas, gran área superficial y que son inertes para el ambiente [16–18]. Por otra parte, poseen propiedades físicas y químicas que son técnicamente atractivas como por ejemplo, son transparentes, poco apetecidas por microorganismos, y pueden actuar como una barrera, limitando el efecto del ambiente exterior en el núcleo de la partícula [16, 18].

1.4. Hipótesis

Será posible controlar la morfología y tamaño de las micropartículas de sílice mediante los parámetros de secado, permitiendo su posible empleo en la industria farmacéutica como vehículos para transporte de fármacos.

2

Capítulo

Marco teórico

Para abordar los efectos de los parámetros en el proceso de secado de nanopartículas de sílice es conveniente referir la consulta documental de trabajos realizados que guardan relación con los objetivos propuestos en este estudio.

Cabe destacar que Lintingre [4], describe a las **nanopartículas** como partículas microscópicas que **son imperceptibles para la vista**. Su nombre proviene de la palabra “nano”, prefijo griego que significa “enano” y que en el campo de las nanociencias representa la milonésima parte de un milímetro.

En el ámbito farmacéutico, según Lintingre [4], **el uso de nanopartículas tiene gran potencial como vehículo para transportar fármacos que mejoren la selectividad del tratamiento**, “esto significa que permiten que se localice mejor el sitio de acción dónde se debe liberar el medicamento, con una eficacia de tan sólo segundos, en comparación con fármacos que pueden hacer efecto después de 10 o 15 minutos”. El interés de este trabajo se encuentra cuando el líquido es inyectado en un flujo de gas caliente de velocidad U_k , con una velocidad relativa inicial de U entre el líquido y el gas. La velocidad relativa disminuye a cero durante el tiempo característico τ_w y la gotita recupera una forma esférica dentro de un tiempo τ_v o τ_i dependiendo de los valores relativos de las fuerzas viscosas e inerciales. La gota se seca adicionalmente en un τ_{dry} según los valores relativos del τ_{dry} y τ_{buck} .

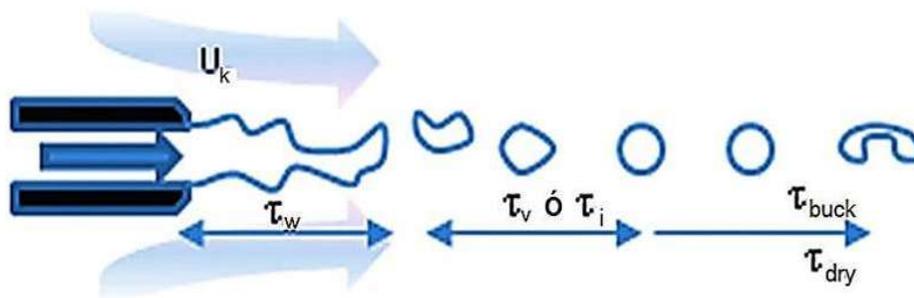


Figura 2.1: Esquema del proceso de atomización [2].

La velocidad relativa entre el gas y las gotas no son cero, el gas ejerce una presión dinámica en las gotas, que pueden conducir a varias formas y rompiendo los modos de las gotitas. Si el tiempo de secado es pequeño en comparación con el tiempo necesario que una forma deformada necesita para relajarse, entonces el grano seco exhibirá una forma no esférica como se muestra en la Figura 2.1.

Algunos ejemplos de la morfología de las gotas se observan en la Figura 2.2 entre los cuales se encuentra el llamado “lágrimas de Pelé”, es decir, gotitas de lava expulsadas durante

una erupción volcánica que se deforma por el flujo de gas y se solidifican en una forma no esférica.

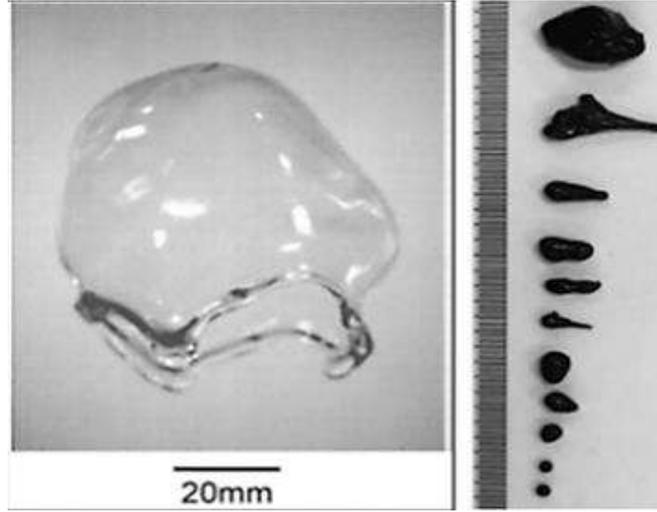


Figura 2.2: Ejemplos de gotas deformadas por un flujo de gas: (a) caída libre de la gota de agua en el aire y (b) gotas de lava solidificadas después de una erupción volcánica, las más grandes exhiben formas de las llamadas lágrimas de Pele (Tomada de *Lintingre, 2016*).

El mismo mecanismo se ha mostrado según Patel et al. [5], como una posible explicación de los granos no esféricos obtenidos a partir de procesos de secado por atomización.

De acuerdo a Lintingre [4], con algunas observaciones recientes se demuestra que en condiciones habituales de secado por atomización, este mecanismo no es responsable de la forma no esférica de los granos.

Así en el secador por atomización, la velocidad relativa del gas a la salida de la boquilla es tal que se obtienen gotas del diámetro requerido. Una vez formadas, las gotas se aceleran adicionalmente con la velocidad relativa del gas y por lo tanto el número de Weber disminuye con el tiempo. En el límite de números de Weber grandes, éstos corresponden a los tiempos iniciales del movimiento de las gotas, el tiempo necesario para la desintegración de la velocidad relativa puede estimarse escribiendo un equilibrio de las fuerzas por unidad de volumen ejercida sobre la gota como se muestra en la Ec. 2.1.

$$\frac{4}{3}\Delta\rho\pi R^3\frac{dU}{dt}\approx\rho_g\pi R^2\frac{U^2}{2}\quad (2.1)$$

- $\Delta\rho$ Es la diferencia de densidades entre la gota y el gas.
- R Es el radio de la gota.
- ρ_g Es la densidad del gas.
- U Es la velocidad del gas de secado.

El término izquierdo de la Ec. 2.1, corresponde a la aceleración de la masa de la gota suspendida mientras que el término de la derecha se refiere a la fuerza hidrodinámica ejercida sobre la gota.

Asumiendo que $\frac{dU}{dt} \approx \frac{U}{\rho_w}$, la estimación para el tiempo de descenso es la Ec. 2.2:

$$\tau_w \sim \frac{(8)(R)(\Delta\rho)}{(3)(\rho_g)(U)} \quad (2.2)$$

Una vez transcurrido ese tiempo, se espera que el flujo de gas no induzca ninguna otra inestabilidad de la forma siempre que la turbulencia del gas no resulte en una nueva velocidad relativa. Esa última hipótesis es sólida, ya que el proceso de atomización no se modifica por las fluctuaciones turbulentas de la velocidad en el líquido ni en el gas. Una estimación para el máximo valor de τ_w se obtiene para una velocidad igual a la velocidad de Weber U_w flexible, $\tau_w \approx 10$ milisegundos para una gota de agua en el aire.

Por lo tanto, las fuerzas creadas por la heterogeneidad del flujo de gas no pueden sostener durante un tiempo mayor de 10 ms en la gota. Después de ese tiempo, la gota recupera rápidamente su forma esférica. El tiempo necesario para este proceso está dado por el equilibrio de las fuerzas capilares y las fuerzas viscosas o inerciales dentro de la gota.

Los tiempos de relajación correspondientes son como se determina en la Ec. 2.3:

$$\tau_v = \frac{(\mu)(R)}{(y)} \quad (2.3)$$

Donde:

- μ = Es la viscosidad del líquido.
- R = Es el radio de la gota.

Así se tiene la Ec. 2.4

$$\tau_i = \left(\frac{(\rho)(R^3)}{y} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.4)$$

- R Es el radio de la gota.
- ρ Es la densidad del líquido.

Para gotas de agua de diámetros de hasta $100 \mu m$, τ_v es menor a 1, μs y τ_i son más pequeños que $100 \mu m$. Obviamente τ_v se incrementa con la viscosidad y puede ser más grande que τ_i . Pero, incluso para una viscosidad de cuatro órdenes de magnitud mayor que la del agua, el tiempo de relajación permanece inferior a $10 ms$. Se esperan valores mayores para gotitas de suspensiones que son más viscosas o que presentan un límite elástico mayor de aproximadamente $100 Pa$.

Sin embargo, está prohibida la atomización de tales suspensiones ya que la etapa de inyección requiere líquidos de baja viscosidad. Por lo tanto, bajo condiciones usuales de secado por pulverización, la deformación de gotitas inducida por el gradiente de presión de gas dura solamente por tiempos menores de 10 ms . Esta estimación está en buen acuerdo con los valores experimentales reportados en Lintingre [4], mostrando que $We = 1$ se alcanza en unos pocos milisegundos.

De igual manera Lintingre [4], considera la etapa de secado, una vez que se forma una gota en el secador por atomización, el solvente (generalmente agua) se evapora en el flujo de gas caliente. El paso limitante para el secado es el intercambio de calor entre las gotas y el gas circundante. La evaporación induce una temperatura en la punta de una fibra de vidrio. La masa de la gota puede ser monitoreada durante el proceso de secado conectando la fibra a un balance de masa, mientras que la morfología puede ser observada por una cámara de alta velocidad. Por supuesto, el contacto con la fibra induce la transferencia de calor además de la debida a un flujo de gas caliente. Alternativamente, las gotas pueden depositarse sobre una superficie plana hidrófoba y someterse a un flujo de gas caliente.

Se pueden observar gotas muy pequeñas (hasta $150\ \mu\text{m}$ de diámetro) y se han desarrollado sistemas de alto rendimiento para secar varias gotas simultáneamente. Sin embargo, debe tenerse en cuenta que la presencia de la superficie hidrófoba influye tanto en la temperatura del aire como en el patrón de flujo de gas caliente en la vecindad de la gota, reduciendo de este modo la velocidad de secado. También se han propuesto diferentes técnicas de levitación para estudiar el proceso de secado.

Lintingre [4], considera que la primera es la levitación acústica donde se aplica una onda sonora en una gota de $100\ \mu\text{m}$ a 2 cm de diámetro en una cámara cerrada mientras que el calentamiento se logra a través de rayos láser. Este montaje tiene la limitación de inducir la distorsión de la forma de la gota debido a la resistencia al aire o las fuerzas acústicas. Además, el campo acústico puede modificar el calor y la transferencia de masa en comparación con la convección de gas caliente. Por lo tanto, este sistema está lejos de imitar de manera realista las condiciones de secado por aspersión. El segundo método, es la levitación aerodinámica donde la gota se somete a un chorro de gas vertical para contrarrestar la gravedad. La estabilidad de la gota es una preocupación con este montaje ya que el flujo de gas debe adaptarse al cambio en la masa de las gotas durante el proceso de evaporación. Además, a medida que la gota se solidifica y potencialmente se desvía de la esfericidad, la estabilidad en la corriente de gas puede ser difícil de mantener.

Además Lintingre [4], menciona que recientemente se ha sugerido un método sencillo para observar un único secado de gotas, que se basa en el efecto Leidenfrost: una gota de líquido depositada sobre una superficie suficientemente caliente flota sobre una fina capa de su propio vapor. Siempre que el radio de la gota sea más pequeño que la longitud capilar, la tensión superficial domina sobre la gravedad y se obtienen gotas esféricas con evaporación que ocurre en toda la superficie y no por intercambio con la capa de vapor. En particular en la Figura 2.3, se observan las mismas morfologías que fueron obtenidas en la atomización. Esta configuración se aplicó para estudiar el mecanismo de secado de suspensiones coloidales con

una excelente correlación entre Leidenfrost y los resultados del secado por atomización.

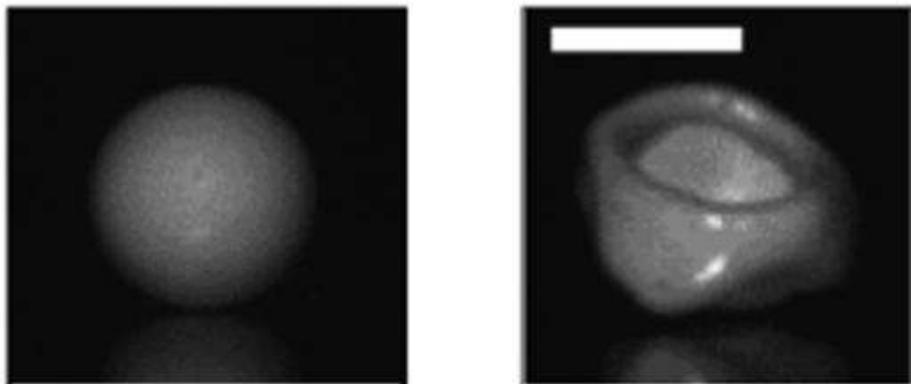


Figura 2.3: Ejemplos de granos obtenidos después del secado de una gota de una suspensión de nanopartículas utilizando el efecto Leidenfrost (la barra de escala representa 1mm) (Tomado de *Lintingre, 2016*).

Asumiendo que la diferencia de temperatura ΔT entre la temperatura de ebullición del solvente y el gas está confinada dentro de una capa de espesor δ , el balance se escribe en la Ec. 2.5:

$$\Delta H \rho_{liq} \frac{\partial \left(\frac{4\pi}{3} R^3 \right)}{\partial t} = \lambda_{gas} \frac{4\pi R^2 \Delta T}{\delta} \quad (2.5)$$

Donde:

- ΔH Es el calor latente de vaporización.
- λ Es la conductividad térmica del gas.
- ρ Es la densidad del líquido
- ΔT Es la diferencia de temperaturas entre el soluto activo y el gas de secado.
- R Es el radio de la gota.
- δ Depende de la velocidad de la gota en el gas de secado

Debido a que el tiempo de secado es un factor que impacta directamente en la forma final de la gota, este factor se estimó mediante la Ec. 2.6:

$$\tau_{dry_{flux}} \cong \frac{\Delta H \rho_{liq}}{\lambda_{gas} \Delta T} R \delta \quad (2.6)$$

El otro mecanismo que es probable que limite el secado es la difusión de moléculas de disolvente en el aire. En ese caso, el tiempo de secado se escribe como la Ec. 2.7:

$$\tau_{dry_{diff}} \cong \frac{\rho_{liq}}{D_{gas}} c_{sat} R \delta \quad (2.7)$$

Donde D_{gas} y c_{sat} son respectivamente el coeficiente de difusión y la concentración de saturación del disolvente en el gas. Como la gotita contiene partículas coloidales, se espera que la concentración de saturación del disolvente dependa de su presión osmótica. Sin embargo, este efecto es insignificante en las condiciones habituales.

En todos los casos según Lintingre [4] utilizaron atomizadores o nebulizadores a escala reducida que permitían controlar algunas de las variables relacionadas con el proceso de secado por atomización permitiendo obtener, en algunos casos, correlaciones generales entre las variables del proceso y las propiedades finales de los gránulos. Sin embargo, en los equipos empleados no es posible controlar totalmente los parámetros del proceso de secado.

Para Lintingre [4], los fenómenos de transferencia de materia y energía se complican debido a variaciones en el sistema global de secado. Por una parte, la transferencia de calor depende de las diferencias de temperaturas cuya distribución en los gases de secado es difícil de predecir. Además, si la distribución de tamaños de gotas es amplia la velocidad de secado varía de unas gotas a otras de forma que las más pequeñas se secan más rápidamente que el resto. Estas variaciones de los valores locales de temperatura, diámetro de gota, etc., dentro del chorro, dificultan el análisis de los resultados. Finalmente, los fenómenos físicos involucrados en estos procesos son de una gran complejidad y, por lo tanto, es necesario realizar un análisis más detallado.

Debido a esto resulta de mayor interés centrar el estudio en el secado de gotas individuales que pueden ser aisladas, de forma que puede analizarse de forma más precisa el efecto que una determinada variable ejerce en el proceso de secado sin verse afectado por posibles interacciones.

Mondragón [2], efectuó una investigación de equipos y técnicas de secado de gotas individuales. Para estudiar el proceso de secado de gotas individuales y su cinética es necesario disponer de un sistema que permita suspender una única gota sometida a una corriente de aire caliente, y poder registrar la evolución de su forma, tamaño y masa. Los primeros estudios realizados con gotas individuales se llevaron a cabo utilizando la técnica del filamento se observa en la Figura 2.4. En esta técnica, la gota a secar es suspendida en el extremo de un filamento de vidrio. La evolución de la morfología de la gota se registra mediante técnicas de visualización, mientras que la evolución de la masa de la gota se registra a partir de la desviación que sufre el filamento.

A medida de la gota se seca como se observa en la Figura 2.4. En la técnica del filamento y su masa disminuye, la posición del filamento que la sostiene varía con respecto de su posición inicial. Esta desviación es directamente proporcional a la masa de la gota y su relación se obtiene mediante una calibración previa.

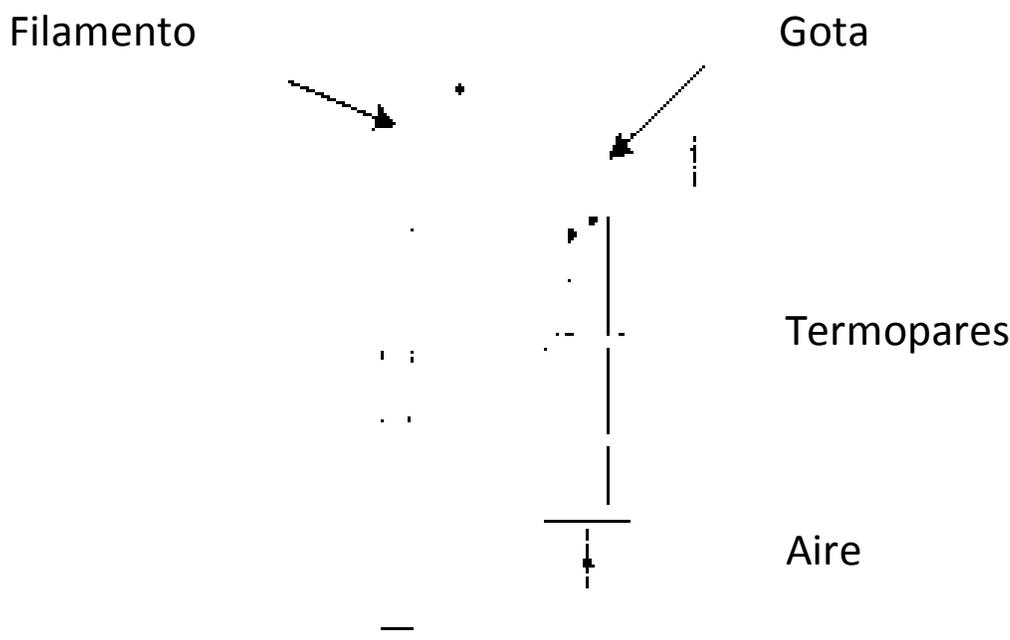


Figura 2.4: Técnica del filamento (Tomada de *Mondragon, 2013*).

La principal desventaja que presenta esta técnica es que la gota no se encuentra totalmente aislada, sino que está en contacto directo con el filamento. En el punto de unión de la gota con el filamento, la evaporación se ve afectada por la presencia de éste.

Cabe mencionar que para Mondragón [2], el uso de levitadores (acústicos, ópticos, electrodinámicos y aerodinámicos) ha mostrado algunas ventajas con respecto de los métodos convencionales de suspensión de gotas debido a la ausencia de contacto mecánico con la gota. De todos ellos, los levitadores acústicos (o de ultrasonidos) presentan una complejidad experimental baja y permiten trabajar con prácticamente cualquier tipo de líquido en un rango amplio de diámetros de gotas (desde 0.1mm hasta varios milímetros). Tiene la ventaja de que la muestra no requiere de ninguna propiedad física especial (carga eléctrica o índice de refracción determinados) y además, proporciona una posición estable de la gota. Como se puede observar en la Figura 2.5, el levitador acústico consta de un transductor piezoeléctrico y un resonador cóncavo situado de forma que entre ellos se genera un campo acústico. Este campo da lugar a una serie de nodos de alta y baja presión de forma que cuando una gota es introducida dentro del campo acústico, ésta permanece estable en una posición correspondiente a un nodo de baja presión, debido al balance entre la fuerza gravitatoria y la fuerza de presión del nodo. Esta técnica permite registrar, mediante técnicas de visualización, la evolución de la morfología de la gota, su volumen y su posición. Estos datos permiten obtener la evolución de la humedad de la gota con el tiempo.

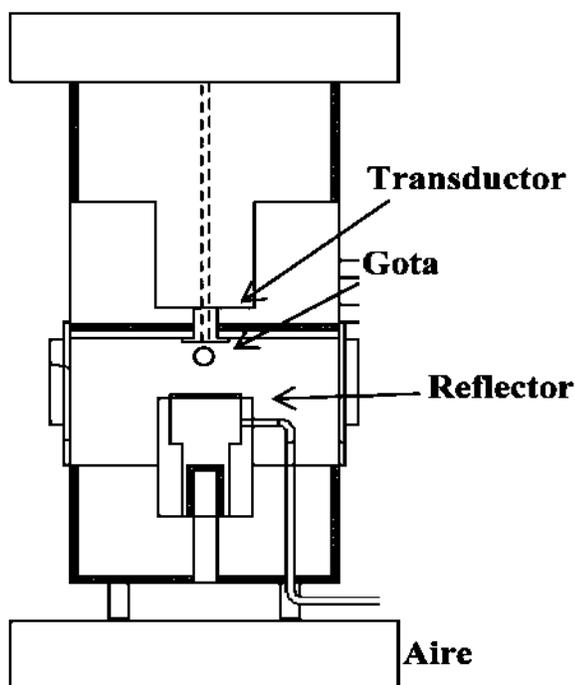


Figura 2.5: Levitador acústico (Tomada de *Mondragon, 2013*).

Por otra parte Le Moyne [19], para medir el tamaño de las nanopartículas se usan dos equipos principalmente, los cuales son el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) y el Granulómetro Malvern, básicamente estos equipos permiten llevar a cabo la caracterización de las micropartículas de sílice. Le Moyne [19], realiza una metodología experimental para el estudio de secado de gotas individuales.

De igual manera Cubillos et. al. [20], mencionan que el secado por aspersión es usado para obtener productos secos a partir de líquidos con sólidos disueltos o en suspensión. Así las técnicas de secado de gotas individuales se pueden dividir de acuerdo al tipo de material a secar, el mecanismo para sostener la gota y las condiciones de equilibrio o movimiento de la gota.

Los mecanismos de sostenimiento de la gota son de dos tipos:

- Levitación (puede ser invasivo o no invasivo)
- Caída libre

La suspensión de una gota mediante un filamento de vidrio es una técnica muy utilizada por su simplicidad, bajo costo y debido a que de esta forma se pueden monitorear fácilmente los cambios de masa, diámetro y temperatura de una gota durante su secado.

2.1. Proceso de secado

Para llevar a cabo el proceso de secado, se estudiaron los siguientes apartados, con la finalidad de tener indicios de la morfología de las gotas formadas por la atomización.

2.1.1. Variación de la humedad de la gota

Debido al elevado número de variables que influyen en la cinética de secado y en las propiedades del producto final se pueden obtener materiales granulados de características muy diferentes en función de las condiciones experimentales bajo las cuales se lleve a cabo el proceso de secado [5]. Es por esto que resulta de gran interés el hecho de poder controlar, cuantificar y modelar la influencia que ejerce cada variable en la cinética de secado y en las propiedades finales del gránulo, y así producir materiales de características óptimas para cada aplicación en cuestión.

De las etapas presentes en el proceso de secado por atomización, es durante la **evaporación** cuando tienen lugar todas las transformaciones físico-estructurales que confieren al gránulo la microestructura y geometría final y por lo tanto determina sus propiedades físicas. Es por esto que el estudio de dicha etapa resulta de gran interés con el fin de poder controlar y predecir las características del material resultante [5].

Cuando una gota con gran cantidad de líquido entra en contacto con el aire caliente, ésta experimenta un proceso de secado que puede dividirse en varias etapas [2,21–24], tal y como se muestra en la Figura 2.6.

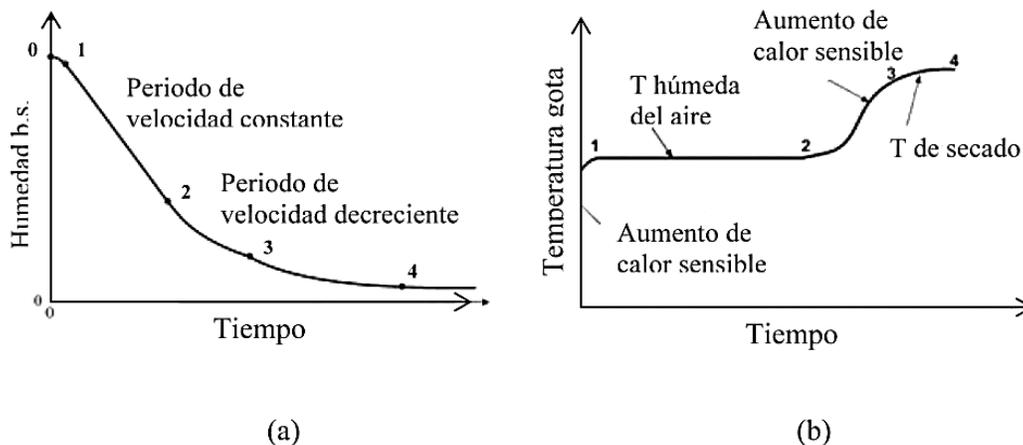


Figura 2.6: (a) Variación de la humedad con el tiempo. (b) Evolución de la temperatura de la gota durante el secado (tomado de *Mondragón, 2013*).

Inicialmente, la gota experimenta un aumento de calor sensible hasta la temperatura húmeda correspondiente a la temperatura del aire de secado (tramo 0-1). En ese instante

se inicia el primer periodo de secado o periodo de velocidad de secado constante (tramo 1-2).

En esta etapa, el líquido se desplaza desde el interior de la gota lo suficientemente rápido como para mantener la superficie de la gota saturada de humedad. Como consecuencia, la evaporación de líquido se produce en la superficie y la tasa de evaporación iguala a la de una gota formada por líquido puro. En esta etapa se produce la contracción de la gota, cuyo diámetro al cuadrado varía de forma lineal con el tiempo (Ley del d^2).

Durante este periodo, la velocidad de secado permanece constante y su valor es el máximo alcanzado en todo el proceso. Si las condiciones ambientales de secado no varían, la temperatura de la gota permanece igual a la temperatura húmeda del aire en todo el intervalo de tiempo. En un determinado momento se alcanza la humedad crítica (punto 3) en la que la migración del líquido ya no es capaz de mantener la superficie saturada. La concentración de líquido en la superficie de la gota se reduce a un valor mínimo y se inicia un segundo periodo de secado o periodo de velocidad de secado decreciente (tramo 3-5) [2].

En él, las partículas primarias forman una costra de aglomerados sumergida en el líquido. En el secado posterior, la costra aflora a la superficie de la gota y se transforma en una costra seca, determinando el diámetro final del gránulo húmedo que se deja de contraer. La gota puede considerarse como un gránulo húmedo de diámetro constante formado por dos zonas: la costra sólida de estructura porosa y el núcleo húmedo formado por líquido y sólido. La costra formada genera una resistencia adicional a la evaporación del líquido, que depende de la capacidad de difusión de los fluidos [2].

A medida que transcurre el proceso y el espesor de la costra aumenta, disminuye la velocidad de secado. Al formarse la costra y dejar la superficie de estar saturada de humedad, la temperatura del gránulo dejara de ser igual a la temperatura húmeda del aire y aumentara progresivamente hasta alcanzar la temperatura de secado. Dependiendo del material a secar, este periodo puede dividirse a su vez en sub-períodos (tramos 2-3 y 3-4).

El proceso de secado continua hasta que el gránulo tiene el contenido de humedad final deseado. Si el tiempo de secado es suficientemente largo, esta humedad final será igual a la mínima humedad posible, que es igual al contenido de humedad de equilibrio con el aire de secado.

2.1.2. Número de Peclet

La formación de gránulos huecos con poro central o gránulos compactos depende de que las partículas tengan la capacidad y el tiempo necesario para reordenarse.

La medida cuantitativa de la capacidad de secado viene dada por el número de Peclet, Pe , el cual representa la importancia relativa del tiempo necesario para que las partículas se

reordenen (r_g^2/D_s) con respecto del tiempo de secado (t_f) (Ec. 2.8):

$$Pe = \frac{r_g^2}{t_f \cdot D_s} \quad (2.8)$$

Donde:

- r_g es el radio de la gota.
- t_f es el tiempo de secado de la gota.
- D_s es la difusividad de las partículas en el interior de la gota y se calculan a partir de la ecuación de Stokes – Einstein (Ec. 2.9).

$$D_s = \frac{k_B \cdot T_g}{6 \cdot \pi \cdot \eta \cdot r_p} \quad (2.9)$$

Donde:

- k_B es la constante de Boltzmann
- T_g es la temperatura de la gota
- η es la viscosidad de la suspensión
- r_p es el radio de las partículas.

Características:

- I. Si el número de Peclet es superior a 1, $Pe \gg 1$, significa que el secado es mucho más rápido que la velocidad de difusión de las partículas hacia el centro de la gota y como consecuencia, el colapso de las partículas en la superficie se producirá antes, a una humedad crítica superior, dando lugar a la formación de gránulos huecos con costra, ver Figura 2.7 a).
- II. Por el contrario, si el número de Peclet es inferior a 1, $Pe \ll 1$, el proceso de secado se considera lento. En este caso, las partículas tienen tiempo suficiente para difundirse hacia el interior de la gota, de forma que cuando el material sólido colapsa y se inicia el segundo periodo de secado, las partículas forman una estructura sólida compacta sin presencia de poro central como se observa en la Figura 2.7 b).

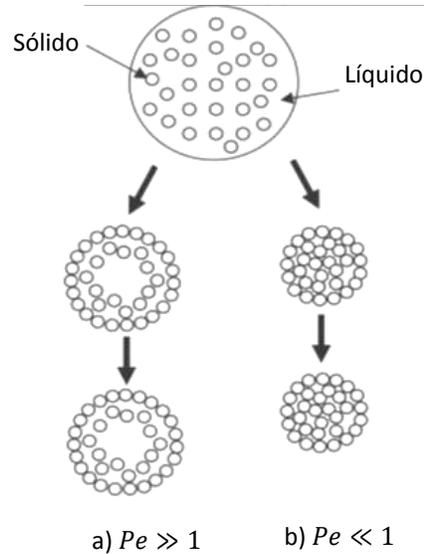


Figura 2.7: Formación de gránulos: (a) huecos y (b) compactos durante el proceso de secado (tomada de Mondragón, 2013).

2.1.3. Modelado de curvas de secado

Los modelos de cinética para el secado de gotas pueden clasificarse en diferentes categorías. Generalmente existen tres tipos de aproximaciones para la formulación de los modelos [2]:

1. Modelos que emplean simultáneamente las ecuaciones diferenciales de conservación de materia y energía haciendo uso de las ecuaciones y coeficientes de difusión.
2. Modelos basados en una aproximación semiempírica que utiliza el concepto de curva de secado característica (CDC). Esta curva característica tiene en cuenta los diferentes periodos de secado (periodo de velocidad de secado constante y decreciente).
3. Modelos basados en una aproximación a la ingeniería de la reacción, REA, (Reaction Engineering Approach).

2.1.4. Modelos de difusión

El modelo de difusión ha sido ampliamente utilizado para predecir la velocidad de secado.

Ecuación de Difusión 2.10:

$$\begin{aligned} \frac{\partial c_{M,i}}{\partial t} &= \nabla \cdot (D_{i,j} \nabla c_{M,i}) \\ &= \frac{D_{i,j}}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 \frac{\partial c_{M,i}}{\partial r} \right) \end{aligned} \quad (2.10)$$

Donde:

- $c_{M,i}$ es la concentración másica del componente i
- D_{ij} es la difusividad del componente i en el componente j
- r es el radio de la gota.

2.1.5. Técnicas de medición específicas para la atomización

Actualmente existen equipos para medir las características que conciernen tanto al tamaño como a la morfología de las nanopartículas. Algunos equipos empleados para esto son [19]:

- Microscopio Electrónico de Barrido
- Granulómetro Malvern

En cuanto a las técnicas para observar el fenómeno de la atomización durante la transición de una fase continua a una fase dispersa se encuentran [19]:

- Ombroscopia
- Velocimetría por imagen de partículas interferométricas.

Algunas restricciones que presentan estas técnicas es que para altos números de Reynolds y Weber el área de interés disminuye impidiendo que el equipo de iluminación y de visualización pueda capturar imágenes satisfactorias para su análisis.

2.1.6. Número de Weber

El número de Weber (We) es un número adimensional utilizado para el análisis de flujos en donde existe una superficie entre dos fluidos diferentes. Es una medida de la importancia relativa de la inercia del fluido comparada con su tensión superficial [19]. Este número es útil en analizar flujos multifásicos en superficies curvadas, flujos de capas finas y en la formación de gotas y burbujas (Ec. 2.11).

$$We = \frac{\rho \cdot v^2 \cdot l}{\sigma} \quad (2.11)$$

En donde:

- ρ es la densidad del fluido.
- v es la velocidad del fluido.
- l es una longitud característica, generalmente es el diámetro de la gota.
- σ es la tensión superficial.

2.2 Características del proceso de secado por atomización por el método del filamento 23

El número de Weber es un parámetro importante debido a las fuerzas de tensión que actúan en la superficie del líquido [19]. La tensión superficial del líquido en la superficie de una gota es lo que mantiene la forma de la misma.

- Si el número Weber es demasiado grande, las fuerzas inerciales superan a las fuerzas de tensión superficial, hasta el punto en que la gota se desintegra en gotas aún más pequeñas [19].
- A números de Weber pequeños el líquido experimenta separación subcrítica, en la cual la tensión superficial jala la delgada capa líquida hacia una sola columna que después se separa para formar gotas relativamente grandes [19].

Por lo tanto, el criterio del número de Weber puede ser útil al pronosticar el tamaño esperado de la gota en la atomización de un líquido.

2.2. Características del proceso de secado por atomización por el método del filamento

El filamento de vidrio se puede fabricar con pequeños diámetros (alrededor de 30 a $70\mu\text{m}$), de forma que la parte del filamento que se inserta es alrededor del 0.2% del total del volumen de la gota. De ahí que es posible restringir la conducción de calor del filamento a la gota para que no exceda el 1% del total de la energía transferida.

Las desventajas según Cubillos et. al. [20], de este método son la restricción que tiene la gota para la libre rotación y la necesidad de usar gotas más gruesas (entre 0.6 y 2mm de diámetro) en comparación con las gotas obtenidas en el secador por aspersión (aprox. $100\mu\text{m}$).

En el diagrama esquemático del secador de la Figura 2.8, se muestra como el aire secuencialmente se comprime, filtra, deshumidifica y calienta.

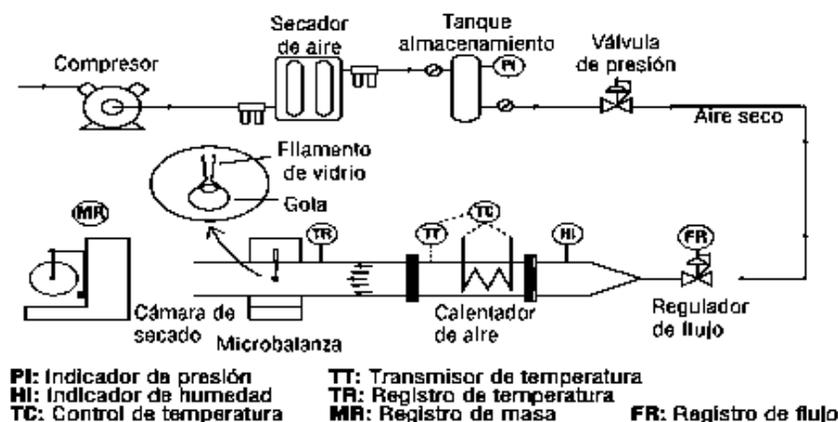


Figura 2.8: Diagrama esquemático del secado de una gota (Técnica del Filamento) (Tomada de Cubillos, 2016).

2.2 Características del proceso de secado por atomización por el método del filament~~24~~

Un controlador de flujo permite regular la velocidad entre 1 y 3 m/s con una precisión de $\pm 0.8\%$ de la medición. La cámara de secado tiene un diámetro de 45 mm y longitud de 200 mm ; en su entrada se instala una malla para garantizar el flujo laminar. La gota se genera por medio de una microjeringa con volumen máximo de $3\text{ }\mu\text{l}$, que también se usa para transferirla al filamento de vidrio.

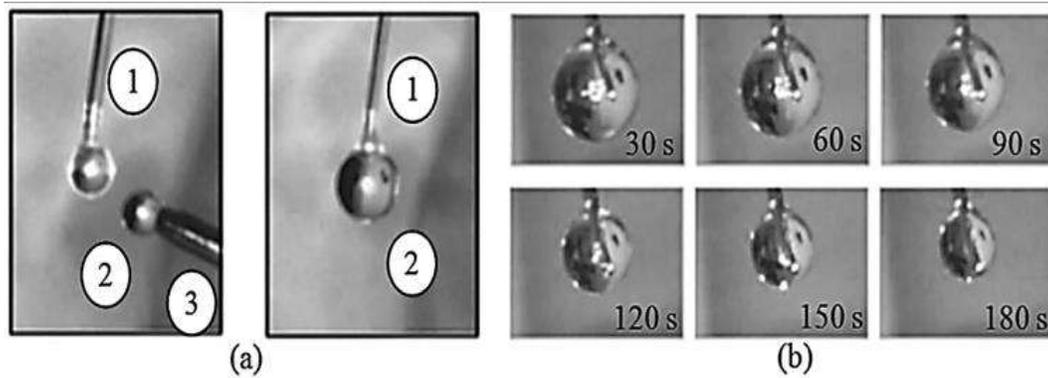


Figura 2.9: (a). Transferencia de gota de agua (2) en el filamento de vidrio (1) con la microjeringa (3). (b). Medición de temperatura donde la militermocupla sostiene la gota de $3\text{ }\mu\text{l}$, durante el secado con velocidad de aire 0.75 m/s y temperatura 368 K . Se muestra en cada foto el tiempo correspondiente de secado en segundos (Tomada de *Cubillos, 2016*).

3

Capítulo

Metodología

En este capítulo se muestra la metodología empleada en este trabajo experimental. Primeramente se empleo el equipo Nano Spray Dryer B-90 para producir micropartículas de sílice a partir de una suspensión de klebosol 30R50 en una concentración de sílice del 30 % en masa. Al introducir al equipo Nano Spray Dryer B-90 esta suspensión pasa por una bomba peristáltica que envía un flujo de la solución hacia la boquilla atomizadora, la cual tiene una abertura de 4 micrómetros. Después la suspensión entra en contacto con una corriente de aire caliente cuya temperatura de entrada oscila de $100^{\circ}C$ a $40^{\circ}C$ y la temperatura de salida oscila de los $40^{\circ}C$ a los $25^{\circ}C$. Por último el polvo obtenido durante el secado fue recolectado manualmente para su posterior análisis como se presenta en el trabajo, posteriormente se muestra un análisis de la morfología realizado con ayuda del Microscopio Electrónico de Barrido TM 3000, el cual permitió observar claramente la forma que presentaron las micropartículas de sílice durante cada secado realizado. Finalmente se realizó el análisis de medición de tamaño a las micropartículas mediante el empleo del Granulómetro Malvern MS 2000, el cual entregó la distribución de tamaño de las micropartículas en cada secado que se realizó.

A continuación se da la descripción y características de los equipos utilizados.

3.1. Suspensión de micropartículas de sílice

La suspensión de sílice con la cual se trabajó tiene las siguientes características:

- Suspensión Klebosol 30R50, elaborada por la empresa AZ Electronic Materials (Francia).
- Esta suspensión contiene nanopartículas de sílice con un tamaño inicial de 100 nanómetros.
- Concentración inicial en sólido: 30 % en masa.

La suspensión se utilizó en la concentración provista por el proveedor (30 % en masa), primeramente se colocó en un vaso de precipitados la cantidad de 15 mililitros de suspensión klebosol 30R50 medidos con una pipeta. Esta cantidad fue calculada mediante el uso de las ecuaciones del Anexo D, obteniendo la cantidad de 5 gramos de micropartículas de sílice para poder realizar posteriormente las caracterizaciones correspondientes.

3.2. Secador Nano Spray Dryer B-90

Se utilizó el equipo “Nano Spray Dryer B-90” usado para producir micropartículas [25] como se observa en la Figura 3.1.

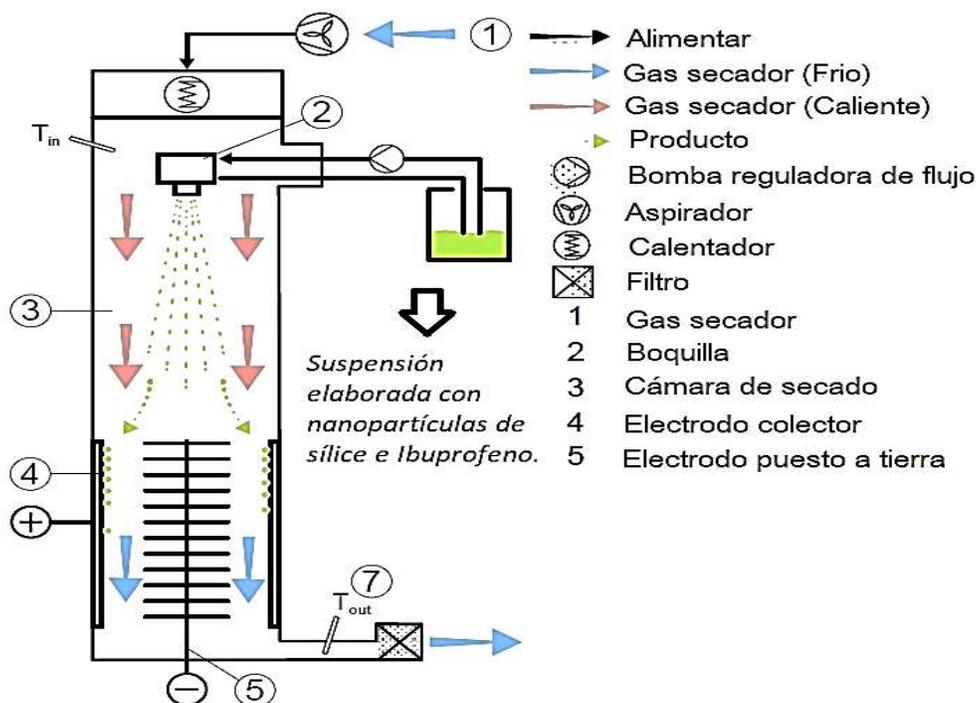


Figura 3.1: Nano Spray Dryer B-90 (Tomada de Harsha, 2015).

El secador Nano Spray B-90 es un secador de pulverización a escala de laboratorio. La construcción de vidrio modular permite la visualización del proceso y puede ser fácilmente limpiado y montado por un solo operador. En una sola etapa del proceso, incluso las partículas más pequeñas pueden ser producidas cómodamente.

El método de secado por atomización se basa en la siguiente metodología [25]:

1. **Preparación de la muestra.-** En esta parte se coloca dentro de un Matraz Erlenmeyer los componentes esenciales para llevar a cabo el proceso de secado, estos elementos son:
 - Suspensión (sílice en agua)
 - Solvente inorgánico (Agua)
2. **Atomización y secado de las gotitas dentro de la cámara de secado.-** Se introduce en el secador el gas secador (frío) y el equipo lo calienta mediante una resistencia eléctrica, después se ingresa la suspensión preparada anteriormente dentro de la cámara de secado con la ayuda de una bomba peristáltica que regula el flujo y se pulveriza el flujo con la boquilla del equipo.
3. **Captura de las partículas producidas por el electrodo colector.-** Después se capturan las micropartículas de sílice formadas mediante un electrodo colector.

4. **Recuperación del polvo.**- Último paso, se recupera el polvo producido y se deposita en frascos marcados con las condiciones de cada secado para ser analizados. En la Figura 3.2 se muestra el equipo con el cual se trabajó para la obtención del polvo de las micropartículas de sílice.

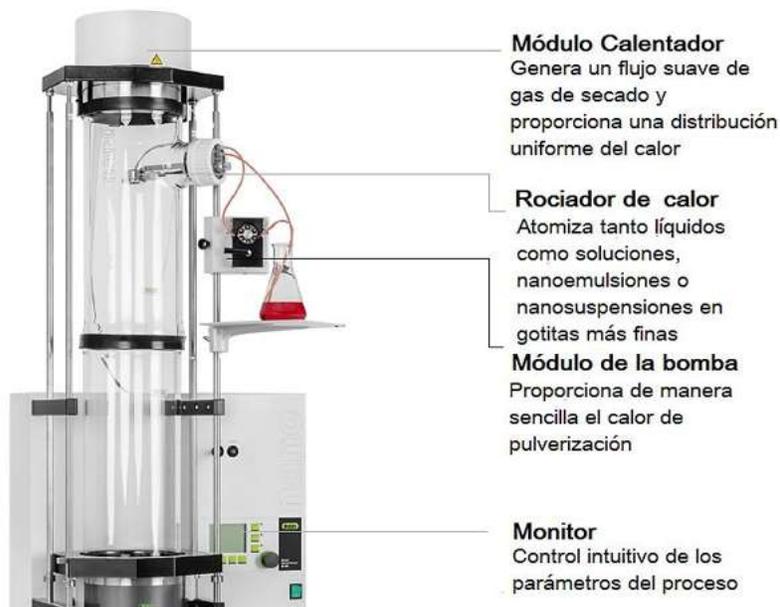


Figura 3.2: Nano Nano Spray Dryer B-90 (Configuración pequeña) (Tomada de *Harsha*, 2015).

3.3. Atomizador Nano Spray Dryer B-90 (Buchi)

Para el funcionamiento general del atomizador Buchi B-90, primeramente el flujo de gas de secado llega a la parte superior del atomizador, donde es calentado por un sistema de calefacción. Luego éste pasa a través del cabezal de atomización (montado en posición vertical). Al mismo tiempo en forma paralela, una bomba peristáltica hace que el fluido se seque en la cabeza de atomización y posteriormente microgotas de la suspensión de sílice se inyectan en la cámara de secado a través de la boquilla de inyección y se secan por el flujo de gas en el que están atrapadas. El cabezal de atomización es un actuador piezoeléctrico acoplado con una membrana de acero vibrante de frecuencia ultrasónica delgada y cuyos orificios varían de acuerdo con la cápsula elegida. Estas vibraciones permiten que la membrana expulse rápidamente las gotitas de la suspensión. En la salida de la cámara de secado, se genera un campo eléctrico por alto voltaje entre el electrodo de recolección y el electrodo de tierra. Este campo eléctrico de alta intensidad induce la repulsión de partículas en el electrodo de tierra y una atracción en el electrodo de recolección como se muestra en la Figura 3.3.



Figura 3.3: Secador Nano Nano Spray Dryer B-90 (Configuración alta) (Tomada de López, 2010).

Por tanto, las partículas atomizadas se depositan después del secado en el cilindro de recogida. Una vez que la cantidad de partículas depositadas es suficiente, la bomba, el calentamiento y la atomización se detienen para recoger el producto final. La recuperación de partículas se realiza bajo una campana simplemente por medio de una espátula. La cápsula atomizadora debe limpiarse después de cada manipulación para evitar la obstrucción como se observa en la Figura 3.4.

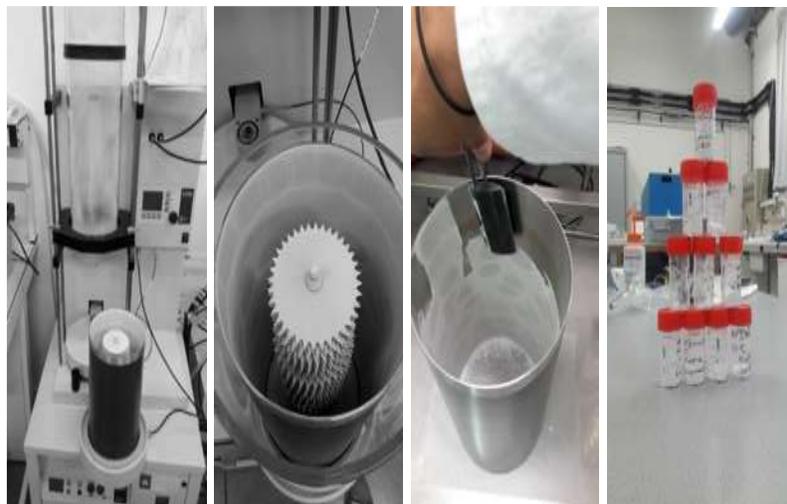


Figura 3.4: Recolección de las micropartículas de sílice.

El proceso de recolección de las micropartículas obtenidas durante cada secado se lleva a cabo mediante un proceso sencillo. Primeramente es necesario desmontar la parte inferior

del equipo Nano Nano Spray Dryer B-90 conocida como “colector” para tener acceso a las micropartículas contenidas dentro de él, una vez hecho esto se emplea el uso de una espátula de goma con la cual se desprenden cuidadosamente las micropartículas que se encuentran adheridas en las paredes del colector con la finalidad de acumularlas dentro de pequeños recipientes marcados con los datos de las condiciones de cada secado para su posterior análisis.

3.4. Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) de mesa Hitachi TM3000

El microscopio electrónico de barrido Hitachi TM3000, sirve para el análisis de la morfología de las micropartículas. Particularmente para nuestro estudio las micropartículas de sílice, para llevar a cabo la caracterización de las micropartículas se empleó la siguiente metodología:

- a) Primero es necesario colocar el equipo de seguridad indispensable para manipular las muestras sin contaminarlas.
- b) Se procede a presionar el botón “Vacum” con la finalidad de liberar el vacío dentro de la bandeja de análisis del equipo y así poder abrirla. Como se muestra en la Figura 3.5.



Figura 3.5: Inicializar el Microscopio Hitachi TM3000.

- c) Se coloca una pequeña cantidad de la muestra que se desea analizar en un portaobjetos y posteriormente se coloca este dentro de la cámara de análisis del equipo y se cierra la bandeja como se observa en la Figura 3.6.



Figura 3.6: Colocando la cantidad de muestra deseada para analizar.

- d) Se presiona nuevamente el botón de “Vacum” para que el equipo realice vacío en la muestra y desde el ordenador se presiona el botón de “start” para poder visualizar la imagen que estará generando el microscopio, observar la Figura 3.7.

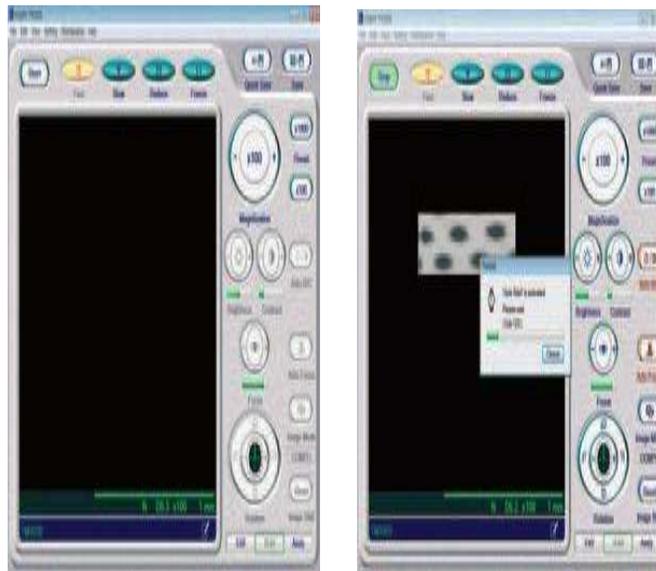


Figura 3.7: Análisis visto desde el ordenador para la muestra que se encuentra en el equipo.

- e) Se hace un recorrido general por todo el espacio de análisis de la muestra con la finalidad de buscar el enfoque deseado para el estudio, como se observa en la Figura 3.8.

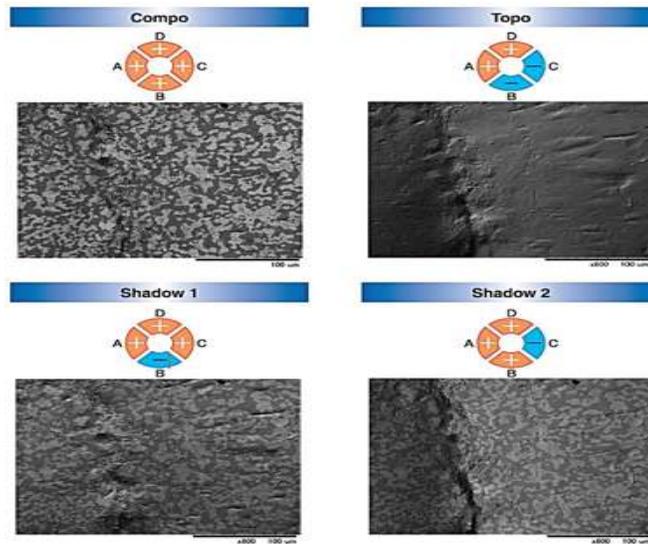


Figura 3.8: Recorrido general de la muestra para encontrar el enfoque deseado.

f) Por último se capturan las imágenes de las zonas deseadas para nuestro análisis (Figura 3.9).

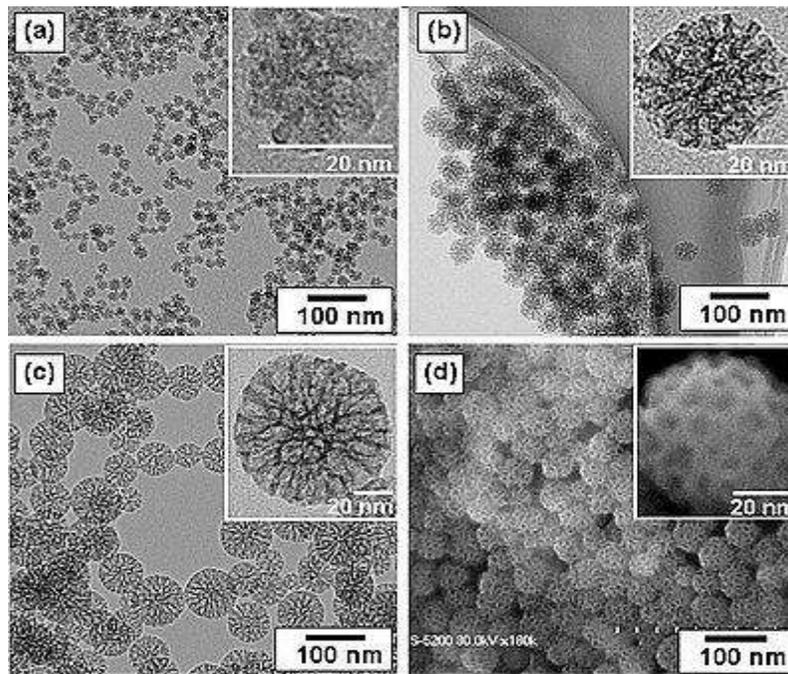


Figura 3.9: Las imágenes a), b), y c) son de sílice mesoporosa preparada con diámetros de: a) 20nm, b) 45nm, y c) 80nm. SEM d) imagen de (b). Los recuadros son aumentos de partículas de sílice mesoporosa.

3.5. Granulómetro Malvern Mastersizer 2000

Este equipo sirve principalmente para poder medir el tamaño de las micropartículas. Es necesario hacer uso de este equipo siguiendo la siguiente secuencia de pasos para obtener la medición deseada:

1. Se corre el programa Mastersizer 2000 en el ordenador, con el cual se controlara el funcionamiento del equipo y también los parámetros deseados.
2. Se introduce en el programa las características de la muestra (material, solvente, temperatura de medida) para tener un mejor control de la medición.
3. Se abre la bandeja para las muestras y se deposita una cantidad aproximada de entre 50 y 100 gramos de las micropartículas obtenidas del proceso de secado.



Figura 3.10: Instalación de la muestra de las micropartículas en el granulómetro Malvern Mastersizer 2000.

4. Se cierra la bandeja y en el ordenador se inicia la primera lectura del análisis de la muestra.



Figura 3.11: Muestra el proceso de granulómetro Malvern Mastersizer 2000 y el en ordenador se muestra la distribución de tamaños de la muestra.

5. Es necesario realizar de 3 a 5 veces el análisis de la misma muestra con la finalidad de poder corroborar que los resultados sean muy parecidos entre sí.

Se obtiene la distribución de tamaño de partículas en volumen y también los parámetros (tamaño medio, modos de la distribución). Para comparar el resultado con otros equipos que funcionan con diferentes principios, las distribuciones se pueden convertir en número y en superficie de partículas.

3.6. Equipos de protección individual para realizar experimentos con micropartículas de sílice

La nanotecnología es el estudio, diseño, creación y manipulación de materiales a un nivel molecular. Esta nueva tecnología permite la creación de materiales de tamaños que oscilan entre 1 y 100 nanómetros (1 nanómetro es 1 mil millonésima parte de un metro). Las partículas creadas a nivel de nanoescala tienen diferentes propiedades físicas y químicas que las partículas más grandes tomadas del mismo material [26].

La exposición a nanopartículas ha aumentado en los últimos años de forma significativa debido a su utilización en muchos sectores industriales y en el ámbito doméstico. Se prevé que el empleo en la industria de la nanotecnología aumente hasta alcanzar los 10 millones de puestos de trabajo en el mundo [27].

Para los trabajadores, los científicos trabajar con nanopartículas puede ser peligroso, hay que tener los equipos de protección individual. Hay diferentes tipos de nanopartículas que se producen o usan en varios procesos industriales. Por ejemplo:

- Suspensión: no hay un riesgo importante;

- Polvo: trabajar con una mascarara (tipo FFP3) para protegerse de respirar nanoparticulas (ver Figura 3.12).



Figura 3.12: Trabajador que labora en la producción de nanopartículas viste un equipo de protección dérmico, respiratorio y auditivo y un aparato de muestreo personal de aire durante una operación de vertimiento.

En el anexo A se muestra la ficha internacional de seguridad química de sílice ICSC: 0808.

4

Capítulo

Análisis de Resultados

En este cuarto capítulo primeramente se muestran los resultados obtenidos del proceso de la calibración de la bomba peristáltica del equipo Nano Spray Dryer B-90, posteriormente se muestran las gráficas que permiten observar el comportamiento de las diferentes velocidades de la bomba durante el proceso de secado por atomización. Finalmente se muestra el efecto que tuvieron los parámetros estudiados del proceso de secado en las micropartículas de sílice.

4.1. Estudio preliminar: calibración de la bomba

Un estudio adicional realizado fue sobre los *flujos de trabajo de la bomba peristáltica*, la cual permitió conocer la velocidad de funcionamiento adecuado de la bomba, para llevar a cabo el proceso de atomización de la suspensión de sílice. Para obtener la medición del flujo aspirado y del flujo pulverizado en la bomba peristáltica que opera en el secador *Nano Spray Dryer B-90* se tomaron diversas lecturas a diferentes tiempos. Con la finalidad de registrar la cantidad de líquido que se aspira y la que se pulveriza. Para ello se necesitaron 2 balanzas digitales de gran precisión para que midieran estos valores mientras la bomba se encontraba en pleno funcionamiento. Posteriormente se elaboraron varias gráficas que permitieron observar el comportamiento de estos flujos en los diferentes niveles de velocidad en los que funciona la bomba peristáltica del equipo. Esa calibración se hizo con agua, y no con la suspensión atomizada después.

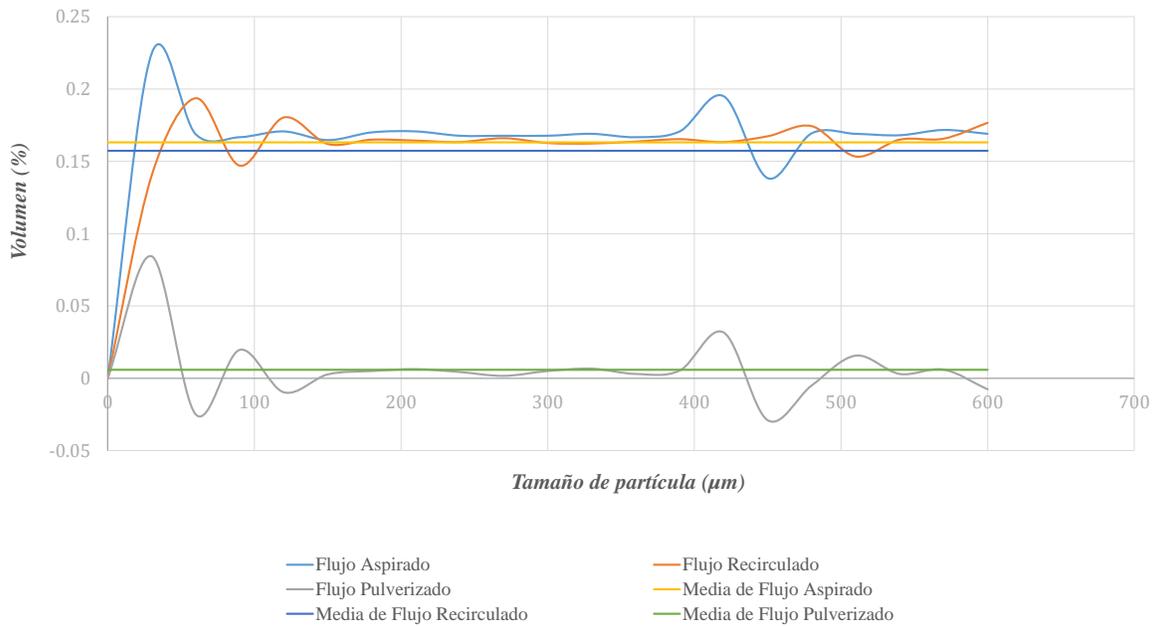


Figura 4.1: Atomización al 100 % (bomba con velocidad 1).

En la Figura 4.1 se muestran los diferentes comportamientos de los flujos para la velocidad 1 de la bomba con porcentaje de atomización del 100 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo recirculado muestra comportamientos más abruptos en el inicio y manteniéndose estables por un lapso de tiempo. Para el flujo pulverizado se muestra un comportamiento normal, ya que el flujo que se pulveriza siempre será menor que los flujos de aspiración y de recirculación, esto debido a las características propias de la bomba.

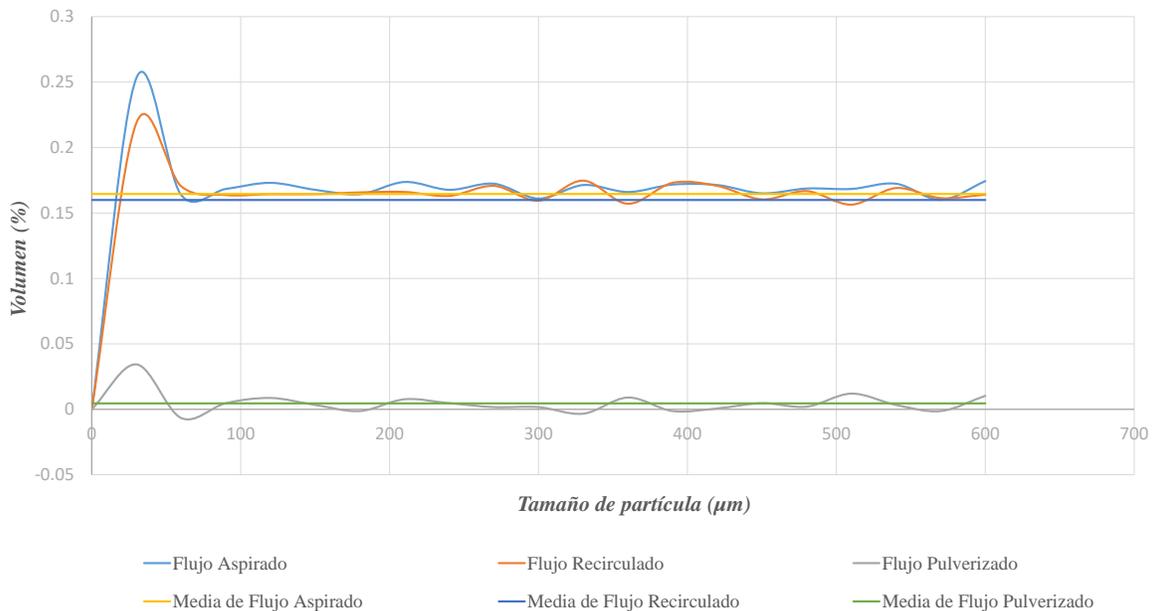


Figura 4.2: Atomización al 80 % (bomba con velocidad 1).

En la Figura 4.2 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 1 de la bomba con porcentaje de atomización al 80 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo recirculado muestra comportamientos más abruptos en el inicio y manteniéndose estables por un lapso de tiempo. Para el flujo pulverizado se muestra un comportamiento normal, ya que el flujo que se pulveriza siempre será menor que los flujos de aspiración y de recirculación, esto debido a las características propias de la bomba.

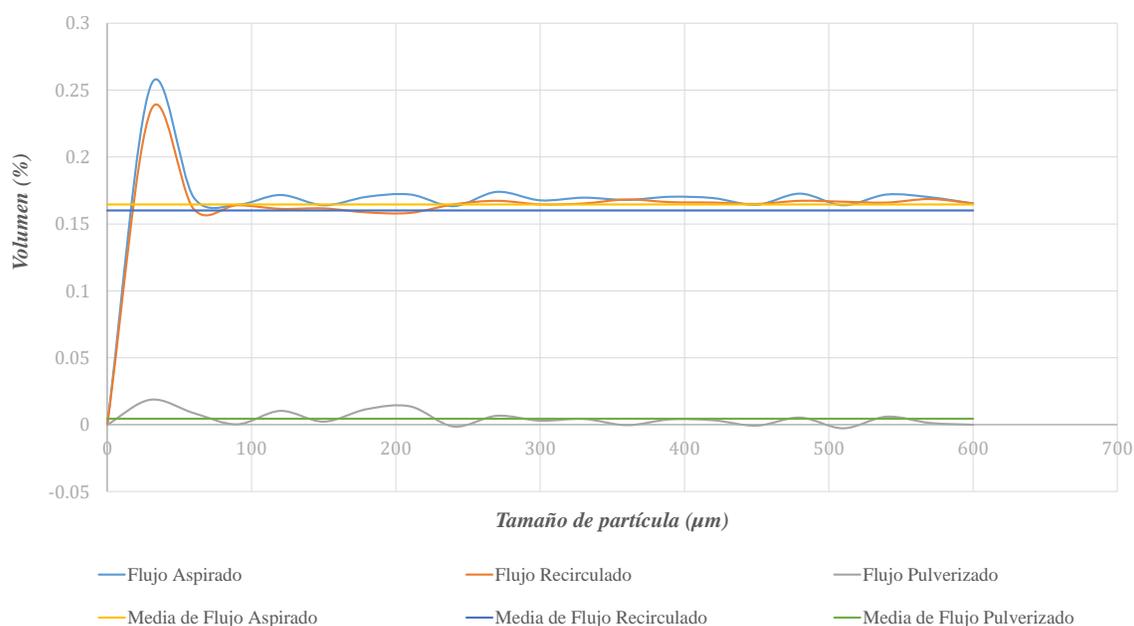


Figura 4.3: Atomización al 80 % (bomba con velocidad 1).

En la Figura 4.3 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 1 de la bomba con porcentaje de atomización al 60 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo recirculado muestran comportamientos abruptos de manera inicial y posteriormente tienen un comportamiento con mayor estabilidad por un lapso de tiempo. Para el flujo pulverizado se muestra un comportamiento normal con tendencia oscilante a cero.

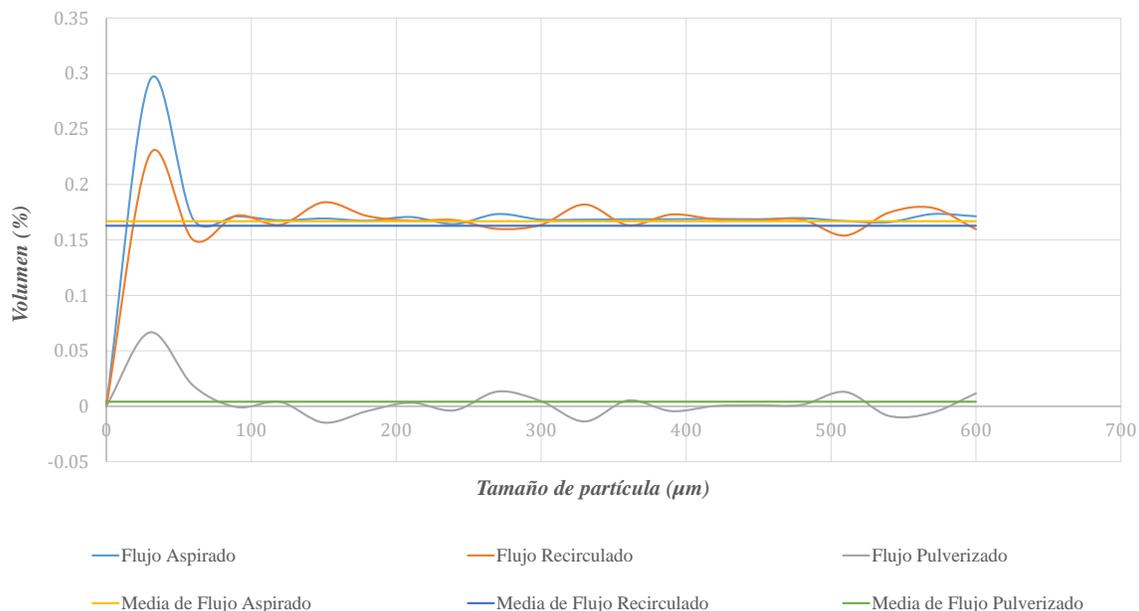


Figura 4.4: Atomización al 40 % (bomba con velocidad 1).

En la Figura 4.4 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 1 de la bomba con porcentaje de atomización al 40 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo recirculado muestra comportamientos más abruptos en el inicio y manteniéndose estables por un lapso de tiempo. Para el flujo pulverizado se muestra un comportamiento normal, ya que el flujo que se pulveriza siempre será menor que los flujos de aspiración y de recirculación, esto debido a las características propias de la bomba.

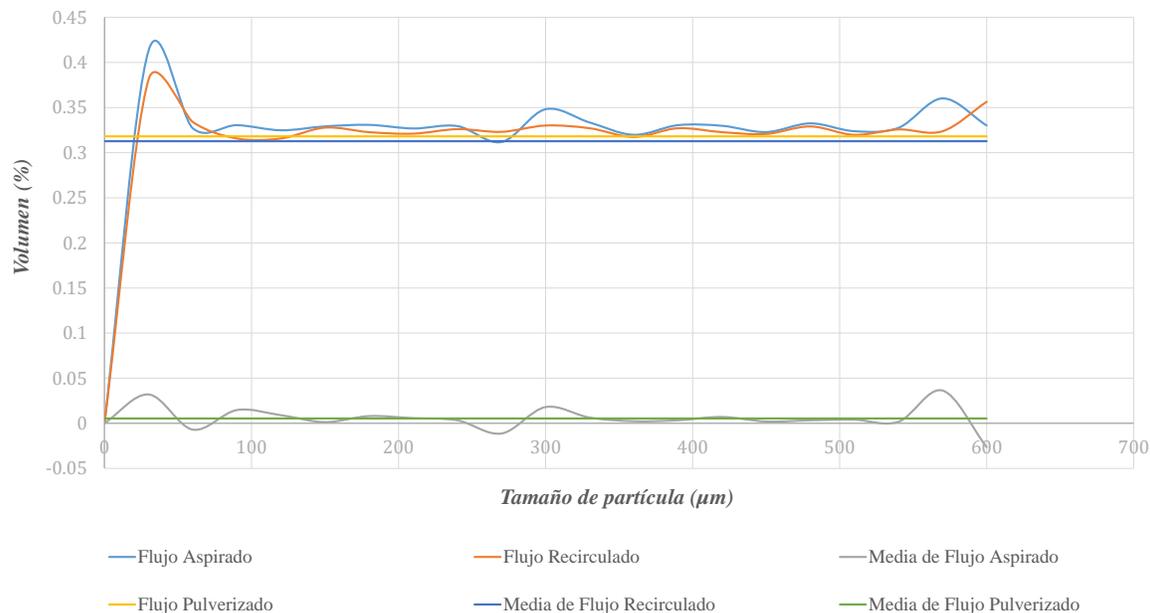


Figura 4.5: Atomización al 100 % (bomba con velocidad 2).

En la Figura 4.5 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 2 de la bomba con porcentaje de atomización al 100 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo recirculado muestran comportamientos abruptos de manera inicial y posteriormente tienen un comportamiento con mayor estabilidad por un lapso de tiempo. Para el flujo pulverizado se muestra un comportamiento normal con tendencia oscilante en cero.

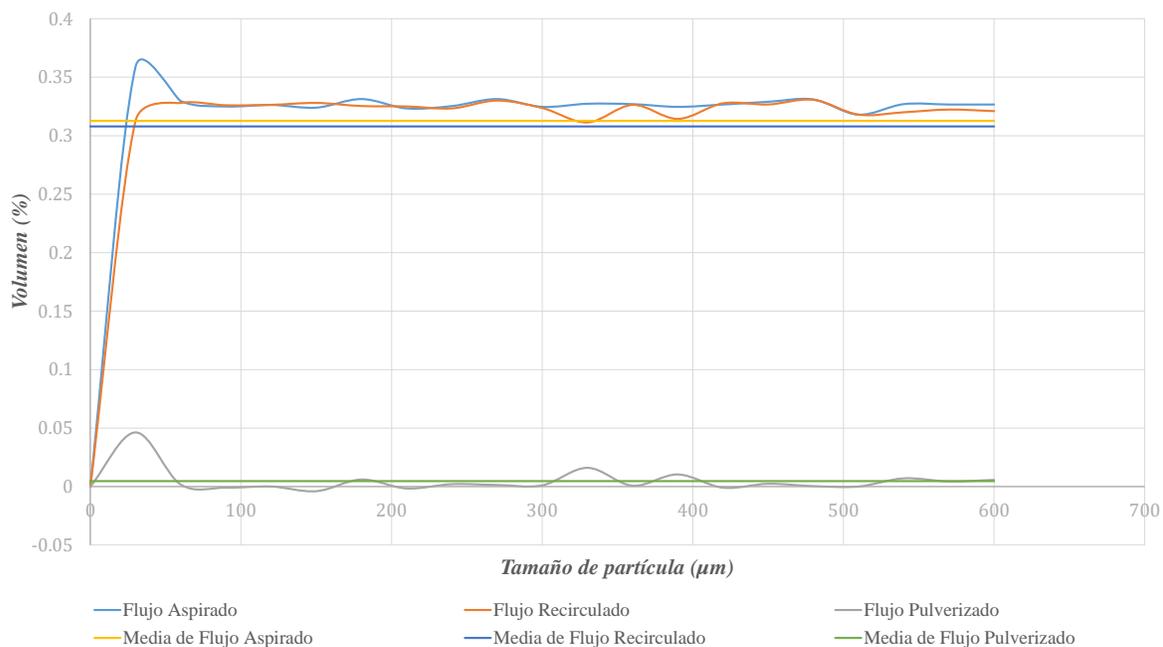


Figura 4.6: Atomización al 80 % (bomba con velocidad 2).

En la Figura 4.6 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 2 de la bomba con porcentaje de atomización al 80 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo recirculado muestran comportamientos con mayor estabilidad por un lapso de tiempo. Para el flujo pulverizado se muestra un comportamiento normal con tendencia oscilante a cero.

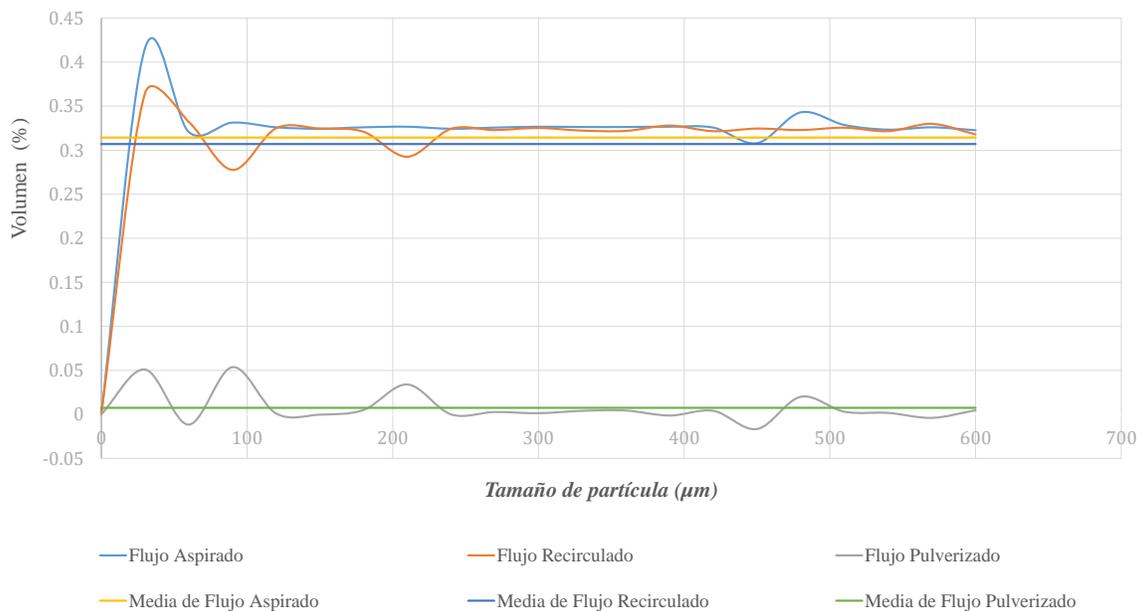


Figura 4.7: Atomización al 60 % (bomba con velocidad 2).

En la Figura 4.7 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 2 de la bomba con porcentaje de atomización al 60 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo recirculado muestran comportamientos de manera inicial “abrupto” y posteriormente tienen un comportamiento con mayor estabilidad por un lapso de tiempo. Para el flujo pulverizado se muestran fluctuaciones oscilantes en cero.

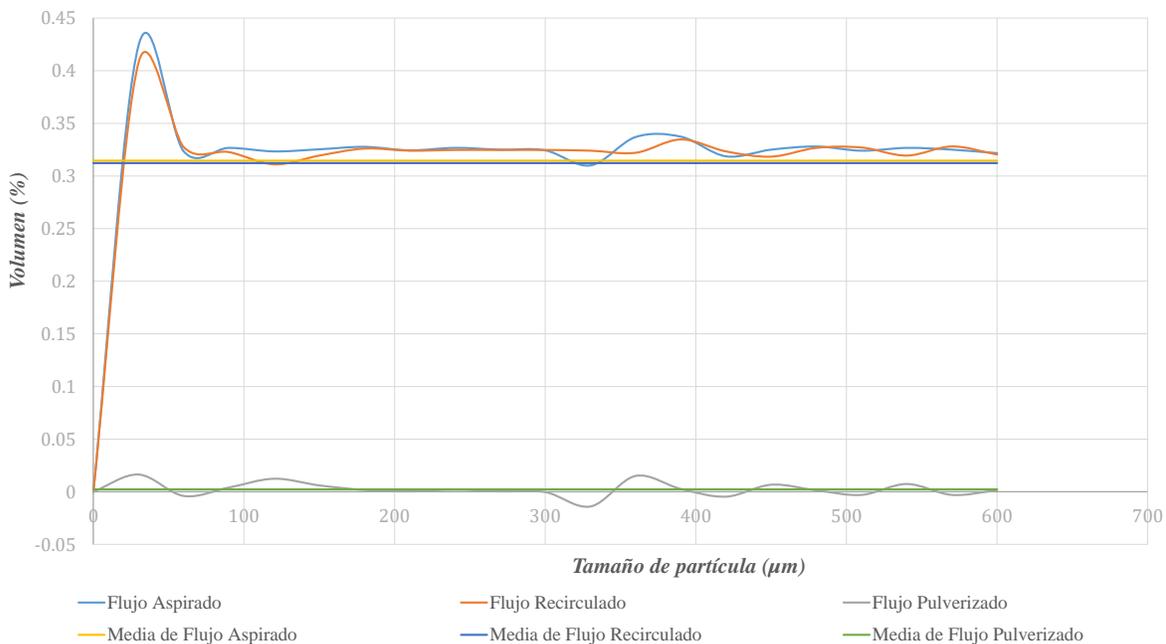


Figura 4.8: Atomización al 40 % (bomba con velocidad 2).

En la Figura 4.8 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 2 de la bomba con porcentaje de atomización al 40 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo recirculado muestran comportamientos abruptos de manera inicial y posteriormente tienen un comportamiento con mayor estabilidad por un lapso de tiempo. Para el flujo pulverizado se muestra un comportamiento normal con tendencia oscilante a cero.

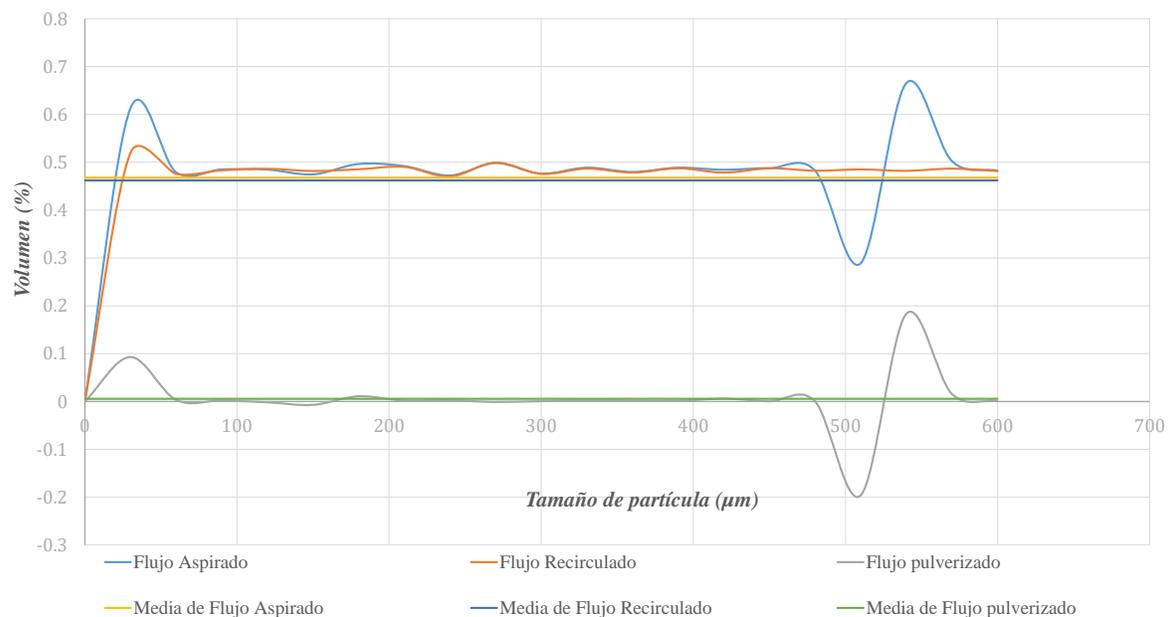


Figura 4.9: Atomización al 100 % (bomba con velocidad 3).

En la Figura 4.9 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 3 de la bomba con porcentaje de atomización al 100 % . En los cuales el flujo aspirado, el flujo recirculado y el flujo pulverizado se muestran comportamientos estables.

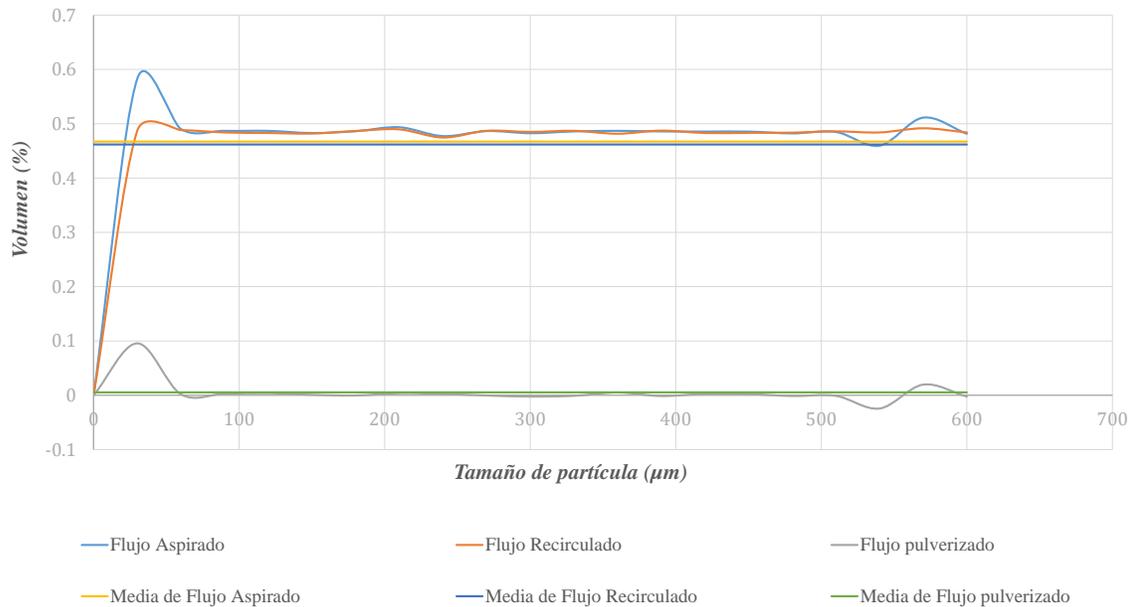


Figura 4.10: Atomización al 80 % (bomba con velocidad 3).

En la Figura 4.10 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 3 de la bomba con porcentaje de atomización al 80 %. En los cuales el flujo aspirado, el flujo recirculado y el flujo pulverizado se muestran comportamientos estables.

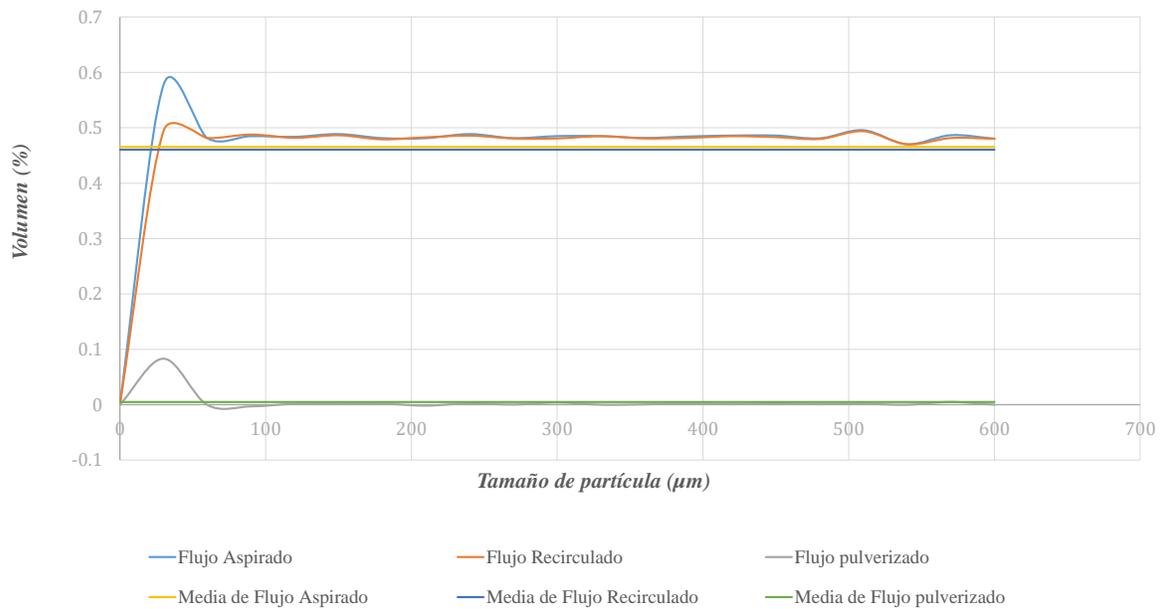


Figura 4.11: Atomización al 60 % (bomba con velocidad 3).

En la Figura 4.11 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 3 de la bomba con porcentaje de atomización al 60 %. En los cuales el flujo aspirado, el flujo

recirculado y el flujo pulverizado se muestran comportamientos estables.

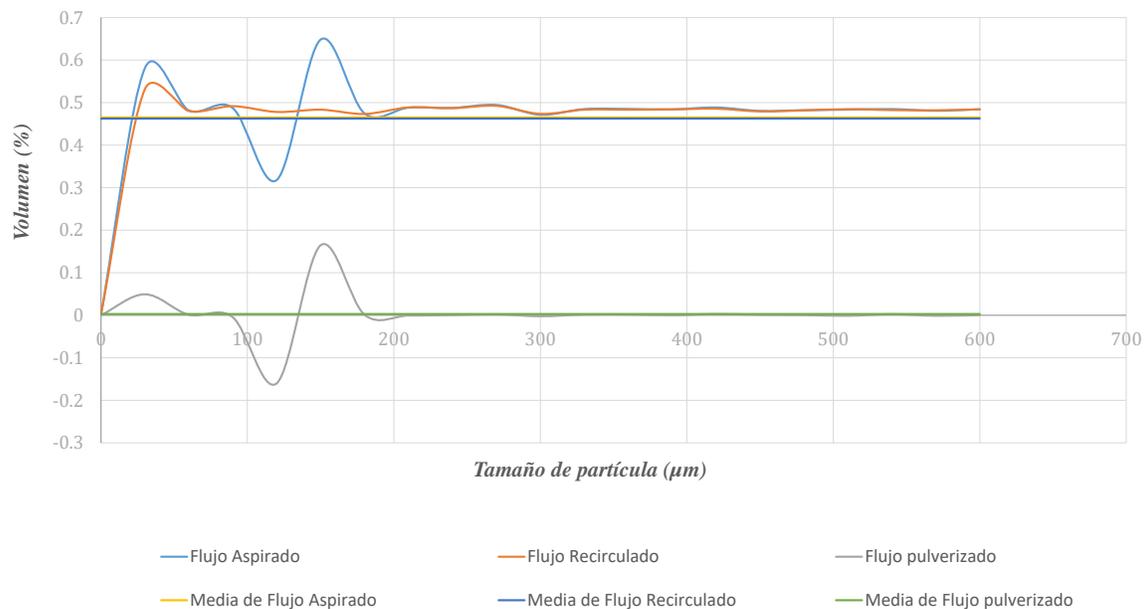


Figura 4.12: Atomización al 40 % (bomba con velocidad 2).

En la Figura 4.12 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 4 de la bomba con porcentaje de atomización al 40 %. En los cuales el flujo aspirado y el flujo pulverizado muestran comportamientos oscilantes “grandes”, el flujo recirculado tuvo un comportamiento estable.

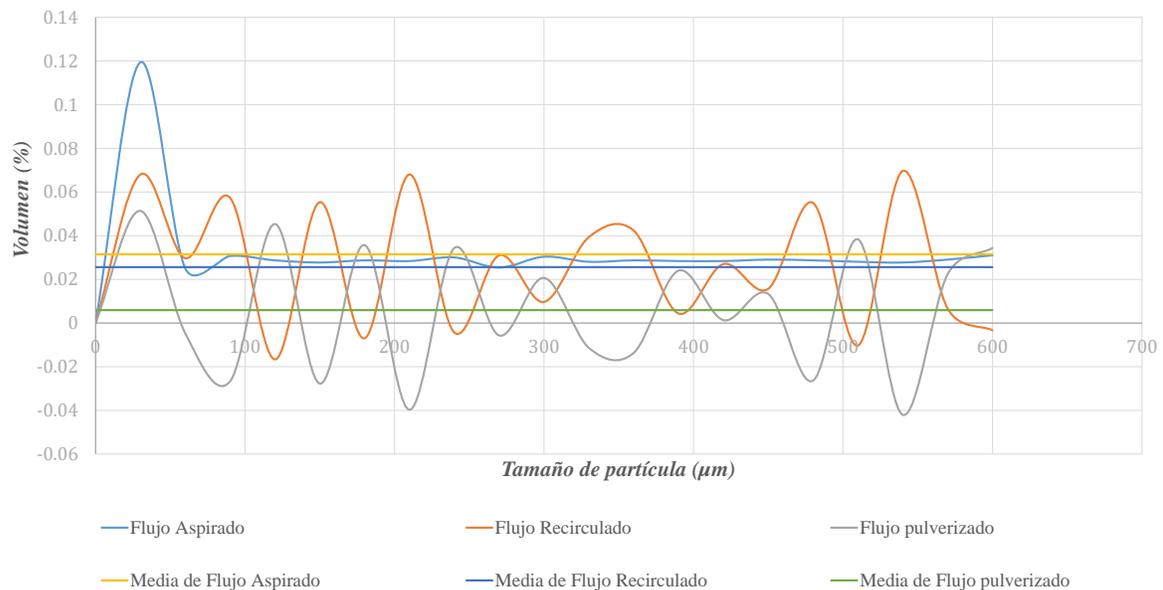


Figura 4.13: Atomización al 100 % (bomba con velocidad 3).

En la Figura 4.13 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 4 de la bomba con porcentaje de atomización al 100 %. En los cuales los tres flujos mostraron comportamientos irregulares. Lo que indica una velocidad apropiada para suspensiones con densidades altas.

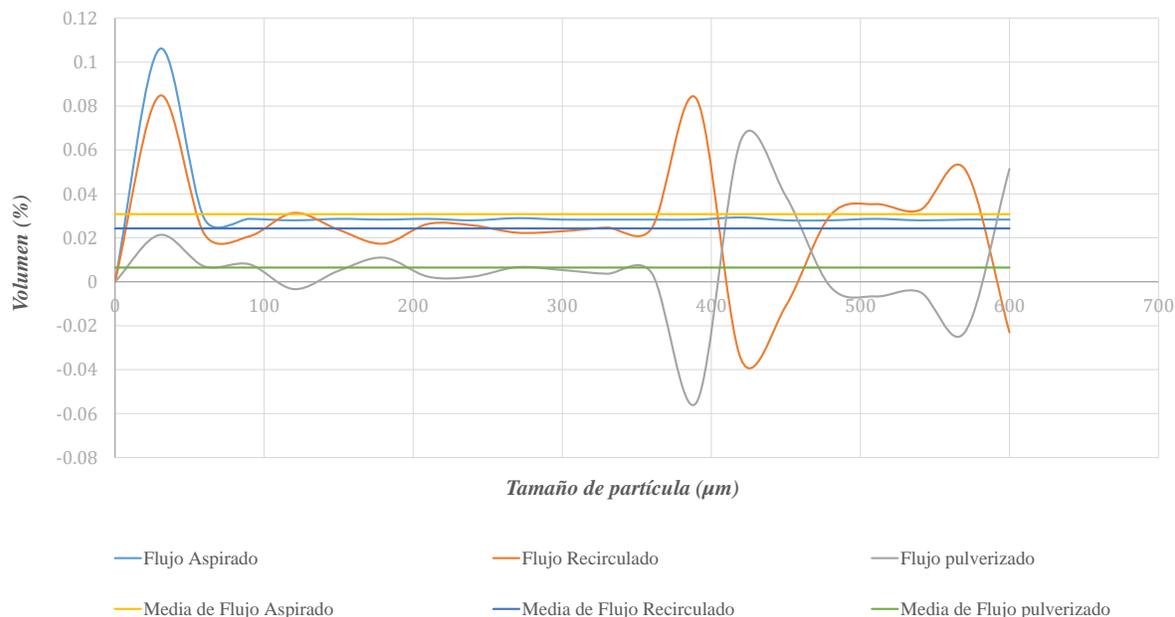


Figura 4.14: Atomización al 80 % (bomba con velocidad 3).

En la Figura 4.14 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 4 de la bomba con porcentaje de atomización al 80 %. En los cuales los tres flujos mostraron comportamientos irregulares oscilantes entre 0 y 0.3 % de volumen. Por lo que puede determinarse que esta velocidad es apropiada para suspensiones también con densidades altas.

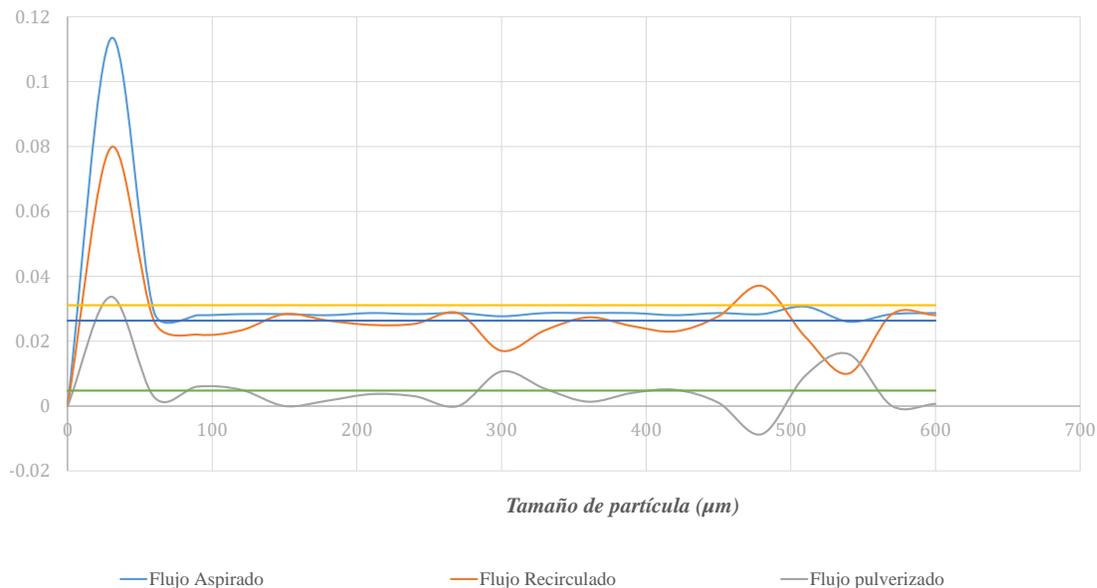


Figura 4.15: Atomización al 40 % (bomba con velocidad 2).

En la Figura 4.15 se muestran los comportamientos de los flujos para la velocidad 4 de la bomba con porcentaje de atomización al 60 %. En los cuales los tres flujos mostraron comportamientos con abrumamientos al inicio y estabilizándose posteriormente. Por lo que puede determinarse que esta velocidad es apropiada para suspensiones también con densidades altas.

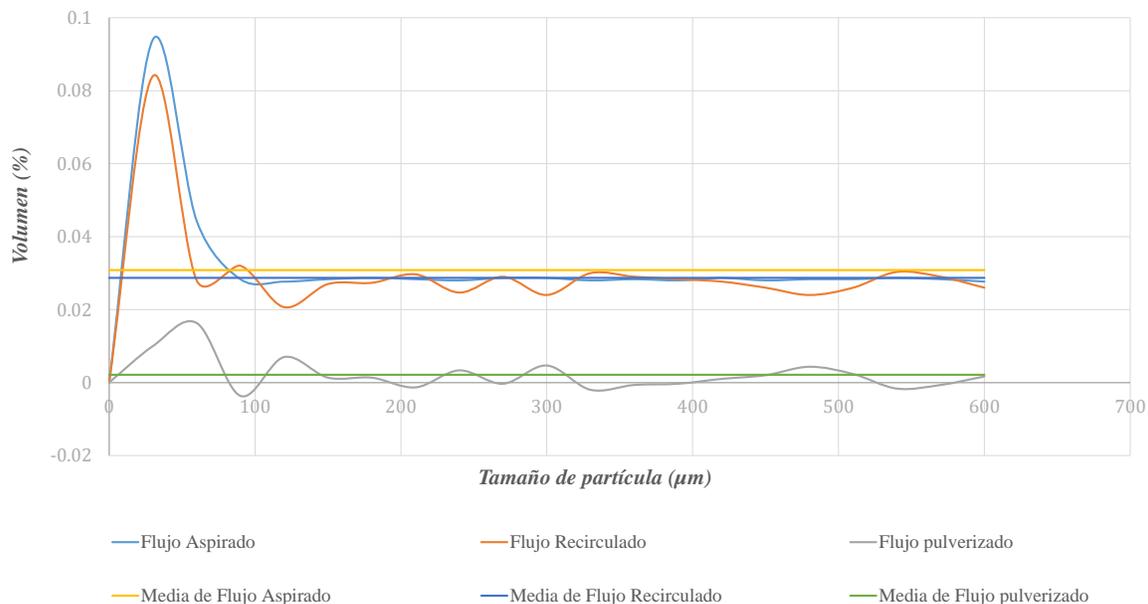


Figura 4.16: Atomización al 40 % (bomba con velocidad 3).

En la Figura 4.16 los comportamientos de los flujos para la velocidad 4 de la bomba con porcentaje de atomización al 40 % son similares a los de la Figura 4.15 . En los cuales los tres flujos mostraron comportamientos con abrutamientos al inicio y estabilizándose posteriormente. Por lo que puede determinarse que esta velocidad es apropiada para suspensiones también con densidades altas.

Finalmente se realizó una gráfica (Figura 4.17) que contempló el comportamiento de las diferentes velocidades que comprenden la bomba peristáltica del equipo *Nano Spray Dryer B-90*. Cuyo objetivo permitió observar la cantidad de suspensión que la boquilla atomiza en los diferentes porcentajes de Atomización que comprende el equipo.

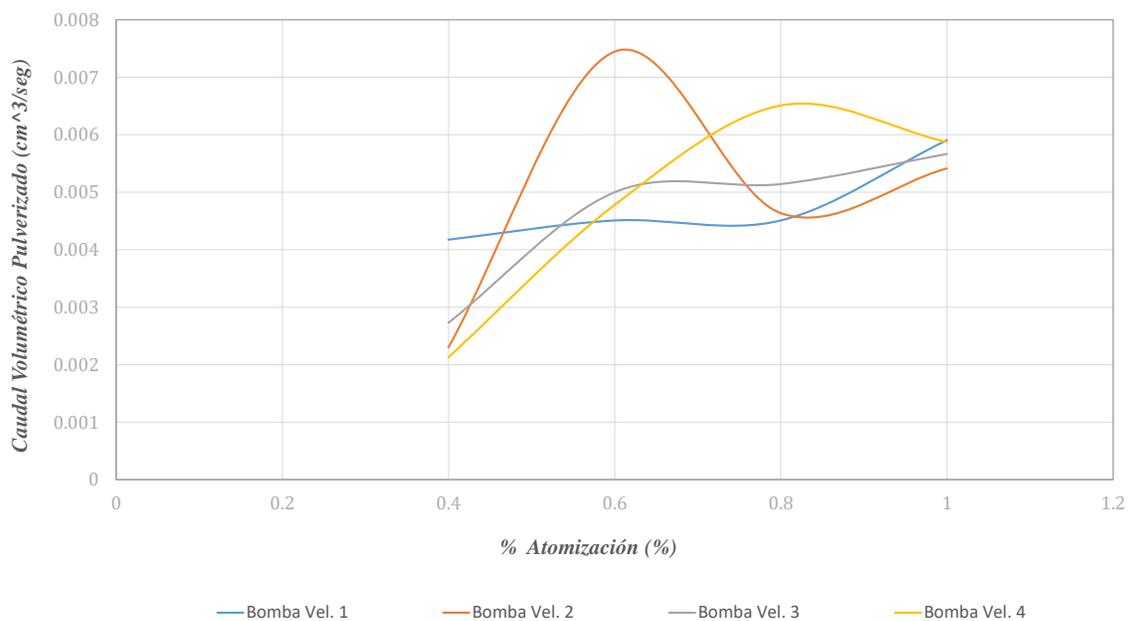


Figura 4.17: Curvas de funcionamiento de la bomba peristáltica para las cuatro velocidades de *Nano Spray Dryer B-90*.

4.2. Método del estudio de la micropartículas de sílice

Dos tipos de parámetros identificados en este sistema: a) los primarios y b) los secundarios.

- a) Los primarios.- aquellos que el equipo permite controlar, como por ejemplos: porcentaje de atomización (porción de la suspensión aspirada realmente pulverizada), temperatura de entrada, concentración de sílice en la suspensión y diámetro de la boquilla.
- b) Los secundarios.- son aquellos, que surgen como consecuencia de los parámetros primarios, por ejemplo: la presión, la temperatura de salida, velocidad de flujo, flujo de aire, etc.

El estudio está basado sobre 39 muestras que comprenden la variación de los parámetros, y a continuación se presenta el análisis de los resultados sobresalientes. Cabe mencionar que para las muestras 1 a 24, los secados fueron realizados anteriormente por otra estudiante de la Universidad École Nationale Supérieure des Ingénieurs en Arts Chimiques et Technologiques. Pero las muestras no fueron analizadas completamente. Así que en este trabajo la meta fue finalizar la caracterización de los secados ya hechos y completar la análisis del proceso con nuevos experimentos.

Debido a que el equipo Nano Spray B-90 sólo permite la manipulación de los parámetros primarios, por lo que se trabajó sobre tres parámetros los cuales fueron: porcentaje de atomización, temperatura de entrada y concentración de sílice en la suspensión.

Mediante los parámetros utilizados en el secador se obtuvieron las micropartículas de sílice cuyas características se muestran de la Tabla 5.18 a la Tabla 5.22 que en conjunto forman una sola tabla con las 39 muestras analizadas (ver Anexo D).

En las siguientes Tablas 4.1 a 4.3 se concentró información sobre el efecto que tuvieron los parámetros en las micropartículas de sílice.

4.2.1. Efecto del porcentaje de atomización

En la Tabla 4.1 se muestra los parámetros que se controlaron, así como las muestras entre las que se compararon y algunas conclusiones que se lograron obtener para cada uno de los parámetros que se consideraron constantes.

Tabla 4.1: Efecto del % de atomización en el proceso de secado.

Temperatura °C	Concentración de sílice en la suspensión (%w)	% de Atomización (%)	Muestras Comparadas	Conclusiones
60	30	90	3	No se observaron diferencias notables
60	30	100	2	entre las muestras comparadas.
70	30	40	5, 36	No se observaron diferencias notables
70	30	100	4, 31	entre las muestras comparadas.
80	30	40	9, 34, 35	No se observaron diferencias notables
80	30	90	7	entre las muestras comparadas.
80	30	100	6, 8, 30	
100	30	40	12, 33	
100	30	50	17, 20	
100	30	60	13, 23	No se observaron diferencias notables
100	30	70	15, 16	entre las muestras comparadas.
100	30	80	11, 21	
100	30	90	14, 18, 19	
100	30	100	1, 10, 22, 29	

4.2.2. Efecto de la temperatura del aire de secado

En la Tabla 4.2 se muestra el efecto que tuvo el parámetro de la temperatura en los procesos de secados, así como las muestras entre las que se compararon y algunas conclusiones

que se lograron obtener para cada uno de los parámetros que se consideraron constantes.

Tabla 4.2: Efecto de la temperatura en el proceso de secado.

% de Atomización (%)	Concentración de sílice en la suspensión (% w)	Temperatura °C	Muestras Comparadas	Conclusiones
40	30	70	5, 36	No se observaron diferencias notables entre las muestras comparadas.
40	30	80	9, 34, 35	
40	30	100	12, 33	
90	30	60	3	Se observó un pequeño patrón de estabilidad en la morfología de las micropartículas a medida que se disminuyó la temperatura.
90	30	80	7	
90	30	100	14, 18, 19	
100	30	50	28, 32	Las muestras con temperatura de 100°C presentaron una morfología muy irregular en las micropartículas.
100	30	60	2	
100	30	70	4, 31	Y las muestras con temperatura de 50°C mostraron una morfología bastante estable en las micropartículas.
100	30	80	6, 8, 30	
100	30	100	1, 10, 22, 29	

4.2.3. Efecto del contenido en sólido de la suspensión

En la Tabla 4.3 se muestra el efecto que tuvo la concentración de sílice en la suspensión para el proceso de secado, así como las muestras entre las que se compararon y algunas conclusiones que se lograron obtener para cada uno de los parámetros que se consideraron constantes.

Tabla 4.3: Efecto de la temperatura en el proceso de secado.

Concentración de sílice en la suspensión (% w)	Temperatura °C	% de Atomización (%)	Muestras Comparadas	Conclusiones
30	100, 90, 80, 70, 60, 50	100, 90, 80, 70, 60, 50, 40	1 a 28 y 30 a 36	No se observaron diferencias notables entre las muestras comparadas.
10	100	100	39	Se observó que en esta concentración las micropartículas redujeron su tamaño de manera notable.
3	100	100	37 y 38	En estas muestras se corroboró que al continuar disminuyendo la concentración de sílice se reduce el tamaño de las micropartículas de manera notable.

A continuación se detallan solamente dos imágenes representativas de micropartículas de sílice de las muestras 1 a 28, 30 y 35 a 37 y su gráfica. Ya que, en estas muestras analizadas tuvieron un comportamiento irregular en su morfología y tamaño. Por lo que no permitió profundizar en el estudio de dichas muestras.

4.2.4. Enfoque en muestras particulares

En la Figura 4.18 se observa la muestra 9 la cual tuvo un comportamiento irregular en su morfología y tamaño. En la gráfica se nota que el tamaño de las micropartículas de sílice que oscilan alrededor de 5.75 micrómetros.

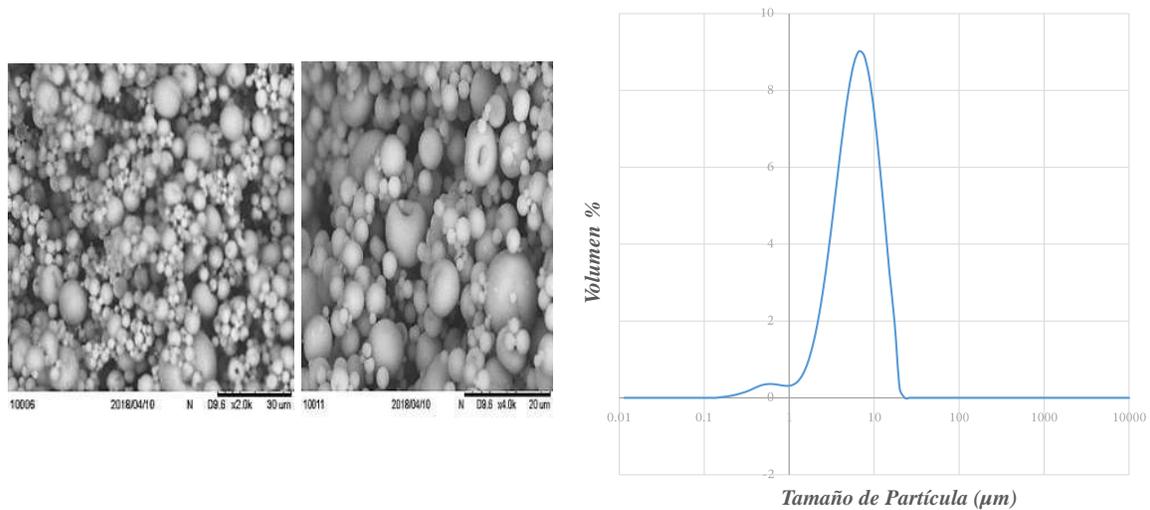


Figura 4.18: Muestra 9 vista desde el microscopio electrónico de barrido TM3000 y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.

En la Figura 4.19 se observa la muestra 20 la cual también tuvo un comportamiento irregular en su morfología y tamaño. Mediante la gráfica se aprecia el tamaño de las micropartículas de sílice que oscilan alrededor de 5.31 micrómetros. Teniendo comportamientos similares en las muestras ya mencionadas.

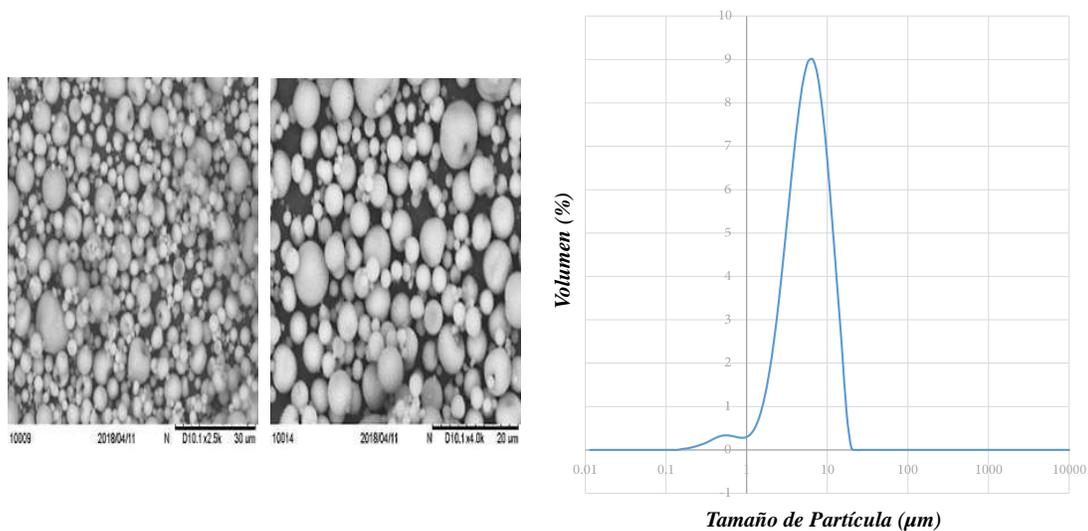


Figura 4.19: Muestra 20 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM*3000 y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.

Posteriormente se encontró que en las muestras 29, 31 a 34, 38 y 39 se logró ejercer un control en la morfología y tamaño de las micropartículas de sílice. Apreciándose la influencia de dichos parámetros en las características mencionadas. El criterio que se utilizó para la

selección de estas muestras fue por el comportamiento cercano que mostraron a lo deseado.

Por lo cual, primeramente se mantuvieron constantes el parametro del % de Atomización al 100 % y la concentración de la suspensión al 30 %*w*. Variando la temperatura de entrada para las muestras 29, 31 y 32 obteniéndose los siguientes resultados.

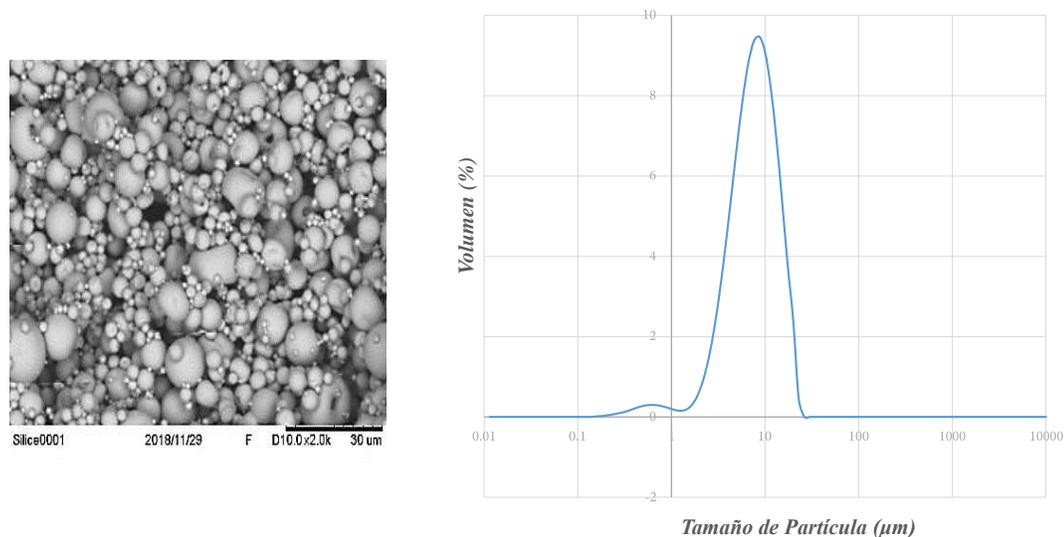


Figura 4.20: Muestra 29 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.

En la Figura 4.20 describe la muestra 29, para la cual se trabajó con el parámetro de temperatura de entrada a 100 °C el más alto entre las muestras 29, 31 y 32. Se apreció un comportamiento irregular en su morfología y tamaño aun. De la gráfica se aprecia que el tamaño de las micropartículas de sílice oscilan alrededor de los 7.27 micrómetros y con un volumen aproximadamente del 9.35 % .

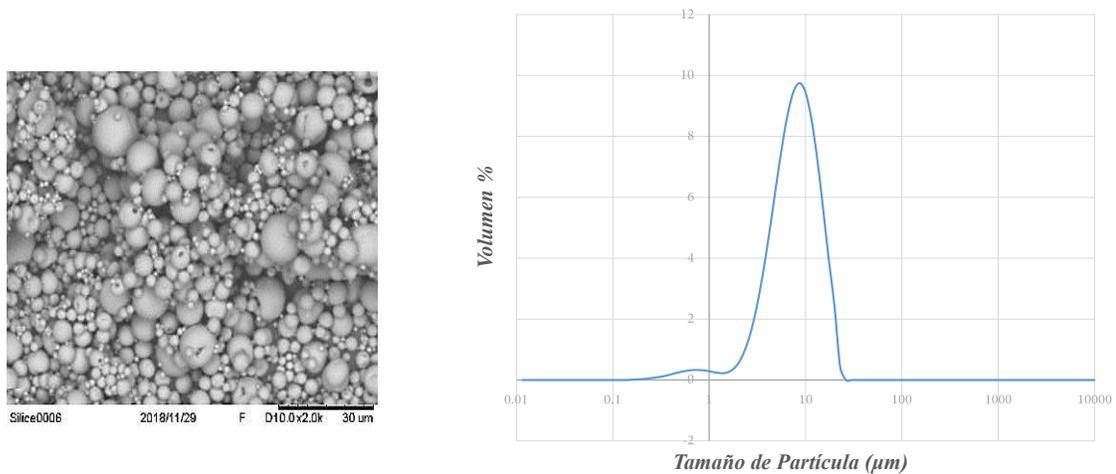


Figura 4.21: Muestra 31 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.

La Figura 4.21 describe la muestra 31, en la cual se trabajó con el parámetro de temperatura de entrada a 70°C , se observó un comportamiento aun irregular en su morfología y tamaño pero se comenzó a apreciarse un patrón más uniforme. De la gráfica se notó que el tamaño de las micropartículas de sílice oscilaron alrededor de los 7.01 micrómetros y con un volumen aproximado de 9.45 %.

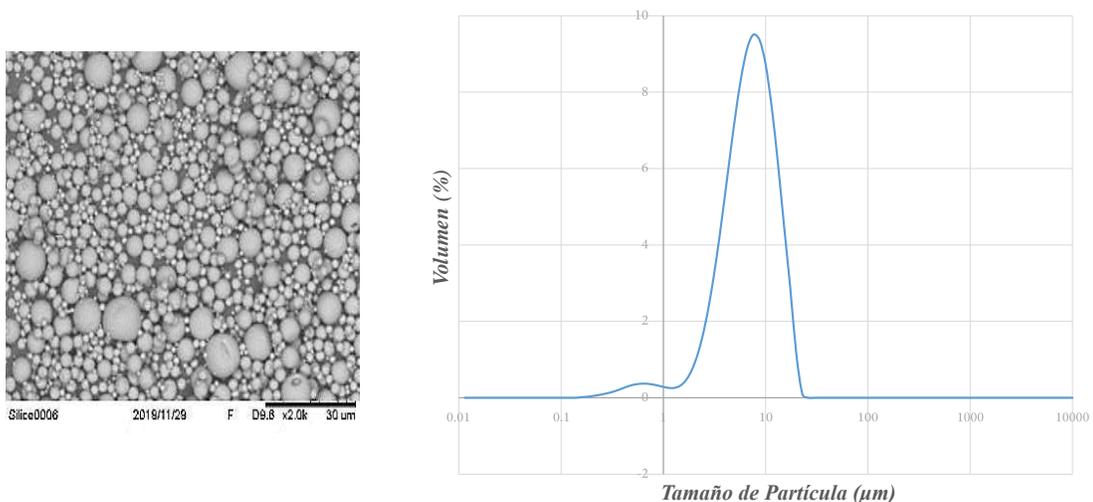


Figura 4.22: Muestra 32 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.

La Figura 4.22 describe la muestra 32 ultima en la que se trabajó con el parámetro del % de atomización constante y con una temperatura de entrada a 50°C , la cual con estas consideraciones permitió observar un comportamiento también irregular en su morfología y tamaño, con diferencia entre micropartículas extremadamente “pequeñas” y muy grandes” entre su

aglomeraciones coexistía un patrón más uniforme. De la gráfica se notó que el tamaño de las micropartículas de sílice oscilaron alrededor de los 6.62 micrómetros y con un volumen aproximado de 9.36 %.

Enseguida se realizaron pruebas para las muestras 29, 34 y 33, dejando ahora los parámetros de temperatura de entrada como constante a 100°C y una concentración de la suspensión al 30 %w constantes para estas muestras. Y el parámetro de variación para este caso fue el % de atomización, arrojando los siguientes resultados.

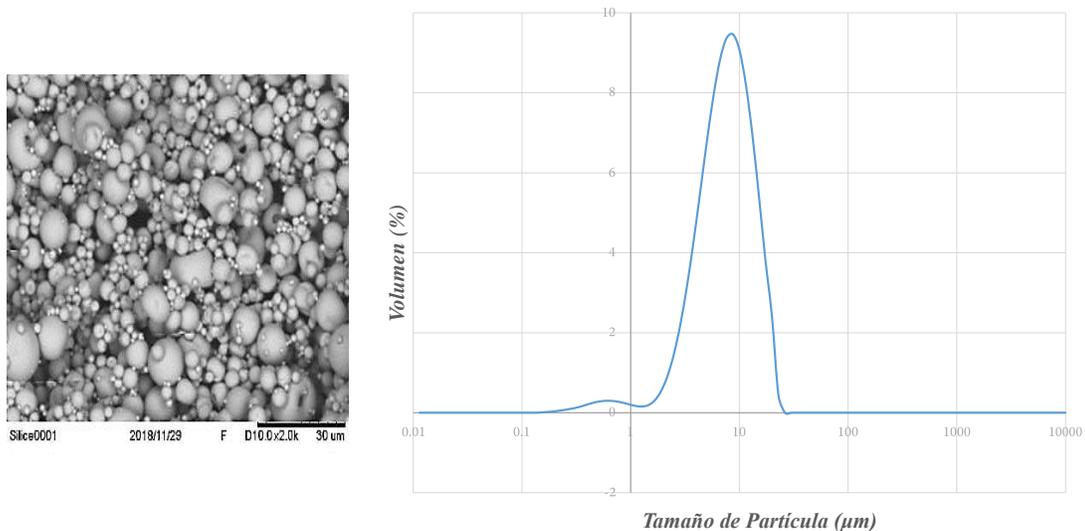


Figura 4.23: Muestra 29 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.

En la Figura 4.23 describe la muestra 29, con un % de Atomización del 100 %. Se apreció un comportamiento irregular en su morfología y tamaño. De la gráfica se aprecia que la distribución media del tamaño de las micropartículas de sílice oscilan alrededor de los 7.27 micrómetros y con un volumen aproximadamente del 9.35 %.

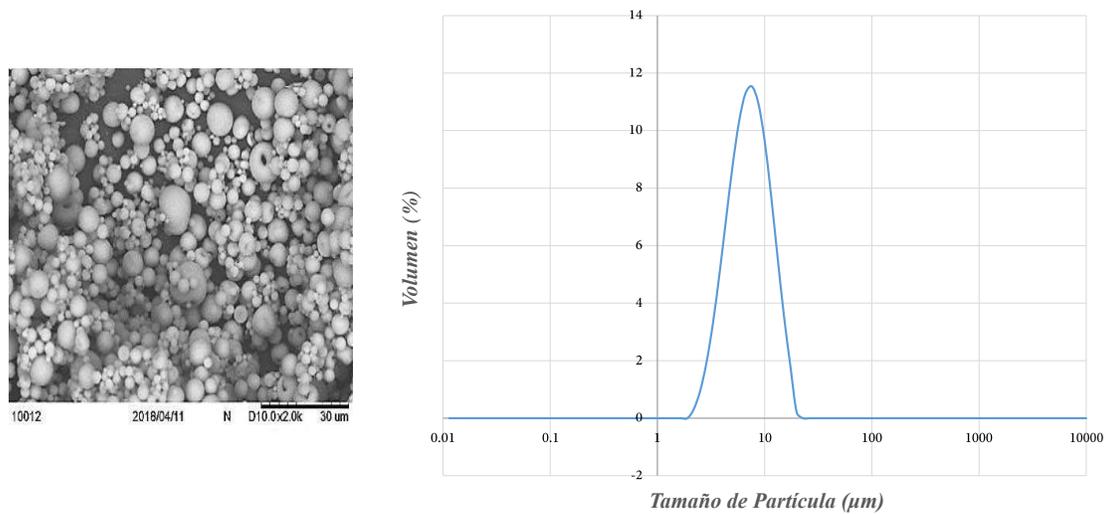


Figura 4.24: Muestra 34 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.

En la Figura 4.24 describe la muestra 34, con un % de atomización del 60%. Se notó un comportamiento irregular en su morfología y tamaño, pero entre sus aglomeraciones “pequeñas” y “grandes” se muestra un patrón de similitud. De la gráfica se aprecia que la distribución media del tamaño de las micropartículas de sílice oscilan alrededor de los 6.66 micrómetros y con un volumen aproximadamente del 10.97%.

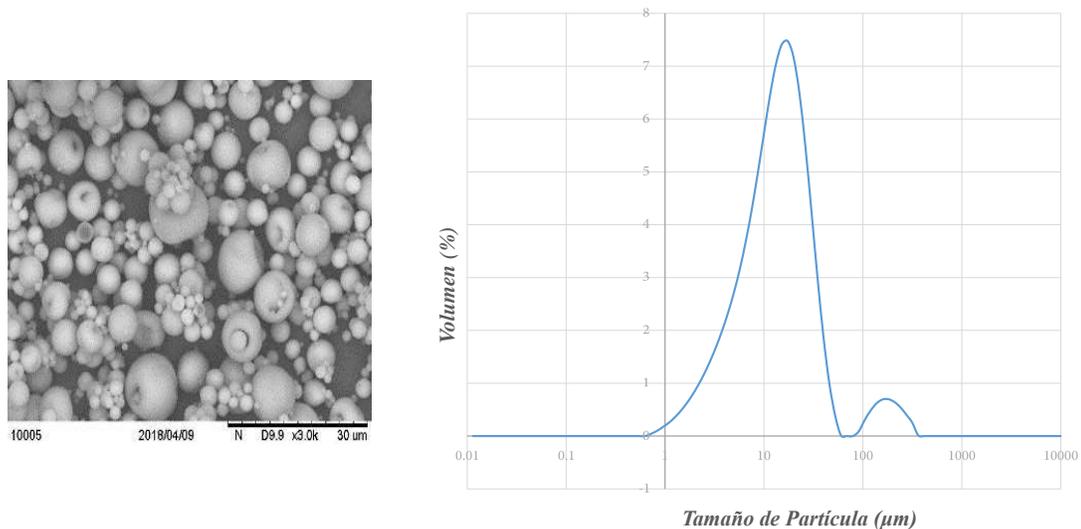


Figura 4.25: Muestra 33 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño.

En la Figura 4.25 describe la muestra 33, con un % de atomización del 40%. Se logró un comportamiento más estable en su morfología y tamaño, entre sus aglomeraciones “pequeñas” y “grandes” se muestra un patrón de similitud. De la gráfica se aprecia que existen

dos distribuciones medias para el tamaño de las micropartículas de sílice oscilando estas alrededor de los 6.40 y 13.01 micrómetros y con un volumen aproximadamente del 7.16 % y 0.64 % respectivamente.

Finalmente, dejando variando el parámetro de la concentración de la suspensión para las muestras 38, 39 y 31, y manteniendo constantes los parámetros del % de atomización al 100 % y con una temperatura de entrada de 100 °C. Arrojando resultados favorables para esta investigación que a continuación se mencionaran.

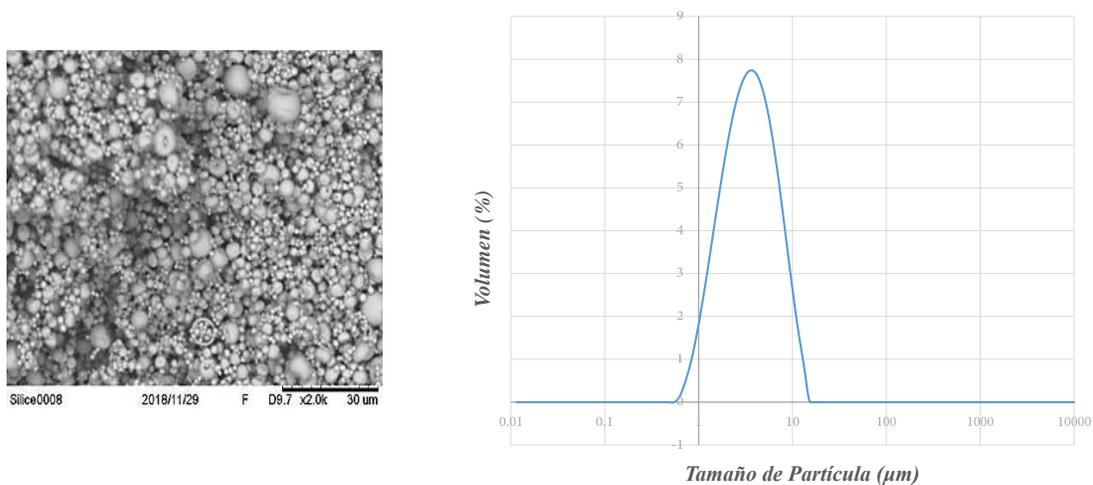


Figura 4.26: Muestra 38 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño fue obtenida por el granulómetro de *MalvernMS2000*.

En la Figura 4.26 se describe la muestra 38, con un parámetro de la concentración de la suspensión al 3 %w. Se logró un comportamiento considerándolo estable en su morfología y tamaño, entre sus aglomeraciones presento un patrón de similitud. De la gráfica se aprecia que existe una distribución de media para el tamaño de las micropartículas de sílice oscilando esta alrededor de los 3.06 micrómetros y con un volumen aproximadamente del 7.55 %.

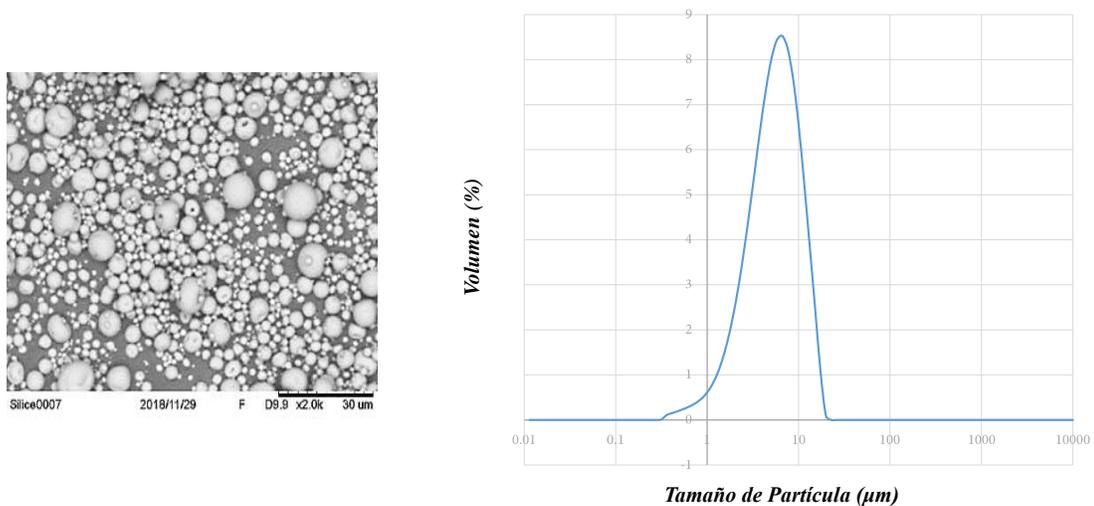


Figura 4.27: Muestra 39 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño fue obtenida por el granulómetro de *MalvernMS2000*.

En la Figura 4.27 se describe la muestra 39, con un parámetro para la concentración de la suspensión al 10%*w*. Se percibió estabilidad en su morfología y tamaño para sus aglomeraciones presentándose uniformidad. De la gráfica se aprecia que existe una distribución de media para el tamaño de las micropartículas de sílice oscilando esta alrededor de los 5.23 micrómetros y con un volumen aproximadamente del 8.24 %.

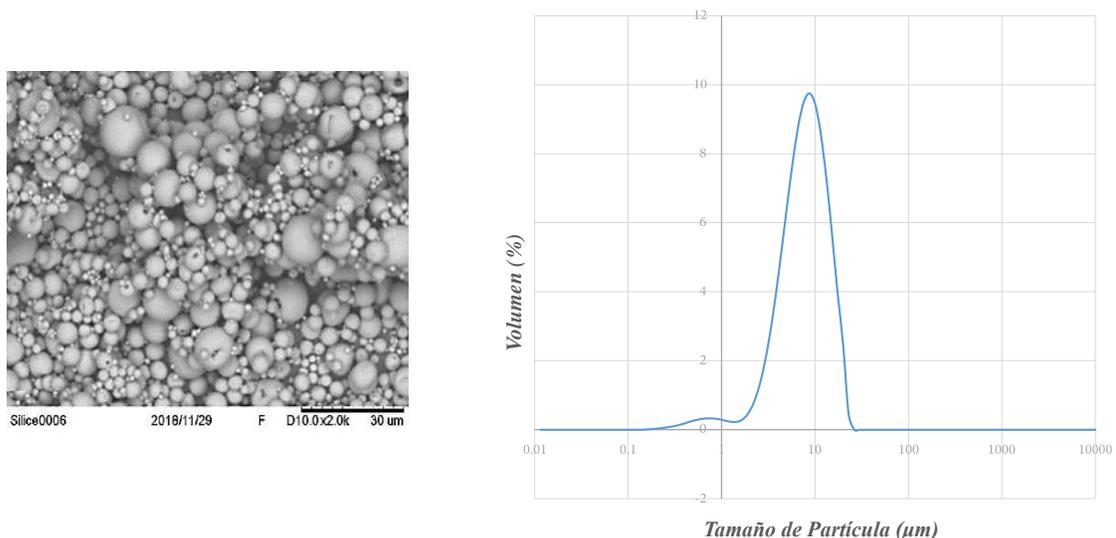


Figura 4.28: Muestra 31 vista desde el microscopio electrónico de barrido *TM3000* y su gráfica que muestra la distribución de tamaño fue obtenida por el granulómetro de *Malvern MS2000*.

En la Figura 4.28 se describe la muestra 31, con un parámetro para la concentración de la suspensión al 30%*w*. Se percibió una estabilidad por completo en su morfología y tamaño para aglomeraciones más uniformes. De la gráfica se aprecia que existe una distribución de

media para el tamaño de las micropartículas de sílice oscilando esta alrededor de los 7.01 micrómetros y con un volumen aproximadamente del 9.50 %.

Por último se realizaron comparaciones estadísticas de la desviación estándar entre las muestras 29,31 y 32, cuya finalidad es validar los resultados que se obtuvieron por separado para cada una de las muestras mencionas.

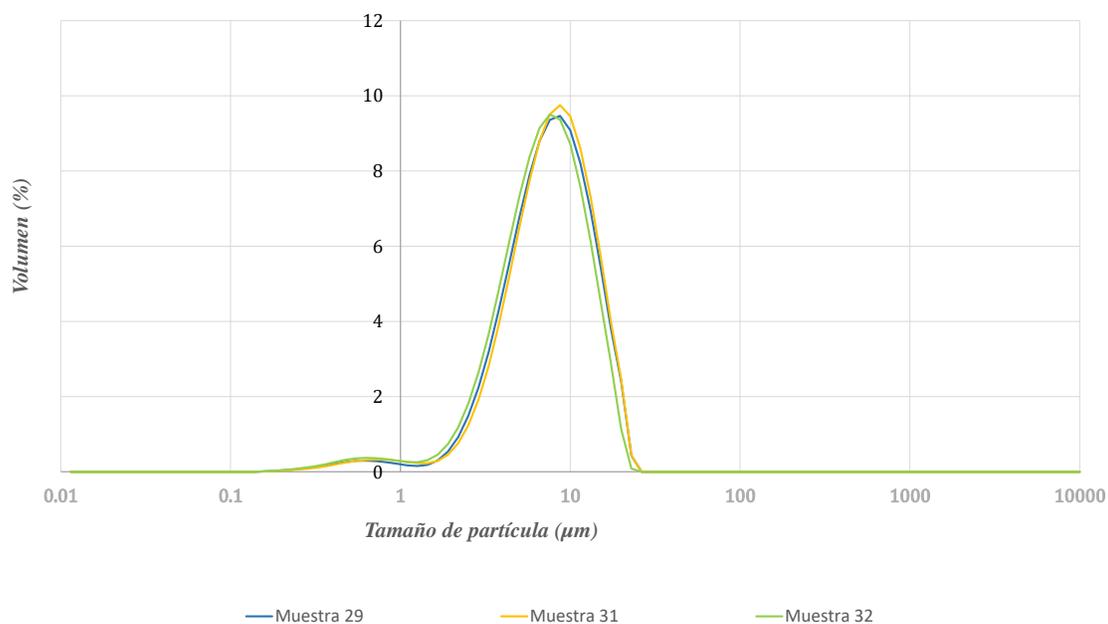


Figura 4.29: Comparación de las muestras 29, 31 y 32 para el % de Atomización constante.

En la Figura 4.29 la gráfica muestra que el comportamiento de la desviación estándar para las tres muestras es muy similar, es decir se mantuvo constante cuyo valor fue aproximadamente de 8.70 con un volumen de 9.36 %.

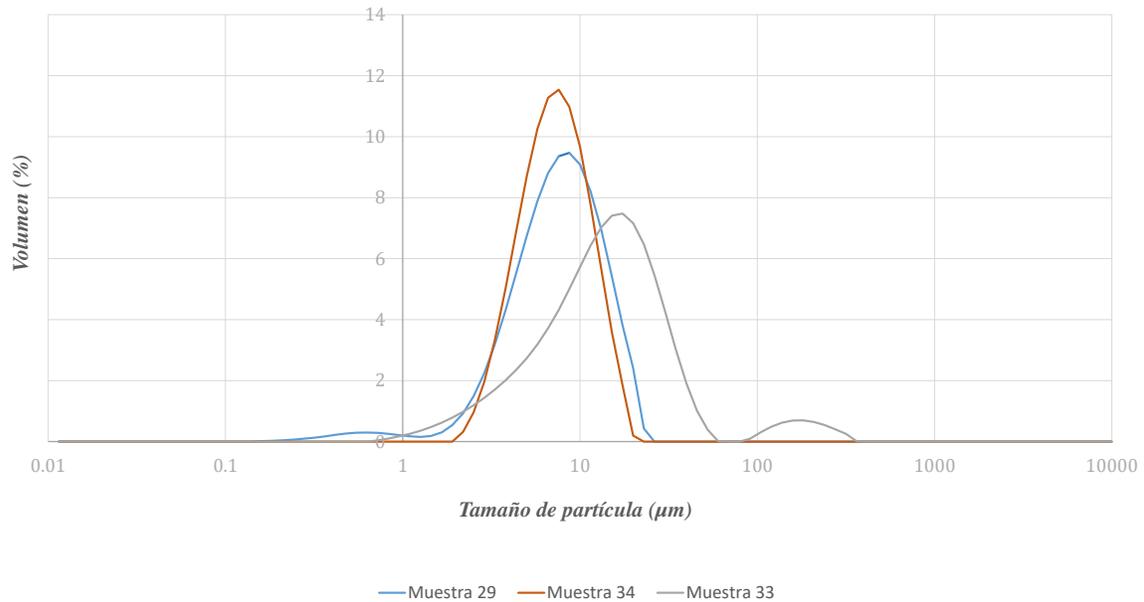


Figura 4.30: Comparación de las muestras 29, 34 y 33 para la temperatura de entrada constante.

Para la Figura 4.30 las muestras 29, 34 y 33 muestran que en efecto al disminuir el parámetro de la temperatura, las micropartículas tienen un comportamiento más uniforme, por lo cual este parámetro también ejerce influencia para el control de la morfología y tamaño.

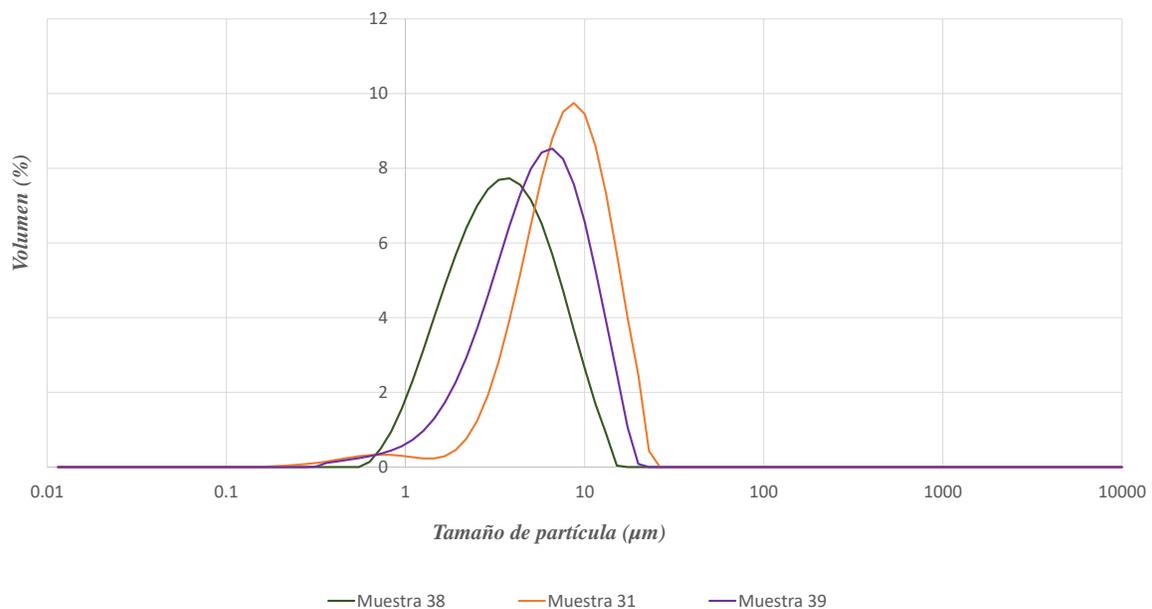


Figura 4.31: Comparación de las muestras 38, 31 y 39 para la temperatura de entrada constante.

En la gráfica 4.31 de control de sílice en la suspensión, para las muestras 38, 39 y 31 se

muestra que en efecto también al disminuir el parámetro de la concentración de sílice en la suspensión, el comportamiento de las micropartículas fue uniforme, por tanto este parámetro se consideró ejerce también influencia para el control de la morfología y tamaño de las micropartículas.

Por último se muestra en la Figura 4.32 una gráfica en la que se realizó la comparación de los tres parámetros, obteniendo las influencias que cada parámetro ejerció en el tamaño de las micropartículas.

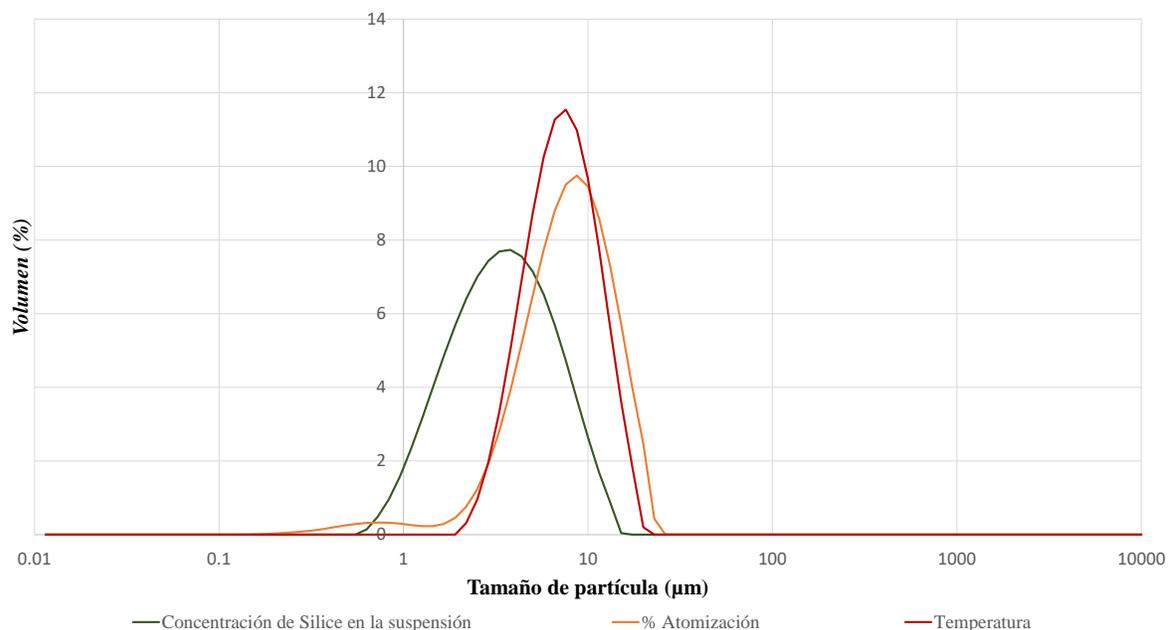


Figura 4.32: Comparación de los tres parámetros utilizados para controlar la morfología y el tamaño de las micropartículas de sílice.

5

Capítulo

Conclusiones

El proyecto de investigación realizado tuvo como finalidad contribuir en el campo del secado de polvos (para secar o encapsular, por ejemplo en el campo farmacéutico, alimentario, cosmético, ...) determinando los parámetros que ejercen efecto en la morfología y tamaño de las micropartículas secadas por atomización posteriormente se pretende desarrollar micropartículas, por ejemplo para el transporte de fármacos.

A continuación se enuncian los aspectos más importantes obtenidos durante la investigación.

1. Se logró la construcción de la grafica de las curvas de funcionamiento de la bomba peristáltica (Figura 4.17), la cual muestra la cantidad de suspensión pulverizada en los diferentes valores del % de Atomización del equipo *Nano Spray Dryer B – 90*. Cabe mencionar que dicha grafica no es proporcionada por el fabricante del equipo.
2. Se logró determinar que las velocidades bajas de la bomba peristáltica son más apropiadas para transportar suspensiones con poca densidad. Y las velocidades altas de la bomba son apropiadas para transportar suspensiones con alta densidad.
3. Se logró determinar observar el efecto que ejercen los parámetros del proceso de secado por atomización en la morfología y el tamaño de las nanopartículas de sílice, pero los resultados no resultan todos completamente discriminantes.
4. A medida que se disminuye en el parámetro de la temperatura de los $100^{\circ}C$ a los $50^{\circ}C$, las micropartículas de sílice muestran una forma más estable en su estructura. Mostrando así que este parámetro influye sobre la morfología de las micropartículas de sílice.
5. El parámetro del % de Atomización no ejerce influencia apreciable sobre la morfología ni el tamaño de las micropartículas de sílice, como se muestra en la Tabla 4.1 debido a muestran formas muy irregulares en su estructura y muchas variaciones con respecto al tamaño.
6. Se concluye que el parámetro de la Concentración de sílice en la suspensión ejerce de manera importante una influencia en la morfología (densidad) y el tamaño de las micropartículas de sílice, a medida que se fue disminuyendo la concentración de sílice las micropartículas mostraron una forma en su estructura más estable y un patrón de reducción de tamaño constante.
7. Se determinó que los parámetros con mayor influencia sobre la morfología y el tamaño de las micropartículas de sílice son la Temperatura de entrada y la Concentración de sílice en la suspensión.

8. Se determinó que, a partir de nanopartículas de sílice de 100 nm , el tamaño de las micropartículas de sílice aglomeradas obtenidas, oscilan va en el rango de 3.06 a 13.01 micrómetros.

Anexo A

Fiche de données de sécurité conforme à la Directive 2001/58/CE

KLEBOSOL 30 R 50

Page 1

Référence : SXR075905
Version : 2 - 1 / F

Date de révision : 23.07.2002
Date d'impression : 10.06.2004

1. Identification du produit et de la société

Nom commercial :

KLEBOSOL 30 R 50

Utilisation de la substance/de la préparation

Branche industrielle : Industrie des auxiliaires de traitement des métaux
Type d'utilisation : Auxiliaire pour le travail du métal.

Identification de la société

Clariant (France)

70 Avenue du Général de Gaulle
92800 Puteaux
N° de téléphone : +33 1 4696 9600

Information sur la substance/préparation
Environnement Produits/Toxicologie

N° téléphonique d'urgence : +33 01 45 42 59 59

2. Composition/information sur les composants

Caractérisation chimique :

Suspension colloïdale de silice amorphe, stabilisée en milieu alcalin. Exempt de silice cristalline. Teneur en SiO₂ : environ 30%

3. Identification des dangers

Pas de dangers particuliers connus.

Les standards minimum pour les mesures de protection dans l'industrie chimique doivent être respectés.

4. Premiers secours

Après contact cutané :

En cas de contact avec la peau, laver immédiatement et abondamment à l'eau.

Après contact oculaire :

En cas de contact avec les yeux, laver immédiatement et abondamment avec de l'eau et consulter un spécialiste.
Assurer un traitement médical.

Après ingestion :

En cas d'ingestion, consulter immédiatement un médecin et lui montrer l'emballage ou l'étiquette.

5. Mesures de lutte contre l'incendie

Fiche de données de sécurité conforme à la Directive 2001/58/CE

KLEBOSOL 30 R 50

Page 2

Référence : SXR075905
Version : 2 - 1 / F

Date de révision : 23.07.2002
Date d'impression : 10.06.2004

Moyens d'extinction appropriés :

- produit non combustible: choisir les moyens d'extinction en fonction des incendies environnants.

6. Mesures à prendre en cas de dispersion accidentelle

Précautions pour la protection de l'environnement :

- Ne pas laisser le produit déversé s'infiltrer dans le sol ni parvenir dans les eaux d'écoulement.

Procédé de nettoyage/récupération :

- Ramasser avec un produit absorbant (par ex. sable, Kieselguhr, liant universel, sciure).

7. Manipulation et stockage

Précautions lors de la manipulation :

- Porter un appareil de protection respiratoire lors de la pulvérisation.
- Veiller à la bonne aération des locaux.

Exigences concernant les aires de stockage et les conteneurs :

- Conserver uniquement dans le fût d'origine maintenu fermé.
- Utiliser des récipients en polyoléfine.
- Ne pas utiliser de récipient en acier.

Données complémentaires :

- Protéger de l'action de la lumière.
- Protéger du gel - L'effet du gel rend le produit inutilisable.

Stabilité stockage :

- durée de stockage : 12 mois

8. Contrôle de l'exposition/protection individuelle

Mesures générales de protection :

- Eviter le contact avec les yeux et la peau.

Mesures d'hygiène :

- Ne pas manger et ne pas boire pendant l'utilisation.
- Ne pas fumer pendant l'utilisation.
- Observer les mesures de précaution habituelles pour la manipulation des produits chimiques.

Protection des mains : Gants de protection adaptés.

Protection des yeux : - lunettes de protection

9. Propriétés physiques et chimiques

Etat : liquide
Couleur : blanc laiteux
Odeur : inodore

Fiche de données de sécurité conforme à la Directive 2001/58/CE

KLEBOSOL 30 R 50

Page 3

Référence : SXR075905
Version : 2 - 1 / F

Date de révision : 23.07.2002
Date d'impression : 10.06.2004

Température de solidification :	>= 0 °C
Densité :	1,19 - 1,21 g/cm ³ (20 °C)
Solubilité dans l'eau :	miscible en toutes proportions
pH :	9 - 10 (20 °C)

10. Stabilité et réactivité

Réactions dangereuses :

Pas de réactions dangereuses si les prescriptions de stockage et de manipulation sont respectées.

11. Informations toxicologiques

Toxicité orale aiguë :	> 2.000 mg/kg (lapin)
Irritation primaire cutanée :	Non irritant. (lapin) Méthode : OCDE Résultat du test effectué sur une préparation analogue
Irritation oculaire :	Non irritant. (lapin) Méthode : OCDE Résultat du test effectué sur une préparation analogue

Remarques :

Le produit n'a pas été testé. Les informations sont celles obtenues à partir de produits de composition similaire.

12. Informations écologiques

Remarques :

Pas de résultats d'études écologiques disponibles.
Produit inorganique, non réducteur; ne possède donc ni DCO, ni DBO.
Ne pas rejeter le produit dans les eaux sans traitement préalable.
Ne pas rejeter dans l'environnement.

13. Considérations relatives à l'élimination

Produit :

Neutraliser.
Éliminer le produit compte tenu de la réglementation locale en vigueur.

Emballage non nettoyé :

Après utilisation, les emballages doivent être vidés le plus complètement possible; après nettoyage approprié, ils peuvent être réutilisés.

14. Informations relatives au transport

ADR Marchandise non dangereuse

Fiche de données de sécurité conforme à la Directive 2001/58/CE

KLEBOSOL 30 R 50

Page 4

Référence : SXR075905
Version : 2 - 1 / F

Date de révision : 23.07.2002
Date d'impression : 10.06.2004

RID	Marchandise non dangereuse
ADNR	Marchandise non dangereuse
IMDG	Marchandise non dangereuse
IATA	Marchandise non dangereuse

15. Informations réglementaires

Etiquetage communautaire :

Non soumis à étiquetage réglementaire.

Le produit n'est pas soumis à étiquetage selon les Directives communautaires et réglementations nationales en vigueur.

Prescriptions nationales :

Hygiène et sécurité du travail

Aération, assainissement : - Code du Travail : Articles R232-1 et R232-5 à R232-5-14

Risques de débordement, d'éclaboussures ou de déversement par rupture : - Code du Travail : Article R 233-46

Règles générales de prévention du risque chimique : - Code du Travail : Articles R 231-51 et R 231-54 à R 231-54-9

Déchets - Rejets

Loi n°75-663 du 15/07/75 modifiée: Elimination des déchets - Arrêté du 04/01/85 : déchets générateurs de nuisances - Décret n°94-609 du 13/07/94 : Déchets d'emballages - Voir brochure n°1416 des J.O. et ses actualisations

16. Autres informations

Cette fiche complète la notice technique d'utilisation mais ne la remplace pas. Les renseignements qu'elle contient sont basés sur l'état de nos connaissances et les principaux textes législatifs et réglementaires relatifs au produit et promulgués à la date de conception du document.

Anexo B

Fórmulas para el cálculo de los diferentes flujos de trabajo de la bomba peristáltica del equipo Nano Spray Dryer B – 90.

A continuación se muestran las ecuaciones utilizadas para calcular los parámetros de los flujos de trabajo del equipo Nano Spray Dryer B – 90 y conocer a fondo el proceso de funcionamiento de cada velocidad de la bomba peristáltica:

$$\text{Caudal Masico Aspirado (1)} = \left[\frac{m_t - m_{t+1}}{(t + 1) - t} \right] \quad (5.1)$$

En donde:

- m_t = Cantidad de líquido inicial en el vaso.
- m_{t+1} = Cantidad de líquido en el vaso después de un periodo de tiempo.
- t = Tiempo.

La Ec.5.1 se utilizó para calcular el flujo de suspensión que la boquilla pulverizadora del equipo Nano Spray Dryer B – 90 regresa al contenedor inicial después de haber pasado por la etapa de pulverización. Este parámetro aumenta o disminuye de acuerdo al tipo de suspensión y a la velocidad del equipo con la cual se esté trabajando. Es necesario conocer este parámetro para conocer posteriormente el Caudal Másico Pulverizado.

$$CMP = [CMA - CMR] \quad (5.2)$$

donde:

- CMP = Caudal Masico Pulverizado.
- CMA = Caudal Masico Aspirado.
- CMR = Caudal Masico Recirculado.

La Ec. 5.2 se utilizó para calcular el valor del flujo que la boquilla pulverizadora de suspensión Nano Spray Dryer B – 90 atomiza en función del flujo de suspensión que la bomba peristáltica le envía, esto permitió conocer la velocidad más adecuada para la realización de

los secados de diferentes tipos de suspensiones. Es necesario conocer este parámetro para conocer posteriormente el Caudal Volumétrico.

$$Caudal\ Volumetrico = \left[\frac{Caudal\ Masico\ Pulverizado}{Densidad(H_2O)} \right] \quad (5.3)$$

En donde:

- $\rho_{Agua} = 1 \frac{grs}{cm^3}$ ó $1000 \frac{Kg}{m^3}$

Esta Ec. 5.3 se utilizó para conocer el flujo volumétrico de suspensión que la boquilla pulverizadora del equipo Nano Spray Dryer B – 90 necesita en cada una de sus 4 velocidades de funcionamiento para mantener un proceso de secado de la suspensión estable y constante. Para calcular este valor es necesario conocer el Caudal volumétrico y dividirlo entre la densidad del agua que para este caso será la que se usará como suspensión.

Anexo C

Se elaboraron varias tablas que permitieron concentrar el comportamiento de los flujos en los diferentes niveles de velocidad en los que funciona la bomba peristáltica del equipo. Para ello en el Anexo B se encuentran algunas de las formulas requeridas para el cálculo de las tablas que se presentan a continuación.

Tabla 5.1: Análisis para la velocidad no.1 de la bomba (% de Atomización de 100 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	392.240	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	385.500	4.210	0.220	0.140	0.080	0.220	0.140	0.080
60.000	380.440	10.020	0.170	0.190	-0.020	0.170	0.190	-0.020
90.000	375.440	14.430	0.170	0.150	0.020	0.170	0.150	0.020
120.000	370.320	19.840	0.170	0.180	-0.010	0.170	0.180	-0.010
150.000	365.380	24.700	0.160	0.160	0.000	0.160	0.160	0.000
180.000	360.280	29.650	0.170	0.170	0.010	0.170	0.170	0.010
210.000	355.160	34.580	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
240.000	350.130	39.480	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
270.000	345.100	44.460	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
300.000	340.070	49.340	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
330.000	335.000	54.210	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
360.000	330.000	59.120	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
390.000	324.880	64.080	0.170	0.170	0.010	0.170	0.170	0.010
420.000	319.030	68.980	0.200	0.160	0.030	0.200	0.160	0.030
450.000	314.880	74.000	0.140	0.170	-0.030	0.140	0.170	-0.030
480.000	309.800	79.230	0.170	0.170	-0.010	0.170	0.170	-0.010
510.000	304.730	83.830	0.170	0.150	0.020	0.170	0.150	0.020
540.000	299.690	88.780	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
570.000	294.540	93.750	0.170	0.170	0.010	0.170	0.170	0.010
600.000	289.470	99.050	0.170	0.180	-0.010	0.170	0.180	-0.010
PROMEDIOS						0.163	0.157	0.006

En la Tabla 5.1 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 1 con un % de Atomización del 100 % donde se consideró un tiempo total de estudio de 10 minutos y toman-do lecturas cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones para esta tabla. Los promedios caudales 1 y 2 indican que el flujo está regresando de manera casi íntegra al contenedor de la suspensión y para el caudal pulverizado indica la cantidad de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado. Con ello mantener un proceso de atomización constante.

Tabla 5.2: Análisis para la velocidad no.1 de la bomba (% de Atomización de 80 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	392.700	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	385.100	6.570	0.250	0.220	0.030	0.250	0.220	0.030
60.000	380.190	11.680	0.160	0.170	-0.010	0.160	0.170	-0.010
90.000	375.140	16.590	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
120.000	369.950	21.520	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
150.000	364.920	26.450	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
180.000	359.990	31.420	0.160	0.170	0.000	0.160	0.170	0.000
210.000	354.780	36.400	0.170	0.170	0.010	0.170	0.170	0.010
240.000	349.750	41.290	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
270.000	344.580	46.410	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
300.000	339.750	51.190	0.160	0.160	0.000	0.160	0.160	0.000
330.000	334.610	56.430	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
360.000	329.630	61.140	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
390.000	324.480	66.330	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
420.000	319.340	71.450	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
450.000	314.390	76.260	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
480.000	309.330	81.260	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
510.000	304.280	85.950	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
540.000	299.110	91.020	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
570.000	294.310	95.860	0.160	0.160	0.000	0.160	0.160	0.000
600.000	289.080	100.780	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
PROMEDIOS						0.164	0.160	0.005

En la Tabla 5.2 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 1 con un % de Atomización del 80 %. Donde se consideró un tiempo total de estudio de 10 minutos y tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Además se obtuvieron los promedios de los caudales 1, 2 y pulverizado. Donde 1 refiere al caudal másico aspirado (flujo enviado por la bomba peristáltica), caudal 2 flujo másico recirculado (flujo que no pulveriza la boquilla y regresa al vaso de las suspensión) y finalmente el pulverizado es el flujo que logra atomizar la boquilla en la cámara de secado.

Tabla 5.3: Análisis para la velocidad no.1 de la bomba (% de Atomización del 60 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	392.700	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	385.110	7.030	0.250	0.230	0.020	0.250	0.230	0.020
60.000	380.020	11.860	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
90.000	375.090	16.780	0.160	0.160	0.000	0.160	0.160	0.000
120.000	369.940	21.620	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
150.000	365.020	26.470	0.160	0.160	0.000	0.160	0.160	0.000
180.000	359.910	31.230	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
210.000	354.750	35.980	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
240.000	349.850	40.920	0.160	0.160	0.000	0.160	0.160	0.000
270.000	344.630	45.940	0.170	0.170	0.010	0.170	0.170	0.010
300.000	339.600	50.880	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
330.000	334.510	55.840	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
360.000	329.470	60.890	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
390.000	324.360	65.880	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
420.000	319.280	70.860	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
450.000	314.350	75.810	0.160	0.170	0.000	0.160	0.170	0.000
480.000	309.170	80.830	0.170	0.170	0.010	0.170	0.170	0.010
510.000	304.250	85.830	0.160	0.170	0.000	0.160	0.170	0.000
540.000	299.090	90.810	0.170	0.170	0.010	0.170	0.170	0.010
570.000	293.990	95.870	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
600.000	289.030	100.830	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
PROMEDIOS						0.165	0.160	0.005

En la Tabla 5.3 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 1 con un % de Atomización del 60 %. Donde se consideró un tiempo total de estudio de 10 minutos y toman-do lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para los caudales 1 y 2 indican que el flujo regreso en su mayoría al contenedor de la suspensión y para el caudal pulverizado indica la cantidad de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.4: Análisis para la velocidad no.1 de la bomba (% de Atomización del 40 %)

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	392.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	383.990	6.810	0.290	0.230	0.070	0.290	0.230	0.070
60.000	378.930	11.310	0.170	0.150	0.020	0.170	0.150	0.020
90.000	373.790	16.470	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
120.000	368.760	21.380	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
150.000	363.680	26.900	0.170	0.180	-0.010	0.170	0.180	-0.010
180.000	358.660	32.050	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
210.000	353.540	37.070	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
240.000	348.610	42.110	0.160	0.170	0.000	0.160	0.170	0.000
270.000	343.410	46.910	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
300.000	338.360	51.820	0.170	0.160	0.000	0.170	0.160	0.000
330.000	333.310	57.280	0.170	0.180	-0.010	0.170	0.180	-0.010
360.000	328.250	62.180	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
390.000	323.190	67.370	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
420.000	318.120	72.430	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
450.000	313.060	77.460	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
480.000	307.970	82.510	0.170	0.170	0.000	0.170	0.170	0.000
510.000	302.960	87.130	0.170	0.150	0.010	0.170	0.150	0.010
540.000	297.980	92.370	0.170	0.170	-0.010	0.170	0.170	-0.010
570.000	292.780	97.740	0.170	0.180	-0.010	0.170	0.180	-0.010
600.000	287.640	102.530	0.170	0.160	0.010	0.170	0.160	0.010
PROMEDIOS						0.167	0.163	0.004

En la Tabla 5.4 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 1 con un % de Atomización del 40 %. Además el tiempo total de estudio de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para el caudal 1 arrojo que aspiro más, el caudal 2 indican que el flujo regreso en su mayoría al contenedor de la suspensión y para el caudal pulverizado indica la cantidad de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.5: Análisis para la velocidad no.2 de la bomba (% de Atomización del 100 %)

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	392.610	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	380.220	11.430	0.410	0.380	0.030	0.410	0.380	0.030
60.000	370.410	21.450	0.330	0.330	-0.010	0.330	0.330	-0.010
90.000	360.500	30.920	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
120.000	350.760	40.390	0.320	0.320	0.010	0.320	0.320	0.010
150.000	340.890	50.220	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
180.000	330.970	59.900	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
210.000	321.170	69.530	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
240.000	311.290	79.310	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
270.000	301.940	89.000	0.310	0.320	-0.010	0.310	0.320	-0.010
300.000	291.500	98.900	0.350	0.330	0.020	0.350	0.330	0.020
330.000	281.500	108.710	0.330	0.330	0.010	0.330	0.330	0.010
360.000	271.910	118.230	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
390.000	262.000	128.040	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
420.000	252.110	137.720	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
450.000	242.430	147.340	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
480.000	232.460	157.210	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
510.000	222.750	166.800	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
540.000	212.930	176.570	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
570.000	202.130	186.280	0.360	0.320	0.040	0.360	0.320	0.040
600.000	192.230	196.970	0.330	0.360	-0.030	0.330	0.360	-0.030
PROMEDIOS						0.316	0.313	0.005

En la Tabla 5.5 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 2 con un % de Atomización del 100 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para los caudales 1 y 2 arrojaron que lo aspirado y regresado es en su mayoría. Finalmente para el caudal pulverizado indica la cantidad de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.6: Análisis para la velocidad no.2 de la bomba (% de Atomización del 80 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	383.030	9.380	0.360	0.310	0.050	0.360	0.310	0.050
60.000	373.140	19.220	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
90.000	363.390	29.000	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
120.000	353.600	38.790	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
150.000	343.880	48.630	0.320	0.330	0.000	0.320	0.330	0.000
180.000	333.940	58.390	0.330	0.330	0.010	0.330	0.330	0.010
210.000	324.240	68.140	0.320	0.330	0.000	0.320	0.330	0.000
240.000	314.480	77.840	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
270.000	304.540	87.740	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
300.000	294.800	97.450	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
330.000	284.980	106.790	0.330	0.310	0.020	0.330	0.310	0.020
360.000	275.170	116.580	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
390.000	265.430	126.010	0.320	0.310	0.010	0.320	0.310	0.010
420.000	255.630	135.840	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
450.000	245.760	145.640	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
480.000	235.830	155.560	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
510.000	226.290	165.100	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
540.000	216.480	174.700	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
570.000	206.680	184.370	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
600.000	196.880	194.000	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
PROMEDIOS						0.313	0.308	0.005

En la Tabla 5.6 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 2 con un % de Atomización del 80 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para los caudales 1 y 2 arrojaron que lo aspirado y regresado es en su mayoría. Finalmente para el caudal pulverizado indica la cantidad de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.7: Análisis para la velocidad no.2 de la bomba (% de Atomización del 60 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	381.330	10.940	0.420	0.360	0.050	0.420	0.360	0.050
60.000	371.710	20.910	0.320	0.330	-0.010	0.320	0.330	-0.010
90.000	361.770	29.240	0.330	0.280	0.050	0.330	0.280	0.050
120.000	351.990	38.990	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
150.000	342.260	48.730	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
180.000	332.480	58.360	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
210.000	322.680	67.140	0.330	0.290	0.030	0.330	0.290	0.030
240.000	312.950	76.870	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
270.000	303.180	86.560	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
300.000	293.380	96.320	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
330.000	283.590	105.990	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
360.000	273.800	115.650	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
390.000	264.000	125.490	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
420.000	254.230	135.140	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
450.000	244.990	144.880	0.310	0.320	-0.020	0.310	0.320	-0.020
480.000	234.700	154.570	0.340	0.320	0.020	0.340	0.320	0.020
510.000	224.840	164.340	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
540.000	215.140	173.990	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
570.000	205.360	183.890	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
600.000	195.680	193.430	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
PROMEDIOS						0.314	0.307	0.007

En la Tabla 5.7 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 2 con un % de Atomización del 60 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para el caudal 1 arrojo que aspiro más, el caudal 2 indican que el flujo regreso en su mayoría al contenedor de la suspensión. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mayor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.8: Análisis para la velocidad no.2 de la bomba (% de Atomización del 40 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	381.080	12.230	0.420	0.410	0.020	0.420	0.410	0.020
60.000	371.380	22.050	0.320	0.330	0.000	0.320	0.330	0.000
90.000	361.580	31.730	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
120.000	351.880	41.060	0.320	0.310	0.010	0.320	0.310	0.010
150.000	342.120	50.640	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
180.000	332.290	60.420	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
210.000	322.560	70.140	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
240.000	312.760	79.880	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
270.000	303.010	89.620	0.330	0.320	0.000	0.330	0.320	0.000
300.000	293.280	99.360	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
330.000	283.980	109.080	0.310	0.320	-0.010	0.310	0.320	-0.010
360.000	273.870	118.740	0.340	0.320	0.020	0.340	0.320	0.020
390.000	263.750	128.780	0.340	0.330	0.000	0.340	0.330	0.000
420.000	254.190	138.480	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
450.000	244.440	148.030	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
480.000	234.600	157.830	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
510.000	224.880	167.640	0.320	0.330	0.000	0.320	0.330	0.000
540.000	215.080	177.220	0.330	0.320	0.010	0.330	0.320	0.010
570.000	205.330	187.060	0.330	0.330	0.000	0.330	0.330	0.000
600.000	195.680	196.670	0.320	0.320	0.000	0.320	0.320	0.000
PROMEDIOS						0.314	0.312	0.002

En la Tabla 5.8 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 2 con un % de Atomización del 40%. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para los caudales 1 y 2 arrojaron que lo aspirado y regresado es en su mayoría. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad menor suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.9: Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 100%)

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.070	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	374.690	15.590	0.610	0.520	0.090	0.610	0.520	0.090
60.000	360.320	29.860	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
90.000	345.770	44.350	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
120.000	331.230	58.940	0.480	0.490	0.000	0.480	0.490	0.000
150.000	316.990	73.390	0.470	0.480	-0.010	0.470	0.480	-0.010
180.000	302.100	87.950	0.500	0.490	0.010	0.500	0.490	0.010
210.000	287.340	102.660	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
240.000	273.170	116.760	0.470	0.470	0.000	0.470	0.470	0.000
270.000	258.220	131.740	0.500	0.500	0.000	0.500	0.500	0.000
300.000	243.930	146.010	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
330.000	229.270	160.610	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
360.000	214.880	174.960	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
390.000	200.220	189.580	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
420.000	185.690	203.930	0.480	0.480	0.010	0.480	0.480	0.010
450.000	171.060	218.550	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
480.000	156.580	233.020	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
510.000	147.920	247.570	0.290	0.480	-0.200	0.290	0.480	-0.200
540.000	127.970	262.030	0.670	0.480	0.180	0.670	0.480	0.180
570.000	112.890	276.630	0.500	0.490	0.020	0.500	0.490	0.020
600.000	98.420	291.080	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
PROMEDIOS						0.468	0.462	0.006

En la Tabla 5.10 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 3 con un % de Atomización del 100 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para el caudal 1 arrojo que aspiro más, el caudal 2 indican que el flujo regreso en su mayoría al contenedor de la suspensión. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mucho menor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.10: Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 100 %)

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.070	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	374.690	15.590	0.610	0.520	0.090	0.610	0.520	0.090
60.000	360.320	29.860	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
90.000	345.770	44.350	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
120.000	331.230	58.940	0.480	0.490	0.000	0.480	0.490	0.000
150.000	316.990	73.390	0.470	0.480	-0.010	0.470	0.480	-0.010
180.000	302.100	87.950	0.500	0.490	0.010	0.500	0.490	0.010
210.000	287.340	102.660	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
240.000	273.170	116.760	0.470	0.470	0.000	0.470	0.470	0.000
270.000	258.220	131.740	0.500	0.500	0.000	0.500	0.500	0.000
300.000	243.930	146.010	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
330.000	229.270	160.610	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
360.000	214.880	174.960	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
390.000	200.220	189.580	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
420.000	185.690	203.930	0.480	0.480	0.010	0.480	0.480	0.010
450.000	171.060	218.550	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
480.000	156.580	233.020	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
510.000	147.920	247.570	0.290	0.480	-0.200	0.290	0.480	-0.200
540.000	127.970	262.030	0.670	0.480	0.180	0.670	0.480	0.180
570.000	112.890	276.630	0.500	0.490	0.020	0.500	0.490	0.020
600.000	98.420	291.080	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
PROMEDIOS						0.468	0.462	0.006

En la Tabla 5.10 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 3 con un % de Atomización del 100 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para el caudal 1 arrojo que aspiro más, el caudal 2 indican que el flujo regreso en su mayoría al contenedor de la suspensión. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mucho menor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.11: Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 80 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.300	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	375.810	14.620	0.580	0.490	0.100	0.580	0.490	0.100
60.000	361.100	29.270	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
90.000	346.490	43.790	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
120.000	331.880	58.280	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
150.000	317.390	72.740	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
180.000	302.800	87.340	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
210.000	287.990	102.030	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
240.000	273.670	116.270	0.480	0.470	0.000	0.480	0.470	0.000
270.000	259.070	130.880	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
300.000	244.590	145.430	0.480	0.490	0.000	0.480	0.490	0.000
330.000	230.010	160.040	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
360.000	215.400	174.490	0.490	0.480	0.010	0.490	0.480	0.010
390.000	200.820	189.110	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
420.000	186.250	203.600	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
450.000	171.680	218.100	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
480.000	157.210	232.610	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
510.000	142.660	247.190	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
540.000	128.870	261.710	0.460	0.480	-0.020	0.460	0.480	-0.020
570.000	113.530	276.460	0.510	0.490	0.020	0.510	0.490	0.020
600.000	99.080	290.980	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
PROMEDIOS						0.467	0.462	0.005

En la Tabla 5.11 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 3 con un % de Atomización del 80 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para los caudales 1 y 2 arrojaron que lo aspirado y regresado es en su mayoría. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mayor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.12: Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 60 %.)

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.900	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	376.570	14.840	0.580	0.490	0.080	0.580	0.490	0.080
60.000	362.130	29.290	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
90.000	347.580	43.930	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
120.000	333.070	58.390	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
150.000	318.410	72.990	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
180.000	303.970	87.370	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
210.000	289.530	101.860	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
240.000	274.870	116.440	0.490	0.490	0.000	0.490	0.490	0.000
270.000	260.430	130.870	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
300.000	245.880	145.300	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
330.000	231.330	159.850	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
360.000	216.880	174.280	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
390.000	202.350	188.740	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
420.000	187.770	203.290	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
450.000	173.190	217.790	0.490	0.480	0.000	0.490	0.480	0.000
480.000	158.760	232.190	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
510.000	143.890	247.010	0.500	0.490	0.000	0.500	0.490	0.000
540.000	129.780	261.120	0.470	0.470	0.000	0.470	0.470	0.000
570.000	115.180	275.570	0.490	0.480	0.010	0.490	0.480	0.010
600.000	100.770	289.980	0.480	0.480	0.000	0.480	0.480	0.000
PROMEDIOS						0.465	0.460	0.005

En la Tabla 5.12 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 3 con un % de Atomización del 60%. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para los caudales 1 y 2 arrojaron que lo aspirado y regresado es en su mayoría. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mayor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.13: Análisis para la velocidad no.3 de la bomba (% de Atomización del 40%).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0	393.8	0	0	0	0	0	0	0
30	376.38	15.94	0.58	0.53	0.05	0.58	0.53	0.05
60	361.94	30.35	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
90	347.33	45.1	0.49	0.49	0	0.49	0.49	0
120	337.8	59.44	0.32	0.48	-0.16	0.32	0.48	-0.16
150	318.36	73.94	0.65	0.48	0.16	0.65	0.48	0.16
180	304.13	88.14	0.47	0.47	0	0.47	0.47	0
210	289.49	102.8	0.49	0.49	0	0.49	0.49	0
240	274.87	117.41	0.49	0.49	0	0.49	0.49	0
270	260.04	132.18	0.49	0.49	0	0.49	0.49	0
300	245.9	146.39	0.47	0.47	0	0.47	0.47	0
330	231.36	160.89	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
360	216.81	175.39	0.49	0.48	0	0.49	0.48	0
390	202.29	189.91	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
420	187.64	204.48	0.49	0.49	0	0.49	0.49	0
450	173.23	218.86	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
480	158.77	233.31	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
510	144.27	247.85	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
540	129.73	262.32	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
570	115.31	276.78	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
600	100.78	291.3	0.48	0.48	0	0.48	0.48	0
PROMEDIOS						0.47	0.46	0

En la Tabla 5.13 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 3 con un % de Atomización del 40%. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para los caudales 1 y 2 arrojaron que lo aspirado y regresado es en su mayoría. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mayor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.14: Análisis para la velocidad no.4 de la bomba (% de Atomización del 100%).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.0000	393.8000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
30.0000	390.2200	2.0400	0.1200	0.0700	0.0500	0.1200	0.0700	0.0500
60.0000	389.4700	2.9300	0.0300	0.0300	0.0000	0.0300	0.0300	0.0000
90.0000	388.5500	4.6500	0.0300	0.0600	-0.0300	0.0300	0.0600	-0.0300
120.0000	387.6900	4.1500	0.0300	-0.0200	0.0500	0.0300	-0.0200	0.0500
150.0000	386.8600	5.8100	0.0300	0.0600	-0.0300	0.0300	0.0600	-0.0300
180.0000	386.0000	5.6000	0.0300	-0.0100	0.0400	0.0300	-0.0100	0.0400
210.0000	385.1500	7.6400	0.0300	0.0700	-0.0400	0.0300	0.0700	-0.0400
240.0000	384.2500	7.5100	0.0300	0.0000	0.0300	0.0300	0.0000	0.0300
270.0000	383.4900	8.4400	0.0300	0.0300	-0.0100	0.0300	0.0300	-0.0100
300.0000	382.5800	8.7300	0.0300	0.0100	0.0200	0.0300	0.0100	0.0200
330.0000	381.7400	9.9100	0.0300	0.0400	-0.0100	0.0300	0.0400	-0.0100
360.0000	380.8800	11.1800	0.0300	0.0400	-0.0100	0.0300	0.0400	-0.0100
390.0000	380.0300	11.3100	0.0300	0.0000	0.0200	0.0300	0.0000	0.0200
420.0000	379.1800	12.1200	0.0300	0.0300	0.0000	0.0300	0.0300	0.0000
450.0000	378.3100	12.5900	0.0300	0.0200	0.0100	0.0300	0.0200	0.0100
480.0000	377.4500	14.2400	0.0300	0.0600	-0.0300	0.0300	0.0600	-0.0300
510.0000	376.6100	13.9300	0.0300	-0.0100	0.0400	0.0300	-0.0100	0.0400
540.0000	375.7800	16.0200	0.0300	0.0700	-0.0400	0.0300	0.0700	-0.0400
570.0000	374.9100	16.2200	0.0300	0.0100	0.0200	0.0300	0.0100	0.0200
600.0000	373.9800	16.1200	0.0300	0.0000	0.0300	0.0300	0.0000	0.0300
PROMEDIOS						0.0310	0.0260	0.0060

En la Tabla 5.14 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 4 con un % de Atomización del 100 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para el caudal 1 arrojo que aspiro más, el caudal 2 indican que el flujo regreso en su mayoría al contenedor de la suspensión. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mayor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.15: Análisis para la velocidad no.4 de la bomba (% de Atomización del 80 %)

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	390.620	2.540	0.110	0.080	0.020	0.110	0.080	0.020
60.000	389.760	3.190	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
90.000	388.900	3.810	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
120.000	388.060	4.750	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
150.000	387.200	5.460	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
180.000	386.350	5.980	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
210.000	385.490	6.770	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
240.000	384.650	7.540	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
270.000	383.780	8.210	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
300.000	382.930	8.900	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
330.000	382.080	9.640	0.030	0.020	0.000	0.030	0.020	0.000
360.000	381.230	10.370	0.030	0.020	0.000	0.030	0.020	0.000
390.000	380.380	12.870	0.030	0.080	-0.050	0.030	0.080	-0.050
420.000	379.500	11.810	0.030	-0.040	0.060	0.030	-0.040	0.060
450.000	378.660	11.480	0.030	-0.010	0.040	0.030	-0.010	0.040
480.000	377.820	12.390	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
510.000	376.960	13.450	0.030	0.040	-0.010	0.030	0.040	-0.010
540.000	376.120	14.430	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
570.000	375.270	15.970	0.030	0.050	-0.020	0.030	0.050	-0.020
600.000	374.420	15.280	0.030	-0.020	0.050	0.030	-0.020	0.050
PROMEDIOS						0.031	0.024	0.007

En la Tabla 5.15 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 4 con un % de Atomización del 80 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para el caudal 1 arrojo que aspiro más, el caudal 2 indican que el flujo regreso en su mayoría al contenedor de la suspensión. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mayor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.16: Análisis para la velocidad no.4 de la bomba (% de Atomización del 60 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ /seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ /seg)
0.000	393.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	390.400	2.390	0.110	0.080	0.030	0.110	0.080	0.030
60.000	389.540	3.170	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
90.000	388.700	3.830	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
120.000	387.850	4.530	0.030	0.020	0.000	0.030	0.020	0.000
150.000	387.000	5.380	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
180.000	386.160	6.170	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
210.000	385.300	6.920	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
240.000	384.450	7.680	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
270.000	383.590	8.540	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
300.000	382.760	9.050	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
330.000	381.900	9.750	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
360.000	381.040	10.570	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
390.000	380.180	11.310	0.030	0.020	0.000	0.030	0.020	0.000
420.000	379.340	12.000	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
450.000	378.480	12.830	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
480.000	377.630	13.940	0.030	0.040	-0.010	0.030	0.040	-0.010
510.000	376.710	14.580	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
540.000	375.930	14.880	0.030	0.010	0.020	0.030	0.010	0.020
570.000	375.080	15.730	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
600.000	374.220	16.570	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
PROMEDIOS						0.031	0.026	0.005

En la Tabla 5.15 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 3 con un % de Atomización del 40 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para el caudal 1 arrojo que aspiro más, el caudal 2 indican que el flujo regreso en su mayoría al contenedor de la suspensión. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mayor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Tabla 5.17: Análisis para la velocidad no.4 de la bomba (% de Atomización del 40 %).

Tiempo (seg)	Masa del vaso 1 (grs)	Masa del vaso 2 (grs)	Caudal Másico Aspirado (1) (grs/seg)	Caudal Másico Recirculado (2) (grs/seg)	Caudal Pulverizado (g/seg)	Caudal Volumétrico (1) (cm ³ / seg)	Caudal Volumétrico (2) (cm ³ / seg)	Caudal Volumétrico Pulverizado (cm ³ / seg)
0.000	393.800	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000
30.000	390.980	2.520	0.090	0.080	0.010	0.090	0.080	0.010
60.000	389.650	3.360	0.040	0.030	0.020	0.040	0.030	0.020
90.000	388.800	4.320	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
120.000	387.970	4.940	0.030	0.020	0.010	0.030	0.020	0.010
150.000	387.120	5.750	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
180.000	386.260	6.570	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
210.000	385.410	7.460	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
240.000	384.570	8.200	0.030	0.020	0.000	0.030	0.020	0.000
270.000	383.710	9.070	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
300.000	382.850	9.790	0.030	0.020	0.000	0.030	0.020	0.000
330.000	382.010	10.690	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
360.000	381.160	11.560	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
390.000	380.320	12.410	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
420.000	379.460	13.240	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
450.000	378.620	14.020	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
480.000	377.770	14.740	0.030	0.020	0.000	0.030	0.020	0.000
510.000	376.920	15.520	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
540.000	376.060	16.430	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
570.000	375.210	17.300	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
600.000	374.380	18.080	0.030	0.030	0.000	0.030	0.030	0.000
PROMEDIOS						0.031	0.029	0.002

En la Tabla 5.17 se concentraron los cálculos realizados para la velocidad 3 con un % de Atomización del 40 %. El tiempo total del estudio fue de 10 minutos, tomando lecturas también cada 30 segundos, con un total de 20 mediciones. Los promedios para los caudales 1 y 2 arrojaron que lo aspirado y regresado es en su mayoría. Finalmente para el caudal pulverizado indica una cantidad mayor de suspensión que se estuvo atomizando en la cámara de secado.

Anexo D

Fórmulas para el cálculo del Rendimiento de la suspensión en el proceso de secado por atomización con el equipo Nano Spray Dryer B – 90.

A continuación se muestran las ecuaciones que se utilizaron para calcular el Rendimiento de la suspensión en el proceso de secado por atomización y poder tener un control sobre la suspensión que se empleara para producir las nanopartículas.

$$m_{Solución} = (\rho) \cdot (V) \quad (5.4)$$

donde:

- $\rho_{S\acute{i}lice} = 1.2 \frac{grs}{cm^3}$
- $V = \text{Volumen de la solución}$

Esta ecuación (5.4) se utilizó para conocer la cantidad de masa de solución de la suspensión que se atomizará, para lograr esto basta con multiplicar el volumen de la solución por el valor de la densidad de la solución. Es necesario conocer este parámetro para poder conocer posteriormente el parámetro de la masa de sílice teórica.

$$m_{S\acute{i}liceTeórica} = (CMS) \cdot (m_{Solución}) \quad (5.5)$$

En donde:

- $Concentración\ M\acute{a}sica\ de\ S\acute{i}lice\ (CMS) = 0.30$

La Ecuación 5.5 utilizada para calcular la cantidad aproximada de nanopartículas que el equipo debe producir a partir de cierta cantidad de suspensión. Esto se logra con solo multiplicar la masa de la suspensión que se usara para el secado a realizar por el valor de la concentración másica de Sílice que posea la suspensión que se atomizará. Es necesario conocer este parámetro para poder conocer posteriormente el Rendimiento de la Atomización.

$$m_{S\acute{i}lice\ Seca} = (m_{S\acute{i}lice\ Real}) \cdot \left(1 - \frac{Th}{100}\right) \quad (5.6)$$

En donde:

- $m_{S\acute{i}lice\ Real} = \text{Masa de Sílice recolectada después de la atomización de la suspensión.}$
- $Th = \text{Medición del contenido de humedad del sólido obtenido por disecación}$

Para la Ec. 5.6 se utilizó para conocer la cantidad de Sílice que se obtuvo al finalizar el secado de la suspensión, eliminando previamente la humedad que pudiera permanecer aún en las nanopartículas a consecuencia de las condiciones indicadas en los parámetros primarios del proceso de secado. Es necesario conocer este parámetro para poder conocer posteriormente el Rendimiento de la Atomización.

$$\eta = \left(\frac{m_{\text{SíliceSeca}}}{m_{\text{SíliceTeórica}}} \right) \quad (5.7)$$

En donde:

- $\eta = \text{Rendimiento de la Atomización}$

La ecuación 5.7 se utilizó para conocer el rendimiento de la atomización de la suspensión, es decir, nos permite conocer la cantidad real de nanopartículas que se producen de cierta cantidad de suspensión y al dividir esta cantidad entre el valor obtenido de manera teórica nos permitirá conocer el rendimiento que tuvo el equipo Nano Spray Dryer B-90 al realizar el secado.

Anexo E

Mediante los parámetros utilizados en el secador se obtuvieron las micropartículas de sílice cuyas características se muestran en la Tabla 5.18 a la Tabla 5.22 siendo una tablas con las 39 muestras analizadas. Para ello en el Anexo D se encuentran algunas de las formulas requeridas para el cálculo de las tablas que se presentan a continuación.

Tabla 5.18: Muestras de micropartículas de sílice de la 1 a 5 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros que fueron controlados.

Parámetros	Muestra 1	Muestra 2	Muestra 3	Muestra 4	Muestra 5
% de Atomización (%)	100.000	100.000	90.000	100.000	40.000
Volumen de la solución (ml)	9.360	9.360	9.360	9.360	9.360
Flujo del Gas (L/min)	100.000	100.000	100.000	104.000	102.000
Temperatura de entrada (°C)	100.000	60.000	60.000	60.000	60.000
Temperatura de salida (°C)	/	/	/	30.000	31.000
Temperatura de la boquilla (°C)	/	/	/	65.000	62.000
Presión (mbar)	/	/	/	31.000	36.000
Diámetro de la boquilla (μm)	4.000	4.000	4.000	4.000	4.000
Flujo del líquido (L/min)	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018
Concentración del sílice (% w)	30.000	30.000	30.000	30.000	30.000
Masa de sílice recolectada (grs)	15.600	0.653	0.623	3.320	3.800
Masa teórica de sílice (grs)	3.403	3.403	3.403	3.403	3.403
Masa de sílice seca (grs)	15.474	0.645	0.616	3.273	3.745
Humedad (%)	0.810	1.090	1.050	0.960	1.140
Rendimiento (%)	Absurdo	18.960	18.100	96.180	Absurdo
Diámetro en volumen ($d_{50}, \mu m$)	6.330	5.500	5.440	5.580	5.450
Diámetro en número (d_{50}, nm)	320.000	328.000	336.000	325.000	329.000

	Valores constantes suponiendo condiciones normales en los secados y variando uno de los 3 parámetros controlados.
	Hace referencia a valores calculados usando fórmulas que se indican en el Anexo A.
	Indica la muestra tomada como base para la comparación de las primeras 28 muestras.
#####	Los valores en rojo indican los parámetros cambiados con respecto a la muestra base.

La Tabla 5.18 concentra la información de las primeras 5 muestras, indicando la muestra base que se utilizó para realizar comparaciones con cada muestra. Además se resaltan los 3 parámetros que se analizaron durante toda esta investigación, variando el % de atomización mantiene constante en las muestras 1, 2 y 4 al 100 % y para las muestras 3 y 5 variándolo, para la temperatura de entrada la muestra 1 al 100 °C y las muestras 2 – 5 con una temperatura a 60 °C y constante la concentración de sílice a 30 %w. Los parámetros secundarios de las tablas se obtuvieron aunque no se tomaron en consideración para el estudio realizado.

Tabla 5.19: Muestras de micropartículas de sílice de la 6 a 10 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.

Parámetros	Muestra 6	Muestra 7	Muestra 8	Muestra 9	Muestra 10
% de Atomización (%)	100.000	90.000	100.000	40.000	100.000
Volumen de la solución (ml)	9.360	9.360	9.360	9.360	9.360
Flujo del Gas (L/min)	107.000	100.000	100.000	109.000	100.000
Temperatura de entrada (°C)	80.000	80.000	80.000	80.000	100.000
Temperatura de salida (°C)	32.000	/	/	36.000	/
Temperatura de la boquilla (°C)	88.000	/	/	74.000	/
Presión (mbar)	27.000	/	/	30.000	/
Diámetro de la boquilla (μm)	4.000	4.000	4.000	4.000	4.000
Flujo del líquido (L/min)	0.0178	0.0178	0.0178	0.0178	0.0178
Concentración del sílice (% w)	30.000	30.000	30.000	30.000	30.000
Masa de sílice recolectada (grs)	3.650	0.533	0.623	3.290	0.803
Masa teórica de sílice (grs)	3.403	3.403	3.403	3.403	3.403
Masa de sílice seca (grs)	3.593	0.527	0.618	3.244	0.794
Humedad (%)	1.000	0.980	0.770	1.120	1.090
Rendimiento (%)	Absurdo	16.960	18.150	95.330	23.320
Diámetro en volumen (d_{50} , μm)	5.570	5.880	5.590	5.770	6.400
Diámetro en número (d_{50} , nm)	328.000	326.000	324.000	325.000	324.000

	Valores constantes suponiendo condiciones normales en los secados y variando uno de los 3 parámetros controlados.
	Hace referencia a valores calculados usando fórmulas que se indican en el Anexo A.
	Indica la muestra tomada como base para la comparación de las primeras 28 muestras.
#####	Los valores en rojo indican los parámetros cambiados con respecto a la muestra base.

La Tabla 5.19 arroja la información de las muestras 6 a 10. Se resaltan los 3 parámetros que se analizaron durante toda esta investigación, variando el % de atomización en todas las muestras, para la temperatura de entrada se mantuvo constante a 80 °C en las muestras 6 – 9 y variando la muestra 10 y también se mantuvo constante la concentración de sílice para estas muestras.

Tabla 5.20: Muestras de micropartículas de sílice de la 11 a 15 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.

Parámetros	Muestra 11	Muestra 12	Muestra 13	Muestra 14	Muestra 15
% de Atomización (%)	80.000	40.000	60.000	90.000	70.000
Volumen de la solución (ml)	9.360	9.360	9.360	9.360	9.360
Flujo del Gas (L/min)	100.000	107.000	100.000	100.000	100.000
Temperatura de entrada (°C)	100.000	100.000	100.000	100.000	100.000
Temperatura de salida (°C)	/	35.000	/	/	/
Temperatura de la boquilla (°C)	/	82.000	/	/	/
Presión (mbar)	/	26.000	/	/	/
Diámetro de la boquilla (μm)	4.000	4.000	4.000	4.000	4.000
Flujo del líquido (L/min)	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018
Concentración del sílice (% w)	30.000	30.000	30.000	30.000	30.000
Masa de sílice recolectada (grs)	0.753	3.170	0.663	0.643	0.663
Masa teórica de sílice (grs)	3.403	3.403	3.403	3.403	3.403
Masa de sílice seca (grs)	0.745	3.134	0.658	0.638	0.656
Humedad (%)	0.960	0.910	0.730	0.750	0.920
Rendimiento (%)	21.900	92.070	19.330	18.740	19.290
Diámetro en volumen (d_{50} , μm)	5.160	5.200	5.400	5.300	5.500
Diámetro en número (d_{50} , nm)	325.000	323.000	324.000	323.000	343.000

	Valores constantes suponiendo condiciones normales en los secados y variando uno de los 3 parámetros controlados.
	Hace referencia a valores calculados usando fórmulas que se indican en el Anexo A.
	Indica la muestra tomada como base para la comparación de las primeras 28 muestras.
#####	Los valores en rojo indican los parámetros cambiados con respecto a la muestra base.

La Tabla 5.20 detalla la información de las muestras 11 a 15. Resaltando los parámetros que se analizaron durante toda esta investigación, variando en todas estas muestras el % de atomización, para la temperatura de entrada se mantuvo constante a 100 °C y se mantuvo constante la concentración de sílice a 30 %w para estas muestras.

Tabla 5.21: Muestras de micropartículas de sílice de la 16 a 20 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.

Parámetros	Muestra 16	Muestra 17	Muestra 18	Muestra 19	Muestra 20
% de Atomización (%)	70.000	50.000	90.000	90.000	50.000
Volumen de la solución ((ml))	9.360	9.360	9.360	9.360	9.360
Flujo del Gas (L/min)	100.000	100.000	100.000	101.000	100.000
Temperatura de entrada ($^{\circ}C$)	100.000	100.000	100.000	100.000	100.000
Temperatura de salida ($^{\circ}C$)	29.000	/	/	38.000	33.000
Temperatura de la boquilla ($^{\circ}C$)	85.000	/	/	95.000	85.000
Presión ((mbar))	29.000	/	/	36.000	30.000
Diámetro de la boquilla (μm)	4.000	4.000	4.000	4.000	4.000
Flujo del líquido (L/min)	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018
Concentración del sílice (% w)	30.000	30.000	30.000	30.000	30.000
Masa de sílice recolectada (grs)	3.320	0.663	0.623	3.310	3.070
Masa teórica de sílice (grs)	3.403	3.403	3.403	3.403	3.403
Masa de sílice seca (grs)	3.273	0.656	0.616	3.265	3.029
Humedad (%)	1.110	1.010	0.990	0.950	1.120
Rendimiento (%)	0.962	0.193	0.181	0.960	0.890
Diámetro en volumen ($d_{50}, \mu m$)	5.460	5.200	4.960	5.000	5.300
Diámetro en número (d_{50}, nm)	319.000	321.000	323.000	328.000	321.000

	Valores constantes suponiendo condiciones normales en los secados y variando uno de los 3 parámetros controlados.
	Hace referencia a valores calculados usando fórmulas que se indican en el Anexo A.
	Indica la muestra tomada como base para la comparación de las primeras 28 muestras.
#####	Los valores en rojo indican los parámetros cambiados con respecto a la muestra base.

La Tabla 5.21 reúne información de las muestras 16 a 20. Para los parámetros que se analizaron durante este proceso, se varió también el % de atomización en todas las muestras, y se mantuvieron constantes los parámetros de temperatura de entrada a $100^{\circ}C$ y la concentración de sílice a $30\%w$ para estas muestras.

Tabla 5.22: Muestras de micropartículas de sílice de la 21 a 25 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.

Parámetros	Muestra 21	Muestra 22	Muestra 23	Muestra 24	Muestra 25
% de Atomización (%)	80.000	100.000	60.000	90.000	40.000
Volumen de la solución (ml)	9.360	9.360	9.360	9.360	9.360
Flujo del Gas (L/min)	97.000	100.000	101.000	150.000	150.000
Temperatura de entrada (°C)	100.000	100.000	100.000	110.000	110.000
Temperatura de salida (°C)	37.000	40.000	31.000	/	51.000
Temperatura de la boquilla (°C)	95.000	106.000	86.000	/	85.000
Presión (mbar)	34.000	37.000	28.000	/	49.000
Diámetro de la boquilla (μm)	4.000	4.000	4.000	4.000	4.000
Flujo del líquido (L/min)	0.018	0.018	0.018	0.018	0.009
Concentración del sílice (% w)	30.000	30.000	30.000	30.000	30.000
Masa de sílice recolectada (gr.s)	3.280	3.250	3.080	2.523	3.290
Masa teórica de sílice (grs)	3.403	3.403	3.403	3.403	3.403
Masa de sílice seca (grs)	3.244	3.215	3.042	2.519	3.258
Humedad (%)	0.990	0.830	0.840	0.001	0.830
Rendimiento (%)	95.320	94.470	96.160	74.030	95.720
Diámetro en volumen (d_{50} , μm)	5.200	6.550	5.350	5.700	5.600
Diámetro en número (d_{50} , nm)	332.000	320.000	321.000	314.000	3.140

	Valores constantes suponiendo condiciones normales en los secados y variando uno de los 3 parámetros controlados.
	Hace referencia a valores calculados usando fórmulas que se indican en el Anexo A.
	Indica la muestra tomada como base para la comparación de las primeras 28 muestras.
#####	Los valores en rojo indican los parámetros cambiados con respecto a la muestra base.

La Tabla 5.22 aglomera información de las muestras 21 a 25. Para los parámetros que se analizaron durante este proceso, se variaron 2 de los 3 parámetros, el % de atomización y la temperatura de entrada, manteniendo solamente la concentración de sílice a 30 %w constante para estas muestras.

Tabla 5.23: Muestras de micropartículas de sílice de la 26 a 30 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.

Parámetros	Muestra 26	Muestra 27	Muestra 28	Muestra 29	Muestra 30
% de Atomización (%)	40.000	100.000	100.000	100.000	100.000
Volumen de la solución (ml)	/	9.360	9.360	15.000	15.000
Flujo del Gas (L/min)	100.000	100.000	100.000	100.000	100.000
Temperatura de entrada (°C)	120.000	/	50.000	100.000	80.000
Temperatura de salida (°C)	/	/	28.000	50.000	40.000
Temperatura de la boquilla (°C)	/	/	36.000	72.000	60.000
Presión (mbar)	/	/	31.000	37.000	37.000
Diámetro de la boquilla (μm)	7.000	4.000	4.000	4.000	4.000
Flujo del líquido (L/min)	0.009	0.018	0.027	0.018	0.018
Concentración del sílice (% w)	30.000	30.000	30.000	30.000	30.000
Masa de sílice recolectada (grs)	1.110	/	/	5.190	2.527
Masa teórica de sílice (grs)	/	3.403	3.403	5.000	5.000
Masa de sílice seca (grs)	/	/	/	5.253	2.558
Humedad (%)	/	0.820	/	-1.210	-1.230
Rendimiento (%)	/	/	/	0.900	0.900
Diámetro en volumen (d_{50} , μm)	9.500	/	6.900	727.00	6.230
Diámetro en número (d_{50} , nm)	5.100	/	334.000	330.000	316.000

	Valores constantes suponiendo condiciones normales en los secados y variando uno de los 3 parámetros controlados.
	Hace referencia a valores calculados usando fórmulas que se indican en el Anexo A.
	Indica la muestra tomada como base para la comparación de las primeras 28 muestras.
#####	Los valores en rojo indican los parámetros cambiados con respecto a la muestra base.

La Tabla 5.23 reúne información de las muestras 26 a 30. Para los parámetros que se analizaron durante este proceso, se variaron 2 de los 3 parámetros, el % de atomización para la muestra 26 y se mantuvo constante para las muestras 27 a 30 con el 100 %, para la temperatura de entrada se varió en todas estas muestras y finalmente para la concentración de sílice se mantuvo constante a 30 %w para las muestras.

Tabla 5.24: Muestras de micropartículas de sílice de la 31 a 35 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.

Parámetros	Muestra 31	Muestra 32	Muestra 33	Muestra 34	Muestra 35
% de Atomización (%)	100.000	100.000	40.000	40.000	40.000
Volumen de la solución (ml)	15.000	15.000	15.000	15.000	15.000
Flujo del Gas (L/min)	100.000	100.000	100.000	100.000	100.000
Temperatura de entrada (°C)	70.000	50.000	100.000	80.000	80.000
Temperatura de salida (°C)	34.000	29.000	50.000	38.000	38.000
Temperatura de la boquilla (°C)	56.000	44.000	70.000	53.000	55.000
Presión (mbar)	37.000	37.000	37.000	37.000	37.000
Diámetro de la boquilla (μm)	4.000	4.000	4.000	4.000	4.000
Flujo del líquido (L/min)	0.018	0.018	0.018	0.018	0.018
Concentración del sílice (% w)	30.000	30.000	30.000	30.000	30.000
Masa de sílice recolectada (grs)	4.010	3.542	0.479	0.034	1.417
Masa teórica de sílice (grs)	5.000	5.000	5.000	5.000	5.000
Masa de sílice seca (grs)	4.065	3.589	0.484	0.344	1.431
Humedad (%)	- 1.370	- 1.330	- 1.050	- 0.040	- 0.990
Rendimiento (%)	90.000	90.000	90.000	90.000	90.000
Diámetro en volumen (d_{50} , μm)	7.310	6.620	13.010	6.660	7.440
Diámetro en número (d_{50} , nm)	332.000	321.000	321.000	320.000	328.000

	Valores constantes suponiendo condiciones normales en los secados y variando uno de los 3 parámetros controlados.
	Hace referencia a valores calculados usando fórmulas que se indican en el Anexo A.
	Indica la muestra tomada como base para la comparación de las primeras 28 muestras.
#####	Los valores en rojo indican los parámetros cambiados con respecto a la muestra base.

La Tabla 5.24 sintetiza información de las muestras 31 a 35. Para los parámetros que se analizaron durante este proceso, se variaron 2 de los 3 parámetros, el % de atomización para las muestras 31 y 32 se trabajó con un porcentaje del 100 % y se mantuvo constante para las muestras 33 a 35 con el 40 %, para la temperatura de entrada se varió en las muestras 31 a 33 y constante en 34 y 35 a 80 °C, finalmente para la concentración de sílice se mantuvo constante a 30 %w para las muestras.

Tabla 5.25: Muestras de micropartículas de sílice de la 36 a 39 con los parámetros primarios y secundarios. Destacando los parámetros controlados.

Parámetros	Muestra 36	Muestra 37	Muestra 38	Muestra 39
% de Atomización (%)	40.000	100.000	100.000	100.000
Volumen de la solución (ml)	15.000	15.000	15.000	15.000
Flujo del Gas (L/min)	100.000	100.000	100.000	100.000
Temperatura de entrada (°C)	70.000	100.000	100.000	100.000
Temperatura de salida (°C)	35.000	43.000	45.000	46.000
Temperatura de la boquilla (°C)	47.000	80.000	82.000	85.000
Presión (mbar)	37.000	37.000	37.000	37.000
Diámetro de la boquilla (μm)	4.000	4.000	4.000	4.000
Flujo del líquido (L/min)	0.018	0.018	0.018	0.018
Concentración del sílice (% w)	30.000	3.000	3.000	10.000
Masa de sílice recolectada (grs)	1.905	—	1.055	2.957
Masa teórica de sílice (grs)	5.000	5.000	5.000	5.000
Masa de sílice seca (grs)	1.926	—	1.067	2.997
Humedad (%)	- 1.100	—	- 1.140	- 1.350
Rendimiento (%)	90.000	90.000	90.000	90.000
Diámetro en volumen (d_{50} , μm)	6.590	3.030	3.160	5.230
Diámetro en número (d_{50} , nm)	328.000	320.000	320.000	315.000

	Valores constantes suponiendo condiciones normales en los secados y variando uno de los 3 parámetros controlados.
	Hace referencia a valores calculados usando fórmulas que se indican en el Anexo A.
	Indica la muestra tomada como base para la comparación de las primeras 28 muestras.
#####	Los valores en rojo indican los parámetros cambiados con respecto a la muestra base.

La Tabla 5.25 centraliza la información de las últimas muestras 36 a 39. Para los parámetros que se analizaron durante esta investigación. Se variaron los 3 parámetros, el % de atomización para la muestra 36 se trabajó con un porcentaje del 40 %, mientras que para las muestras 37 a 39 al 100 %, de manera similar para el parámetro de la temperatura de entrada, se varió en la muestra 36 a 70 °C y constante para las muestras 37-39 a 100°C, finalmente para la concentración de sílice se mantuvo constante solo en las muestras 37 y 38 a 3%w y variando para las muestras 36 y 39.

Referencia Bibliográfica

- [1] Ruiz Cabrera Miguel Angel, Lucía Carolina Espinosa-Muñoz, Carlos Aviles-Aviles, Raúl González-García, Mario Moscosa-Santillán, Alicia Grajales-Lagunes, and Miguel Abud-Archila. Spray-drying of passion fruit juice using lactose-maltodextrin blends as the support material. *Brazilian archives of biology and technology*, 52(4):1011–1018, 2009.
- [2] Rosa Mondragón, J ENRIQUE Julia, Antonio Barba, and Juan Carlos Jarque. El proceso de secado por atomización: formación de gránulos y cinética de secado de gotas. *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, 52(4):159–168, 2013.
- [3] Kunn Hadinoto, Ponpan Phanapavudhikul, Zhu Kewu, and Reginald BH Tan. Novel formulation of large hollow nanoparticles aggregates as potential carriers in inhaled delivery of nanoparticulate drugs. *Industrial & engineering chemistry research*, 45(10):3697–3706, 2006.
- [4] E Lintingre, F Lequeux, Laurence Talini, and N Tsapis. Control of particle morphology in the spray drying of colloidal suspensions. *Soft Matter*, 12(36):7435–7444, 2016.
- [5] Bhavesh B Patel, Jayvadan K Patel, and Subhashis Chakraborty. Review of patents and application of spray drying in pharmaceutical, food and flavor industry. *Recent patents on drug delivery & formulation*, 8(1):63–78, 2014.
- [6] Paul Bass, RA Purdon, and JN Wiley. Prolonged administration of atropine or histamine in a silicone rubber implant. *Nature*, 208(5010):591, 1965.
- [7] S Diaz, M Pavez, P Miranda, DN Robertson, I Sivin, and HB Croxatto. A five-year clinical trial of levonorgestrel silastic implants (norplantTM). *Contraception*, 25(5):447–456, 1982.
- [8] Mansour F Armaly and KR Rao. The effect of pilocarpine ocusert with different release rates on ocular pressure. *Investigative Ophthalmology & Visual Science*, 12(7):491–496, 1973.
- [9] Thomas MS Chang, FC MacIntosh, and SG Mason. Semipermeable aqueous microcapsules: I. preparation and properties. *Canadian Journal of Physiology and Pharmacology*, 44(1):115–128, 1966.
- [10] Robert Langer et al. Drug delivery and targeting. *NATURE-LONDON-*, pages 5–10, 1998.

- [11] Eduardo Guisasola Cal. *Nanotransportadores basados en sílice mesoporosa para tratamiento antitumoral*. PhD thesis, Universidad Complutense de Madrid, 2017.
- [12] Rong Tong, Li Tang, Liang Ma, Chunlai Tu, Ryan Baumgartner, and Jianjun Cheng. Smart chemistry in polymeric nanomedicine. *Chemical Society Reviews*, 43(20):6982–7012, 2014.
- [13] Shou-Cang Shen, Wai Kiong Ng, Leonard Chia, Jun Hu, and Reginald BH Tan. Physical state and dissolution of ibuprofen formulated by co-spray drying with mesoporous silica: effect of pore and particle size. *International journal of pharmaceutics*, 410(1-2):188–195, 2011.
- [14] M Wang and M Thanou. Targeting nanoparticles to cancer. *Pharmacological research*, 62(2):90–99, 2010.
- [15] Barbara Haley and Eugene Frenkel. Nanoparticles for drug delivery in cancer treatment. In *Urologic Oncology: Seminars and original investigations*, volume 26, pages 57–64. Elsevier, 2008.
- [16] Frank Eduardo Meléndez Anzures and Leonardo Chávez Guerrero. Nanobiomateriales. *Ingenierías*, 19(70):55–68, 2016.
- [17] Zhaoyang Zhong, Mengxia Li, Debing Xiang, Nan Dai, Ying Qing, Dong Wang, and Dianping Tang. Signal amplification of electrochemical immunosensor for the detection of human serum igg using double-codified nanosilica particles as labels. *Biosensors and Bioelectronics*, 24(7):2246–2249, 2009.
- [18] Giovanna Carturan, Roberto Dal Toso, Sara Boninsegna, and Renzo Dal Monte. Encapsulation of functional cells by sol–gel silica: actual progress and perspectives for cell therapy. *Journal of Materials Chemistry*, 14(14):2087–2098, 2004.
- [19] Luis LE MOYNE. Atomisation, pulvérisation et aérosols-théorie et modèles. 2010.
- [20] Alfonso Cubillos-Varela, Alexánder Gómez-Mejía, and Sonia Rincón-Prat. Metodología experimental para el estudio de secado de gotas individuales. *Agronomía Colombiana*, 34(1Supl):S563–S565, 2016.
- [21] Oliver Kastner, Günter Brenn, Dirk Rensink, and Cameron Tropea. The acoustic tube levitator—a novel device for determining the drying kinetics of single droplets. *Chemical Engineering & Technology: Industrial Chemistry-Plant Equipment-Process Engineering-Biotechnology*, 24(4):335–339, 2001.
- [22] M Mezhericher, A Levy, and I Borde. Heat and mass transfer of single droplet/wet particle drying. *Chemical Engineering Science*, 63(1):12–23, 2008.
- [23] M Mezhericher, A Levy, and I Borde. Theoretical models of single droplet drying kinetics: a review. *Drying Technology*, 28(2):278–293, 2010.

- [24] M Mezhericher, A Levy, and I Borde. Modelling the morphological evolution of nanosuspension droplet in constant-rate drying stage. *Chemical Engineering Science*, 66(5):884–896, 2011.
- [25] Sree N Harsha, Bander E Aldhubiab, Anroop B Nair, Ibrahim Abdulrahman Alhaider, Mahesh Attimarad, Katharigatta N Venugopala, Saminathan Srinivasan, Nagesh Gangadhar, and Afzal Haq Asif. Nanoparticle formulation by büchi b-90 nano spray dryer for oral mucoadhesion. *Drug design, development and therapy*, 9:273, 2015.
- [26] Celia Tanarro Gózalo and Virginia Gálvez Pérez. Nanopartículas:¿ un riesgo pequeño? *Seguridad y salud en el trabajo*, (52):34–44, 2009.
- [27] Lydia Gutiérrez González, María José Hernández Jiménez, and Leonor Molina Borchert. Daños para la salud tras exposición laboral a nanopartículas. *Medicina y Seguridad del Trabajo*, 59(231):276–296, 2013.