


**UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN**

Departamento de Ingeniería Metalúrgica

Facultad de Ingeniería

**PROFESOR PATROCINANTE**

PhD. Fernando Concha Arcil



**Metodología experimental para la  
caracterización de partículas mediante  
Análisis de Imágenes.**

**Levi Damián Campos Quiroz**

Informe de Memoria de Título para optar al Título de  
Ingeniero Civil Metalúrgico

Julio 2019

# Agradecimientos

## Chaltumay

Primero a los Astros  
A Dios, el Sol y el clima  
Me otorgan el sentir  
Y la bendición del día a día

Por apañarme y luchar  
Por seguir hasta el final  
Por permitirme vivir  
Y por sobre todo buscar ser feliz  
Y que mayor bendición  
Que ser fruto de un árbol de Amor  
Eterna comprensión y apoyo  
En mi familia hasta el infinito es poco

Al fútbol y a la danza  
Al semáforo y a la casa del deporte  
A la sintética y a la de hockey  
A los pastos y a las nubes

A los maestros eméritos en Luz  
Y a las estrellas que me iluminaron  
A la eterna libertad de expresión  
A la paz, el amor y la revolución

## Resumen

El presente trabajo de memoria de titulación consistió en desarrollar una configuración experimental para observar el empaquetamiento de partículas en medios saturados. Para ello se obtuvieron muestras a diferentes alturas desde una columna con una mezcla de esferas de vidrio y agua en su interior, utilizando un código computacional para el análisis de imágenes, y así calcular las granulometrías que tiene el sedimento según la altura, considerando tres alturas. Tras realizar un análisis estadístico, fue posible concluir que la configuración experimental propuesta es adecuada para obtener distribuciones granulométricas, con un 95 % de confianza. Además, el código permite calcular granulometrías de muestras pequeñas, como el caso de la investigación, cercano a 0,1 [g]. Sin embargo, no es del todo confiable para cálculos de fracciones volumétricas, puesto que presenta desviaciones estándar demasiado elevadas, llegando a ser hasta un 55 % mayor que el promedio. Además, se agrega un Estado del Arte y discusión de literatura del empaquetamiento de partículas.

**Palabras Claves:** Empaquetamiento de partículas, Granulometría, Análisis de Imágenes.

## Abstract

The present research memory work consisted of developing an set up experimental to observe the packing of particles in saturated media. For this, samples at different heights from a column with a mixture of glass spheres and water were obtained, using a computational code, and thus calculate the particle size distribution at different heights. After performing a statistical analysis, it was possible to conclude that the proposed set up is adequate to obtain granulometric distributions, with 95 % confidence. In addition, the code allows the calculation of particles size of small samples, as in the case of research near to 0,1 [g]. However, it is not completely reliable for calculations of volumetric fractions, manifesting through deviations standard high, up to 55 % higher than the average. In addition, a state of the art and literature discussion of particle packing is added.

**Keywords:** Packing of particles, Granulometry, Analysis of Images.

# Índice

<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1. Objetivo general	2
1.2. Objetivos específicos	2
<b>2. Antecedentes</b>	<b>3</b>
2.1. Estado del arte empaquetamiento de partículas	3
2.1.1. Visión general	3
2.1.2. Definiciones Claves	3
2.1.3. Factores que afectan al empaquetamiento de partículas	4
2.1.3.1. Posiciones estables	5
2.1.3.2. Tamaño de partícula	6
2.1.3.3. Aglomeración	7
2.1.3.4. Pared del contenedor	9
2.1.3.5. Segregación	12
2.1.4. Efectos de la porosidad y la razón de tamaño de partícula	13
2.2. Discusión de literatura	15
2.3. Prueba t Student	16
<b>3. Materiales y métodos</b>	<b>20</b>
3.1. Equipamiento	20
3.2. Montaje experimental	20
3.2.1. Parámetros	21
3.2.1.1. Calibración columnas	21
3.2.1.2. Densidad aparente	22
3.2.1.3. Picnometría	22
3.3. Descripción de las variables	24
3.3.1. Porcentaje de sólidos	24
3.3.2. Distribución granulométrica	24
3.4. Metodología	24
3.4.1. Tamizaje	25

3.4.2. Preparación de las pruebas	26
3.4.3. Retiro de las muestras	27
3.4.4. Guardado de muestras	29
3.4.5. Análisis de imágenes	29
3.4.6. Análisis de datos	31
<b>4. Resultados y Discusiones</b>	<b>33</b>
4.1. Algoritmo de la segmentación	33
4.2. Análisis estadístico	36
4.2.1. Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales	36
4.2.2. Promedio y desviación estándar granulometrías según altura.	42
4.2.3. Promedio y desviación estándar fracción volumétrica según altura.	45
4.2.4. Promedio fracción volumétrica según porcentaje de sólidos	45
4.2.5. Escenarios con la mayor fracción volumétrica	46
<b>5. Conclusiones</b>	<b>47</b>
<b>6. Trabajos Futuros</b>	<b>48</b>
<b>7. Referencias</b>	<b>49</b>
<b>8. Anexos</b>	<b>52</b>



## Índice de figuras

1. Posiciones estables	5
2. Densidad de empaquetamiento según tamaño de partícula	7
3. Formación de aglomerados	8
4. Densidad de empaquetamiento según número de esferas por aglomerado	9
5. Densidad de empaquetamiento según la distancia a la pared del contenedor	10
6. Densidad de empaquetamiento según la relación de diámetros entre las esferas y el contenedor	11
7. Segregación de partículas	13
8. Densidad de empaquetamiento según relación de diámetro entre partículas	14
9. Vista frontal y superior diseño de columnas utilizadas	22
10. Pesado de picnómetro y aplicación de bomba de vacío	23
11. De izquierda a derecha: Frasco para secar muestras y guardar muestras	24
12. Tamizaje de esferas en Ro-tap	25
13. Muestras de esferas clasificadas tras tamizaje	26
14. Distribución granulométrica esferas	26
15. Altura de la fase líquida y sedimento en las columnas para una mezcla bimodal de esferas	27
16. Muestras de esferas húmedas puestas en el horno para su secado	29
17. Microscopio Celestron MicroDirect	30
18. Diagrama de actividades para la investigación	32
19. Fotografía tomada a muestra de partículas	33
20. Imagen obtenida a través del código tras barrido según cierto umbral de color	34
21. Histograma de granulometrías para cada imagen experimento 55 orificio 28	35
22. Diagramas de caja para cada imagen experimento 55 orificio 28	35
23. Distribuciones granulométricas muestras experimento 55 orificio 28	37
24. Distribuciones granulométricas experimento 55 orificios 28 y 10	38
25. Distribuciones granulométricas experimento 55 orificios 1 y 19. Valor p obtenido = 0,32	39
26. Distribuciones granulométricas experimento 55 orificios 00 y 0.1. Valor p obtenido = 0,34	39

27. Visualización círculo de Apolonio . . . . .	84
28. Tamaño de mallas ASTM . . . . .	84
29. Código MatLab utilizado para el análisis de imágenes . . . . .	85



## Índice de tablas

1. Tabla resultante tras aplicar “Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales” para la comparación de dos muestras de datos . . . . .	18
2. Prueba t experimento 55 orificio 28 . . . . .	36
3. Prueba t para experimento 55 orificios 28 y 10 . . . . .	37
4. Prueba t granulometrías experimento 55 orificio 28 y 10 . . . . .	38
5. Prueba t para diferentes escenarios . . . . .	40
6. Prueba t para diferentes escenarios (continuación) . . . . .	41
7. Promedio y desviación estándar para la mayor diferencia de tamaño en las granulometrías . . . . .	42
8. Promedio y desviación estándar para la menor diferencia de tamaño en las granulometrías . . . . .	43
9. Promedio y desviación estándar para granulometrías intermedias . . . . .	44
10. Fracción volumétrica según altura . . . . .	45
11. Fracción volumétrica según porcentaje de sólidos . . . . .	45
12. Casos de mayor fracción volumétrica . . . . .	46
13. Propuesta registro de datos trabajos futuros . . . . .	48
14. Calibración columnas . . . . .	52
15. Cálculo densidad aparente de esferas . . . . .	53
16. Cálculo Densidad material Agua . . . . .	53
17. Cálculo densidad material esferas 30# ASTM . . . . .	54
18. Análisis granulométrico esferas tipo AC12 . . . . .	54
19. Análisis granulométrico esferas tipo P-18 . . . . .	55
20. Análisis combinado esferas . . . . .	55
21. Medición altura sedimentos . . . . .	56
22. Registro datos tras retirar muestras . . . . .	56
23. Registro datos tras secado muestras . . . . .	56
24. Diseño de Pruebas: porcentaje de sólidos y masa de esferas [g] . . . . .	57
25. Diseño de Pruebas: porcentaje de sólidos y masa de esferas [g] (continuación) . . . . .	58
26. Tabla de distribuciones granulométricas Experimento 55 orificio 28 ( $h_1$ ) . . . . .	60



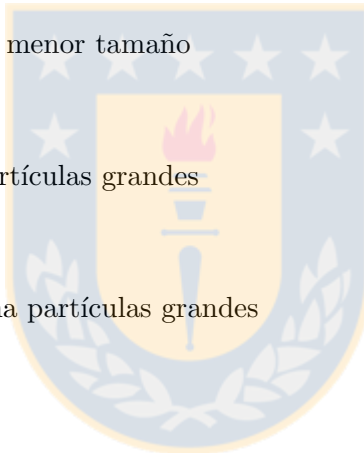
27. Tabla de distribuciones granulométricas Experimento 55 orificio 28 ( $h_1$ )(continuación)	61
.....	
28. Tabla de distribuciones granulométricas Experimento 55 orificio 28 ( $h_1$ )(continuación)	62
.....	
29. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2	63
30. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3	64
31. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4	65
32. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5	66
33. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2	67
34. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3	68
35. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4	69
36. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5	70
37. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2	71
38. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3	72
39. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4	73
40. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5	74
41. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2	75
42. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3	76
43. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4	77
44. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5	78
45. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2	79
46. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3	80
47. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4	81
48. Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5	82

## Nomenclatura

- $\varepsilon$  = Porosidad
- $\varphi$  = Fracción volumétrica
- $\rho_{aparente}$  = Densidad aparente
- % sólidos = Porcentaje de sólidos
- $\sigma$  = Desviación estándar
- $\bar{X}$  = Media aritmética
- $h_1$  = Altura 1  $\sim$  3,4 [cm]
- $h_2$  = Altura 2  $\sim$  1.5 [cm]
- $h_3$  = Altura 3  $\sim$  0 [cm]
- $H_0$  = Hipótesis nula
- $H_A$  = Hipótesis alternativa
- $I_1$  = Imagen 1
- $I_2$  = Imagen 2



- $I_3 =$  Imagen 3
- $I_4 =$  Imagen 4
- $I_5 =$  Imagen 5
- $R_{LS} =$  Relación tamaño partícula grande y pequeña
- $D_L =$  Diámetro partícula de mayor tamaño
- $D_S =$  Diámetro partícula de menor tamaño
- $X_L =$  Fracción másica de partículas grandes
- $X_L^* =$  Fracción másica optima partículas grandes
- $W_L =$  Peso partícula grande
- $W_S =$  Peso partícula pequeña
- $P_L^* =$  Densidad teórica partícula grande
- $P_S^* =$  Densidad teórica partícula pequeña
- $f_L =$  Fracción de empaque partícula grande



- $f_S$  = Fracción de empaque partícula pequeña



# 1. Introducción

El empaquetamiento de partículas ha sido un tema de interés desde hace muchos años; citando autores que han estudiado dicho fenómeno tales como Newton y Gregory (1694), Hoppe (1874), Hales (1727), Buffon (1753), Scott (1960), entre otros, puesto es una ciencia que afecta diversas disciplinas, tales como aeronáutica, agricultura, biología, cerámicos, ingeniería química, metalúrgica, geología, entre otros. De las áreas mencionadas es alta la importancia que tiene el estudio y comprensión del empaquetamiento de partículas en el área metalúrgica, considerando que la minería es una de las principales industrias que contribuye al desarrollo de nuestro país y es reconocida a nivel mundial [1], son muchos los procesos que consideran mezclas de partículas, tanto en húmedo como en seco, tales como espesamiento, filtración, sinterización, compactación, sedimentación, consolidación; por lo tanto conociendo características del empaquetamiento tales como granulometría y fracción volumétrica, es posible comprender mejor y optimizar tales etapas.

Para el caso de mezclas solido-liquido, específicamente medios saturados, es de relevancia el estudio de los fundamentos del empaquetamiento de partículas, para así observar el grado de retención de agua del sedimento, y observar la posibilidad de recuperar dicha agua retenida, considerando en particular que, a pesar que el sector minero genera importantes beneficios económicos, también crea huellas ambientales relacionadas principalmente con el consumo de agua y energía [2] y se ha demostrado que para el desierto de Atacama, por ejemplo, el balance hídrico histórico ha sido negativo desde 1996 [3]. Por lo tanto, este tipo de investigaciones ayudaría a mejorar la comprensión de los fenómenos de retención de agua, para lograr mejorar su recuperación.

De esta manera, esta investigación se basa en proponer una configuración experimental para analizar el empaquetamiento de partículas para mezclas bimodales en medios saturados, realizando pruebas de laboratorio en columnas rotuladas con orificios a diferentes alturas, obteniéndose dos muestras de pulpa para cada altura, para luego tras la implementación de un código matemático genéricamente conocido como algoritmo de la segmentación para el análisis de imágenes, obtener las distribuciones granulométricas; además, con las masas de muestras húmedas y seca obtener las fracciones volumétricas, para finalmente realizar análisis estadísticos para acreditar su funcionalidad.

El presente informe incluye un estado del arte del empaquetamiento de partículas agregando una

discusión de literatura, para luego detallar la metodología y resultados obtenidos. Para finalizar se agregan discusiones y conclusiones de los resultados obtenidos, además de proponer trabajos futuros que estén alineados con esta investigación.

### **1.1. Objetivo general**

Desarrollar una metodología para medir propiedades del empaquetamiento de partículas, granulometría y fracción volumétrica, mediante análisis de imágenes.

### **1.2. Objetivos específicos**

- Implementar un equipo experimental y llevar a cabo toma de muestras y mediciones en sedimentos de partículas en medios saturados.
- Desarrollar un procedimiento experimental para la captura de imágenes de muestras de partículas para su posterior procesamiento computacional.
- Desarrollar un código computacional para el análisis de imágenes.
- Establecer una metodología para asegurar la confiabilidad de los resultados.
- Analizar estadísticamente las granulometrías y fracción volumétrica obtenidas de las partículas del sedimento.

## 2. Antecedentes

### 2.1. Estado del arte empaquetamiento de partículas

#### 2.1.1. Visión general

Hay dos tipos muy diferentes de estructuras de empaquetamiento: ordenada y aleatoria. Una estructura ordenada ocurre cuando objetos son posicionados sistemáticamente en posiciones periódicas, tal como los ladrillos en el muro o los átomos en una estructura cristalina. Aleatoria es construida por una secuencia de eventos que no son correlacionados uno con otro. Los resultados de tal procedimiento de ensamblaje aleatorio es una estructura sin repetición de largo alcance. Estructuras aleatorias tienen baja densidad de empaquetamiento, por otro lado, estructuras ordenadas tienen alta densidad de empaquetamiento.

Dentro del enfoque del tratamiento de partículas, se han descubierto factores dominantes; dichos factores establecen efecto en las características del empaquetamiento. Con esto también es posible ajustar las partículas para obtener altas densidades de empaquetamiento, o lograr propiedades compactas específicas. Por ejemplo, el uso de dos o tres modos de mezcla de tamaño de partículas puede llevar a mejorar el empaquetamiento. Sin embargo, la composición y radio del tamaño de partícula debe ser simultáneamente controlado para propiedades óptimas [4].

Tales factores se desarrollaron dentro del presente informe de investigación, considerando que los experimentos seguirán empaquetamiento aleatorio en tres dimensiones, con polvos bimodales.

#### 2.1.2. Definiciones Claves

Para facilitar la comprensión de los experimentos realizados en esta investigación es preciso definir ciertos conceptos. Tales conceptos fueron obtenidos desde el libro Particle Packing Characteristics de R.M. German [4], y son citados a continuación:

- Densidad de empaquetamiento: Característica principal del empaquetamiento, también conocida como porosidad. La porosidad es definida como la fracción de volumen de los espacios vacíos en la masa de un polvo en relación al volumen total de la masa de polvo. La porosidad convencionalmente se representa con el símbolo  $\varepsilon$  y se expresa ya sea como una fracción

que varía entre cero y uno o un porcentaje que varía entre 0% y 100% [5]. La porosidad es calculada bajo la siguiente relación:

$$\varepsilon = \frac{\text{Volumen de poro}}{\text{Volumen total}} \quad (1)$$

- Aglomeración: Adherencia de partículas sólidas a otras formando un grupo (cluster), típicamente asociado con partículas pequeñas.
- Polvo bimodal: Una mezcla de dos tamaños de partículas que tiene dos modos distintos en la distribución del tamaño de partícula.
- Numero de coordinación: Numero de partículas vecinas que forman contacto con una partícula dada.
- Distribución del tamaño de partículas: La variación del ancho o población de partículas mostradas como una función del tamaño de partículas.
- Densidad fraccional: La densidad expresada como fracción de la densidad teórica del material.
- Esfericidad: Índice cuantitativo de la forma de una partícula basado en la relación del área de superficie de una esfera de volumen equivalente dividido por el área superficial de la partícula. Medida de cuanto se asemeja la forma de una partícula al de una esfera perfecta (relación de áreas).
- Vacío: Volumen de espacio que no es ocupado por una partícula sólida en el empaquetamiento.

### 2.1.3. Factores que afectan al empaquetamiento de partículas

Generalmente la densidad del material no tiene una influencia significativa en la densidad fraccional de empaquetamiento. Corroborando lo anterior, las partículas de igual tamaño y forma se empaquetarán con la misma densidad fraccional a pesar de las diferentes densidades teóricas.

Dentro de los Factores claves se encuentran:

- Posiciones estables
- Tamaño de partícula
- Forma y textura superficial de la partícula



- Aglomeración
- Agentes activadores de superficie
- Porosidad interna del polvo
- Pared del contenedor
- Segregación
- Puentes y vibración

Para efectos de la investigación solo se desarrollaron con mayor profundidad aquellos que afectarían directamente a los resultados, considerando que las partículas utilizadas son esferas de vidrio marca ballotini, por lo tanto se omite la porosidad interna del polvo, agentes activadores de superficies, y forma y textura superficial de la partícula, ya que dichas esferas no poseen porosidad interna, su forma y textura es homogénea, y no se usaron reactivos. Además, como el tamaño de partículas es superior a  $100 \mu\text{m}$ , es menos probable que exista puente entre partículas, sumado a que en los experimentos las columnas fueron agitadas para evitar dichos fenómenos. Por lo tanto el ítem puente y vibración también es omitido.

### 2.1.3.1 Posiciones estables

Para la estabilidad gravitacional una partícula debe tener contacto con al menos tres partículas [4].

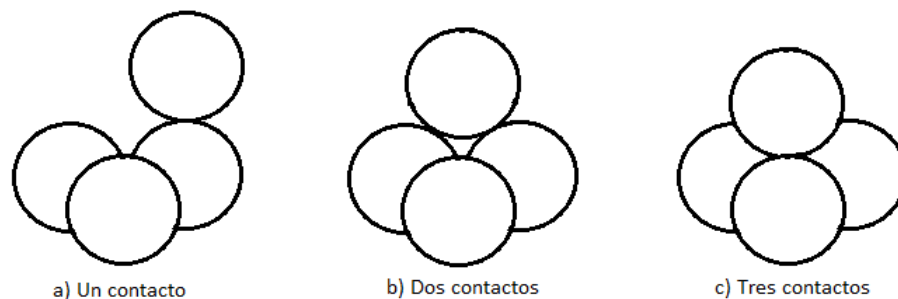


Figura 1: Posiciones estables

Fuente: German, Randall M. Particle packing characteristics (1989)[4].

Un contacto es inestable en comparación con la menor energía de doble contacto. A su vez, se puede lograr una altura y una energía más bajas haciendo rodar la esfera entre tres esferas estacionarias. Dentro de una masa de polvo, una partícula individual requiere al menos cuatro contactos para asegurar estabilidad. Estos cuatro contactos no pueden estar en un solo ecuador o en un solo hemisferio de la partícula. Esto es análogo a la unión tetrahédrica observada en la estructura cristalina de un diamante.

En empaquetamiento aleatorio de partículas, se alcanza un número de coordinación en promedio de 6 a 7 contactos por partícula. Como la densidad de empaquetamiento de un polvo decrece, en las zonas inferiores habrá mayor densidad de packing que en zonas superiores. Conceptualmente esto alcanza un punto donde la compactación no es largamente estable. Bajo condiciones perfectas la estabilidad podría persistir aun en muy bajas densidades de empaquetamiento. Sin embargo, estructuras aleatorias llegan a ser inestables si hay menos de 4.75 contactos en promedio por partícula. Esto corresponde aproximadamente una densidad fraccional de empaquetamiento de 0,35 para esferas monotamaño a bajas densidades de empaquetamiento[4].

### 2.1.3.2 Tamaño de partícula

Una vez que se establece un empaque estable, todavía es posible una variabilidad considerable en la estructura. Para el empaque compuesto de partículas grandes, el tamaño de las partículas no es importante para la densidad. Sin embargo, cuando el tamaño medio de la partícula es inferior a aproximadamente  $100 \mu\text{m}$  [6], la fricción entre partículas es mayor, y es más probable que se produzca un puente de partículas. Por ejemplo, partículas de carburo de tungsteno de  $4,6 \mu\text{m}$ , se empaquetan en una densidad de empaquetamiento de 0,55, mientras que para aquellos  $1,8 \mu\text{m}$  la densidad es 0,31, y para  $0,6 \mu\text{m}$  la densidad de empaquetamiento es 0,12. Así, las partículas más pequeñas dan una menor densidad de empaquetamiento.

La disminución de la densidad de empaquetamiento con partículas más pequeñas se debe a un aumento en el área de la superficie, una menor masa de partículas y un mayor significado del corto alcance, fuerzas débiles como los campos electrostáticos, la humedad y la adsorción de la superficie. Dado que la cohesión entre partículas aumenta con un tamaño de partícula más pequeño, hay más aglomeración y empaquetamiento inhibido. Como ilustración de este efecto, la Figura 2 muestra la densidad de empaquetamiento para esferas de vidrio en función del diámetro medio de la partícula en una escala logarítmica [4].

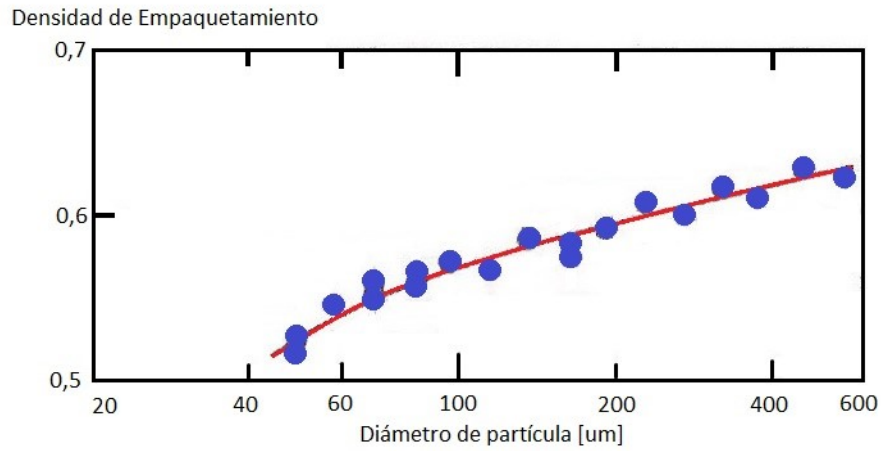
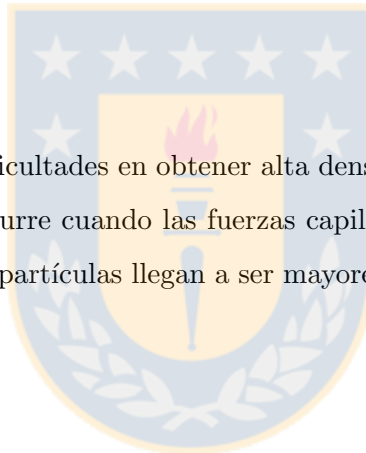


Figura 2: Densidad de empaquetamiento segun tamaño de partícula  
 Fuente: German,Randall M. Particle packing characteristics (1989)[4].

### 2.1.3.3 Aglomeración

Partículas pequeñas causan dificultades en obtener alta densidades de packing por la aglomeración debida a la cohesión. Esto ocurre cuando las fuerzas capilares son mayores a las de gravedad [7]. Las fuerzas de atracción entre partículas llegan a ser mayores si el área superficial aumenta y si la masa de la partícula disminuye.



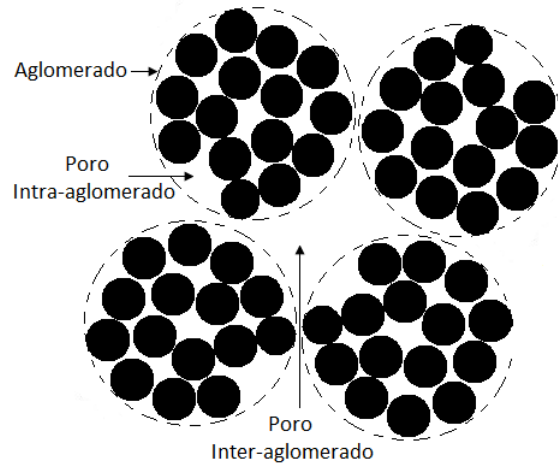


Figura 3: Formación de aglomerados

Fuente: German,Randall M. Particle packing characteristics (1989)[4].

La aglomeración ocurre mayoritariamente con partículas pequeñas, por la alta área superficial y la acción de las fuerzas débiles. Las fuerzas débiles comunes son fuerzas de Van der Waals y cargas electrostáticas, enlaces químicos, fuerza capilar de líquidos, o fuerzas magnéticas. Sin embargo, es un problema menor con una distribución de tamaño de partícula estrecha y tamaños de partícula más grandes.

Una consecuencia negativa de la aglomeración es una disminución en la densidad del empaque. Este es un problema particular con partículas pequeñas. El agrupamiento de partículas, especialmente las de tamaño similar, es una característica inexplicable de muchas estructuras. A medida que el tamaño de partícula disminuye y el número de partículas en cada aglomerado aumenta, los aglomerados se vuelven más fuertes y exhiben una densidad de empaquetamiento máxima más baja.

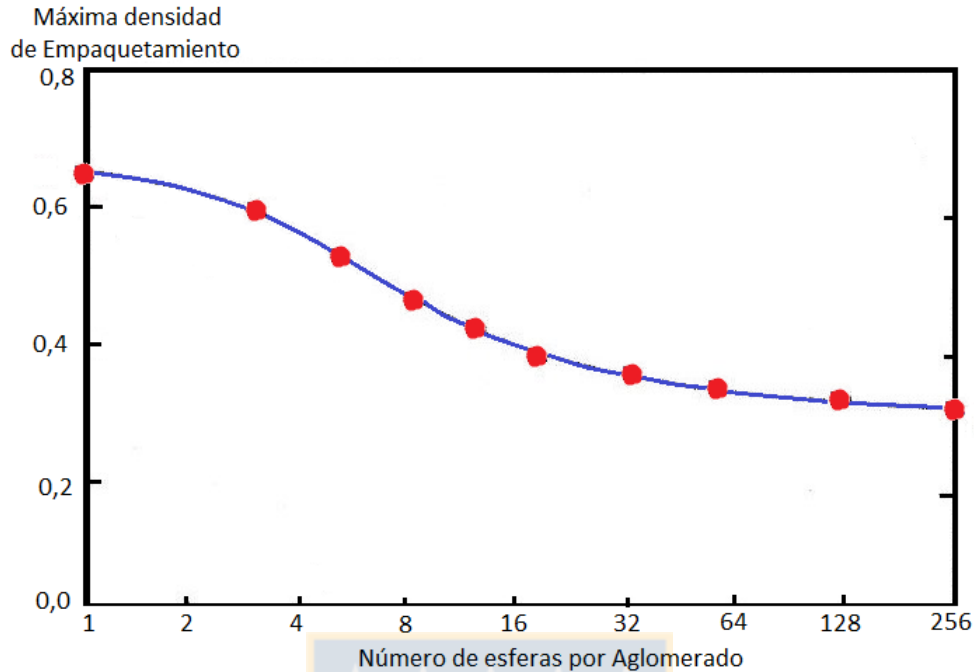


Figura 4: Densidad de empaquetamiento según número de esferas por aglomerado

Fuente: German,Randall M. Particle packing characteristics (1989)[4].

Esto se debe a que los poros entre los aglomerados crecen en tamaño a medida que aumenta el grado de aglomeración. Los resultados de los cálculos de la densidad de empaquetamiento máxima frente al número de esferas en un aglomerado individual se representan en la figura 4. Esta gráfica muestra el efecto negativo de la aglomeración en la densidad del empaquetamiento. El empaquetamiento límite inferior previsto para esferas monotamaño debido a la aglomeración es de 0,37. Por otro lado, con otras formas de partículas y distribuciones de tamaño de partículas, la densidad de empaquetamiento puede ser incluso menor. Además de disminuir la densidad de empaquetamiento, la aglomeración también crea problemas con la mezcla, la sedimentación, la compactación y la sinterización, especialmente para aquellos sistemas con amplias distribuciones de partículas [4].

#### 2.1.3.4 Pared del contenedor

El contenedor usado para guardar un polvo va a inducir un área local de orden en la pared del contenedor y en un empaquetamiento aleatorio de otra manera. El efecto es más pronunciado para los contenedores planos y lisos, que abarcan regiones locales de porosidad alta y baja oscilante en las primeras capas de partículas cerca de la pared. Aun en contenedores flexibles hay un orde-

namiento cerca de la pared. Además de la densidad del empaque, la pared del contenedor influye en las mediciones debido a las regiones de baja densidad cerca de la pared. El número de coordinación del empaque es mayor en las primeras capas de partículas cerca de la pared del contenedor [4].

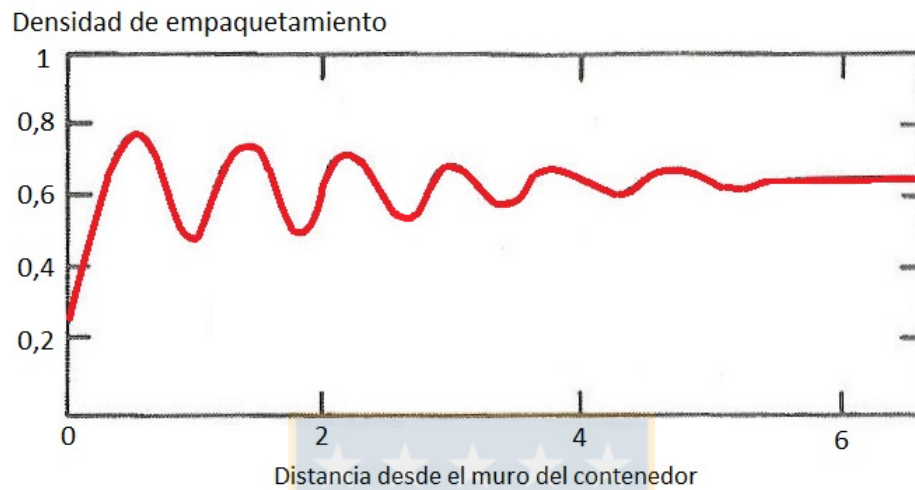


Figura 5: Densidad de empaquetamiento según la distancia a la pared del contenedor

Fuente: German,Randall M. Particle packing characteristics (1989)[4].

El comportamiento de la densidad de packing con respecto a la distancia de la pared es oscilatorio, en un principio siendo muy bajo, luego tiene el comportamiento de onda. El efecto pared persiste para muchos diámetros de partículas en el packing. Las disminuciones de la densidad integral forman un valor bajo en la pared hasta un valor constante de aproximadamente 0,64 dentro de los primeros dos diámetros de partículas.

Dependiendo del tamaño de partícula, la forma de la partícula y la forma del recipiente, toma de uno a diez diámetros de partícula desde la pared para establecer un empaquetamiento verdaderamente aleatorio. El efecto es en fracciones de packing más altas. En cada caso, a medida que aumenta la aleatoriedad, la densidad de empaquetamiento alcanza un valor asintótico a medida que aumenta la relación entre el diámetro del recipiente y el diámetro de la partícula. [4]

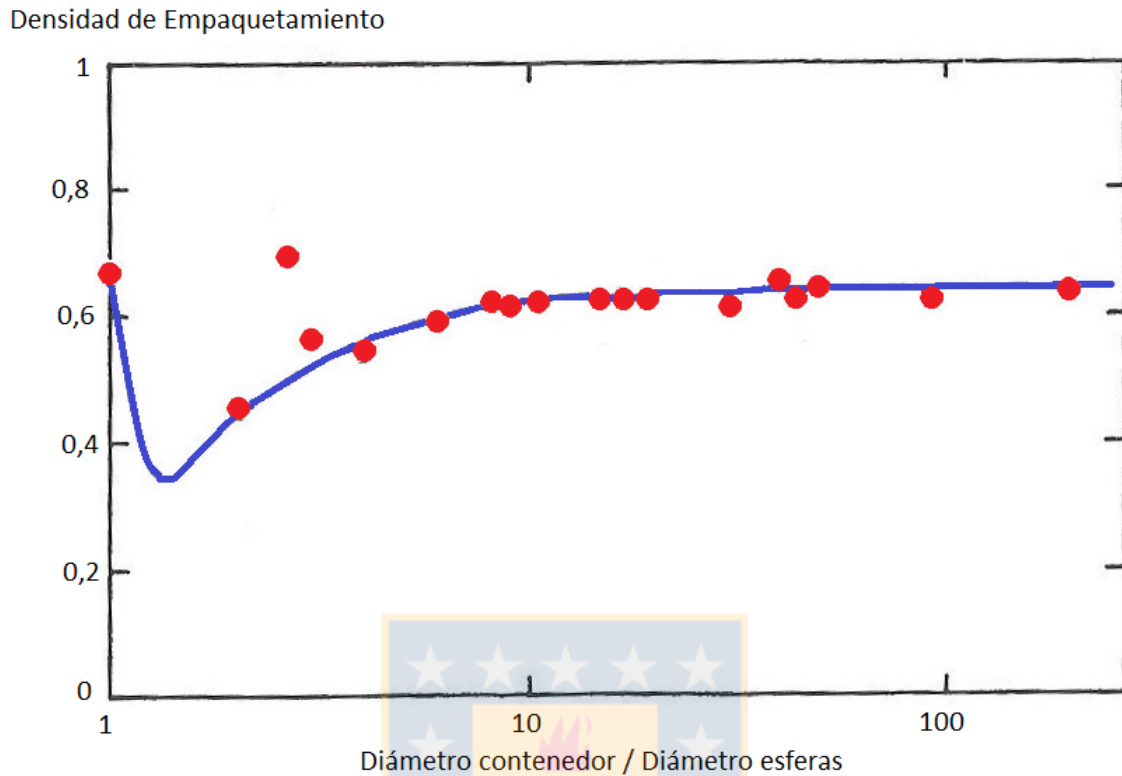


Figura 6: Densidad de empaquetamiento según la relación de diámetros entre las esferas y el contenedor

Fuente: German,Randall M. Particle packing characteristics (1989)[4].

El efecto de la pared del contenedor en la densidad del empaque se ha expresado en varias formas matemáticas. Para un contenedor dado, la influencia del tamaño del contenedor en la densidad aumenta con el tamaño de partícula y con el área de superficie del contenedor.

Los tamaños de partículas mixtas ayudan a minimizar las variaciones de porosidad en la pared del recipiente. Por consiguiente, a medida que aumenta la anchura de la distribución del tamaño de partícula, hay menos influencia de la pared del recipiente.

Cualquier desviación de un plano continuo liso para la pared del contenedor inducirá un empaquetamiento más aleatorio en el polvo vecino. Por lo tanto, las paredes curvadas bruscamente o las superficies complejas dan un empaquetamiento aleatorio más cerca de la pared. El empaque no aleatorio debido a una pared del contenedor ocurre tanto para superficies convexas como cóncavas;

por lo tanto, también se ve cerca de postes internos o barras de núcleo en el empaque, así como en la superficie externa.

Cuando se mide la densidad de empaquetamiento, es necesario corregir el efecto de pared para garantizar resultados precisos [4].

### 2.1.3.5 Segregación

Otra preocupación en el estudio de las características del packing de polvo es la segregación en polvos mixtos. Esto puede llevar a densidades de empaque desiguales y distorsión en la compactación y sinterización. Hay tres causas de la segregación: diferencias en tamaño de partícula, densidad y forma. De estos tres, la segregación por tamaño es dominante.

Por ejemplo, un polvo vertido en un recipiente se segregará por tamaño si las partículas pequeñas pueden pasar a través de los orificios entre las partículas grandes.

Una causa común de la segregación del tamaño es la agitación. En un polvo mezclado al azar con diferentes tamaños de partículas (o con la presencia de aglomerados), las partículas más grandes se segregan a la parte superior del recipiente cuando las partículas se agitan. Dicha segregación es más pronunciada cuando existe un componente vertical de la agitación. La agitación hace más probable que las partículas pequeñas caigan por acción gravitatoria en estos intersticios, como lo ilustra el diagrama esquemático de la figura 7 [4]



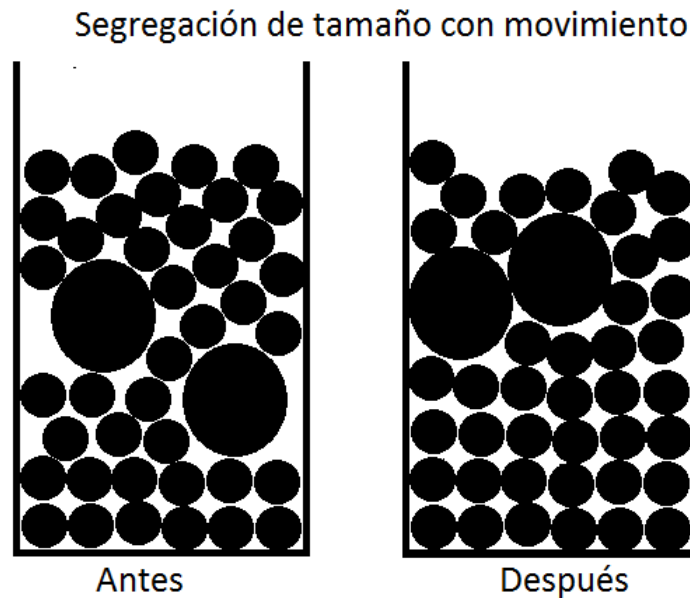


Figura 7: Segregación de partículas

Fuente: German,Randall M. Particle packing characteristics (1989)[4].

Tal proceso puede ocurrir con partículas en una proporción de tamaño tan pequeña como 1,7. Cuando las partículas gruesas son seis veces más grandes que las partículas pequeñas, el tamaño del poro intersticial entre las partículas gruesas será suficiente para que las partículas pequeñas caigan. La separación de tamaños es más problemática debido a las grandes diferencias de tamaño de partículas.

La segregación del tamaño es un problema menor para los tamaños de partículas por debajo de aproximadamente  $100 \mu\text{m}$ . En la práctica, la segregación de tamaño puede reducirse mediante el uso de agentes humectantes. La mejor práctica es vibrar suavemente las partículas simultáneamente con la carga. [4]

#### 2.1.4. Efectos de la porosidad y la razón de tamaño de partícula

Cuando se tienen partículas con tamaños grandes, el valor mínimo de porosidad del empaque ocurre en mezclas más abundantes. El mínimo para la porosidad se va posicionando más cerca de las mezclas más abundantes en partículas pequeñas y va creciendo a medida que la relación entre

los tamaños de partícula disminuye [8].

Como es de esperar, la cantidad de polvo fino necesario para alcanzar el óptimo crece de manera lineal con la porosidad de las partículas grandes. En otras palabras, se asume que las partículas grandes actúan como un lecho en donde las partículas pequeñas llenan los espacios vacíos.

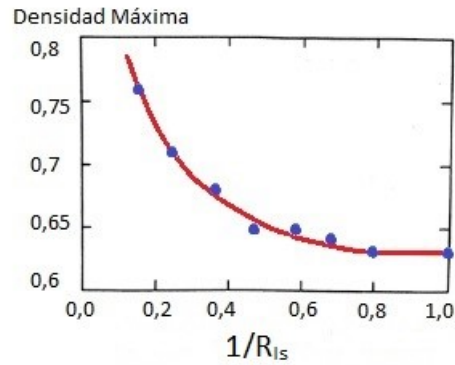


Figura 8: Densidad de empaquetamiento según relación de diámetro entre partículas

Fuente: German, Randall M. Particle packing characteristics (1989)[4].

Como se menciona anteriormente, la densidad del empaque no aumenta si las partículas son del mismo tamaño. Por el contrario, se obtiene un efecto máximo en el empaque a medida que la diferencia entre los tamaños de partícula crece. En la Figura 8 se presenta data experimental para mezclas de partículas esféricas con diferentes relaciones entre sus tamaños. La fracción de densidad del empaque es graficada en contra del inverso de la razón de tamaños de partículas  $R_{LS}$ , según la ecuación:

$$R_{LS} = \frac{D_L}{D_S} \quad (2)$$

Debido a que la densidad de empaque más alta para el caso binario ocurre cuando las partículas grandes proveen un lecho fijo donde las pequeñas pueden llenar los espacios, mientras más pequeño sea el tamaño relativo de las partículas pequeñas mejor es el empaque [9], es decir, para mezclas bimodales, mientras mayor sea la diferencia de tamaños entre partículas grandes y pequeñas, mayor será el empaquetamiento generado.

## 2.2. Discusión de literatura

El empaquetamiento de partículas ha sido un tema de interés desde hace muchos años; citando a Newton y Gregory quienes en 1694 buscaron encontrar el número de coordinación para esferas de igual tamaño, estudio que Hoppe en 1874 demostró que el máximo número era 12. Hales (1727) y Buffon (1753) cargaron un contenedor con leguminosas secas y permitieron que absorbieran humedad. Cuando las leguminosas secas se hincharon y llenaron el recipiente, cada uno se pudo retirar y así contar el número de caras para estimar el número de coordinación. [4]

Los experimentos de empaque aleatorio de Scott, publicados en 1960, son reconocidos como el primer tratamiento preciso. Mediante el uso de varios tamaños de contenedores y cuidadosas técnicas de carga, las verdaderas densidades aleatorias se obtuvieron mediante la extrapolación a un contenedor infinito. Con base en las mediciones de Scotts, la densidad aleatoria difusa es cercana a 0,60 y el valor aleatorio denso es de 0,637. Estos valores han proporcionado una base para probar experimentos posteriores, muchos de los cuales se realizaron utilizando técnicas de simulación por computadora. Se reconoce que solo cuatro esferas pueden tener contactos mutuos. La estructura tetrahédrica de cuatro esferas con dimensiones variables y densidad de empaquetamiento se usa ampliamente en el modelado de empaquetamientos de partículas al azar. Sin embargo, solo recientemente la densidad obtenida por técnicas numéricas se acercó al valor experimental obtenido por Scott utilizando esferas monotamaños. [4] La característica más considerada dentro del empaquetamiento de partículas es la densidad del empaquetamiento. Hasta ahora, solo existe una prueba del valor máximo de la densidad de empaquetamiento en tres dimensiones para estructuras ordenadas, y esta prueba no es bien aceptada. La prueba generalmente aceptada es para una densidad de empaquetamiento máxima de 0,7796 [4].

Así, las partículas esféricas han recibido la mayor atención en empaquetamientos en tres dimensiones, puesto tan solo con un parámetro, el diámetro, es suficiente para especificar su tamaño [4], a diferencia de otras figuras que serían necesario más parámetros para su modelamiento, tales como largo, ancho y alto. Los experimentos han continuado hasta la actualidad, variando las condiciones tales como empaquetamiento húmedo y seco, de lo cual se ha descubierto que el resultado final manifiesta mucha semejanza sin importar las condiciones iniciales [10]. Además, el esfuerzo por encontrar modelizaciones del comportamiento y resultado del empaquetamiento de partículas se ha

desarrollado en varias investigaciones, obteniéndose por ejemplo los modelos de Toufar y Furnas [11], Digipac [12] entre otros.

El tamaño de partícula ha sido objeto de gran interés para los estudios del área, encontrándose relaciones tales como que las esferas gruesas son gobernadas por fuerzas capilares y esferas finas ( $< 100 \mu\text{m}$ ) por fuerzas de van de Waals [6] además de estudio de factores de aumento y de disminución de la porosidad [13]. En dicho contexto, también se ha descubierto que la formación de aglomerados se atribuye a medios en los cuales las fuerzas capilares son superiores a la fuerza de gravedad [14].

También se ha buscado investigar en detalle el Efecto pared [15], temática la cual es de interés en el área metalúrgica, fundamentalmente en el diseño de espesadores: encontrándose que si la relación partícula/container  $< 0,1$  el efecto es razonablemente ignorado [7].

Es posible observar el amplio alcance que tiene la ciencia del empaquetamiento de partículas; en la literatura existe gran cantidad de investigaciones realizadas debido a la variedad de áreas en las cuales es de interés su estudio. Se nombran por ejemplo aeronáutica, agricultura, biología, cerámicos, ingeniería química y metalúrgica, geología, entre otros [4], ocupando un gran lugar en el área metalúrgica en la observación del comportamiento de las partículas en medios líquidos; para así comprender y controlar mejor fenómenos tales como la compactación, sinterización, sedimentación, consolidación, entre otros.

### 2.3. Prueba t Student

La prueba t de Student es una de las pruebas estadísticas más utilizadas en la práctica estadística cuando se trata de comparar los comportamientos promedios de dos muestras pequeñas [16]. Para efectos de la investigación se consideraron dos muestras independientes, puesto a que no hay una conexión entre la medición de una variable con respecto a la otra.

Esta prueba cuenta con un parámetro denominado  $\alpha$ , el cual determina el nivel de significancia, es decir, el grado de aceptación de una hipótesis dada y se define según [17]:

$H_0$  = Las granulometrías obtenidas se distribuyen de manera similar.

$H_A$  = Las granulometrías se comportan de manera diferente.

Por su parte, el estadístico t se obtiene a partir de:

$$t = \frac{\bar{X} - \mu}{\frac{S_x}{\sqrt{n}}} \quad (3)$$

Siendo:

- $\bar{X} = \text{Media}$
- $\mu = \text{Valor a analizar}$
- $S_x = \text{Desviación estándar}$
- $n = \text{Tamaño de la muestra}$

Una de las aplicaciones en las cuales se utiliza esta distribución, es en “Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales”, la cual puede ser implementada con ayuda de la herramienta “Análisis de Datos” en el software Microsoft Excel, en el cual se debe agregar como variable de entrada un  $\alpha$  y dos muestras de datos, y como salida obtener una tabla con diferentes parámetros estadísticos tal como se muestra en la siguiente tabla.

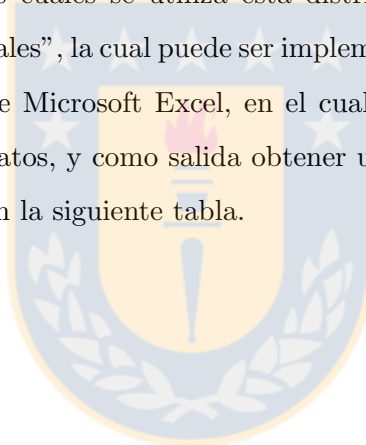


Tabla 1: Tabla resultante tras aplicar “Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales” para la comparación de dos muestras de datos

	Variable 1	Variable 2
Media	-	-
Varianza	-	-
Observaciones	-	-
Varianza agrupada	-	-
Diferencia hipotética de las medias	0	-
Grados de libertad	-	-
Estadístico t	-	-
P( $T \leq t$ ) una cola	-	-
Valor crítico de t (una cola)	-	-
P( $T \leq t$ ) dos colas	-	-
Valor crítico de t (dos colas)	-	-

La tabla resultante tras el análisis con Excel, entrega datos estadísticos descriptivos (Media, varianza y observaciones) y el resto son datos estadísticos inferenciales. El único valor predefinido es "Diferencia hipotética de las medias = 0", puesto se está suponiendo que las medias son iguales, para acreditar que la listas de datos se comportan de igual manera.

De los parámetros generados, el que resulta más significativo a la hora de obtener conclusiones es el parámetro P, puesto el resto de los parámetros están incorporados dentro su valor, así P tiene mayor preponderancia que el estadístico t y el resto de resultados obtenidos para la comparación entre dos muestras [18,19]. Específicamente, como el estudio se basará en la comparación de dos muestras asumiendo que deben comportarse de igual manera, el parámetro mas conveniente para este tipo de ejercicio es el valor P para dos colas [20]. De esta manera, su relación con las hipótesis planteadas se define según:

Si el valor de  $P > \alpha \Rightarrow$  No existe diferencia significativa para rechazar  $H_0$

Si el valor de  $P < \alpha \Rightarrow$  Existe diferencia significativa para rechazar  $H_0$

Cabe destacar que para utilizar el parámetro  $P$  es necesario que las muestras sigan distribución normal, sin embargo, según el teorema central del límite en estadística, cuando la muestra considera una cantidad mayor o igual a treinta datos, su distribución es aproximadamente normal [21], tal como es el caso de la investigación.



### 3. Materiales y métodos

#### 3.1. Equipamiento

- 6 columnas acrílicas
- Cuaderno de registro de actividades
- Vaso precipitado
- Ro tap Mallas 30#, 50#, 70#, 100# y 140#
- 2 Regla metálicas 15 y 30 cm
- Vernier
- Esferas Ballotini tipo AC 12
- Esferas Ballotini tipo Premix 18
- Balanza
- Bandejas
- Microscopio MicroDirect Celestron
- Frascos plásticos
- Frascos de vidrio
- Notebook



#### 3.2. Montaje experimental

Las acciones fueron realizadas en laboratorios del DIMET, Universidad de Concepción. A continuación se detallaron los equipos y acciones necesarias para realizar los experimentos. Finalmente a través de un resumen se explica el proceso completo.



### 3.2.1. Parámetros

#### 3.2.1.1 Calibración columnas

Cada columna que se utilizó posee un total de 38 orificios, lugares de donde es posible extraer muestras. De esta manera, para que los experimentos tengan un orden, cada columna fue enumerada, agregando una cinta en un frente para que las identificara con un número natural, siendo estos desde el 1 hasta el 6 puesto se usaron seis columnas. Luego, con ayuda de un pie de metro se midieron los diámetros y distancias que tiene cada orificio en las columnas, asignando 4 orientaciones:  $0^\circ$ ,  $90^\circ$ ,  $180^\circ$  y  $270^\circ$ ; tomando como referencia a  $0^\circ$  el frente donde fue agregada la cinta con el número respectivo, aumentando en sentido horario. Toma el valor de orificio uno aquel que se encuentra a  $0^\circ$  en la parte inferior de la columna, luego va aumentando hacia arriba y en sentido horario hasta llegar al orificio 36. Las columnas, además, poseen dos orificios en la base, los cuales fueron codificados como 00( $0^\circ$ ) y 01( $180^\circ$ ).

Para efectos de la investigación, se obtuvieron muestras desde 3 alturas, de las cuales fue posible obtener dos muestras, puesto por cada altura hay dos orificios:

$$h_1 = \text{Orificio n}^\circ 28(270^\circ) \text{ y n}^\circ 10(90^\circ) \sim 3,4 \text{ [cm]}$$

$$h_2 = \text{Orificio n}^\circ 19(180^\circ) \text{ y n}^\circ 1(0^\circ) \sim 1.5 \text{ [cm]}$$

$$h_3 = \text{Orificio n}^\circ 0.0(180^\circ) \text{ y n}^\circ 0.1(0^\circ) \sim 0 \text{ [cm]}$$

Tras identificar cada orificio, fue preciso calibrar las columnas. Para esto se utilizó una probeta graduada de 1 Litro, en la cual se agrego agua hasta llenar la probeta completamente. Tras esto, se fueron agregando de 100 [ml] hacia el interior de las columnas, anotándose la respectiva altura que alcanzó, hasta completar el litro. Esto permite obtener una curva de calibración de volumen de cada probeta acrílica.

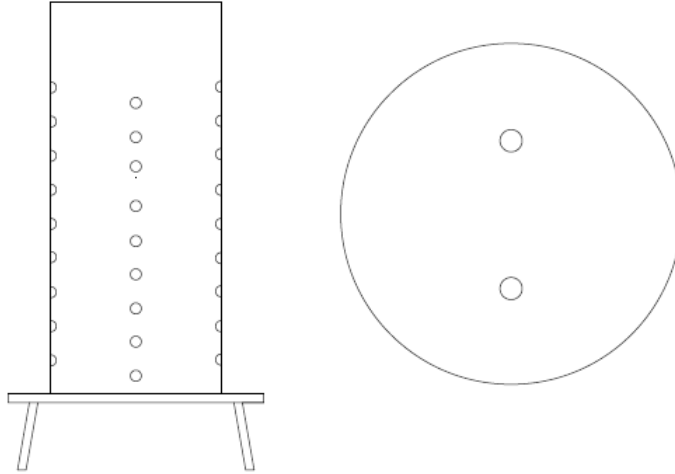


Figura 9: Vista frontal y superior diseño de columnas utilizadas

Fuente: Elaboración propia a través de Autocad.

En Anexos se agregan las tablas resultantes de la calibración de las columnas.

### 3.2.1.2 Densidad aparente

Para cada malla de esferas ballotini, tamaños 30#, 50#, 70#, 100# y 140# ASTM, se calculó la densidad aparente, también conocida como densidad bulk; la cual se define según:

$$\rho_{aparente} = \frac{Masa\ esferas}{Volumen\ esferas + Volumen\ poros} \quad (4)$$

Para ello, se utilizó una probeta graduada de 1 [L]. Luego se pesaron 100 [g] de esferas de cada malla, vaciándose a la probeta y anotando la respectiva altura que se alcanza. Se repitió dicha acción, agregando de 100 [g] hasta completar 300 [g], registrando cada altura alcanzada. La altura de la probeta permite observar el volumen que completan las esferas. Así, se obtiene una curva para cada malla.

En Anexos se agregan las tablas resultantes del cálculo de densidad aparente de cada malla.

### 3.2.1.3 Picnometría

Se utilizó picnometría para calcular la densidad material de cada malla y del agua. Para esto, con ayuda de un picnómetro se procedió de la siguiente manera: El picnómetro vacío es pesado,

registrando dicho valor. El picnómetro utilizado tiene un volumen de 50[ml]. Luego, se le agrega la cantidad de esfera o agua según corresponda y se registra la masa obtenida. La masa de agua o esferas se obtiene según la diferencia picnómetro con material versus picnómetro vacío. Posterior a esto, cuando el picnómetro tiene esferas ballotini en su interior, se enrasa con agua hasta completar los 50 [ml], y se registra la masa obtenida.

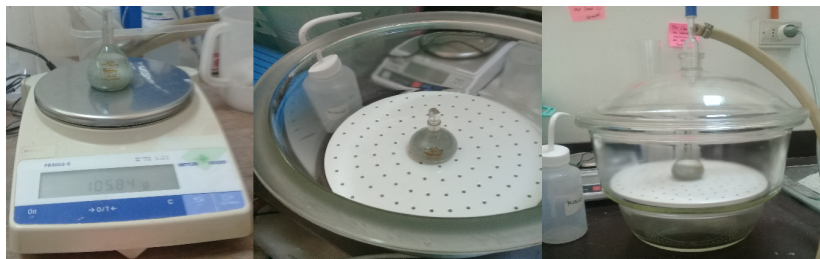


Figura 10: Pesado de picnómetro y aplicación de bomba de vacío

Terminado esto, el picnómetro fue ingresado a una bomba de vacío, con el capilar en su sitio, procurando evitar filtraciones provocadas por la mala instrumentación ya sea de la bomba o del picnómetro.

Tras quince minutos en la bomba de vacío, el picnómetro es vuelto a enrasar con agua, y es sometido a un nuevo ciclo en la bomba por quince minutos más.

Terminado el segundo ciclo, se obtiene la masa del picnómetro, considerando que en su interior hay material y agua. La gran ventaja del picnómetro, es que el volumen es conocido.

Luego, con la densidad de agua conocida debido a que fue el primer cálculo, se obtienen las densidades de las esferas para cada malla. Dichos resultados se agregaron en Anexos.

Además de la obtención de los parámetros mencionados anteriormente, fue necesario rotular las bolsas herméticas donde son guardadas las esferas tamizadas; y rotular y enumerar frascos de vidrio y plásticos. De esta manera, se tiene archivada la información correspondiente a cada experimento, por lo tanto, las acciones son más expeditas.

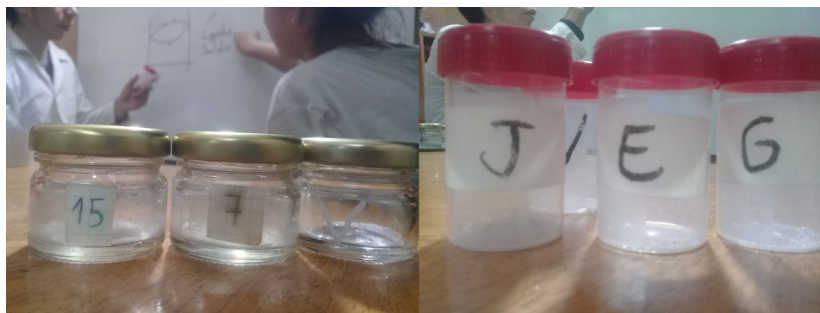


Figura 11: De izquierda a derecha: Frasco para secar muestras y guardar muestras

### 3.3. Descripción de las variables

#### 3.3.1. Porcentaje de sólidos

Se entiende como porcentaje de sólidos a la cantidad de masa de sólidos presentes en una mezcla sólido-líquido, con respecto a la cantidad de masa total visto de manera porcentual.

$$\%_{sólidos} = \frac{Masa\ sólidos}{Masa\ sólidos + Masa\ líquidos} \cdot 100 \quad (5)$$

Sera este concepto una de las variables de los experimentos, considerándose 30 %, 40 %, 50 %, 60 % y 68 % sólidos.

#### 3.3.2. Distribución granulométrica

La distribución granulométrica es una representación del tamaño promedio o aproximado que tienen ciertas partículas a evaluar. Para los experimentos se consideran distribuciones granulométricas obtenidas mediante tamizaje en un Ro tap, agregándose a los experimentos en forma bimodal, es decir, dos granulometrías diferentes.

### 3.4. Metodología

A continuación, se describe la metodología empleada para cada etapa del montaje experimental diseñado para la investigación.

### 3.4.1. Tamizaje

Para el tamizaje se utilizó un Ro Tap facilitado por las instalaciones del DIMET, Universidad de Concepción, utilizando las mallas 30#, 50#, 70#, 100# y 140# ASTM, además de la tapa y la base para completar el tamaño de dicha máquina. Los tamaños de malla escogidos fueron aquellos acordes a las distribuciones granulométricas de entrada definidos en el set de experimentos. En Anexos se agrega el detalle de los experimentos. Antes de proceder a realizar cualquier acción, las mallas fueron limpiadas con ayuda de brochas, cepillos, y papel blanco para evitar contaminar las esferas con alguna otra muestra que haya sido tamizada con anterioridad.

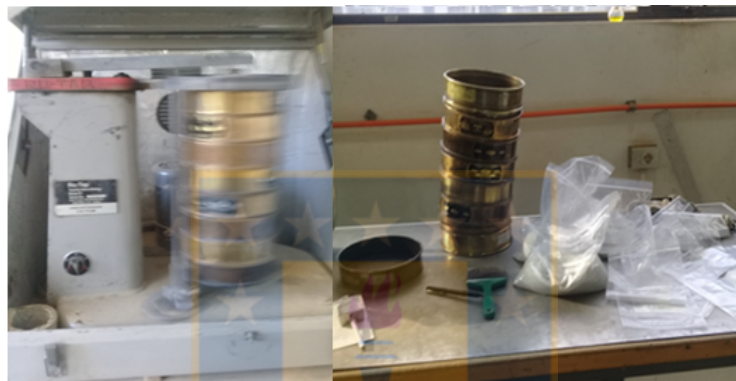


Figura 12: Tamizaje de esferas en Ro-tap

El primer tamizaje fue para muestrear el material, tamizando 2 [kg] de cada tipo de esfera ballotini. Los tablas de este muestreo fueron agregadas en Anexos. Cada tamizaje fue contemplando 300 [g] de alimentación, los cuales fueron pesados con una balanza digital, y pasados por un ciclo de 15 minutos en el Ro-tap.

Luego, la cantidad de tamizajes dependía de la cantidad de material disponible en inventario, tal que se tenga lo necesario para desarrollar los experimentos del día, considerando siempre 300 [g] de alimentación en ciclos de 15 minutos. Tras tamizar el material, este fue guardado en bolsas plásticas herméticas, rotuladas en su exterior con el tamaño de malla del cual fue retirado.



Figura 13: Muestras de esferas clasificadas tras tamizaje

Tras realizado el tamizaje y posterior guardado de muestras, se procedió a dejar tanto el Rotap, como mallas e inmobiliario utilizado, completamente limpio y disponible para volver a ser manipulado.

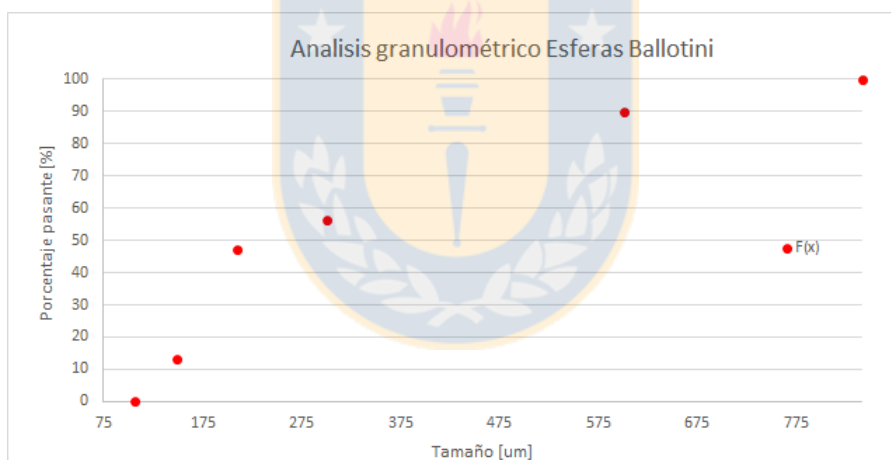


Figura 14: Distribución granulométrica esferas

### 3.4.2. Preparación de las pruebas

Para preparar las pruebas primero se procedió a pesar la cantidad de agua y material a utilizar, tal que se cumpla el porcentaje de sólidos que demanda el experimento; contemplando las dos mallas necesarias para la distribución granulométrica predefinida. En el cuaderno de experimentos se registra el n° de experimento, las mallas utilizadas, la masa de agua y de sólido, y la columna utilizada.

Luego, se ingresó el volumen de agua al interior de la columna, y tras esto se agregó la cantidad correspondiente de esferas Ballotini, las cuales fueron depositadas en un vaso precipitado y agitadas por un minuto para homogeneizar la muestra. La columna fue agitada por un minuto para homogeneizar la pulpa, y de esta manera mezclarse las partículas y el agua formándose una suspensión.

Tras esto, se registró en el cuaderno de experimentos la altura que tiene la pulpa y el líquido a un  $t_0$ . Luego de esto, se deja reposar por cerca de 18-20 h. Se procura dejar el experimento en un lugar alejado de cualquier movimiento y de luz solar, además de tapan la apertura de la columna, así evitar cualquier perturbación en el resultado debido a manifestaciones externas y/o evaporación de líquido.



Figura 15: Altura de la fase líquida y sedimento en las columnas para una mezcla bimodal de esferas

Una vez pasado el tiempo de reposo, se procede a registrar en el cuaderno de experimentos la altura que tiene la pulpa y el líquido en la columna, para pasar a la siguiente etapa del montaje experimental.

### 3.4.3. Retiro de las muestras

Posterior a que las esferas hayan pasado un tiempo de sedimentación, tal que se llegue a un estado estacionario; corresponde retirar muestras desde tres alturas de las columnas para así obtener distribuciones granulométricas. Por muestra entiéndase una mezcla de esferas y agua retirada desde un orificio. De esta manera de cada altura se obtienen dos muestras.

Primero se midió la altura a la que llegó la pulpa y el agua a un  $t_\infty$ , considerando como  $t_\infty$  un  $t > 18$  [h], puesto pasado este lapso prácticamente no existe variación en el movimiento de las

partículas al interior de las columnas. En algunos casos cuando se trabajaba con distribuciones granulométricas con mucha distancia de tamaño, por ejemplo, 30# y 140# ASTM, era posible percibir dos fases en la zona de pulpa. Todo esto quedo registrado en el cuaderno de experimentos.

Tras esto, para retirar las muestras se utilizaron frascos de vidrio los cuales anteriormente fueron pesados en un inicio secos y vacíos. Luego, desde los orificios 28, 10, 1, 19, 00 y 01 de las columnas correspondientes, se procede a retirar cierta cantidad de pulpa destapando los tapones de los orificios. Así, se tienen 6 muestras con 3 alturas diferentes. Luego de depositar la muestra extraída en el frasco de vidrio, este es nuevamente pesado con una balanza digital y posteriormente depositado en un horno eléctrico facilitado por las instalaciones del DIMET, Universidad de Concepción. La masa del frasco vacío y con muestra también fueron registrados en el cuaderno de experimentos, además se registra la hora de ingreso y salida del horno para cuantificar el tiempo de secado. La pulpa que no fue muestreada y guardada en los frascos de vidrio también es ingresada en una bandeja al horno, para su secado y posterior uso

El tiempo de secado promedio oscila entre 18-20 h, tras esto se retiran las muestras desde el horno y se vuelve a pesar los frascos, para finalmente registrar la masa de la muestra de esferas secas en el cuaderno de experimentos.

Cabe destacar que para retirar las muestras siempre se realizó extrayendo primero desde los orificios superiores, y finalmente los inferiores, para así evitar que existan perturbaciones en los resultados que serían provocados por el movimiento de las partículas en el interior de las columnas, ya que la extracción desde un orificio inferior provoca el descenso de la pulpa.

Una vez utilizado los frascos de vidrio, al igual que las columnas, fueron limpiados para su posterior uso. Luego se procede a la siguiente etapa.





Figura 16: Muestras de esferas húmedas puestas en el horno para su secado

#### 3.4.4. Guardado de muestras

Una vez secas las muestras, fueron depositadas en frascos plásticos previamente rotulados. El material que no fue muestreado se retorna al tamizaje. Por otro lado, en el cuaderno de experimentos se registra el nombre del frasco de plástico en el que es depositada la muestra y el frasco de vidrio proveniente. Así se tiene completamente identificada la procedencia de la muestra.

En Anexos se agregaron tablas tipo con el formato que se registraban las muestras experimentales.

#### 3.4.5. Análisis de imágenes

Las muestras fueron procesadas con ayuda de un microscopio Celestron Microdirect. Se comenzó calibrando dicho microscopio, para así registrar la relación  $\text{um}/\text{pixel}$ , información necesaria para el procesamiento. Para la calibración se utilizó el software ImageJ.

Luego se fueron fotografiando cada una de las muestras a través del microscopio Celestron MicroDirect, utilizando un porta muestras pintado de color negro opaco, para así evitar que se refleje la luz del microscopio y obtener fotografías óptimas. Además, se intenta oscurecer la habitación para homogeneizar la luz que reciben las esferas, en algunos casos se utilizó una luz externa para complementar lo mencionado anteriormente. Es de suma importancia que las muestras sean correctamente fotografiadas, puesto de esto depende intrínsecamente los resultados de la investigación. Se obtuvieron cinco imágenes por cada muestra.



Figura 17: Microscopio Celestron MicroDirect

Toda esta información va siendo registrada en planillas Excel. En Anexos se agregan tablas tipo de cómo se registraban los datos antes de ser procesados mediante el código computacional.

Una vez tomadas las fotografías, en el software Matlab se implementó el código “Grain Size Distribution” [22], el cual se sustenta en el Algoritmo de la segmentación para análisis de imágenes [23]. En este software fueron importadas las imágenes obtenidas, agregando la relación  $\mu\text{m}/\text{pixel}$  obtenida en la calibración. A continuación, se presenta un pseudocódigo del funcionamiento del algoritmo:

1. Carga de imagen.
2. Registro relación  $\text{pixel}/\text{micrones}$ .
3. El código realiza un barrido según el color de las partículas en la imagen, bajo cierto umbral de color, agrupando según se cumpla dicho umbral.
4. Se entrega una imagen variando la coloración de la imagen original, mostrando como las partículas fueron agrupadas.
5. Calcula el radio de las partículas analizadas.
6. Entrega una tabla con la distribución granulométrica.

Con esto es posible obtener las distribuciones granulométricas para cada muestra, las cuales son

exportadas a planillas Excel con el registro completo de cada experimento. Cabe destacar que en la sección Resultados se agregaron las imágenes resultantes al aplicar el código.

### 3.4.6. Análisis de datos

Tras recopilar la información, ya sea por el registro de datos en el cuaderno de experimentos como por el análisis de imágenes y obtención de granulometrías, se procedió a realizar un estudio estadístico de los valores resultantes: distribución granulométrica y fracciones volumétricas; para observar el modo de empaquetamiento de las partículas y capacidad de retención de agua que tienen las pruebas según los parámetros de entrada.

Para las distribuciones granulométricas se realizó una “Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales”, para verificar la fidelidad del algoritmo implementado y que este entregue distribuciones granulométricas similares para muestras obtenidas desde el mismo orificio y altura en cada experimento. Se utilizó la herramienta de Excel “Análisis de datos”, y se aplicó dicha prueba, con parámetro  $\alpha = 0,05$ , puesto es el idóneo para proyectos de investigación [29], lo cual significa que los resultados de ser positivos tiene un 95 % de confianza.

Por su parte, para la fracción volumétrica se analizaron promedios y desviaciones estándar, calculados a través de las herramientas PROM. y DEVESTA. de planilla Excel. Dichas cifras fueron registradas en la sección de resultados y posteriormente discutidas.

A continuación, se muestra el diagrama resumen con las acciones necesarias para llevar a cabo los experimentos.

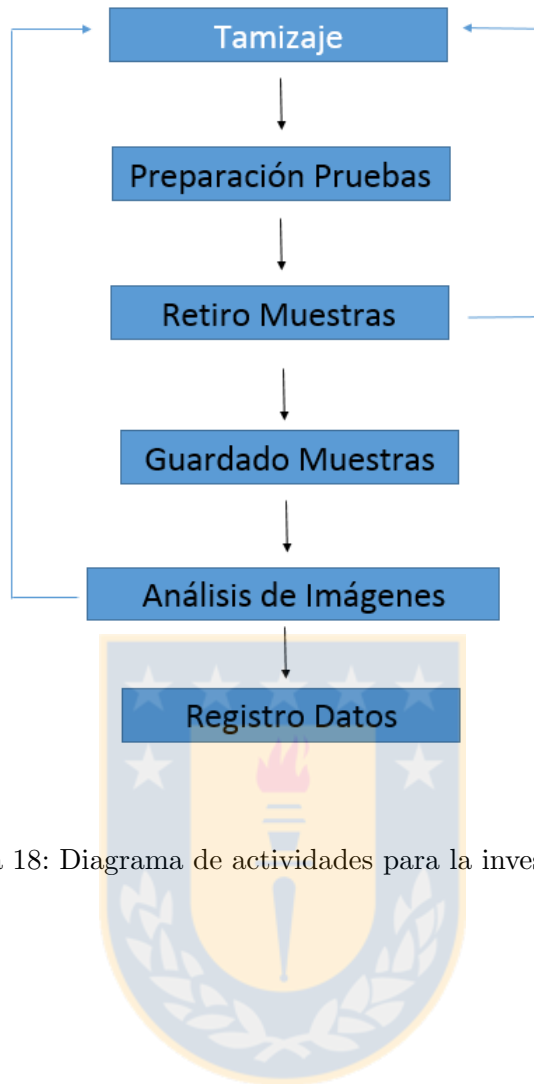


Figura 18: Diagrama de actividades para la investigación

## 4. Resultados y Discusiones

A continuación se describieron los principales resultados de la investigación.

### 4.1. Algoritmo de la segmentación

La figura 19 representa una fotografía obtenida con el microscopio, y luego analizada a través del algoritmo implementado en el software MatLab. En ella las partículas son dispersadas en el cubre objeto, para permitir obtener su tamaño sin que existan problemas en dicho calculo por aglomeración o cercanía de partículas.



Figura 19: Fotografía tomada a muestra de partículas

Dicho algoritmo, tras realizar una limpieza para identificar las partículas, genera una imagen variando el color de las esferas en la imagen original para así posteriormente calcular sus radios.

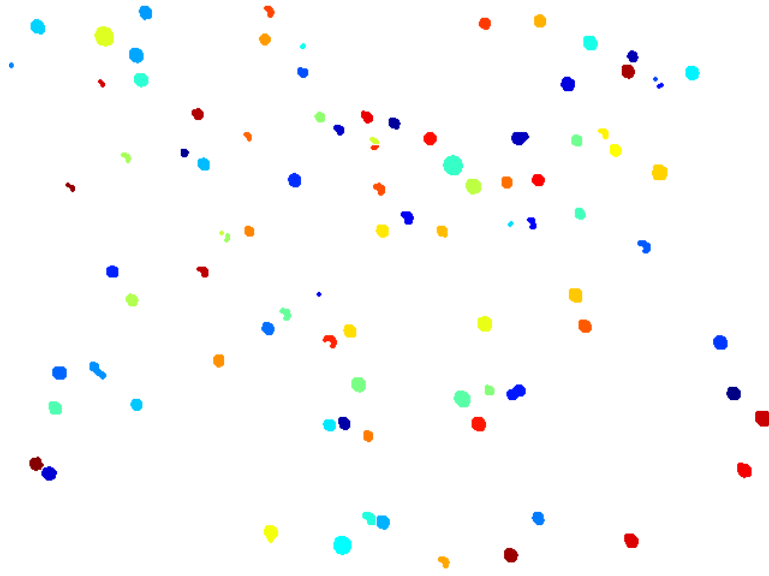


Figura 20: Imágen obtenida a través del código tras barrido según cierto umbral de color

En la imagen se consideró un experimento contemplando 68% sólidos mallas 100# y 140# ASTM (Experimento 55, orificio 28).

De las figuras 19 y 20, es posible observar lo bien que se ajusta el algoritmo implementado para el cálculo de las distribuciones granulométricas tras el análisis de las imágenes, además de ser muy fácil de utilizar. Esto le da agilidad al proceso para la obtención de los posteriores resultados.

En anexos se agrega la tabla con los tamaños de partícula obtenido por cada imagen. Con estos valores es posible obtener las siguientes figuras, de las cuales es posible observar que tienen cierta similitud en sus datos, pero no son suficientes para obtener conclusiones sólidas.

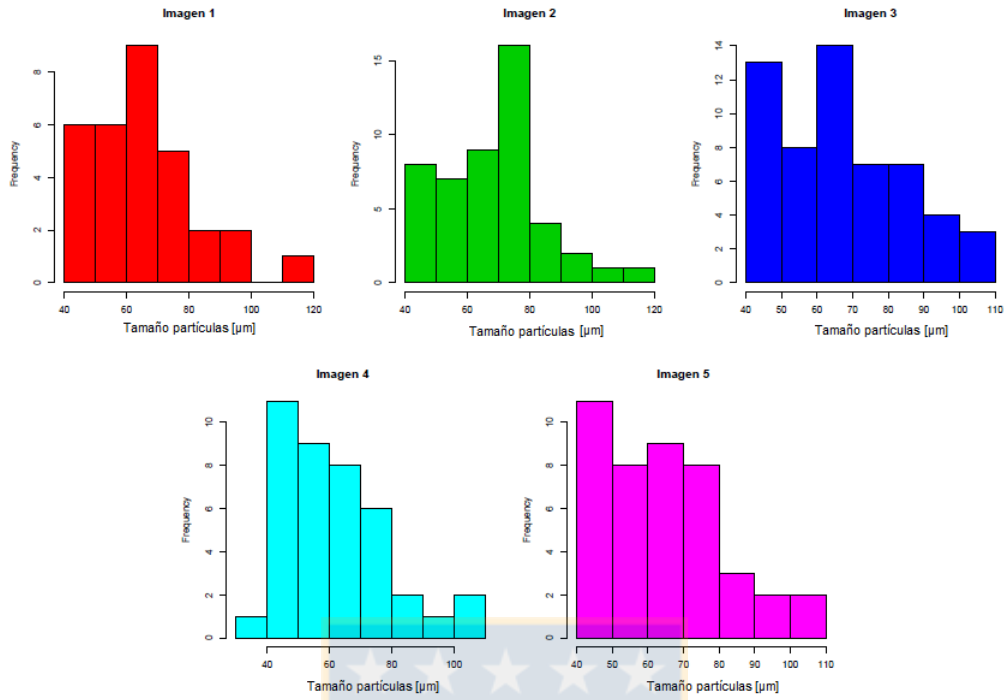


Figura 21: Histograma de granulometrías para cada imagen experimento 55 orificio 28

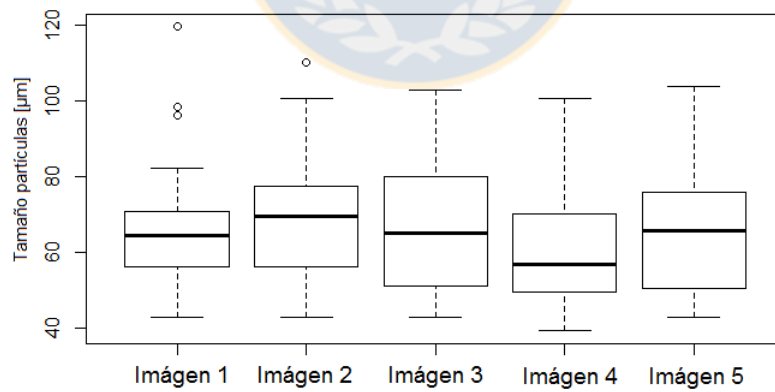


Figura 22: Diagramas de caja para cada imagen experimento 55 orificio 28

## 4.2. Análisis estadístico

### 4.2.1. Prueba t para dos muestras suponiendo varianzas iguales

Se utilizó dicha prueba para evaluar la semejanza entre las granulometrías obtenidas. Como se menciono anteriormente, de cada orificio se obtiene una muestra y de cada muestra se obtuvieron 5 imágenes. Se analizó la granulometría de la imagen 1 con respecto al resto. El resultado sera positivo para la investigación si  $P(T \leq t) > 0,05$ , puesto de esta manera no se rechaza la hipótesis de que no existe diferencia significativa entre el comportamiento de las las medias. Para consultar el porcentaje de sólidos y la granulometría de entrada en cada experimento, en Anexos se agrega la tabla con el detalle del diseño de las pruebas y el detalle de los valores que entrega Excel tras aplicar la prueba t.

En la siguiente tabla se presentan los resultados de la prueba t comparando imágenes del experimento 55 orificio 28:

Tabla 2: Prueba t experimento 55 orificio 28

n° Experimento	n° Orificio	Comparación	Valor P	Acepta/Rechaza $H_0$
55	28	I1 e I2	0,63	ACEPTA
55	28	I1 e I3	0,71	ACEPTA
55	28	I1 e I4	0,22	ACEPTA
55	28	I1 e I5	0,80	ACEPTA

Ahora, tras la prueba t es posible afirmar que las granulometrías no presentan diferencias significativas, con un 95 % de confianza. Tras esto se ordenaron los datos y se obtuvo la función  $F(x)$  a través de Excel.



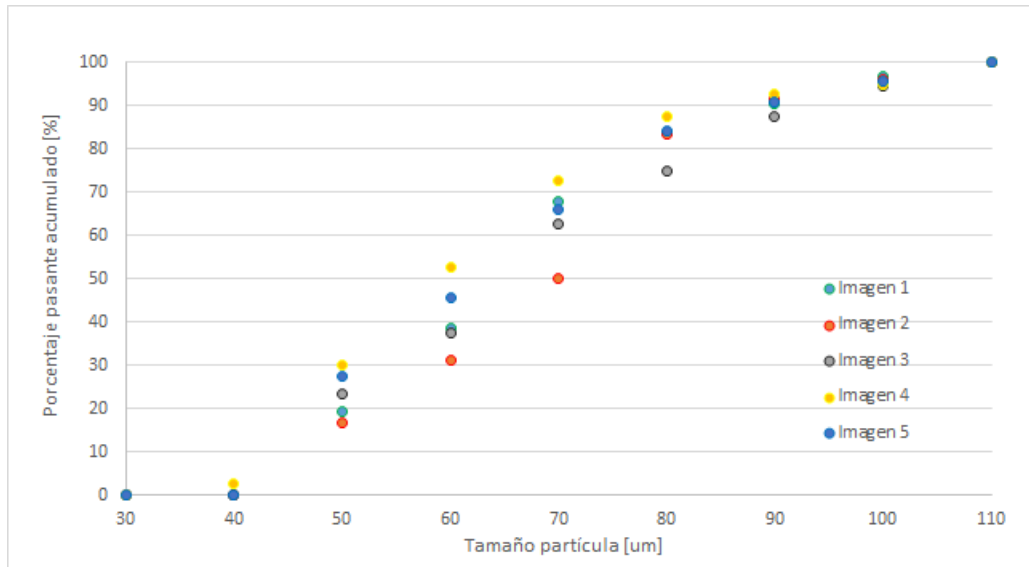


Figura 23: Distribuciones granulométricas muestras experimento 55 orificio 28

Por otro lado, es necesario afirmar que orificios a la misma altura pero en diferente frente de las columnas, debiesen presentar resultados similares. De esta manera se comparan los resultados de las muestras del experimento 55 orificios 28 y 10, puesto son homólogos. Para corroborar se aplicó la prueba t student comparando las imágenes de ambos orificios:

Tabla 3: Prueba t para experimento 55 orificios 28 y 10

nº Experimento	nº Orificio	Comparación	Valor P	Acepta/Rechaza $H_0$
55	28 y 10	I1 e I1	0,25	ACEPTA
55	28 y 10	I2 e I2	0,96	ACEPTA
55	28 y 10	I3 e I3	0,18	ACEPTA
55	28 y 10	I4 e I4	0,15	ACEPTA
55	28 y 10	I5 e I5	0,22	ACEPTA

Se extrapola por lo tanto que no existe diferencia significativa entre las distribuciones con un 95% de confianza. También se realizó la prueba t agrupando todos los datos de cada muestra, para comparar la distribución granulométrica que presenta cada orificio, obteniéndose lo siguiente:

Tabla 4: Prueba t granulometrías experimento 55 orificio 28 y 10

n° Experimento	n° Orificio	Comparación	Valor P	Acepta/Rechaza $H_0$
55	28 y 10	Granulometrías completas	0,08	ACEPTA

Tras esto, se graficaron las distribuciones granulométricas completas, obteniéndose la siguiente figura:

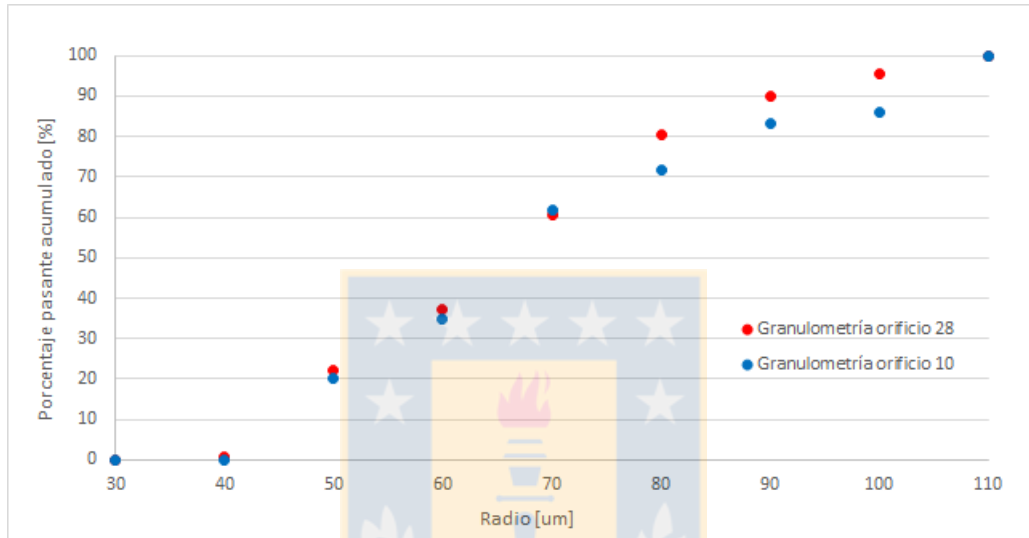


Figura 24: Distribuciones granulométricas experimento 55 orificios 28 y 10

Se realizó mismo análisis para otras alturas, mostrando nuevamente resultados positivos.

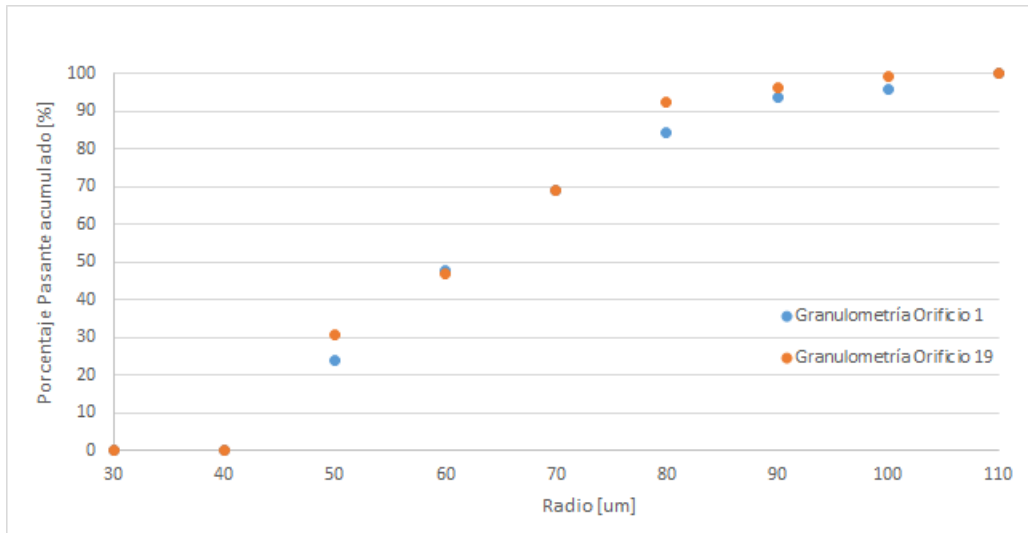


Figura 25: Distribuciones granulométricas experimento 55 orificios 1 y 19. Valor p obtenido = 0,32

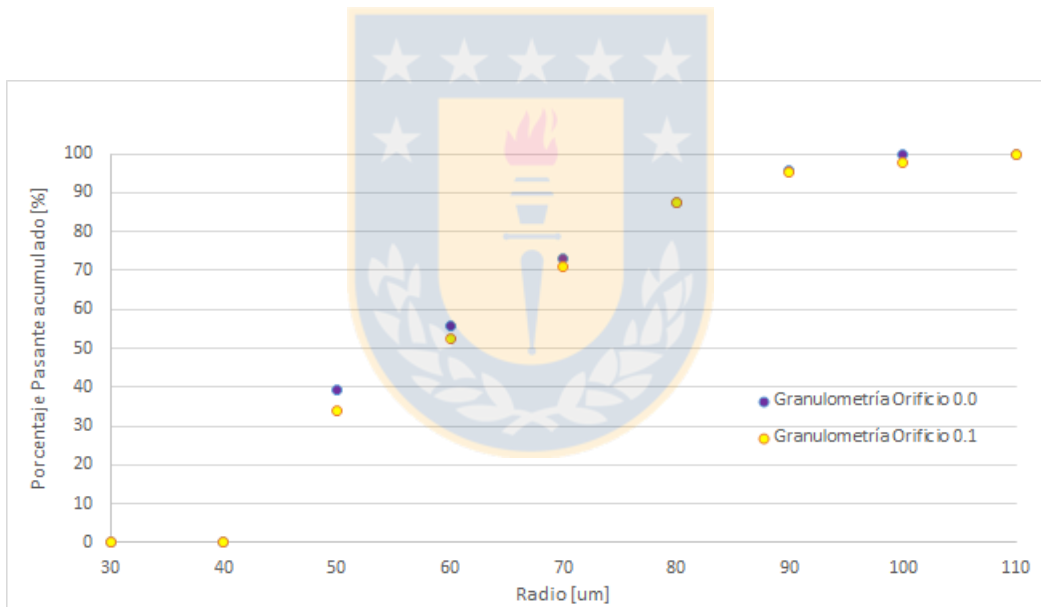


Figura 26: Distribuciones granulométricas experimento 55 orificios 00 y 0.1. Valor p obtenido = 0,34

Finalmente, se repitió la prueba para otros escenarios, manteniéndose los resultados positivos.

Tabla 5: Prueba t para diferentes escenarios

n° Experimento	n° Orificio	Comparación	Valor P	Acepta/Rechaza $H_0$
20	0	I1 e I2	0,96	ACEPTA
20	0	I1 e I3	0,70	ACEPTA
20	0	I1 e I4	0,24	ACEPTA
20	0	I1 e I5	0,30	ACEPTA
29	10	I1 e I2	0,20	ACEPTA
29	10	I1 e I3	0,14	ACEPTA
29	10	I1 e I4	0,69	ACEPTA
29	10	I1 e I5	0,41	ACEPTA
45	28	I1 e I2	0,12	ACEPTA
45	28	I1 e I3	0,93	ACEPTA
45	28	I1 e I4	0,52	ACEPTA
45	28	I1 e I5	0,84	ACEPTA
49	0.0	I1 e I2	0,16	ACEPTA
49	0.0	I1 e I3	0,98	ACEPTA
49	0.0	I1 e I4	0,18	ACEPTA
49	0.0	I1 e I5	0,04	RECHAZA
49	0.1	I1 e I2	0,35	ACEPTA
49	0.1	I1 e I3	0,21	ACEPTA
49	0.1	I1 e I4	0,62	ACEPTA
49	0.1	I1 e I5	0,24	ACEPTA
50	1	I1 e I2	0,05	ACEPTA
50	1	I1 e I3	0,01	RECHAZA
50	1	I1 e I4	0,05	ACEPTA
50	1	I1 e I5	0,05	ACEPTA

Tabla 6: Prueba t para diferentes escenarios (continuación)

n° Experimento	n° Orificio	Comparación	Valor P	Acepta/Rechaza $H_0$
50	19	I1 e I2	0,80	ACEPTA
50	19	I1 e I3	0,10	ACEPTA
50	19	I1 e I4	0,29	ACEPTA
50	19	I1 e I5	0,22	ACEPTA

De la prueba t student es posible inferir que, como no hay diferencia significativa entre las granulometrías obtenidas para cada muestra, el algoritmo calcula correctamente las distribuciones granulométricas para cada imagen, puesto los resultados se compatibilizan entre ellos; además observando la figura 28 en Anexos es posible notar que los valores están dentro del tamaño en micrones que tienen las mallas 100# y 140#, sujeto a errores experimentales tales como problemas con el tamizaje.

Si bien en algunos casos los valores obtenidos levemente muestran la posibilidad de que se rechace la hipótesis, esto se justifica ya que en dichos escenarios la diferencia entre los tamaños de las partículas es mayor, debido a que las mallas utilizadas para los experimento son mas distantes entre si, y las muestras analizadas al microscopio son aleatorias, por lo tanto la distribución podría verse un tanto alterada por la diferencia entre el porcentaje de partículas grandes y pequeñas y la cantidad de partículas que contempla cada fotografía, no porque el algoritmo no calcule bien las distribuciones granulométricas. De todas maneras, analizando el valor que se obtiene para P cuando la prueba se rechaza, este no muestra ser cuantiosamente inferior a 0,05, por lo tanto estadísticamente se puede flexibilizar y aprobar el resultado como positivo para el estudio, o simplemente considerar dichos escenarios con un grado menor de confianza, pero sin rechazar la hipótesis.

Por otro lado, también existen los errores de muestreo que conllevan cierto error asociado. Además, tal como se menciona en el Estado del Arte de la investigación, el empaquetamiento de partículas esta sujeto a factores tales como aglomeración, puente, segregación, efecto pared, entre otros, lo cual conlleva a que el empaquetamiento sea aleatorio y difícilmente será completamente igual a pesar de que se analice la misma altura de un sedimento desde diferentes ángulos.

Finalmente, si bien se ha descubierto que las mejores funciones estadísticas que describen las distribuciones granulométricas son Weibull-RossinRambler, Swebrec, entre otras truncadas [24], se considera la distribución normal solo para analizar similitud de datos, no ajuste de estos.

#### 4.2.2. Promedio y desviación estándar granulometrías según altura.

Para realizar este análisis, se consideraron la combinación de mallas 30# y 140#, puesto es la mayor diferencia de tamaño, 100# y 140# puesto es la menor diferencia de tamaño, y 50# Y 70# al ser tamaños intermedios. Todas estas combinaciones consideran un 50% de masa de cada malla mencionada. Los resultados se especifican en las tablas siguientes.

Tabla 7: Promedio y desviación estándar para la mayor diferencia de tamaño en las granulometrías

30# y 140#						
% Sólidos	30 %	40 %	50 %	60 %	68 %	Promedio Parámetros [ $\mu\text{m}$ ]
$\bar{X} h_1$	64,28	71,11	58,24	61,25	63,61	63,7
$\sigma$	26,66	23,72	12,88	13,71	16,16	18,63
$\bar{X} h_2$	68,82	78,64	60,17	93,73	76,83	75,64
$\sigma$	29,95	32,67	21,97	73,8	61,32	43,94
$\bar{X} h_3$	73,09	56,79	68,53	69,5	83,88	70,36
$\sigma$	45,77	18,36	43,04	24,92	70,97	40,61

De este primer caso, es posible inferir que en alturas inferiores las granulometrías tienden a ser mayores. Esto se puede explicar por el coeficiente de arraste;, como las granulometrías mayores tienen mayor diámetro, el coeficiente de arrastre será menor, así dichas partículas tendrán menor resistencia hidrodinámica y tenderán a descender. Caso contrario ocurrirá con las partículas de tamaños pequeños. Es por esto que en  $h_1$  existe el menor promedio del tamaño de partícula, sin mayor distorsión en sus resultados.

Por otra parte, tal como se menciona en Antecedentes, las partículas necesitan al menos tres contactos para quedar en posiciones estables, de lo contrario, las partículas seguirían en movimiento hasta encontrar dicha posición. De la tabla 7 es posible apreciar que en  $h_3$  la granulometria promedio es menor que en  $h_2$ , lo cual se explicaría debido a que pequeñas partículas descenderían entre los

intersticios hasta quedar en una posición estable. Además como las columnas fueron agitadas al realizar las muestras y tal como se detalla en Antecedentes sección Segregación, esta agitación genera segregación y produce que las partículas pequeñas descieran entre los poros.

Sumado a esto, si se considera el diámetro de las partículas de la granulometría mayor, es posible calcular el círculo de apolonio [25] según la ecuación 12 agregada en Anexos ; el diámetro de dicho círculo representa el tamaño que debe tener una partícula pequeña para ser tangente a las tres partículas; por lo tanto si la granulometría es menor a dicho diámetro del círculo de apolonio, con mayor facilidad pasaran entre los intersticios las partículas pequeñas ya que tendrán espacio suficiente. En el escenario de la tabla 7, tras calcular el círculo de apolonio fue posible notar que se alejaba tan solo en un 12,45 % (6  $\mu\text{m}$ ) de diferencia) , lo cual muestra la facilidad con la que podrían descender entre las partículas y por qué en  $h_3$  la granulometría es menor que en  $h_2$  .

Con la desviación estándar es posible inferir que en  $h_2$  existe la mayor distorsión del tamaño, es decir, hay partículas muy pequeñas como muy grandes, por su parte como en  $h_3$  la desviación estándar es menor, las partículas muestran mas similitud en su tamaño, en este caso pequeñas.

Tabla 8: Promedio y desviación estándar para la menor diferencia de tamaño en las granulometrías

100# y 140#						
% Sólidos	30 %	40 %	50 %	60 %	68 %	Promedio Parámetros [ $\mu\text{m}$ ]
$\bar{X} h_1$	60,76	57,94	62,15	61,96	67,42	62,05
$\sigma$	13,98	14,35	15,3	14,89	18,84	15,47
$\bar{X} h_2$	65,58	60,78	65,72	63,06	62,85	63,6
$\sigma$	18,45	17,6	16,46	16,8	15,6	16,98
$\bar{X} h_3$	68,76	61,33	68,41	68,45	61,14	65,62
$\sigma$	18,5	14,7	17,52	17,69	16,03	16,89

Según la tabla 8, ocurre el mismo fenómeno del coeficiente de arrastre y posiciones estables; partículas grandes tenderán siempre a estar mas abajo, pero de igual manera partículas pequeñas irán descendiendo por posiciones estables y segregación.

En este caso, al obtener el círculo de apolonio, este es menor en un 78 % (41,4  $\mu\text{m}$ ) de diferencia) a la granulometría para la malla 140#; por lo tanto no sera tan fácil de que las partículas descieran. Es posible percibir dicho fenómeno al observar que en  $h_3$  la granulometría promedio es la mayor de

todas. Por lo tanto, las partículas de tamaños inferiores quedan retenidas en  $h_2$  en su mayoría, lo cual justifica que en esta altura la desviación estándar sea mayor.

Tabla 9: Promedio y desviación estándar para granulometrías intermedias

50# y 70#						
% Sólidos	30 %	40 %	50 %	60 %	68 %	Promedio Parámetros [ $\mu\text{m}$ ]
$\bar{X} h_1$	64,05	70,03	85,06	120,04	101,88	88,21
$\sigma$	22,37	25,2	35,61	39,91	51,24	34,87
$\bar{X} h_2$	99,86	91,94	88,98	130,57	71,59	96,59
$\sigma$	40,8	36,38	39,21	43,88	30,94	38,24
$\bar{X} h_3$	94,7	80,18	82,77	118,28	83,24	91,83
$\sigma$	41,62	26,27	31,9	47,56	47,35	38,94

Finalmente de la tabla 9, los resultados contradicen la teoría mencionada con la práctica, puesto que a juzgar por la diferencia entre las granulometrías y la lejanía de la granulometría menor contemplando el círculo de apolonio respectivo para la granulometría mayor;  $h_3$  debiese tener el mayor tamaño promedio, ya que las partículas no tendrán tanta facilidad en descender entre los poros generados.

Esto se puede atribuir a errores de muestreo, debido a que, como las granulometrías son relativamente gruesas y no hay mayor diferencia entre sus tamaños como en el caso uno, la densidad de empaque es menor, por lo tanto existía mayor cantidad de agua retenida entre los poros, lo que generó que al retirar las muestras en muchos casos la evacuación era masiva, por lo tanto no se obtuvo las partículas que se encontraban inmediatamente en la altura retirada.

En Anexos se agrega la ecuación para calcular el círculo de Apolonio y una ilustración para su mejor comprensión.

Para los tres casos estudiados, es preciso contemplar que al no contar con una gran distribución granulométrica, sino ser polvos bimodales, hay mayor efecto pared, por lo tanto si se quisiese extrapolar los resultados obtenidos al comportamiento en el interior del sedimento, es preciso contemplar las alteraciones de dicho fenómeno.



#### 4.2.3. Promedio y desviación estándar fracción volumétrica según altura.

Para los cálculos de las fracciones volumétricas, se consideró una densidad de sólido y líquido 2,45 g/cm<sup>3</sup> y 1 g/cm<sup>3</sup>, respectivamente.

Tabla 10: Fracción volumétrica según altura

Altura	Promedio	Desviación Estándar
$h_1$	0,09	0,14
$h_2$	0,18	0,14
$h_3$	0,16	0,17

De la tabla 10 es posible observar que mientras menor sea la altura la fracción volumétrica es mayor. Esto se explica puesto el agua quedara preferentemente retenida en los poros de mayor altura, puesto el sedimento obstaculizara su descenso. Esto se ve reflejado por el promedio de las fracciones volumétricas según la altura, el cual muestra ser mayor a menores alturas. Sin embargo, se obtuvo una alta desviación estándar, debido principalmente a errores experimentales dada la complejidad que conlleva obtener muestras desde alturas inferiores. De todas maneras, estudios han corroborado que la fracción volumétrica es mayor para alturas inferiores [26].

#### 4.2.4. Promedio fracción volumétrica según porcentaje de sólidos

Tabla 11: Fracción volumétrica según porcentaje de sólidos

%Sólidos	Promedio	Desviación Estándar
30 %	0,16	0,12
40 %	0,09	0,12
50 %	0,09	0,12
60 %	0,11	0,11
68 %	0,21	0,21

De la tabla 11, se extrapola que para mayores porcentajes de sólidos la fracción volumétrica tiende a ser mayor. Como es menor la cantidad de agua en la columna, menor será la presión de la fase líquida hacia el sedimento; de esta manera no se potenciará la percolación de agua hacia las alturas inferiores. Las desviaciones estándar obtenidas son muy similares entre sí, lo cual justifica la situación descrita anteriormente, no obstante, por la alta desviación estándar obtenida, esto no puede ser justificadamente concluyente.

#### 4.2.5. Escenarios con la mayor fracción volumétrica

Tabla 12: Casos de mayor fracción volumétrica

%Sólidos	Mallas	Fracción volumétrica promedio	Desviación Estándar
68	70# 140#	0,54	0,34
30	140#	0,34	0,14
68	30# 140#	0,29	0,23
68	100# 140	0,28	0,13

La tabla 12 muestra que a granulometrías más finas la fracción volumétrica muestra tendencia a ser mayor, lo cual no puede ser correcto puesto a que la mayor densidad de empaquetamiento en polvos bimodales ocurre mientras mayor sea la diferencia entre las granulometrías, tal como se expuso en Antecedentes. Como es posible observar, la desviación estándar muestra una gran magnitud, lo cual acredita que los datos obtenidos son incorrectos.

Las altas desviaciones estándar obtenidas se atribuyen principalmente a la dificultad de extraer las muestras desde los orificios, ya que como la investigación se realizó considerando granulometrías gruesas, y con cercanía de tamaño a pesar de ser diferentes malla, hay mucha agua retenida en los intersticios, y se genera presión en los orificios cuando estos están cerrados, los cuales, al abrirse para retirar la muestra, en muchas ocasiones generaron evacuación de agua masiva, perjudicando la veracidad de los resultados, a pesar de la repetición de experiencias.

## 5. Conclusiones

Con el trabajo realizado, es posible observar que el setup experimental implementado es adecuado para llevar este tipo de investigación, ya que se han considerado 55 escenarios posibles variando el porcentaje de sólidos y distribución granulométrica, además de obtener muestras de tres alturas diferentes lo que permite observar cercanamente la fenomenología que ocurre al interior de las columnas, sumado a que para cada altura fue posible obtener dos muestras, situación que permite disminuir los errores de las mediciones ya que se tiene más de una referencia.

Los trabajos en serie del set up experimental y posterior análisis de imágenes han generado datos con un 95 % de confianza tras su implementación, siendo esta metodología adecuada para trabajos ulteriores en análisis y modelizaciones del empaquetamiento de sistemas bimodales saturados en agua en la obtención de distribuciones granulométricas, por su facilidad de implementación y apropiados resultados.

Un gran aporte del código computacional, es que permite obtener distribuciones granulométricas para muestras pequeñas, avalado en su confiabilidad por la prueba t student, por lo tanto puede ser aplicado para mas áreas tanto de la metalurgia como otras ciencias.

El set up no resulto ser confiable para la obtención de fracciones volumétricas, puesto dada la dificultad de extraer las muestras este valor se vio muy alterado; a tal grado que en algunos casos la desviación estándar tomaba un valor mayor al de la media.

## 6. Trabajos Futuros

Se propone continuar con esta investigación, considerando mayor cantidad de escenarios, variando parámetros de entrada tales como mezclas trimodales que consideren mayor cantidad de mallas, agregar mas porcentaje de sólidos, y sobre todo mejorar la forma de extraer las muestras desde los diferentes orificios para así pueda también ser concluyente la fracción volumétrica obtenida. Además se puede considerar mas alturas para extraer muestras. Con una cantidad suficiente de datos y repeticiones, seria posible incluso llegar a modelización matemática avanzada, ya sea mediante regresiones lineales, análisis de varianza, redes neuronales, entre otros.

Tabla 13: Propuesta registro de datos trabajos futuros

ENTRADAS		
Porcentaje de sólidos:		
Granulometría de entrada:		
SALIDAS		
Granulometría $h_1$	Granulometría $h_2$	Granulometría $h_n$
-	-	-
-	-	-
-	-	-
Fracción volumétrica $h_1$	Fracción volumétrica $h_2$	Fracción volumétrica $h_n$
-	-	-

Con esto se podría observar de mejor manera la capacidad de retención de agua según la granulometría, y buscar por ejemplo una granulometría óptima tal que sea la menor cantidad de agua que quede retenida en el sedimento.

## 7. Referencias

- [1] DE SOLMINIHAC, Hernán; GONZALES, Luis E.; CERDA, Rodrigo. Copper mining productivity: lessons from Chile. *Journal of Policy Modeling*, 2018, vol. 40, no 1, p. 182-193.
- [2] LAGOS, Gustavo, et al. The effect of mine aging on the evolution of environmental footprint indicators in the Chilean copper mining industry 2001–2015. *Journal of cleaner production*, 2018, vol. 174, p. 389-400.
- [3] VALDÉS-PINEDA, Rodrigo, et al. Water governance in Chile: Availability, management and climate change. *Journal of Hydrology*, 2014, vol. 519, p. 2538-2567..
- [4] GERMAN, Randall M. Particle packing characteristics. Metal Powder Industries Federation, 1989.
- [5] CARMICHAEL, Robert S. Practical Handbook of Physical Properties of Rocks and Minerals (1988). CRC press, 2017.
- [6] YU, A. B., et al. On the relationship between porosity and interparticle forces. *Powder Technology*, 2003, vol. 130, no 1-3, p. 70-76.
- [7] ZOU, R. P., et al. Packing of multi-sized mixtures of wet coarse spheres. *Powder Technology*, 2003, vol. 130, no 1-3, p. 77-83.
- [8] FURNAS, Clifford Cook. The Relations Between Specific Volume, Voids, and Size Composition in Systems of Broken Solids of Mixed Sized, Department of Commerce, Bureau of Mines. Reports of Investigations, 1928, p. 1-10.
- [9] WESTMAN, AE R; HUGILL, H. R. The packing of particles 1. *Journal of the American Ceramic Society*, 1930, vol. 13, no 10, p. 767-779.
- [10] ZOU, R. P., et al. Prediction of the porosity of multicomponent mixtures of wet coarse spheres. *Industrial engineering chemistry research*, 2005, vol. 44, no 22, p. 8401-8408.
- [11] SHEKARCHI M, MOUSAVI S.M, LIBRE N.A, SOROUSH-NIA S. Verification of wet and dry packing methods with experimental data. *Fracture Mechanics of Concrete Structure*, 2010.
- [12] GAN, Mingle, et al. Predicting packing characteristics of particles of arbitrary shapes. *KONA Powder and Particle Journal*, 2004, vol. 22, p. 82-93.
- [13] YANG, R. Y.; ZOU, R. P.; YU, A. B. Effect of material properties on the packing of fine particles. *Journal of applied physics*, 2003, vol. 94, no 5, p. 3025-3034.

- [14] ZOU, R. P., et al. Packing of multi-sized mixtures of wet coarse spheres. *Powder Technology*, 2003, vol. 130, no 1-3, p. 77-83.
- [15] ZOU, R. P.; YU, A. B. The packing of spheres in a cylindrical container: the thickness effect. *Chemical engineering science*, 1995, vol. 50, no 9, p. 1504-1507.
- [16] INGRAND P., Le test t de Student, *Journal d'imagerie diagnostique et interventionnelle* 2018;xx:1-3, Faculté de médecine, CHU de Poitiers, 86073 Poitiers, France.
- [17] LUNA GARCIA D. Distribucion "T" de Student, Universidad Nacional Federico Villareal, Facultad de Educación, 2013.
- [18] DIAZ BALLVE L. El p valor, Desde su nacimiento hasta la utilización actual. Gabinete de apoyo para la producción de información Hospitalaria (GAPIH), 2015.
- [19] AMRHEIN, Valentin; GREENLAND, Sander; MCSHANE, Blake. Scientists rise up against statistical significance. 2019.
- [20] ORTIZ, Jorge Eduardo; MORENO, Edna Carolina. ¿Se necesita la prueba t de Student para dos muestras independientes asumiendo varianzas iguales?. *Comunicaciones en estadística*, 2011, vol. 4, no 2, p. 139-157.
- [21] CASELLA, George; BERGER, Roger L. *Statistical inference*. Pacific Grove, CA: Duxbury, 2002.
- [22] RABBANI, Arash; AYATOLLAHI, Shahab. Comparing three image processing algorithms to estimate the grain-size distribution of porous rocks from binary 2D images and sensitivity analysis of the grain overlapping degree. *Special Topics Reviews in Porous Media: An International Journal*, 2015, vol. 6, no 1.
- [23] CIVICO PANDURO J. Estudio comparativo de algoritmos disponibles en ITK para la segmentación de imágenes médicas Aplicación al caso particular de la aurícula izquierda Escuela técnica superior de ingenieros Universidad de Sevilla, 2010.
- [24] SANCHIDRIÁN BLANCO, José Angel. ¿Qué función representa mejor la distribución granulométrica de la roca?. Universidad Politécnica de Madrid – ETSI Minas y Energía, Madrid, España 2013.
- [25] POLLICOTT, Mark. Apollonian circle packings. En *Fractal geometry and stochasticity V*. Birkhäuser, Cham, 2015. p. 121-142.

- [26] GOÑI, Christian; CELI, Diana; CONCHA, Fernando. Determination of volume fraction of solids in saturated polydisperse sediment. *Powder Technology*, 2016.
- [27] ANISHCHIK, S. V.; MEDVEDEV, N. N. Three-dimensional apollonian packing as a model for dense granular systems. *Physical review letters*, 1995, vol. 75, no 23, p. 4314.
- [28] WEAIRE, Denis; ASTE, Tomaso. *The pursuit of perfect packing*. CRC Press, 2008.
- [29] AITKEN, Douglas, et al. Water scarcity and the impact of the mining and agricultural sectors in Chile. *Sustainability*, 2016, vol. 8, no 2, p. 128.
- [30] COCHILCO. *Proyección de consumo de agua en la minería del cobre 2016-2027*. 201.
- [31] CONCHA F., CASTRO S, VERGARA M,. *Investing in the Mining Industry in Time of Crises*, 2016.
- [32] CONCHA F. , A. *Solid-liquid separation in the mining industry*. Springer International Publishing, 2014, pp 11-41
- [33] CONCHA F., *Teoría de Filtración*. En: *Espesamiento y Filtración*. Universidad de Concepción, Departamento de Ingeniería Metalúrgica, 2016.
- [34] CONCHA F. , *Manual de filtración separación*. Universidad de Concepción, Departamento de Ingeniería Metalúrgica, 2001.
- [35] NOLAN, G. T.; KAVANAGH, P. E. Random packing of nonspherical particles. *Powder technology*, 1995, vol. 84, no 3, p. 199-205.

## 8. Anexos

Tabla 14: Calibración columnas

Volumen	Altura [cm]					
	1	2	3	4	5	6
100 [ml]	2,65	2,5	2,6	2,6	2,4	2,45
200 [ml]	5,15	5	5,05	5,15	4,9	4,9
300 [ml]	7,8	7,5	7,6	7,7	7,5	7,5
400 [ml]	11,3	10	10,2	10,2	10,05	10,05
500 [ml]	12,8	12,6	12,7	12,7	12,65	12,65
600 [ml]	15,3	15,15	15,25	15,35	15,2	15,2
700 [ml]	17,55	17,65	17,85	17,85	17,7	17,8
800 [ml]	19,9	20,3	20,35	20,35	20,3	20,3
900 [ml]	22,5	22,8	22,9	22,9	22,9	22,9
1000 [ml]	24,75	25,3	25,45	25,4	25,5	25,4



Tabla 15: Cálculo densidad aparente de esferas

Densidad aparente esferas					
Tipo de Esfera	AC 12	AC 12	AC 12	P 18	P18
MALLA # ASTM	30	50	70	100	140
Volumen[ml] en 100 [g]	62,00	64,67	62,90	70,00	70,63
Volumen[ml] en 200 [g]	130	130	135	140	144
Volumen[ml] en 300 [g]	180	193,5	200	200	205
$\rho_{aparente}$ [g/ml]	1,61	1,55	1,59	1,43	1,42
$\rho_{aparente}$ [g/ml]	1,54	1,54	1,48	1,43	1,39
$\rho_{aparente}$ [g/ml]	1,67	1,55	1,50	1,50	1,46
$\rho_{aparente}$ promedio [g/ml]	1,61	1,55	1,52	1,45	1,42

Tabla 16: Cálculo Densidad material Agua

Picnometría agua	
Parámetro a medir	Resultado
Masa picnómetro vacío	36,52 [g]
Volumen Picnómetro	50 [ml]
Masa picnómetro + agua	86,16 [g]
Masa Agua	49,64 [g]
Densidad Agua	0,9928 [g/ml]

Tabla 17: Cálculo densidad material esferas 30# ASTM

Picnometría Esferas	
Parámetro a medir	Resultado
Masa picnómetro vacío	36,5 [g]
Volumen Picnómetro	50 [ml]
Masa picnómetro + material	69,35 [g]
Masa picnómetro + agua + material	105,84 [g]
Masa luego 30' Bomba Vacío	105,7 [g]
Masa agua	36,35[g]
Masa material	32,85[g]
Volumen Agua	36,61[ml]
Volumen Material	13,39 [ml]
Densidad Material	2,45 [g/ml]

Tabla 18: Análisis granulométrico esferas tipo AC12

mallas	1	2	3	4	5	6	TOTAL [g]
30#	49	56,1	63,1	74,6	51,52	60,12	354,44
50#	194,01	197	225,2	226,5	153,19	155,28	1151,18
70#	62,37	61,09	69,9	63,9	33,99	26,09	317,34
100#	30,47	29,09	33	25,6	9,23	9,93	137,32
140#	5,18	5,3	4,4	2,92	1,2	1,3	20,3
200#	0,04	0,06	0	0	0	0,03	0,13
-200	1,65	1,48	1,11	0,45	0,36	0,66	5,71
TOTAL [g]	342,72	350,12	396,71	393,97	249,49	253,41	1986,42

Tabla 19: Análisis granulométrico esferas tipo P-18

mallas	1	2	3	4	5	6	7	TOTAL [g]
70#	0	0	0	0	0	0	0	1,72
100#	97	153,65	134,8	165,54	177,54	177,1	114,08	1019,71
140#	91,3	67,24	84,44	59,68	51,77	48,7	38,58	441,71
200#	22,92	25,13	21,49	23,58	22,22	25,7	21,01	162,05
230#	70,25	41,38	46,06	38,56	36,47	34,8	19,04	286,56
270#	9,4	8,3		22,53	7,27	9	4,68	61,18
-270	5,36	4,6		11,03	4,54	3,8	2,39	31,72
TOTAL [g]	296,23	300,3	286,79	320,92	299,81	299,1	199,78	2002,93

Tabla 20: Análisis combinado esferas

mallas	abertura	masa [g]	f	F(x)	R(x)
20#	0,841	0,00	0,00	100,00	0,00
30#	0,6	354,70	5,93	94,07	5,93
50#	0,3	1151,20	19,25	74,82	25,18
70#	0,21	318,85	5,33	69,49	30,51
100#	0,149	1157,93	19,36	50,12	49,88
140#	0,106	461,60	7,72	42,40	57,60
200#	0,075	162,26	2,71	39,69	60,31
230#	0,0635	2130,58	35,63	4,06	95,94
270#	0,053	173,53	2,90	1,16	98,84
-270	0,05	69,36	1,16	0,00	100,00
		5980,01	1,00		

Tabla 21: Medición altura sedimentos

Columna 3		
Orientación	Altura agua [cm]	Altura pulpa [cm]
0°	6,2	3 / 4,55
90°	6,3	2,9 / 4,55
180°	6,35	3,45 / 4,55
270°	6,15	3,4 / 4,55

Tabla 22: Registro datos tras retirar muestras

Columna 3			
N° frasco	Masa vacío [g]	Orificio	Masa muestra [g]
4	51,39	10	53,93
15	52,41	28	53,9
17	51,58	1	53,07
B	52,35	19	53,11
5	52,05	0	55,14
12	51,83	1	54,1

Tabla 23: Registro datos tras secado muestras

Columna 3			
N° frasco	Masa seco [g]	Frasco guardado	Masa esferas [g]
15	52,55	15a	0,14
4	51,52	4a	0,13
17	52,47	17a	0,89
B	52,71	Ba	0,36
5	54,44	5a	2,39
12	53,45	12a	1,61

Tabla 24: Diseño de Pruebas: porcentaje de sólidos y masa de esferas [g]

N Prueba	% Sólidos	Malla 30	Malla 50	Malla 70	Malla 100	Malla 140
1	30	300	0	0	0	0
2	30	0	300	0	0	0
3	30	0	0	300	0	0
4	30	0	0	0	300	0
5	30	0	0	0	0	300
6	30	150	150	0	0	0
7	30	150	0	150	0	0
8	30	150	0	0	150	0
9	30	150	0	0	0	150
10	30	0	150	150	0	0
11	30	0	150	0	150	0
12	30	0	150	0	0	150
13	30	0	0	150	150	0
14	30	0	0	150	0	150
15	30	0	0	0	150	150
16	40	150	150	0	0	0
17	40	150	0	150	0	0
18	40	150	0	0	150	0
19	40	150	0	0	0	150
20	40	0	150	150	0	0
21	40	0	150	0	150	0
22	40	0	150	0	0	150
23	40	0	0	150	150	0
24	40	0	0	150	0	150
25	40	0	0	0	150	150
26	50	150	150	0	0	0
27	50	150	0	150	0	0
28	50	150	0	0	150	0
29	50	150	0	0	0	150
30	50	0	150	150	0	0
31	50	0	150	0	150	0
32	50	0	150	0	0	150

Tabla 25: Diseño de Pruebas: porcentaje de sólidos y masa de esferas [g] (continuación)

N Prueba	% Sólidos	Malla 30	Malla 50	Malla 70	Malla 100	Malla 140
33	50	0	0	150	150	0
34	50	0	0	150	0	150
35	50	0	0	0	150	150
36	60	150	150	0	0	0
37	60	150	0	150	0	0
38	60	150	0	0	150	0
39	60	150	0	0	0	150
40	60	0	150	150	0	0
41	60	0	150	0	150	0
42	60	0	150	0	0	150
43	60	0	0	150	150	0
44	60	0	0	150	0	150
45	60	0	0	0	150	150
46	68	150	150	0	0	0
47	68	150	0	150	0	0
48	68	150	0	0	150	0
49	68	150	0	0	0	150
50	68	0	150	150	0	0
51	68	0	150	0	150	0
52	68	0	150	0	0	150
53	68	0	0	150	150	0
54	68	0	0	150	0	150
55	68	0	0	0	150	150

Experimento 55, orificio 28.



Tabla 26: Tabla de distribuciones granulométricas Experimento 55 orificio 28 ( $h_1$ )

Radio [ $\mu m$ ]				
Imágen 1	Imágen 2	Imágen 3	Imágen 4	Imágen 5
119,7	73,431	64,496	60,807	42,997
81,392	110,32	67,984	63,29	49,649
98,519	56,88	56,88	42,997	103,85
58,218	92,884	66,842	64,496	65,679
42,997	63,29	78,501	100,84	66,842
71,302	42,997	44,753	54,103	74,473
56,88	55,509	77,514	55,509	49,649
51,177	77,514	100,84	42,997	42,997
70,214	59,527	49,649	58,218	54,103
60,807	88,641	84,183	54,103	69,108
49,649	42,997	69,108	72,375	42,997
82,333	42,997	67,984	54,103	85,094
55,509	64,496	55,509	100,07	63,29
49,649	73,431	90,362	63,29	79,477
49,649	60,807	42,997	42,997	101,6
64,496	75,5	49,649	78,501	70,214
66,842	63,29	49,649	62,061	83,263
60,807	75,5	83,263	51,177	92,051
74,473	71,302	64,496	75,5	67,984
58,218	42,997	96,942	89,505	60,807
56,88	85,094	81,392	95,34	42,997
49,649	79,477	49,649	42,997	77,514



Tabla 27: Tabla de distribuciones granulométricas Experimento 55 orificio 28 ( $h_1$ )(continuación)

Radio [ $\mu m$ ]				
Imágen 1	Imágen 2	Imágen 3	Imágen 4	Imágen 5
64,496	49,649	56,88	52,66	75,5
96,144	63,29	84,183	39,251	83,263
70,214	42,997	62,061	49,649	58,218
67,984	100,84	49,649	51,177	69,108
42,997	60,807	70,214	49,649	49,649
60,807	67,984	67,984	52,66	55,509
77,514	75,5	49,649	69,108	56,88
67,984	71,302	102,35	42,997	76,514
66,842	70,214	60,807	70,214	55,509
	77,514	42,997	81,392	69,108
	59,527	62,061	49,649	51,177
	54,103	42,997	60,807	76,514
	73,431	49,649	49,649	66,842
	69,108	51,177	63,29	42,997
	70,214	87,767	72,375	49,649
	81,392	77,514	49,649	54,103
	72,375	96,144	70,214	71,302
	92,051	72,375	42,997	56,88
	42,997	56,88		94,528
	54,103	58,218		42,997
	84,183	65,679		49,649
	78,501	84,183		

Tabla 28: Tabla de distribuciones granulométricas Experimento 55 orificio 28 ( $h_1$ )(continuación)

Radio [ $\mu m$ ]				
Imágen 1	Imágen 2	Imágen 3	Imágen 4	Imágen 5
	77,514	66,842		
	55,509	49,649		
	42,997	64,496		
	65,679	51,177		
		74,473		
		54,103		
		60,807		
		49,649		
		77,514		
		82,333		
		93,71		
		103,1		

Tabla 29: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2

	Variable 1	Variable 2
Media	65,95	67,76
Varianza	282,04	253,46
Observaciones	31	48
Varianza agrupada	264,59	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	77	
Estadístico t	-0,46	
$P(T \leq t)$ una cola	0,31	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,63	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Tabla 30: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3

	Variable 1	Variable 2
Media	65,95	67,36
Varianza	282,04	282,70
Observaciones	31	56
Varianza agrupada	282,47	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	85	
Estadístico t	-0,375	
$P(T \leq t)$ una cola	0,354	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,71	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Tabla 31: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4

	Variable 1	Variable 2
Media	65,95	61,07
Varianza	282,04	259,89
Observaciones	31	40
Varianza agrupada	269,52	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	69	
Estadístico t	1,24	
$P(T \leq t)$ una cola	0,11	
Valor crítico de t (una cola)	1,67	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,22	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Tabla 32: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5

	Variable 1	Variable 2
Media	65,95	64,94
Varianza	282,04	270,91
Observaciones	31	43
Varianza agrupada	275,55	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	72	
Estadístico t	0,26	
$P(T \leq t)$ una cola	0,40	
Valor crítico de t (una cola)	1,67	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,80	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Según la prueba realizada y el valor para  $P(T \leq t)$ , no hay diferencias significativas entre las medias.

### Experimento 49, orificios 0.0 y 0.1

Tabla 33: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2

	Variable 1	Variable 2
Media	65,95	64,945
Varianza	282,04	270,91
Observaciones	31	43
Varianza agrupada	275,55	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	72	
Estadístico t	0,26	
$P(T \leq t)$ una cola	0,40	
Valor crítico de t (una cola)	1,67	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,80	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Tabla 34: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3

	Variable 1	Variable 2
Media	88,59	88,21
Varianza	5112,41	7380,37
Observaciones	78	36
Varianza agrupada	5821,15	
Diferencia hipotética de las medias	0	
Grados de libertad	112	
Estadístico t	0,025	
$P(T \leq t)$ una cola	0,49	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,98	
Valor crítico de t (dos colas)	1,98	



Tabla 35: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4

	Variable 1	Variable 2
Media	88,59	114,04
Varianza	5112,41	10933,85
Observaciones	78,00	23,00
Varianza agrupada	6406,07	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	99,00	
Estadístico t	-1,34	
$P(T \leq t)$ una cola	0,09	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,18	
Valor crítico de t (dos colas)	1,98	

Tabla 36: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5

	Variable 1	Variable 2
Media	88,59	70,64
Varianza	5112,41	1254,86
Observaciones	78,00	85,00
Varianza agrupada	3099,78	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	161,00	
Estadístico t	2,06	
$P(T \leq t)$ una cola	0,02	
Valor crítico de t (una cola)	1,65	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,04	
Valor crítico de t (dos colas)	1,97	

Es posible ver que no hay diferencia significativa en los primeros 3 casos, sin embargo, el cuarto luce un tanto diferente. Por ello, contemplando que el setup obtiene dos muestras por cada altura, se realizó el mismo análisis para su equivalente.

Tabla 37: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2

	Variable 1	Variable 2
Media	91,26	76,38
Varianza	8642,29	3682,94
Observaciones	41,00	53,00
Varianza agrupada	5839,18	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	92,00	
Estadístico t	0,94	
$P(T \leq t)$ una cola	0,18	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,35	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Tabla 38: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3

	Variable 1	Variable 2
Media	91,26	70,16
Varianza	8642,29	2969,43
Observaciones	41,00	42,00
Varianza agrupada	5770,84	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	81,00	
Estadístico t	1,27	
$P(T \leq t)$ una cola	0,10	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,21	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Tabla 39: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4

	Variable 1	Variable 2
Media	91,26	83,70
Varianza	8642,29	5185,30
Observaciones	41,00	86,00
Varianza agrupada	6291,54	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	125,00	
Estadístico t	0,50	
$P(T \leq t)$ una cola	0,31	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,62	
Valor crítico de t (dos colas)	1,98	

Tabla 40: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5

	Variable 1	Variable 2
Media	91,26	117,61
Varianza	8642,29	10719,26
Observaciones	41,00	38,00
Varianza agrupada	9640,31	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	77,00	
Estadístico t	-1,19	
$P(T \leq t)$ una cola	0,12	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,24	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Ahora es posible ver con mayor claridad que no hay diferencia significativa entre las medias, y con ello que los datos obtenidos son fidedignos.

**Experimento 50, orificios 1 y 19.**

Tabla 41: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2

	Variable 1	Variable 2
Media	86,04	71,09
Varianza	1591,94	1105,99
Observaciones	47,00	49,00
Varianza agrupada	1343,80	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	94,00	
Estadístico t	2,00	
$P(T \leq t)$ una cola	0,02	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,05	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Tabla 42: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3

	Variable 1	Variable 2
Media	86,04	70,56
Varianza	1591,94	666,87
Observaciones	47,00	76,00
Varianza agrupada	1018,55	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	121,00	
Estadístico t	2,61	
$P(T \leq t)$ una cola	0,01	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,01	
Valor crítico de t (dos colas)	1,98	



Tabla 43: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4

	Variable 1	Variable 2
Media	86,04	72,98
Varianza	1591,94	805,99
Observaciones	47,00	64,00
Varianza agrupada	1137,68	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	109,00	
Estadístico t	2,02	
$P(T \leq t)$ una cola	0,02	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,05	
Valor crítico de t (dos colas)	1,98	

Tabla 44: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5

	Variable 1	Variable 2
Media	86,04	71,04
Varianza	1591,94	1079,57
Observaciones	47,00	47,00
Varianza agrupada	1335,76	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	92,00	
Estadístico t	1,99	
$P(T \leq t)$ una cola	0,02	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,05	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

A juzgar por los resultados, los datos tendrías diferencias significativas. Al igual que en el escenario 2, se procede a realizar mismo cálculo para su equivalente.

Tabla 45: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 2

	Variable 1	Variable 2
Media	74,73	77,23
Varianza	1340,25	1585,43
Observaciones	26,00	36,00
Varianza agrupada	1483,28	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	60,00	
Estadístico t	-0,25	
$P(T \leq t)$ una cola	0,40	
Valor crítico de t (una cola)	1,67	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,80	
Valor crítico de t (dos colas)	2,00	

Tabla 46: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 3

	Variable 1	Variable 2
Media	74,73	63,18
Varianza	1340,25	516,57
Observaciones	26,00	47,00
Varianza agrupada	806,60	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	71,00	
Estadístico t	1,66	
$P(T \leq t)$ una cola	0,05	
Valor crítico de t (una cola)	1,67	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,10	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Tabla 47: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 4

	Variable 1	Variable 2
Media	74,73	66,53
Varianza	1340,25	608,89
Observaciones	26,00	38,00
Varianza agrupada	903,80	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	62,00	
Estadístico t	1,07	
$P(T \leq t)$ una cola	0,14	
Valor crítico de t (una cola)	1,67	
$P(T \leq t)$ dos colas	0,29	
Valor crítico de t (dos colas)	2,00	

Tabla 48: Resultados tras prueba t comparando Imagen 1 y 5

	Variable 1	Variable 2
Media	74,73	66,35
Varianza	1340,25	670,82
Observaciones	26,00	64,00
Varianza agrupada	861,00	
Diferencia hipotética de las medias	0,00	
Grados de libertad	88,00	
Estadístico t	1,23	
P(T ≤ t) una cola	0,11	
Valor crítico de t (una cola)	1,66	
P(T ≤ t) dos colas	0,22	
Valor crítico de t (dos colas)	1,99	

Ahora es posible corroborar, que no hay diferencia significativa entre las medias. Cabe destacar que el mismo procedimiento se realizó para más instancias, obteniéndose resultados positivos. En el presente informe no se adjuntaron todos los resultados para evitar que sea demasiado extenso

### **Modelo cuantitativo de empaque óptimo en Mezclas Bimodales de partículas esféricas**

La densidad máxima del empaque para una mezcla bimodal de esferas corresponde al punto de menor volumen específico, el cual es llamado punto de saturación. En un estado de empaque óptimo o saturado, las partículas de mayor tamaño están en contacto unas con otras mientras todos los intersticios están llenos de partículas pequeñas. Encontrar la composición de saturación en términos de la fracción másica de partículas grandes  $X_L^*$  es el objetivo del modelo cuantitativo. La fracción de partículas grandes a cualquier composición está dada por [4]:

$$X_L^* = \frac{W_L}{W_L + W_S} \quad (6)$$

Con el sufijo L y S, se denominan las partículas grandes y pequeñas respectivamente y W indica el peso. El peso de las partículas grandes es calculado mediante la densidad teórica  $\rho_L^*$ , y la fracción de empaque  $f_L$

$$W_L = f_L \cdot \rho_L^* \quad (7)$$

La cantidad de espacios vacíos es igual a  $(1-f_L)$ . Así para  $W_S$  se tiene:

$$W_S = (1 - f_L)f_S \cdot \rho_S^* \quad (8)$$

$$X_L^* = \frac{f_L \cdot \rho_L}{f_L \cdot \rho_L + (1 - f_L)f_S \cdot \rho_S} \quad (9)$$

Para el caso típico, en que las dos partículas de la mezcla tienen la misma naturaleza, el cálculo de la fracción óptima  $X_L^*$  solo depende de la fracción de empaque de ambos componentes.

$$X_L^* = \frac{f_L}{f_L + (1 - f_L)f_S} \quad (10)$$

En el caso en que las partículas tienen la misma fracción de empaque la ecuación puede ser representada por la siguiente ecuación:

$$X_L^* = \frac{1}{2 - f_L} \quad (11)$$

### **Teorema de Descartes-Princesa Elizabeth**

Considerando como  $r_1, r_2$  y  $r_3$  el radio de la granulometría mayor para cada caso analizado, fue posible calcular el radio que debiese tener la granulometría menor tal que se cumpla el teorema de Descartes-Princesa Elizabeth y obtener el círculo de apolonio.

$$2 * \left( \frac{1}{r_1^2} + \frac{1}{r_2^2} + \frac{1}{r_3^2} + \frac{1}{r_4^2} \right) = \left( \frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} + \frac{1}{r_3} + \frac{1}{r_4} \right)^2 \quad (12)$$

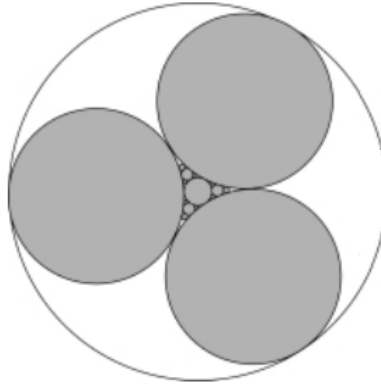


Figura 27: Visualización círculo de Apolonio

Numero Malla	Apertura Micrones	Apertura mm	Apertura pulgadas	Diametro de cable mm	Diametro de cable pulgada
#30	600	0.600	0.0234	0.400	0.015
#35	500	0.500	0.0197	0.315	0.012
#40	425	0.425	0.0165	0.280	0.011
#45	355	0.355	0.0139	0.224	0.008
#50	300	0.300	0.0117	0.200	0.007
#60	250	0.250	0.0098	0.160	0.006
#70	212	0.212	0.0083	0.140	0.005
#80	180	0.180	0.0070	0.125	0.004
#100	150	0.150	0.0059	0.100	0.003
#120	125	0.125	0.0049	0.090	0.003
#140	106	0.106	0.0041	0.071	0.0027
#170	90	0.090	0.0035	0.063	0.0024
#200	75	0.075	0.0029	0.050	0.0019
#230	63	0.063	0.0025	0.045	0.0017
#270	53	0.053	0.0021	0.036	0.0014
#325	45	0.045	0.0017	0.032	0.0012

Figura 28: Tamaño de mallas ASTM



```

% INPUT
A=imread('60solidos1.jpg');
imshow(A)
Resolution=23,5294 %Relación micrones/pixel,
Number_of_categories=15; % Número de barras histograma

% CALCULATIONS
if size(A,3)==3
A=im2bw(A,graythresh(A));
end
Conn=8;
[s1,s2]=size(A);
A=~bwmorph(A,'majority',10);
Poros=sum(sum(~A))/(s1*s2);
D=-bwdist(A,'cityblock');
B=medfilt2(D,[3 3]);
B=watershed(B,Conn);
Pr=zeros(s1,s2);

for I=1:s1
    for J=1:s2
        if A(I,J)==0 && B(I,J)~=0
            Pr(I,J)=1;
        end
    end
end
Pr=bwareaopen(Pr,9,Conn);
[Pr_L,Pr_n]=bwlabel(Pr,Conn);
V=zeros(Pr_n,1);
for I=1:s1
    for J=1:s2
        if Pr_L(I,J)~=0
            V(Pr_L(I,J))=V(Pr_L(I,J))+1;
        end
    end
end
R=Resolution.*(V./pi).^0.5; % Pore radius

%Outputs
figure
Average_grain_radius_micron=mean(R)
Standard_deviation_of_grain_radius_micron=std(R)
%figure('units','normalized','outerposition',[0 0 1 1])
subplot(1,1,1)
RGB=label2rgb(Pr_L,'jet','w','shuffle');
imshow(RGB)
imwrite(RGB,'Output.png')
figure
Rel_Frequencies=hist(R,[1:round(max(R)/Number_of_categories):round(max(R))])./sum(sum(hist(R,[1:round(max(R)/Number_of_categories):round(max(R))])));
bar([1:round(max(R)/Number_of_categories):round(max(R))],Rel_Frequencies);
xlabel('Equivalent Grain Radius (micron)'); ylabel('Relative Frequency'); axis([1 max(R) 0 max(Rel_Frequencies)]); axis square;
annotation('textbox',[.43 .878 .1 .1], 'String', [ 'Average grain radius = '
num2str(Average_grain_radius_micron) ' micron'])
annotation('textbox',[.1 .5 .1 .1], 'String', [ 'STD = '
num2str(Standard_deviation_of_grain_radius_micron) ' micron'])
csvwrite('prueba.csv',R)

```

Figura 29: Código MatLab utilizado para el análisis de imágenes

Fuente: Rabbani, A., Ayatollahi, S. (2015) [22].

**UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN – FACULTAD DE INGENIERÍA**  
**Departamento de Ingeniería Metalúrgica**  
 Hoja Resumen Memoria de Título

**Título:** Metodología experimental para la caracterización de partículas mediante Análisis de Imágenes.  
**Nombre Memorista:** Levi Damián Campos Quiroz.

<b>Modalidad</b>		<b>Profesor(es) Patrocinante(s)</b>
<b>Concepto</b>		
<b>Calificación</b>		
<b>Fecha</b>	<b>11 / 07 / 2019</b>	
Prof. <sup>a</sup> Eugenia Araneda H.		<b>Prof. Fernando Concha Arcil.</b>
		<b>Ingeniero Supervisor:</b>
		<b>Institución:</b>

<b>Comisión (Nombre y Firma)</b>	
Prof. Dennis Vega G.	Prof. Fernando Betancourt C.

**Resumen**

El presente trabajo de memoria de titulación consistió en desarrollar una configuración experimental para observar el empaquetamiento de partículas en medios saturados. Para ello se obtuvieron muestras a diferentes alturas desde una columna con una mezcla de esferas de vidrio y agua en su interior, utilizando un código computacional para el análisis de imágenes, y así calcular las granulometrías que tiene el sedimento según la altura, considerando tres alturas. Tras realizar un análisis estadístico, fue posible concluir que la configuración experimental propuesta es adecuada para obtener distribuciones granulométricas, con un 95% de confianza. Además, el código permite calcular granulometrías de muestras pequeñas, como el caso de la investigación cercano a 0,1 [g]. Sin embargo, no es del todo confiable para cálculos de fracciones volumétricas, puesto presento desviaciones estándar demasiado elevadas, llegando a ser hasta un 55% mayor que el promedio. Además, se agrega un Estado del Arte y discusión de literatura del empaquetamiento de partículas.