

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

FACULTAD DE INGENIERÍA



**PROPUESTA DE UN HORNO DE CENIZAS DE CASCARILLA
DE ARROZ PARA AUMENTAR SU CONTENIDO DE SÍLICE**

Trabajo de graduación presentado por Brandon Leonel Guerra
Castañaza para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería
Química

Guatemala
2021

**PROPUESTA DE UN HORNO DE CENIZAS DE CASCARILLA DE ARROZ
PARA AUMENTAR SU CONTENIDO DE SÍLICE**

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

FACULTAD DE INGENIERÍA



**PROPUESTA DE UN HORNO DE CENIZAS DE CASCARILLA
DE ARROZ PARA AUMENTAR SU CONTENIDO DE SÍLICE**

Trabajo de graduación presentado por Brandon Leonel Guerra
Castañaza para optar al grado académico de Licenciado en Ingeniería
Química

Guatemala
2021

Vo. Bc. Asesor:

(f) _____

(Ing. Gamaliel Zambrano, M. Sc.)

Tribunal Examinador:

(f) _____

(Ing. Gamaliel Zambrano, M. Sc.)

(f) _____

(Inga. Carmen Ortiz, M.A.)

(f) _____

(Ing. Luis Ernesto Nuñez González, M. Sc.)

PREFACIO

<<Primeramente, has de temer a Dios; porque en el temerle está la sabiduría, y siendo sabio no podrás errar en nada. [...] Haz gala, Sancho, de la humildad de tu linaje, y no te desprecies de decir que vienes de labradores, y preciate más de ser humilde virtuoso, que pecador soberbio. [...] Mira, Sancho, si tomas por medio a la virtud y te precias de hacer hechos virtuosos, no hay para que tener envidia a príncipes y señores; porque la sangre se hereda, pero la virtud vale por sí sola lo que la sangre no vale. [...] Procura descubrir la verdad por entre las promesas y dádivas del rico como por entre los sollozos e importunidades del pobre.>>

- Miguel de Cervantes

Este trabajo representa la culminación de mis estudios de ingeniería química. Inicialmente, nace de mis deseos de hacer investigación sobre tratamiento de aguas. Las zeolitas son materiales bastante funcionales en tratamiento de aguas, ya que tienen la capacidad de remover contaminantes de diferentes naturalezas químicas y físicas en una sola operación, remociones que de otra manera serían realizadas en series a través de diferentes materiales filtrantes o métodos de separación.

El interés por este material me motivó a investigar acerca de rutas prácticas en Guatemala para realizar su síntesis. En internet en el año de 2,017 encontré un libro titulado *Green materials for sustainable water remediation and treatment*, y el Ingeniero Cristian Rossi fuertemente nos motivaba a buscar literatura y solicitar a la Universidad la adquisición. Seguí su consejo y solicité la adquisición. Fue cuando tuve en mis manos el libro en el 2,018 y leí uno de los capítulos sobre síntesis verde de zeolitas a partir de cenizas de cascarilla de arroz como una fuente alternativa a las arenas de alta sílice, que supe que ese tema era para mí.

El Ingeniero Rossi me ayudó a establecer contacto con la arrocera que me proveyó del material e información sobre el proceso, y allí pude observar directamente cual es el manejo y proceso que atraviesa la ceniza. En una de las visitas comenté el tema con el gerente de producción y la propuesta le fue interesante ya que han recibido solicitudes de compra de las cenizas de su proceso, y saben que el material puede aprovecharse de manera factible.

Luego de algunas reuniones y visitas para esclarecer qué podría llevarse a cabo para aprovechar ese residuo, me dí cuenta que una solución significativa a nivel de ingeniería necesitaba una etapa que terminase de quemar las cenizas y ayudara a estandarizar el proceso para ofrecer un material con características definidas, ya que el alto contenido de carbono afecta significativamente los procesos posteriores.

Entonces, propuse este tema de trabajo de graduación como una respuesta inicial para el aprovechamiento de las cenizas de cascarilla de arroz. Con la culminación agradezco al Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A. y a todo su equipo de trabajo. Admirable es el apoyo que dan a la investigación nacional. Gracias por apoyarme con los análisis de TGA, DRX, y FRX. También agradezco al Ingeniero José Castillo de la arrocería por ser una pieza clave en la fase de investigación de campo del proceso de la ceniza.

Es evidente que este trabajo no hubiese sido posible sin mi educación superior, la que no hubiese sido posible sin el contacto con mis más apreciados mentores. Profundamente le agradezco al honorable Inge Zambrano quien con sabiduría siempre me motivó a explotar mis habilidades y crecer en ellas, a Tía Carmen por darme el apoyo y confianza que muchas veces necesité porque creyó en mi desde el principio y por mis aptitudes, a Gela por estimular mi curiosidad, enseñarme con compasión, y animarme a perseguir mis profundos sueños, y por último pero no menos importante al Inge Rossi (i.e. Tatita) por ser guía al frente de mi educación desde que llegué a la Del Valle hasta hoy.

Me sobran las palabras para agradecer a mi familia los sacrificios. Gracias por creer en mis sueños. Con el pecho erguido puedo decir ¡Lo hemos logrado! Porque esta victoria es colectiva y no individual. Porque esta obra fue posible gracias a la suma de todos los esfuerzos que como equipo hicimos.

El apoyo y ánimos de Lissa, Esteban, Stefan, y Sophia de mi clase de microeconomía fue un pilar importante en momentos críticos del 2020 mientras desarrollaba la experimentación. Gracias colegas.

Para aquellos que de baja estirpe fuimos nacidos, la educación es la singular herramienta que eleva nuestras mentes y conciencias. El carácter débil se vuelve firme y sólido. La mente se desarrolla armoniosamente, se enzanca y se fortalece. Las virtudes se desarrollan desde la sencillez y engrandecen al hombre. Tal es mi testimonio.

<<La obra de la verdadera educación consiste en desarrollar la facultad de pensar y hacer, en educar a los jóvenes para que sean pensadores, y no meros reflectores de los pensamientos de otros hombres. [...] No es la obra más elevada de la educación el comunicar meramente conocimientos, sino el impartir aquella energía vivificadora que se recibe por el contacto de la mente con la mente, y de la virtud con la virtud.>>

- Ellen G. White

CONTENIDOS

PREFACIO	I
LISTA DE CUADROS	VI
LISTA DE FIGURAS	IX
RESUMEN	XIII
I. INTRODUCCIÓN	1
II. OBJETIVOS	3
A. GENERAL.....	3
B. ESPECÍFICOS.....	3
III. JUSTIFICACIÓN	4
IV. MARCO TEÓRICO	5
A. CASCARILLA DE ARROZ, Y SUS CENIZAS	5
B. COMPOSICIÓN DE LA CASCARILLA DE ARROZ Y SUS CENIZAS	5
C. OBTENCIÓN DE SÍLICE A PARTIR DE LA CASCARILLA Y SUS CENIZAS	6
D. CARACTERIZACIÓN DE LAS CENIZAS DE CASCARILLA DE ARROZ.....	7
<i>Muestreo y tamaño de muestra</i>	7
<i>Color de las cenizas</i>	8
<i>Densidad de bulto</i>	9
<i>Análisis granulométrico</i>	9
<i>Humedad en sólidos</i>	9
<i>Espectroscopía</i>	10
<i>Espectroscopía infrarroja de transformada de Fourier (FTIR)</i>	10
<i>Técnicas de análisis elemental</i>	11
<i>Espectroscopía de fluorescencia de rayos X (XRF)</i>	11
<i>Análisis Termogravimétrico (TGA)</i>	12
E. HORNOS PARA SÓLIDOS PARTICULADOS	13
<i>Lecho fluidizado</i>	14
<i>Hornos rotatorios</i>	15
F. SÍNTESIS DE MATERIALES ZEOLÍTICOS PARA APROVECHAMIENTO DE LA SÍLICE EN LA CENIZA DE CASCARILLA DE ARROZ	16
G. ANÁLISIS DE VARIANZA	19

H.	REACCIONES EN SISTEMAS HETEROGÉNEOS.....	20
V.	METODOLOGÍA.....	21
A.	MUESTREO DE CENIZA.....	21
B.	CARACTERIZACIÓN.....	22
C.	ANÁLISIS DE TRATAMIENTO TÉRMICO.....	22
D.	ESTABLECIMIENTO DE LAS BASES DE DISEÑO.....	24
E.	SELECCIÓN DE TIPO DE HORNO Y PROPUESTA DE DISEÑO.....	25
VI.	RESULTADOS.....	26
VII.	ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	34
VIII.	CONCLUSIONES.....	39
IX.	RECOMENDACIONES.....	40
X.	BIBLIOGRAFÍA.....	41
XI.	ANEXOS.....	45
A.	DATOS ORIGINALES.....	45
B.	CÁLCULOS DE MUESTRA.....	59
	<i>Cálculo 1. Cálculo de pérdida de masa para cada corrida.....</i>	<i>59</i>
	<i>Cálculo 2. Cálculo de densidad de bulto.....</i>	<i>60</i>
	<i>Cálculo 3. Caída de presión por fluidización.....</i>	<i>61</i>
	<i>Cálculo 4. Balance de masa: determinación de aire teórico.....</i>	<i>62</i>
	<i>Cálculo 5. Balance de energía: calor sensible.....</i>	<i>62</i>
	<i>Cálculo 6. Balance de energía: calor de reacción.....</i>	<i>64</i>
	<i>Cálculo 7. Presión máxima de deformación de aceros.....</i>	<i>65</i>
C.	ANÁLISIS DE ERROR.....	66
	<i>Cálculo 8. Cálculo de los residuos para el análisis de varianza.....</i>	<i>66</i>
D.	DATOS CALCULADOS.....	67
E.	IMÁGENES DEL PROCESO EXPERIMENTAL.....	77

LISTA DE CUADROS

CUADRO 1. COMPOSICIONES DE SÍLICE Y ORGÁNICOS REPORTADAS EN LA CASCARILLA DE ARROZ, Y EN SUS CENIZAS EN DIFERENTES ESTUDIOS DE OBTENCIÓN DE SÍLICE.....	6
CUADRO 2. FACTORES DE SÍNTESIS Y SU EFECTO EN EL MATERIAL ZEOLÍTICO PRODUCTO.	17
CUADRO 3. ESTUDIOS DE SÍNTESIS DE ZEOLITAS A PARTIR DE CENIZA DE CASCARILLA DE ARROZ, CONDICIONES DE SÍNTESIS Y APLICACIONES REPORTADAS EN DIFERENTES PUBLICACIONES.....	18
CUADRO 4. COMPOSICIÓN PORCENTUAL DE ELEMENTOS PRINCIPALES EN CASCARILLA DE ARROZ, CENIZAS DE CASCARILLA DE ARROZ, Y CENIZAS PRODUCIDAS CON EN LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS, DETERMINADAS CON FLUORESCENCIA DE RAYOS X (XRF).....	26
<i>CUADRO 5. PROPIEDADES DETERMINADAS DE LAS CENIZAS PROVENIENTES DE LA CALDERA C00000.....</i>	<i>28</i>
CUADRO 6. BASES DE DISEÑO DETERMINADAS PARA LA SELECCIÓN Y PROPUESTA DE UN HORNO PARA LA CALCINACIÓN DE CENIZAS C00000.	29
CUADRO 7. BALANCE DE ENERGÍA DE LA OPERACIÓN DE CALCINACIÓN DE LAS CENIZAS C00000 EN CORRESPONDENCIA DEL BALANCE DE MASA ANTERIOR.	30
CUADRO 8. DATOS CRUDOS RECOLECTADOS DE LAS PRUEBAS DE CALCINACIÓN EN UN HORNO MUFLA A LOS TIEMPOS Y TEMPERATURAS INDICADAS, SEGÚN ALEATORIZACIÓN PARA EL ANÁLISIS DE VARIANZA. MASAS DETERMINADAS CON UNA BALANZA ANALÍTICA. LAS DIFERENTES COMBINACIONES SE REPITIERON SEGÚN FUE NECESARIO Y CONSIDERADO POR DATOS ATÍPICOS.....	45
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	45
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	45
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	46
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	46

CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	46
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	47
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	47
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	47
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	48
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	48
CUADRO 8. CONTINUACIÓN.....	48
CUADRO 9. PORCENTAJES DE PÉRDIDA DE MASA (% M/M) DE LAS PRUEBAS DE CALCINACIÓN EN UN HORNO MUFLA A DIFERENTES CONDICIONES. RESULTADOS DE CALCINACIÓN FINALES UTILIZADOS PARA ANÁLISIS DE VARIANZA.	67
CUADRO 10. PORCENTAJES DE PÉRDIDA DE MASA PROMEDIO (% M/M) DE LAS PRUEBAS DE CALCINACIÓN EN UN HORNO MUFLA A DIFERENTES CONDICIONES. RESULTADOS DE CALCINACIÓN FINALES UTILIZADOS PARA GRÁFICO DE CURVAS DE CALCINACIÓN.	67
CUADRO 11. CONDICIONES ESTABLECIDAS PARA EL ANÁLISIS DE VARIANZA DE DOS COLAS REALIZADO POR PARES DE TEMPERATURAS PARA ESTABLECER LA TEMPERATURA Y TIEMPOS DE CALCINACIÓN EN MODO DE OPERACIÓN POR LOTES.	68
CUADRO 12. TABLA ANOVA DE DOS FACTORES PARA COMPARACIÓN DE LA MEDIA DE PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A TEMPERATURAS DE 350 °C Y 450 °C.	69
CUADRO 13. CÁLCULO Y DETERMINACIÓN DE RESIDUOS PARA VALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE DOS FACTORES DE LA MEDIA DE PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A TEMPERATURAS DE 350°C Y 450°C ANTERIOR.....	69
CUADRO 16. TABLA ANOVA DE DOS FACTORES PARA COMPARACIÓN DE LA MEDIA DE PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A TEMPERATURAS DE 450 °C Y 550 °C.	71
CUADRO 17. CÁLCULO Y DETERMINACIÓN DE RESIDUOS PARA VALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE DOS FACTORES DE LA MEDIA DE PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A TEMPERATURAS DE 450°C Y 550°C ANTERIOR.....	71

CUADRO 18. TABLA ANOVA DE DOS FACTORES PARA COMPARACIÓN DE LA MEDIA DE PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A TEMPERATURAS DE 550 °C Y 650 °C.	73
CUADRO 19. CÁLCULO Y DETERMINACIÓN DE RESIDUOS PARA EVALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE DOS FACTORES DE LA MEDIA DE PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A TEMPERATURAS DE 550°C Y 650°C ANTERIOR.....	73
CUADRO 20. RESULTADOS CRUDOS DEL ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO PARA DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA DE LAS CENIZAS C00000. EMPLEANDO TAMICES TYLER ESTÁNDAR NORMA ASTM E11. MITAD DE PLATOS ANÁLISIS DE GRUESOS Y MITAD DE PLATOS DE FINOS.	75
CUADRO 21. ESTADÍSTICA DESCRIPTIVA DE LA DETERMINACIÓN DE DENSIDAD DE BULTO DE LAS CENIZAS C00000. BASADA EN LA NORMA ASTM C29/C29 PARA AGREGADOS DE CONCRETO.	75
CUADRO 22. DETALLE DEL BALANCE DE ENERGÍA DE LA OPERACIÓN DE CALCINACIÓN DE LAS CENIZAS C00000 EN CORRESPONDENCIA DEL BALANCE DE MASA ANTERIOR.....	76

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. CUADRO DE CORRELACIONES DE COEFICIENTES DE TRANSFERENCIA DE CALOR, EN LECHOS FLUIDIZADOS.	15
FIGURA 2. ESQUEMA DE UN HORNO ROTATORIO CALENTADO INDIRECTAMENTE. EQUIPO DE MANEJO DE SÓLIDOS CON CALENTAMIENTO.....	16
FIGURA 3. CURVA DEL ANÁLISIS GRANULOMÉTRICO REALIZADO A LAS CENIZAS PROVENIENTES DE LA CALDERA PARA DETERMINAR EL TAMAÑO NOMINAL DE PARTÍCULA DE LAS CENIZAS. ESTA CURVA SE ESTABLECIÓ EMPLEANDO TAMICES TYLER ESTÁNDAR NORMA ASTM E11.	26
FIGURA 4. ESPECTRO INFRARROJO DE TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) DE LAS CENIZAS PROVENIENTES DE LA CALDERA C00000.	27
FIGURA 5. TERMOGRAMA Y GRÁFICO DIFERENCIAL DE LAS PÉRDIDAS DE MASA Y DESCOMPOSICIONES DE LAS CENIZAS DE CASCARILLA DE ARROZ C00000 DETERMINADOS EN ATMÓSFERA INTERTE DE NITRÓGENO DESDE 36°C A 1000 °C.	27
FIGURA 6. CURVAS PROMEDIO DE LA PÉRIDA DE MASA POR CALCINACIÓN DE LA CENIZA DE CASCARILLA DE ARROZ C00000 A DIFERENTES TEMPERATURAS Y TIEMPOS DE CALCINACIÓN.	28
FIGURA 7. ESQUEMA DE PROCESO PROPUESTO PARA LA CALCINACIÓN DE LAS CENIZAS PROVENIENTES DE LA CALDERA CON UN HORNO VERTICAL DE LLAMA DIRECTA.	29
FIGURA 8. BALANCE DE MASA DE LA COMBUSTIÓN DE LAS CENIZAS CARACTERIZADAS BAJO LAS CONDICIONES PROPUESTAS EN LAS BASES DE DISEÑO.	30
FIGURA 9. FICHA TÉCNICA DEL HORNO VERTICAL DE LLAMA PARA CALCINACIÓN DE LAS CENIZAS C00000 ELABORADA A PARTIR DE LAS BASES DE DISEÑO Y BALANCES DE MASA Y ENERGÍA DETERMINADOS.	31
FIGURA 9. CONTINUACIÓN.	32
FIGURA 9. CONTINUACIÓN.	33

FIGURA 10. ESPECTRO INFRARROJO DE TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) DE LAS CENIZAS C35060 OBTENIDO CON UN ESPECTROFOTÓMETRO PERKINELMER SPOTLIGHT 400N SPECTRUM VERSIÓN 10.5.4 DE REFLECTANCIA TOTAL ATENUADA (ATR).	49
FIGURA 11. ESPECTRO INFRARROJO DE TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) DE LAS CENIZAS C45060 OBTENIDO CON UN ESPECTROFOTÓMETRO PERKINELMER SPOTLIGHT 400N SPECTRUM VERSIÓN 10.5.4 DE REFLECTANCIA TOTAL ATENUADA (ATR).	49
FIGURA 12. ESPECTRO INFRARROJO DE TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) DE LAS CENIZAS C55060 OBTENIDO CON UN ESPECTROFOTÓMETRO PERKINELMER SPOTLIGHT 400N SPECTRUM VERSIÓN 10.5.4 DE REFLECTANCIA TOTAL ATENUADA (ATR).	50
FIGURA 13. ESPECTRO INFRARROJO DE TRANSFORMADA DE FOURIER (FTIR) DE LAS CENIZAS C65060 OBTENIDO CON UN ESPECTROFOTÓMETRO PERKINELMER SPOTLIGHT 400N SPECTRUM VERSIÓN 10.5.4 DE REFLECTANCIA TOTAL ATENUADA (ATR).	50
FIGURA 14. RESULTADOS COMPLETOS DEL ANÁLISIS DE COMPOSICIÓN UTILIZANDO FRX DE CASCARILLA DE ARROZ, CENIZAS C00000, C35240, Y C65240. REALIZADOS POR EL CENTRO TECNOLÓGICO DE CEMENTOS PROGRESO S.A. ...	51
FIGURA 15. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO, TERMOGRAMA Y TERMOGRAMA DIFERENCIAL DE CASCARILLA DE ARROZ. REALIZADOS POR EL CENTRO TECNOLÓGICO DE CEMENTOS PROGRESO S.A.	52
FIGURA 16. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO, TERMOGRAMA Y TERMOGRAMA DIFERENCIAL DE CENIZAS C0000. REALIZADOS POR EL CENTRO TECNOLÓGICO DE CEMENTOS PROGRESO S.A.	53
FIGURA 17. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO, TERMOGRAMA Y TERMOGRAMA DIFERENCIAL DE CENIZAS C35240. REALIZADOS POR EL CENTRO TECNOLÓGICO DE CEMENTOS PROGRESO S.A.	54
FIGURA 18. ANÁLISIS TERMOGRAVIMÉTRICO, TERMOGRAMA Y TERMOGRAMA DIFERENCIAL DE CENIZAS C65240. REALIZADOS POR EL CENTRO TECNOLÓGICO DE CEMENTOS PROGRESO S.A.	55

FIGURA 19. DIFRACTOGRAMA DE <i>CASCARILLA DE ARROZ</i> PARA DETERMINACIÓN DE SUS COMPOSICIONES CRISTALINAS Y AMORFAS. REALIZADO POR EL CENTRO TECNOLÓGICO DE CEMENTOS PROGRESO S.A.	56
FIGURA 20. DIFRACTOGRAMA DE <i>CENIZAS C00000</i> PARA DETERMINACIÓN DE SUS COMPOSICIONES CRISTALINAS Y AMORFAS. REALIZADO POR EL CENTRO TECNOLÓGICO DE CEMENTOS PROGRESO S.A.	57
FIGURA 21. DIFRACTOGRAMA DE <i>CENIZAS C65240</i> PARA DETERMINACIÓN DE SUS COMPOSICIONES CRISTALINAS Y AMORFAS. REALIZADO POR EL CENTRO TECNOLÓGICO DE CEMENTOS PROGRESO S.A.	58
FIGURA 22. GRÁFICO DE DISTRIBUCIÓN DE FRECUENCIAS DE LOS RESIDUOS PARA VALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE LA PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A 350°C Y 450°C.	70
FIGURA 23. GRÁFICO DE RESIDUOS PARA VALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE LA PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A 350°C Y 450°C.	70
FIGURA 24. GRÁFICO DE DISTRIBUCIÓN DE FRECUENCIAS DE LOS RESIDUOS PARA VALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE LA PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A 450°C Y 550°C.	72
FIGURA 25. GRÁFICO DE RESIDUOS PARA VALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE LA PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A 450°C Y 550°C.	72
FIGURA 26. GRÁFICO DE DISTRIBUCIÓN DE FRECUENCIAS DE LOS RESIDUOS PARA VALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE LA PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A 550°C Y 650°C.	74
FIGURA 27. GRÁFICO DE RESIDUOS PARA VALIDACIÓN DEL ANÁLISIS DE VARIANZA DE LA PÉRDIDA DE MASA POR CALCINACIÓN A 450°C Y 550°C.	74
FIGURA 28. FOTOGRAFÍA FRONTAL DEL HORNO TIPO MUFFLA MARCA THERMO SCIENTIFIC MODELO THERMOLYNE F6010 EMPLEADO PARA LA CALCINACIÓN DE LAS CENIZAS DE <i>CASCARILLA DE ARROZ</i>	77
FIGURA 29. FOTOGRAFÍA TRASERA LATERAL DEL HORNO TIPO MUFFLA MARCA THERMO SCIENTIFIC MODELO THERMOLYNE F6010 EMPLEADO PARA LA CALCINACIÓN DE LAS CENIZAS DE <i>CASCARILLA DE ARROZ</i>	78

FIGURA 30. FOTOGRAFÍA DE LAS PORCELANAS CARGADAS CON LAS MUESTRAS DE CENIZAS A CALCINAR PARA CADA CORRIDA Y MODO DE DISTRIBUCIÓN EN HORNO PREVIO A LA CALCINACIÓN.....	78
FOTOGRAFÍA TOMADA EN EL LABORATORIO DE OPERACIONES UNITARIAS DEL DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA, QUÍMICA INDUSTRIAL, Y BIOTECNOLOGÍA INDUSTRIAL DE LA UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GAUTEMALA.	78
FIGURA 31. FOTOGRAFÍA DE LAS PORCELANAS EMPLEADAS PARA LA CALCINACIÓN DE LAS CENIZAS DE 5 PULGADAS CON MUESTRAS DE CENIZAS. .	79
FIGURA 32. BOLSAS DE ALMACENAMIENTO DE LAS MUESTRAS PREPARADAS E IDENTIFICADAS PARA CONSERVAR LAS CENIZAS PARA ANÁLISIS.....	79
FIGURA 33. FOTOGRAFÍA DEL TARADO DE LAS PORCELANAS PREVIAMENTE SECADAS Y LIMPIADAS EN BALANZA ANALÍTICA.....	80
FIGURA 34. FOTOGRAFÍA DEL MEDICIÓN DE MASA DE LAS CENIZAS EN BALANZA ANALÍTICA PARA SER CALCINADAS.....	80
FIGURA 35. FOTOGRAFÍA DE LA MEDICIÓN DE MASA FINAL DE UNA MUESTRA DE CENIZAS DESPUÉS DE SER CALCINADA. SE OBSERVA LA DISMINUCIÓN DEL COLOR NEGRO INTENSO DE LAS CENIZAS EN COMPARACIÓN CON LA FIGURA ANTERIOR.	81
FIGURA 36. FOTOGRAFÍA DEL EQUIPO DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X EMPLEADO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS DIFRACTOGRAMAS, Y LA PROPORCIÓN CRISTALINA DE CASCARILLA DE ARROZ, CENIZAS C00000, Y CENIZAS C65240....	82
FIGURA 37. FOTOGRAFÍA DEL EQUIPO DE TAMIZADO PARA DETERMINACIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA.....	83

RESUMEN

El objeto del presente estudio fue realizar una propuesta de un horno para el tratamiento térmico (i.e. calcinación, combustión, quemado, etc.) de cenizas de cascarilla de arroz provenientes de un proceso de generación de vapor por combustión de cascarilla de arroz, para elevar su contenido de sílice (SiO_2) y reducir la fracción orgánica residual. Porque este material puede aprovecharse y con ello contribuir al desarrollo de procesos sostenibles en la industria guatemalteca.

Para realizar tal propuesta se establecieron las bases de diseño; por caracterización del flujo de proceso, propiedades de las cenizas, y evaluación de la cinética de calcinación de las cenizas, se seleccionó el tipo de horno necesario en función de las bases, se desarrolló el balance de masa y energía del proceso por día de operación, se elaboró un esquema de la secuencia de las operaciones necesarias para el tratamiento, y finalmente se propuso la ficha técnica de requerimientos para el posterior diseño del horno.

Con los resultados generados se determinó que el flujo de cenizas es de 6,250 kg/día con un contenido de carbón de 9-12% (m/m), y que la calcinación fue más eficiente a temperaturas por encima de 550°C , en las que los efectos del tiempo se volvieron poco significativos para la pérdida de masa. Consecuentemente se concluyó que se necesita un horno vertical de llama para realizar la calcinación en un solo paso, y se propuso la integración de esta etapa de tratamiento térmico anexo al almacenamiento de las cenizas en silos alimentado por un transportador de sólidos.

Por último, este trabajo constituyó la primera etapa para el desarrollo de propuestas de aprovechamiento de las cenizas de cascarilla de arroz las cuales son descartadas completamente, y considerando que la fracción orgánica residual en las cenizas es recurso energético desperdiciado, se recomendó que se realice un trabajo de diseño definitivo del horno empleando las bases aquí presentadas, y que se realice la construcción de este horno para mejorar la eficiencia y sostenibilidad de la planta por el aprovechamiento de este residuo en el proceso productivo del arroz.

I. INTRODUCCIÓN

Este trabajo de graduación consistió en el análisis de la incineración postcombustión de cenizas de cascarilla de arroz provenientes de una caldera, y su caracterización, para proponer un incinerador con el que se aumente la pureza de la sílice residual en las cenizas para darle uso a este material.

Para esto, se efectuaron muestreos, entre el mes de enero y el mes de marzo del 2020. Para caracterizar las cenizas se determinó su color, densidad de bulto, granulometría, humedad, espectro infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR), porcentajes y contenidos de elementos mayoritarios, sílice y óxido de silicio (Si y SiO₂).

Las muestras se homogenizaron, se sometieron a diferentes condiciones de temperatura de tratamiento y tiempo de residencia en un horno tipo mufla, y se determinaron las pérdidas de masa promedio para generar curvas compuestas de su comportamiento. Esto se realizó para determinar; dentro del rango de las curvas compuestas obtenidas, las condiciones de temperatura y tiempo de calcinación que aumenten y mantengan dentro de un rango definido la pérdida de masa (y por ende la pureza de la sílice residual) de las cenizas después de la calcinación.

Además, se integró la información recolectada en los muestreos, visitas a planta, y los tratamientos térmicos para establecer las bases de diseño; el flujo másico de ceniza producido, la temperatura adecuada para la combustión, el tiempo de residencia en horno mufla, y la caracterización de la materia prima.

Con lo anterior se seleccionó el tipo de incinerador para calcinar las cenizas, disminuir su fracción de orgánicos y aumentar la pureza de la sílice residual para que se le pueda dar uso a la sílice.

Luego de la selección del tipo de incinerador para realizar la combustión, se propuso un esquema, balance de masa y energía, diagrama de flujo, y modo de operación para el mismo como propuesta del diseño de un horno.

En el desarrollo de este documento calcinación y tratamiento térmico, así como sílica y sílice, se emplearán indistintamente. Los primeros haciendo referencia a tratamiento por calentamiento de las cenizas, y los segundos al dióxido de silicio (SiO₂).

II. OBJETIVOS

A. General

Proponer un horno para el tratamiento térmico de las cenizas de cascarilla de arroz provenientes de una caldera, a partir de su caracterización y calentamiento para establecer las condiciones de temperatura y tiempo de residencia, que aumenten la pureza de la sílice y reduzcan la fracción orgánica de la ceniza.

B. Específicos

Caracterizar las cenizas provenientes de caldera determinando su color, densidad de bulto, granulometría, humedad, espectro infrarrojo de transformada de Fourier (FTIR), porcentajes y contenido de calcio (Ca), silicio y óxido de silicio (Si y SiO₂), para establecer las condiciones iniciales del tratamiento térmico a realizar.

Evaluar a escala laboratorio el cambio de concentración en función del tiempo a diferentes temperaturas de tratamiento de la sílice, en un horno mufla, para construir curvas compuestas de calcinación.

Seleccionar el tipo de horno y método de transferencia de calor necesarios para alcanzar los cambios de concentración de sílice según las curvas compuestas, tomando como base la producción de ceniza de la arrocera.

Determinar las bases de diseño para la transferencia de calor de la operación, el tiempo de residencia, y otras características del horno.

Realizar una propuesta de un horno para el tratamiento térmico de las cenizas de cascarilla de arroz según las bases determinadas.

III. JUSTIFICACIÓN

Para la productora de arroz en cuestión, por la combustión del 40% (30,000 kg/día) de la cascarilla total se generan alrededor de 6,250 kg/día de ceniza; la cual se desecha en su totalidad. Esta combustión se realiza para generar vapor. La demanda de vapor varia con la producción y la calidad aparente de las cenizas también. Conforme aumenta la demanda de vapor la eficiencia de combustión es mayor y las cenizas cambian de color negro a color grisáceo; según reporta la arrocería. La ceniza tiene altos contenidos de sílice y esta concentración aumenta cuanto mayor es la eficiencia de combustión. Esta eficiencia puede fluctuar en el proceso debido a que, con el aumento de demanda, se modifican las condiciones de combustión. Lo que indica que la pureza de la sílice residual también fluctúa con el tiempo.

Esta sílice remanente en las cenizas puede ser aprovechada de diferentes maneras, pero para ello se deben obtener cenizas con alto contenido de sílice. Para aumentar el contenido de sílice en las cenizas provenientes de la caldera se deben caracterizar las cenizas después de la combustión y se debe aumentar el grado de combustión final lo más cercano a la totalidad como sea asequible. Pero debido a que las condiciones de la caldera varían en función de la demanda y su propósito es suministrar el vapor necesario para los procesos, no es posible acondicionar la operación de esta para que la fracción orgánica en las cenizas sea despreciable; por ello es necesaria una operación de incineración adicional, que elimine la fracción orgánica residual. De manera que se deben establecerse las condiciones que produzcan mayores purezas de sílice, porque ese aumento de pureza reduce los tratamientos posteriores que se deben aplicar a la ceniza para aprovecharla, y ya que actualmente la totalidad de la ceniza es descartada, la primera etapa de aprovechamiento de las cenizas debe consistir en una operación inicial de purificación.

El objeto de este trabajo de graduación fue caracterizar las cenizas provenientes de la línea de producción de la arrocería y analizar la incineración postcombustión, para proponer el diseño de un incinerador u horno que aumente la pureza de la sílice contenida en las cenizas.

IV. MARCO TEÓRICO

A. Cascarrilla de arroz, y sus cenizas

La cascarilla de arroz es un residuo agrícola con potencial contaminante y de bajo valor residual aparente, por lo que se deben considerar maneras de aprovechamiento, y determinar cómo se puede convertir en productos de valor añadido, y utilizar la cascarilla como una fuente de material secundario. En India para el 2005 se reportó que por cada tonelada (ton) de arroz se producen cerca de 0.23 toneladas (ton) de cascarilla, y que la producción de arroz se aproximó a 26 millones de toneladas (ton) (*Bajpai et al., 1981*). La producción mundial estimada para el 2012 de arroz fue de 489.1 millones de toneladas (ton), aproximadamente 122-163 millones de toneladas (ton) de cascarilla de arroz (biomasa residual). Estos valores reflejan el interés en la utilización de los residuos de cascarilla, ya que representan por lo menos un cuarto de la producción de arroz y pueden ser aprovechados (*Chen et al., 2013*).

B. Composición de la cascarilla de arroz y sus cenizas

Se ha encontrado que la sílice es un constituyente de organismos vegetales, debido a que les confiere propiedades estructurales y mecánicas deseables a algunas plantas. Se sabe que la sílice es extraída del medio de cultivo y se concentra en definidas partes de las plantas, para ser incorporada en su desarrollo. En diferentes estudios se observó la presencia de sílice en arroz, contenida principalmente en la cascarilla. (*Arcos et al., 2007; Bajpai et al., 1978, 1981; Barrer, 1948; Chandrasekhar et al., 2006*)

La cascarilla del arroz constituye cerca del 25% en base seca de los granos de arroz cosechados, y la densidad de bulbo está entre 100-122 kg/m³ (*Chen et al., 2013*). Las diferentes formas de celulosa son los principales componentes de la cascarilla, la más abundante es la lignocelulosa. Luego de ser sometida a calcinación las cenizas suelen contener altos niveles de pureza de sílice, y en algunos casos de alúmina. En estos residuos se identifican las formas de aprovechamiento de toda la biomasa generada (*Chandrasekhar et al., 2006; Chen et al., 2013*).

La concentración de la sílice en la cascarilla de arroz depende de diferentes factores en su cultivo, y principalmente de la disponibilidad de la sílice en el suelo. No obstante,

la cascarilla presenta una tendencia general hacia contener porcentajes de sílice aprovechables. En el cuadro a continuación se presentan las composiciones reportadas por diferentes estudios, de la sílice en cascarilla y sus respectivas cenizas. (Arcos *et al.*, 2007; Chandrasekhar *et al.*, 2006; Chen *et al.*, 2013; Farooque *et al.*, 1970; Korotkova *et al.*, 2016; Le *et al.*, 2013; Ramli *et al.*, 1996)

Cuadro 1. Composiciones de sílice y orgánicos reportadas en la cascarilla de arroz, y en sus cenizas en diferentes estudios de obtención de sílice.

Estudio	Sílice en cascarilla (%)	Sílice en cenizas (%)	Orgánico en cascarilla (%)
Arcos, Pinto, & Rodríguez (2007)	2.63 - 13.3	87.56 – 90.30	71 - 87
Chandrasekhar & Majeed (2006)	17.6 - 18.4	> 90	76 - 80
Chen, Wang, Martin, Oliphant, Doerr, Xu, Sun (2013)	15 - 28	96.8 - 98.5	75 - 85
Farooque, Zaman, Halim, Islam, Hossain, Mollah, & Mahmood (1970)	--	91.3	--
Rojas (2017)	< 25.57	93.4 – 98.2	> 74.43
Korotkova, Ksandopulo, Donenko, Bushumov, & Danilchenko (2016)	18.8 – 22.3	93.4	77.7 – 81.2
Le, Thuc, & Thuc (2013)	--	96.15	--
Ramli, Listiorini, & Hamdan (1996)	--	94.80	--

C. Obtención de sílice a partir de la cascarilla y sus cenizas

El tratamiento termoquímico, en medios ácidos o básicos, de la cascarilla de arroz y sus cenizas devuelve diferentes concentraciones de óxido de silicio que dependen tanto del contenido inicial en la cascarilla, como del pH y la temperatura de tratamiento. No obstante, en la mayoría de las cenizas, provenientes de un proceso o tratadas químicamente, los porcentajes de contenido de sílice (SiO₂) fueron mayores a 90%, y algunas solamente requieren activación o purificación (Arcos *et al.*, 2007; Chandrasekhar *et al.*, 2006; Chen *et al.*, 2013; Farooque *et al.*, 1970; Korotkova *et al.*, 2016; Le *et al.*, 2013; Panpa & Jinawath, 2009; Ramli *et al.*, 1996).

En su estudio, “Optimization and Reactivity Study Of Silica In The Synthesis Of Zeolites From Rice Husk”, Ramli *et. al* (1996) reportaron el tratamiento termoquímico que le dieron a la ceniza y cascarilla para aumentar la pureza residual de la sílice y mejorar su reactividad para aplicación en síntesis posteriores. La metodología consistió en un tratamiento térmico a 90°C por 3 horas con una mezcla 30:20 g de ceniza, hidróxido de sodio (NaOH), y agua. El precipitado obtenido se filtró, se añadió

ácido sulfúrico (H_2SO_4) con agitación hasta observar la precipitación, de lo cual obtuvieron sílice amorfa. Se observan rendimientos mayores a pH por encima de 7, y mayores purezas con pH alrededor de 7 para la finalización de la deposición (Ramli *et al.*, 1996).

Con relación a los efectos de la temperatura sobre las propiedades de la sílice obtenida del tratamiento de la ceniza, Chandrasekhar *et al.* (2006) en su estudio “Effect of calcination temperature and heating rate on the optical properties and reactivity of rice husk ash.”, determinaron que la brillantez de la sílice y su reactividad aumentan tratando las cenizas con ácido clorhídrico (HCl) 0.1M a tasas de calentamiento por debajo de los $2^\circ C/min$, y disminuye exponencialmente con el aumento de la velocidad de calentamiento, y con el tiempo total del calentamiento (Chandrasekhar *et al.*, 2006).

A partir de lo anterior se identifica que la reactividad de la ceniza, y de la sílice de esta, disminuye drásticamente con la formación de isómeros cristalinos de la sílice (SiO_2). Por lo tanto, metodologías de extracción de la sílice deben considerar metodologías para la obtención de la sílice amorfa (Chandrasekhar *et al.*, 2006; Panpa & Jinawath, 2009; Ramli *et al.*, 1996).

D. Caracterización de las cenizas de cascarilla de arroz

Para el determinar los procesos que deben aplicarse a una materia prima para convertirla en productos se deben conocer primeramente las propiedades de tal materia prima. Parte del objeto de este documento es presentar la caracterización de algunas propiedades de la ceniza de cascarilla de arroz, necesarias para el manejo de este material sólido.

Muestreo y tamaño de muestra

El *muestreo* corresponde al proceso que se sigue para la obtención de una porción representativa de una población. Estadísticamente, el muestreo analítico tiene como objetos, primero; recolectar una concentración media de la muestra la cual será una estimación de la población. Segundo, estimar la desviación poblacional a partir de la porción representativa (Skoog, 2015).

Además de establecer una metodología de muestreo se debe establecer el tamaño representativo, que, con un cierto grado de tolerancia, permitirá estimar correctamente la media de la población a partir de la muestra. El *tamaño de muestra* se determina por *la incertidumbre tolerada entre la población y la muestra, la heterogeneidad de la población, y el tamaño de partícula* (para sólidos particulados) (Skoog, 2015).

Las ecuaciones para determinación de tamaño de muestra tienen altos niveles de complejidad. Sin embargo, para sólidos particulados con grado de heterogeneidad constante se tiene una simplificación al asumir la proporcionalidad de número de partículas a la masa de la muestra. La relación viene dada por la siguiente ecuación (Skoog, 2015).

$$K_s = m * (\sigma_r * 100)^2$$

Donde K_s corresponde a la constante de muestreo, m la masa del tamaño de muestra, y σ_r la tolerancia aceptada. En esta simplificación, la constante de muestreo se interpreta como la masa requerida para reducir al 1% el muestreo incierto. Generalmente la constante corresponde al tamaño de la población, y la tolerancia se establece según los métodos analíticos o factores económicos. Ya que menor incertidumbre puede implicar aumentos significativos en los gastos de análisis. Por lo que se recomiendan valores entre 5% y 15% de desviación relativa (Skoog, 2015).

Color de las cenizas

El color de las cenizas de la cascarilla de arroz depende de las condiciones de combustión, tiempo de residencia en zona de combustión, contenido metálico, porcentajes de orgánicos y sílice residual. De manera general se observa ceniza de color blanco cuando hay alta pureza de la sílice, y colores negros a grisáceos cuando hay carbono remanente sin quemar. En raras ocasiones se observan colores rosa pálido hasta ligeros verdes claros. Lo último depende en gran manera de la contaminación de las cenizas con iones de diferentes metales. (Chandrasekhar *et al.*, 2006; Kaewkhao & Limsuwan, 2012; Payá *et al.*, 2001; Salas *et al.*, 2009)

Densidad de bulo

La densidad de materiales particulares puede ser difícil de determinar, debido a la presencia de poros internos, rupturas, irregularidades en las partículas, y distribución de tamaños de partículas. Se entiende por densidad de bulo a aquella determinada para una larga cantidad de partículas, que es relativamente reducida debido a los intersticios de espacio libre entre las partículas. La densidad de bulo es altamente sensible al empaquetamiento de las partículas, y puede aumentar si se compacta el material. Sólidos compactados típicamente tienen de 5% a 20% más de densidad que los no compactados. Para el dimensionamiento de equipos de manejo de sólidos, se utiliza la densidad de bulo como propiedad de referencia (Towler & Sinnott, 2013).

Análisis granulométrico

Las propiedades de los materiales particulados se ven altamente influenciadas por el tamaño de partícula. El *tamaño de partícula* corresponde a la segunda dimensión de mayor longitud, para partículas irregulares. Normalmente los materiales particulados no tienen un solo tamaño de partícula, sino que se encuentran distribuidos en diferentes proporciones. Por lo tanto, es necesario conocer la distribución de tamaños, y establecer un valor promedio que represente correctamente al sólido. (McCabe *et al.*, 2007a; Towler & Sinnott, 2013)

Al método utilizado para esto se le conoce como análisis granulométrico. Que consiste en la separación de las partículas usando tamices o mallas estandarizados. Se agrupan siguiendo una distribución de frecuencia, y frecuencia acumulada. El valor de masa acumulado del 80% corresponde al tamaño de partícula nominal. El análisis granulométrico también se conoce como granulometría o análisis acumulativo. Muchas propiedades de sólidos se pueden correlacionar con esta distribución de tamaños (McCabe *et al.*, 2007a).

Humedad en sólidos

La presión de vapor observada en un sólido húmedo depende de la naturaleza de la humedad contenida, la naturaleza del sólido, y la temperatura. *Agua ligada* es aquella humedad presente como una solución líquida de porciones solubles del sólido y como una solución de sólidos, humedad dentro de pequeños capilares y huecos en todo el sólido o bien adsorbida sobre la superficie. *Agua no ligada* corresponde a la

que ejerce la presión de vapor del agua pura a la temperatura del equilibrio (Treybal, 1997).

La humedad en el equilibrio para una especie dada de sólido puede depender del tamaño de partícula o de la superficie específica, si la humedad, antes que de cualquier otra forma, está físicamente adsorbida (Treybal, 1997).

Espectroscopía

Es cualquier técnica de análisis químico que usa energía en forma de radiación electromagnética (luz) para determinar información de una o diferentes especies químicas. Se fundamenta en diferentes postulados de la mecánica cuántica. Cuando una molécula absorbe un fotón (paquete de energía) la energía de esa molécula aumenta. Entonces la molécula es promovida a un *estado excitado*, y si la molécula emite un fotón la energía disminuye. El estado de menor energía es conocido como *estado basal*. (Harris & Lucy, 2016)

Una transición corresponde a la excitación de un estado basal a uno excitado. El espectro electromagnético tiene diferentes regiones, caracterizadas por las diferentes transiciones que produce en la materia. Los fotones de la región de microondas ocasionan transiciones rotatorias en las moléculas. Los de la región de infrarrojo activan estados vibratorios en las moléculas. En las regiones Visible y UV se observan transiciones electrónicas. En regiones por debajo de estas, las moléculas sufren rupturas, y son técnicas de altos requerimientos energéticos. Todas estas transiciones emiten fotones, y en el análisis espectroscópico se detectan para estudiar el comportamiento molecular (Harris & Lucy, 2016; Skoog, 2015).

Espectroscopía infrarroja de transformada de Fourier (FTIR)

Una molécula absorbe solamente frecuencias específicas de radiación infrarroja. La radiación absorbida en esta región corresponde a las transiciones debido a estiramiento y doblamiento de los enlaces moleculares de los compuestos. En el proceso de absorción infrarroja, la frecuencia de los fotones absorbidos corresponde a la frecuencia vibracional de los enlaces de la molécula en cuestión, y la energía absorbida aumenta la amplitud de los movimientos vibratorios naturales de las

moléculas. Solo aquellos enlaces que tienen un momento dipolar que cambia como función del tiempo son capaces de absorber en la región IR. (Pavia *et al.*, 2015)

Los compuestos oxigenados de silicio muestran bandas de absorción Infrarroja por debajo de 1200 cm^{-1} , correspondientes al estiramiento del enlace Silicio-Oxígeno (Si-O), y el estiramiento asimétrico de los enlaces Silicio-Oxígeno-Silicio (Si-O-Si). Estas bandas determinan cualitativamente la presencia de estos grupos. Compuestos carbonados de silicio e hidrogenados, también muestran bandas de menor relevancia. (Patnaik & Dean, 2004)

El silicio en la cascarilla de arroz ocurre en la forma amorfa e hidratada de sílice. En la ceniza de cascarilla de arroz, se observan los grupos silano (RSiOH) y siloxano (SiOH), cuyas bandas se observan alrededor de los 470cm^{-1} y 810cm^{-1} respectivamente. Mientras que las bandas alrededor de los 1100cm^{-1} corresponden a los enlaces inorgánicos de la sílice (SiOSi). Las bandas de $400\text{-}500\text{cm}^{-1}$ se atribuyen a la vibración de doblez del enlace sílice-oxígeno (Si-O), y las de $800\text{-}1000\text{cm}^{-1}$ a los estiramientos. (Benesi & Jones, 1959; Ibrahim *et al.*, 1980)

Técnicas de análisis elemental

Las técnicas de análisis elemental corresponden a aquellas que permiten cuantificar individualmente la composición elemental de muestras en diferentes fases. Las más utilizadas corresponden a la espectroscopía atómica de Absorción (AA) y Emisión (AE), Emisión atómica con Plasma Acoplado Inductivamente y detección de Masas (ICP-MS), Fluorescencia de Rayos X (XRF), Espectroscopía Auger de Rayos X (XRA), microanálisis elemental usando la técnica de Dumas y similares. (Harris & Lucy, 2016; Rouessac & Rouessac, 2007; Skoog, 2015)

Espectroscopía de fluorescencia de rayos X (XRF)

La fluorescencia de rayos x es una propiedad espectral atómica, universalmente reconocida como un método de altas exactitud para estudios cualitativos y cuantitativos de los constituyentes elementales de una muestra. El principio de operación consiste en irradiar una muestra con rayos x o con electrones energizados, y debido a esta excitación la muestra irradia rayos x, cuyas energías son específicas para cada elemento. (Rouessac & Rouessac, 2007)

La radiación incidente provoca que un electrón de las regiones cercanas a los núcleos atómicos sea expulsado en la forma de un fotoelectrón (de alta energización). Esto provoca una descompensación en la estabilidad atómica, y los electrones de las capas superiores son desplazados entonces a una capa más interna. Para recuperar la estabilidad atómica, esta transición debe suceder, pero los electrones pierden la cantidad de energía necesaria para realizarla. Esta energía está cuantizada para cada electrón en cada átomo, de manera que, la energía de la señal emitida corresponde a la identidad atómica, y la intensidad responde a la cantidad presente de cada átomo en la muestra. (Rouessac & Rouessac, 2007)

En los estudios referenciados anteriormente en la sección B de este documento, que involucraban algún tipo de caracterización de cenizas de cascarilla de arroz, o cascarilla de arroz, es utilizada la técnica de fluorescencia de rayos x (FRX) (ver cuadro 1). Es necesario especificar que debido a los intereses de ingeniería de métodos de análisis rápido y económicos, la técnica de fluorescencia se utiliza en su modo semi cuantitativo. No obstante, Fernandes et al. (2017) en su estudio “Characterization of Silica Produced from Rice Husk Ash: Comparison of Purification and Processing Methods”, presentaron que las diferencias entre las concentraciones se atribuyen principalmente al método de tratamiento de la cascarilla de arroz, y no al modo de operación de la FRX. Esto se debe a que la variación es mayor para el tratamiento, que la incertidumbre del modo semicuantitativo de la técnica. (Iara Janaína Fernandes *et al.*, 2017; Zain *et al.*, 2011)

Los resultados experimentales de las caracterizaciones empleado esta técnica muestran que los principales constituyentes en la ceniza corresponden al carbono residual, y óxidos de calcio, potasio, aluminio, magnesio, y sodio. Todos los demás constituyentes son despreciables. (Iara Janaína Fernandes *et al.*, 2017; Zain *et al.*, 2011)

Análisis Termogravimétrico (TGA)

Este análisis se realiza registrando continuamente la masa de una muestra colocada en una balanza térmica en condiciones de atmósfera controlada, conforme aumenta la temperatura y el tiempo de residencia de la muestra en el equipo. El gráfico obtenido

en el que se presenta la masa o pérdida de masa en función del tiempo o temperatura se llama termograma o diagrama de descomposición térmica. (Skoog *et al.*, 2008)

La información que proporciona es cuantitativa, pero limitada a las reacciones de descomposición y de oxidación, y a procesos como vaporización, sublimación, y desorción. Las regiones horizontales en estos gráficos corresponden a intervalos de temperaturas en los que los compuestos de la muestra son estables. El termograma diferencial se puede emplear para determinar las pérdidas de masa significativa de la muestra. (Patnaik & Dean, 2004; Skoog *et al.*, 2008)

Experimentalmente se encuentra disponible poca información sobre los resultados de análisis termogravimétricos de las cenizas de cascarilla de arroz, y los estudios publicados consisten en tratamientos en temperaturas por encima de los 1000°C y atmósferas inertes o enriquecidas con oxígeno. Situaciones que no son adecuadas para el manejo industrial de las cenizas porque la remoción del carbono residual no debe ser económicamente demandante para que las cenizas de cascarilla de arroz sean asequibles como materia prima. No obstante, los termogramas encontrados no presentan transiciones definidas y muestran pérdidas de masa entre el 10% y 15% inconsistentes con los resultados de composición por fluorescencia de rayos X (XRF). (Farooque *et al.*, 1970; Iara J. Fernandes *et al.*, 2017; Iara Janaína Fernandes *et al.*, 2017; Korotkova *et al.*, 2016)

E. Hornos para sólidos particulados

El calentamiento directo para sólidos particulados puede lograrse en equipos similares a los de secado continuo; los diseños más comunes son el lecho fluidizado, secador rotatorio, y de secado flash. La transferencia de calor directa entre corrientes de gas y sólido es bastante alta en lechos fluidizados. También se puede alcanzar el calentamiento por combustión del material disperso (Towler & Sinnott, 2013).

Transferencia de calor indirecta se puede lograr en cualquier equipo de manejo de sólidos al que se le pueda adaptar enchaquetado o alambrado de calentamiento o enfriamiento. El área disponible para la transferencia de calor es generalmente baja. Si los sólidos se mueven lentamente, el coeficiente del lado de los sólidos se puede determinar a partir de la siguiente correlación (Towler & Sinnott, 2013).

$$h = 0.813 * \frac{k}{D_T} e^{-\frac{6d_p}{D_T}} * \left(\frac{d_p G}{\mu} \right)^{0.90} \quad \text{para } \frac{d_p}{D_T} < 0.35$$

$$h = 0.125 * \frac{k}{D_T} * \left(\frac{d_p G}{\mu} \right)^{0.75} \quad \text{para } 0.35 < \frac{d_p}{D_T} < 0.60$$

Donde h es el coeficiente de transferencia de calor, k es el coeficiente de conductividad térmica del fluido, dp es el diámetro de partícula, Dt es el diámetro del equipo, G es el flux de masa, y μ es la viscosidad del fluido (Towler & Sinnott, 2013).

Lecho fluidizado

Una característica de los lechos fluidizados es una alta tasa de transferencia entre el fluido y la superficie inmersa. La temperatura en un lecho fluidizado es uniforme a menos que la circulación sea impedida. El flujo de calor gas a partícula es tan rápido que es una consideración menor. Transferencia de calor en los puntos de contacto de partículas es despreciable y la transferencia por radiación es pequeña debajo de 600°C. El comportamiento de la transferencia de calor es importante, en las paredes del contenedor donde se determinan las magnitudes de pérdidas térmicas con los alrededores (Couper, 2010).

Figura 1. Cuadro de correlaciones de coeficientes de transferencia de calor, en lechos fluidizados.

TABLE 17.20. Heat Transfer Coefficients in Fluidized Beds ^a	
<p>1. At vertical tubes (Vreedenburg, 1960):</p> $[h(D - d_i)/k_g](d_i/D)^{1/3}(k_g/C_s\mu_g)^{1/2} = C[u(D - d_i)\rho_s/\mu_g]^n$ <p>Conditions:</p> $\rho_s d_s u / \mu_g < 2050,$ $\begin{cases} \rho_s u(D - d_i) / \mu_g < 2.4 \times 10^5, C = 2.7 \times 10^{-16}, n = 3.4 \\ \rho_s u(D - d_i) / \mu_g > 2.4 \times 10^5, C = 2.2, n = 0.44 \end{cases}$ $[h(D - d_i)/k_g](d_i d_s k_g / [(D - d_i)C_s \mu_g]^{1/3}) = C[u(D - d_i)g^{0.5} d_s^{1.5}]^n$ <p>Conditions:</p> $\rho_s d_s u / \mu_g > 2550,$ $\begin{cases} u(D - d_i)g^{0.5} d_s^{1.5} < 1070, C = 1.05 \times 10^{-4}, n = 2.0 \\ u(D - d_i)g^{0.5} d_s^{1.5} > 1070, C = 240, n = 0.8 \end{cases}$ <p>For off-center locations, the factor C is multiplied by C_o which is given in terms of the fractional distance from the center by</p> $C_o = 1 + 3.175(r/R) - 3.188(r/R)^2$	<p>2. At vertical tubes, see the correlation of Wender and Cooper on Figure 17.17(a)</p> <p>3. At horizontal tubes (Vreedenburg, loc. cit.; Andeen and Glicksman, ASME Paper 76-HT-67, 1976):</p> $(hd_i/k_g)(k_g/C_s\mu_g)^{0.3} = 0.66[\rho_s d_s u(1 - \epsilon)/\mu_g]^{0.44},$ $\rho_s d_s u / \mu_g < 2500$ $(hd_i/k_g)(k_g/C_s\mu_g)^{0.3} = 900(1 - \epsilon)(d_i u \mu_g / d_s^2 \rho_s g)^{0.326},$ $\rho_s d_s u / \mu_g > 2550$ <p>4. At vessel walls, see Figure 17.17(b) for the correlation of Wender and Cooper.</p>
<p>^a Notation: Subscript s for solid, subscript g for gas, d_i = tube diameter, D = vessel diameter, g = acceleration of gravity.</p>	

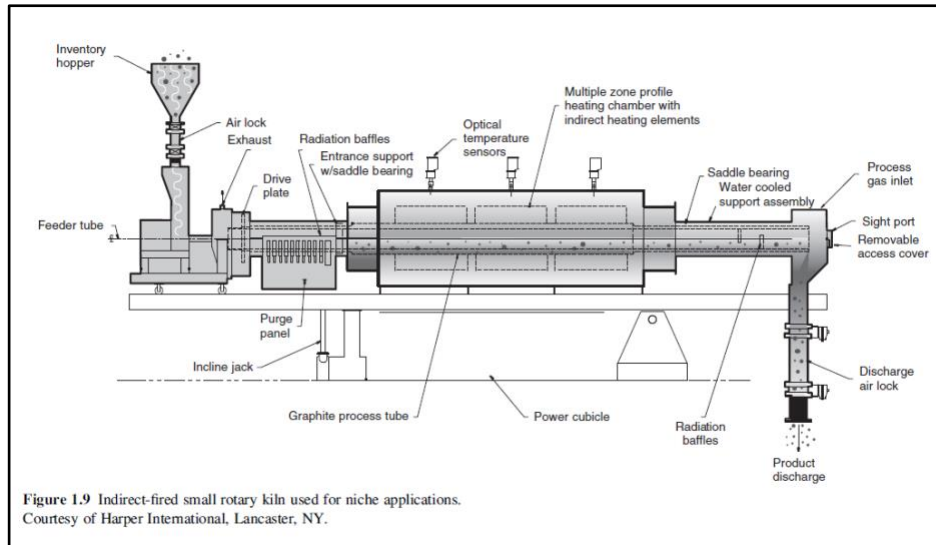
Fuente: Couper *et al.* Chap. 17 Chemical Reactors pp 638 (2010)

Hornos rotatorios

Hay de diferentes formas y tamaños, pero la mayoría consisten en contenedores cilíndricos rectos con variaciones. Estos hornos pueden estar equipados con levantadores o formas internas que aumentan el tiempo de residencia del material en el equipo, el mezclado y la transferencia de calor. Esto se logra a través del mecanismo de renovación de superficie. Los hornos de secado corto se encuentran entre 15-75m de longitud, y funcionan con materiales casi calcinados. Los de calentamiento indirecto, tienen una eficiencia térmica menor, son pequeños y miden hasta 1.3m en diámetro (Boateng, 2016).

Una característica única de los hornos rotatorios calentados indirectamente es una compartimentalización de múltiples zonas de control de temperatura, las cuales se pueden calentar de diferentes manetas. Estas zonas pueden facilitar tiempos de residencia definidos y atmósferas controlables para materiales inflamables. Aplicaciones comunes involucran calcinación, reducción, oxidación controlada, reacciones de estado sólido, y purificación. Una descripción de estos se muestra en la siguiente figura (Boateng, 2016).

Figura 2. Esquema de un horno rotatorio calentado indirectamente. Equipo de manejo de sólidos con calentamiento



Fuente: Botaeng *et al.* Cap. 1 The Rotary Klin Evolution and Phenomenon pp 10 (2016)

F. Síntesis de materiales zeolíticos para aprovechamiento de la sílice en la ceniza de cascarilla de arroz

Las zeolitas son materiales de ocurrencia natural o sintética, cristalinos; formados por silicio, aluminio, oxígeno y otros elementos (Wang *et al.*, 1998). La investigación respecto a zeolitas y sus propiedades datan de 1919, con libros como *Mineral Deposits* de McGraw-Hill, donde se explora sus propiedades similares a las del carbón activado y su capacidad singular para realizar separaciones de alta selectividad. Además, es entonces cuando se comienza a teorizar respecto a su formación en la naturaleza y la posibilidad de su síntesis, debido a la alta dispersión de estos materiales en el suelo (Waldemar, 1933).

La exploración de la síntesis de zeolitas data de mediados del siglo XX con las publicaciones pioneras de Barrer en 1948 y el desarrollo de múltiples patentes en aplicaciones de hidrocrackeo, reformación, membranas de intercambio iónico y otros (Barrer, 1948). Desde entonces se han desarrollado diversos métodos y evaluado los efectos de las condiciones de síntesis en las propiedades de la zeolita formada, siendo la materia prima sílica de fuentes químicas (Bajpai *et al.*, 1978). Desde entonces se exploraron diversas fuentes que fuesen de bajo costo, abundantes y de alto contenido de sílice para la síntesis de materiales zeolíticos, cumpliendo la cascarilla de arroz

con estas características. En 1981 Bajpai sintetiza por primera vez modernita, un tipo de zeolita, usando como fuente única de sílice la ceniza de cascarilla de arroz, obteniendo propiedades muy similares a la modernita sintetizada a partir de fuentes químicas de sílice y con algunas ventajas en la síntesis (Bajpai *et al.*, 1981).

En la actualidad se ha logrado sintetizar diferentes tipos de zeolitas partiendo de diferentes materias primas y a través de diferentes rutas sintéticas, siendo la aplicación deseada el factor determinante en el tipo de zeolita y su naturaleza. Se han estudiado diversas síntesis y se ha establecido que los factores determinantes en el tipo de zeolita y sus características son los presentes en el siguiente cuadro (Jacobs & Martens, 1987; Suresh & Sundaramoorthy, 2015; Wang *et al.*, 1998).

Cuadro 2. Factores de síntesis y su efecto en el material zeolítico producto.

Factor	Efecto en el material zeolítico sintetizado
Reactivos/ Proporción inicial de reactivos.	Es determinante en el tipo de zeolita a sintetizar puesto que se relaciona directamente con la constitución atómica y estructura cristalina del producto final.
pH de síntesis	Tiene un impacto directo en el arreglo cristalino de la zeolita a formar, ya que determina la abundancia de ciertas especies en solución y la tasa de cristalización.
Recipientes de reacción	El uso de recipientes de borosilicatos no es adecuado, ya que al trabajarse en condiciones alcalinas puede afectar la razón de Si/Al en solución. Se recomienda utilizar reactores de acero inoxidable y almacenar en contenedores plásticos.
Maduración previa a síntesis	Dependiendo el tipo de síntesis y el tipo de zeolita puede ser fundamental el paso de maduración, ya que permite obtener mejores rendimientos. Esto ocurre por la formación de núcleos de cristalización.
Agitación	Determinante en la velocidad de nucleación puesto que afecta en el número de colisiones efectivas. Puede mejorar el fraccionamiento de cristales e incrementar área superficial, no obstante, en algunos casos altas velocidades de agitación pueden favorecer cocrystalizaciones de productos no deseados y reducir la pureza del material zeolítico deseado.
Nucleación y crecimiento de cristales	Pueden ser agregadas semillas de la zeolita deseada o de otro tipo de zeolita para mejorar los rendimientos a obtener, al formar superficies donde se promueve la cristalización.
Calentamiento y presión	El proceso de calentamiento determina la naturaleza del material zeolítico ya que algunas zeolitas son estados metaestables, por lo que calentar de más puede favorecer la cristalización de una zeolita no deseada y el no calentar lo suficiente la no formación del producto objetivo. La presión afecta de la misma manera que el calentamiento, aunque con un efecto menor en el producto final.
Tiempos de reacción	La síntesis de zeolitas obedece la ley de Ostwald de transformaciones sucesivas, por lo que los primeros productos formados son los menos termodinámicamente estables y son reemplazados posteriormente por otros más estables. Por lo tanto, en ciertas condiciones existen tiempos específicos para la formación mayoritaria de un tipo de zeolita y fuera de ellos se favorezcan otras.

Entre los estudios realizados de síntesis de zeolitas a partir de ceniza de cascarilla de arroz se ha buscado satisfacer diferentes necesidades, acorde a lo cual se han sintetizado zeolitas específicas y se han evaluado acorde a diferentes parámetros. Algunos de los pasos en común en todas las síntesis de zeolitas, es la calcinación para la remoción de material orgánico, el tratamiento ácido y la formación de gel como medio para la síntesis. En el cuadro a continuación se presentan síntesis de zeolitas a partir de ceniza de cascarilla de arroz reportadas por diferentes estudios y su aplicación destinada (Jacobs & Martens, 1987; Mishra *et al.*, 2013; Xiao *et al.*, 2016; Xu, 2007).

Cuadro 3. Estudios de síntesis de zeolitas a partir de ceniza de cascarilla de arroz, condiciones de síntesis y aplicaciones reportadas en diferentes publicaciones.

Estudio	Tipo de zeolita	Síntesis	Aplicaciones
Bajpai, P. K., Rao, M. S., & Gokhale, K. V. G. K. (1981).	Modernita	135-165 °C 12-24h	Catálisis orgánica, síntesis de otras zeolitas y remoción de amonio en agua.
Chareonpanich, M., Namto, T., Kongkachuichay, P., & Limtrakul, J. (2004).	ZSM-5	150-210 °C 6h-2días 4 bar	Catálisis orgánica, membrana de intercambio de protones, craqueo catalítico, tratamiento de aguas residuales.
Dalai, A. K., Rao, M. S., & Gokhale, K. V. G. K. (1985).	NaX	90-120 °C 6h	Remoción de amonio, separaciones orgánico/orgánico, adsorción y catálisis.
Foletto, E. L., Castoldi, M. M., De Oliveira, L., Hoffmann, R., & Jahn, S. L. (2009).	Zeolita A	100 °C 6h	Tratamiento de aguas residuales, captura de calcio, deshidrataciones y membranas de intercambio iónico.
Prasetyoko, D., Ramli, Z., Endud, S., Hamdan, H., & Sulikowski, B. (2006).	Zeolita Beta	150 °C 2 días	Catálisis química, epoxidación, acilación y membranas de intercambio iónico.
Ramli, Z., Listiorini, E., & Hamdan, H. (1996).	Zeolita Y	90 °C 6 días	Remoción de amoniaco, reformado y craqueo catalítico.
Sundari, C. D. D., Setiadji, S., Rohmatullah, Y., Sanusi, S., Nurbaeti, D. F., Novianti, I., ... Ivansyah, A. L. (2018).	Zeolita L	170 °C 24h	Adsorción y tratamiento de aguas.
Wang, H. P., Lin, K. S., Huang, Y. J., Li, M. C., & Tsaur, L. K. (1998).	ZSM-48	1000 K 48h	Craqueo, reformado y catálisis en petróleo.

G. Análisis de varianza

El análisis de varianza es una herramienta para el diseño y elaboración de experimentos que permite hacer inferencias poblacionales a través del estudio de datos muestrales recolectados de manera aleatoria. Estos tipos de métodos que emplean un estadístico de prueba práctico y sencillo para la comparación de poblaciones caen dentro de la categoría general de anova (analysis of variance por sus siglas en inglés). (Anderson *et al.*, 2011; Skoog, 2015)

El análisis de varianza ayuda a detectar diferencias entre las poblaciones con la comparación de las varianzas de las poblaciones. De manera que para comparar las poblaciones se proponen las siguientes hipótesis nula y alternativa. (Anderson *et al.*, 2011; Skoog, 2015)

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \dots = \mu_i$$

$$H_a: \text{no todas las } \mu_i \text{ son iguales}$$

A través de este procedimiento estadístico se determina si las diferencias observadas entre las medias muestrales son lo suficientemente grandes para rechazar H_0 . La determinación se realiza por comparación de las variaciones entre los niveles de un factor con las variaciones en un mismo nivel de factor. (Anderson *et al.*, 2011; Skoog, 2015)

Para aplicar la metodología del análisis de varianza se requiere hacer algunos supuestos para el desarrollo de los cálculos. Primero, para todas las poblaciones la variable respuesta es de distribución normal. Segundo, la varianza de la variable de respuesta es la misma para todas las poblaciones. Tercero, las observaciones del experimento son independientes entre sí. (Anderson *et al.*, 2011)

El procedimiento del ANOVA consiste en realizar dos estimaciones independientes de la varianza poblacional considerando que H_0 es verdadera. Una estimación se hace con la variación entre las medias muestrales mismas y la otra en la variación entre los datos dentro de cada muestra. Comparando ambas estimaciones se

determina si las medias poblaciones son iguales o significativamente diferentes. (Anderson *et al.*, 2011; Dowdy *et al.*, 2004)

H. Reacciones en sistemas heterogéneos

En los casos de los sistemas con más de una fase se observan dos factores que normalmente hacen complejo en análisis de la cinética de reacción. Primero, la velocidad de reacción es un parámetro complejo de determinar, y segundo, el modo de contacto modifica significativamente el mecanismo de transferencia de masa y por lo tanto el análisis del sistema de dos fases. (Levenspiel, 2012)

El establecimiento de modelos cinéticos para estas cinéticas, dependen de las áreas de contacto entre las fases, las resistencias a la transferencia de materia, la velocidad de reacción sobre el área de contacto, la velocidad de reacción dentro de cada fase, los efectos térmicos, presión, y varias otras condiciones. Por lo tanto, estos modelos requieren de controles experimentales más complicados, y en virtud de eso se prefieren los modelos simples y razonables que modelos más precisos y detallados que no representen los esquemas de contacto existentes. (Levenspiel, 2012)

V. METODOLOGÍA

A. Muestreo de ceniza

1. Establecer la frecuencia de muestreo semanal.
2. Contar con equipo necesario para muestreo.
3. Preparar bolsas o contenedores para guardar la muestra.
4. Consultar condiciones promedio de caldera durante la visita ese día .
5. Aleatorizar el número de sacos y tomar dos muestras de 10 sacos (5% de Incertidumbre).
6. De cada muestra tomar una porción de 25.0g (5% de Incertidumbre y sellarse herméticamente en una bolsa.
7. Se repitió por uno de los 10 sacos aleatorizados.
8. Etiquetar la muestra.
9. Mezclar muestra por 30 minutos a 1 hora.
10. Almacenar en un lugar fresco y seco, y enviar a análisis
11. Registrar y anotar observaciones importantes de cada día de muestreo.
12. Muestrear un día aleatorio a la semana por doce semanas.
13. En la última de las visitas recolectar una muestra adicional de cascarilla de arroz de la línea de proceso para tener el material de referencia.

Nota: base de trabajo 6,250 kg/día (250 sacos/día)

B. Caracterización

1. Identificar correctamente cada muestra.
2. Realizar una muestra representativa de trabajo. De las doce muestras recolectadas tomar porciones de 30-50 g aproximados.
3. Verter en una cubeta previamente limpia y seca.
4. Mezclar manualmente con una paleta de madera las 12 muestras de ceniza por 30 minutos.
5. Esta se convertirá en la muestra inicial de trabajo, porque no se observaron variaciones significativas en el color aparente de las cenizas y las condiciones de operación de la caldera durante la etapa de muestreo.
6. Realizar un documento que almacene toda la información de esa muestra junto con los valores registrados de sus propiedades.
7. Determinar densidad de bulto y granulometría, y devolver porción a muestra. En el departamento de Ingeniería Química de la UVG.
8. Separar 100 g de la muestra inicial para análisis.
9. Determinar el espectro FTIR.
10. Realizar análisis elementales (FRX), cristalinidad (DRX), y de combustión (TGA) en un laboratorio externo.

C. Análisis de tratamiento térmico

1. Al finalizar las semanas de muestreo.
2. Tomar una muestra de 10-15 g de cada día de muestreo y una muestra de la mezcla de los doce muestreos.
3. Mezclar todas las muestras de 30 a 60 minutos para homogeneizar.
4. Almacenar la mezcla anterior en bolsas transparentes de 25 libras. Estas serán las muestras a calcinar.
5. Pesar 10g de una de las bolsas anteriores sobre un o dos crisoles o cerámicos para mufla.
6. Registrar masa inicial, y masa de porcelana vacía.
7. Colocar las muestras en una bandeja para transporte.

8. Precalentar mufla a temperatura deseada.
9. Ingresar la/s muestra/s.
10. Calentar a las temperaturas, y el tiempo de residencia, de acuerdo con el cuadro que se muestra a continuación. Seguir el siguiente código para referirse a las muestras

Temperatura (°C)	Tiempo (min)	Código
350	60	C35060
350	120	C35120
350	150	C35150
350	180	C35180
350	240	C35240
350	270	C35270
450	60	C45060
450	120	C45120
450	150	C45150
450	180	C45180
450	240	C45240
450	270	C45270
550	60	C55060
550	120	C55120
550	150	C55150
550	180	C55180
550	240	C55240
550	270	C55270
650	60	C65060
650	120	C65120
650	150	C65150
650	180	C65180
650	240	C65240
650	270	C65270

11. Los primeros dos números del código corresponden a la temperatura del tratamiento seguido de tres números que indican los minutos de calcinación. C35160 corresponde a 350°C y 120 minutos correspondientemente.
12. Apagar la mufla y dejar que la temperatura descienda.
13. Cuando la muestra esté por debajo de los 50°C se puede retirar de la mufla.
14. Dejar enfriar por 15 minutos.
15. Pesar la porcelana y registrar la masa final de ceniza y porcelana junta.
16. Determinar el porcentaje de pérdida de masa.
17. Almacenar la muestra en bolsas y sellarlas herméticamente.
18. Identificar según el número de corrida, y según el código identificado en el cuadro anterior.
19. Almacenar las muestras en una caja alejada de la luz y de humedad.
20. Realizar cada conjunto de prueba en duplicado.
21. Contrastar los resultados de la calcinación con los resultados de termogravimetrías en los casos en los que sea posible.

D. Establecimiento de las bases de diseño

1. Durante las visitas realizar investigación con la administración, ingenieros, y operarios acerca de la cantidad de ceniza producida de la combustión.
2. Estimar la ceniza producida diariamente para poder realizar el balance de masa a tratar.
3. Con los resultados de las calcinaciones realizar isotermas de la pérdida de masa en función del tiempo, y aplicar análisis de varianza para establecer la temperatura adecuada de calcinación de la ceniza.

4. Analizar los resultados de las termogravimetrías para determinar el porcentaje de carbono residual a quemar con la operación del horno que se propondrá.
5. Analizar e interpretar los gráficos de pérdida de masa como cinéticas de calcinación con transferencia de calor convectiva.
6. Proponer los rangos de operación del horno, y seleccionar el tipo.
7. Estimar el tiempo de residencia a partir de consideraciones del tipo de horno a proponer.
8. Revisar información y proponer horno.

E. Selección de tipo de horno y propuesta de diseño

1. Comparar diferentes modos de transferencia de calor y modelo de contacto de hornos rotatorios para manejo de sólidos.
2. Escoger el tipo de horno adecuado para cumplir con los requerimientos térmicos de las bases de diseño, y que se pueda manejar el flujo de masa total de ceniza.
3. Realizar el balance de masa y determinar el requerimiento de combustible, vapor, aire, o electricidad. Según sea necesario.
4. Proponer el modo de operación del horno.
5. Elaborar un diagrama de flujo del sistema propuesto.
6. Desarrollar una ficha técnica con los requerimientos del horno determinados con las metodologías anteriores.

VI. RESULTADOS

Cuadro 4. Composición porcentual de elementos principales en cascarilla de arroz, cenizas de cascarilla de arroz, y cenizas producidas con en los tratamientos térmicos, determinadas con Fluorescencia de Rayos X (XRF).

Muestra**	Al ₂ O ₃	CaO	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	MnO	P ₂ O ₅	SiO ₂	TiO ₂	LOI*
Cascarilla	0.34	0.29	0.06	0.20	0.06	0.04	0.04	16.98	0.01	83.15
C00000	0.26	0.30	0.26	0.72	0.09	0.11	0.05	43.14	0.04	55.88
C35240	0.31	0.82	1.16	1.54	0.27	0.25	0.13	92.81	0.09	3.93
C65240	0.26	0.66	1.15	1.63	0.28	0.26	0.14	95.01	0.09	1.85

* Pérdida de masa al fuego a temperatura de 950°C, se aproxima a porcentaje de volátiles.
 ** Valores expresados como porcentajes máxicos (% m/m)

Figura 3. Curva del análisis granulométrico realizado a las cenizas provenientes de la caldera para determinar el tamaño nominal de partícula de las cenizas. Esta curva se estableció empleando tamices Tyler estándar norma ASTM E11.

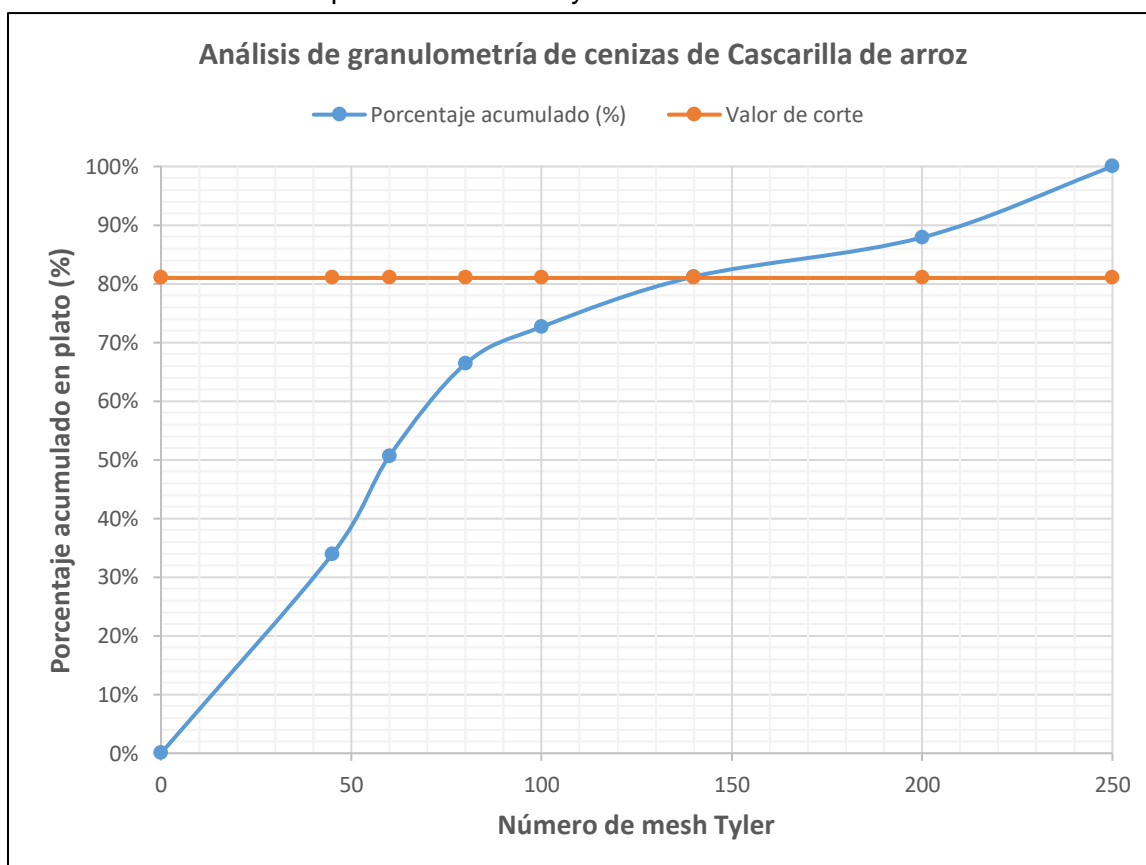


Figura 4. Espectro infrarrojo de transformada de fourier (FTIR) de las cenizas provenientes de la caldera C00000.

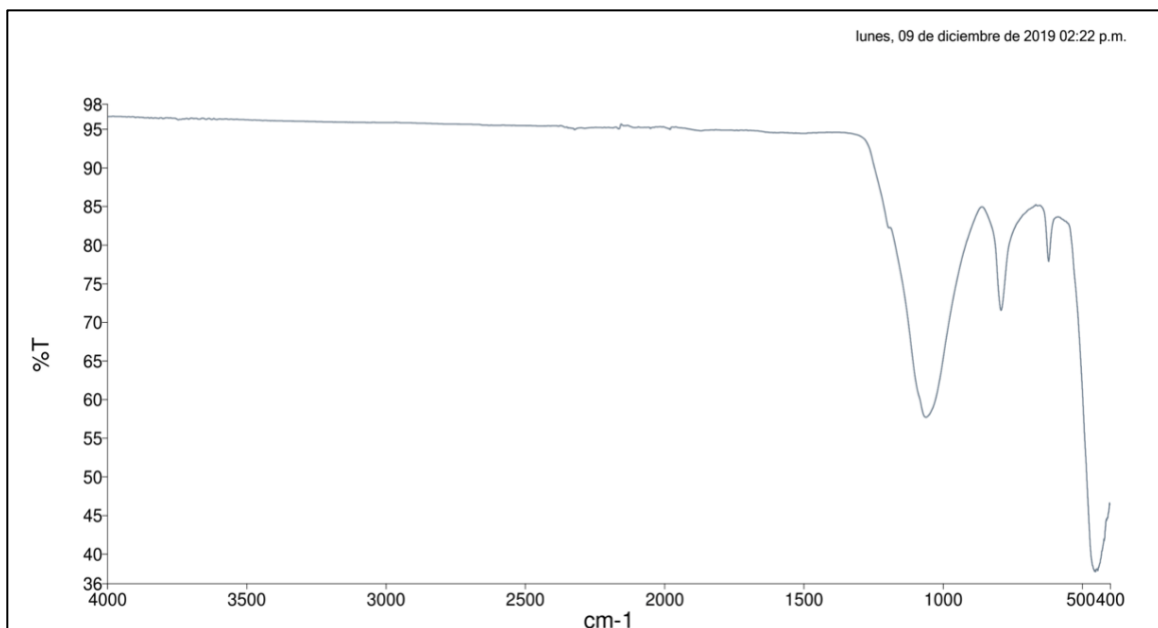
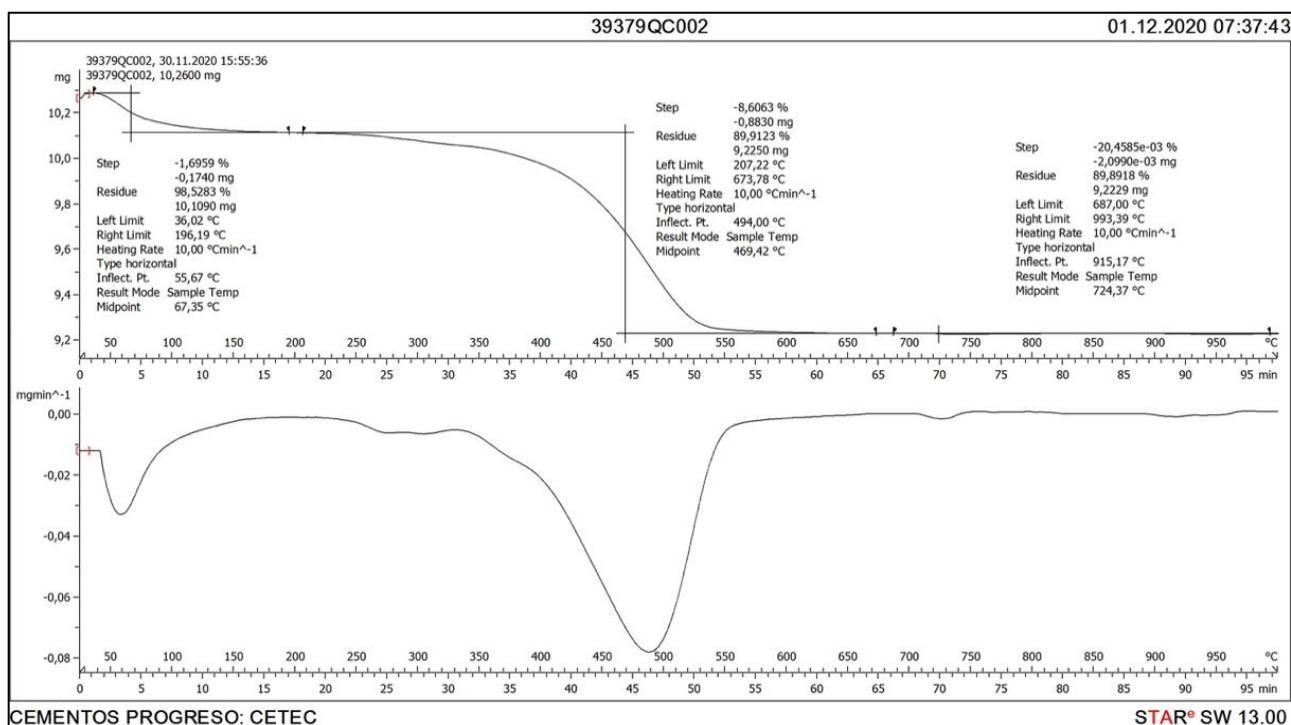


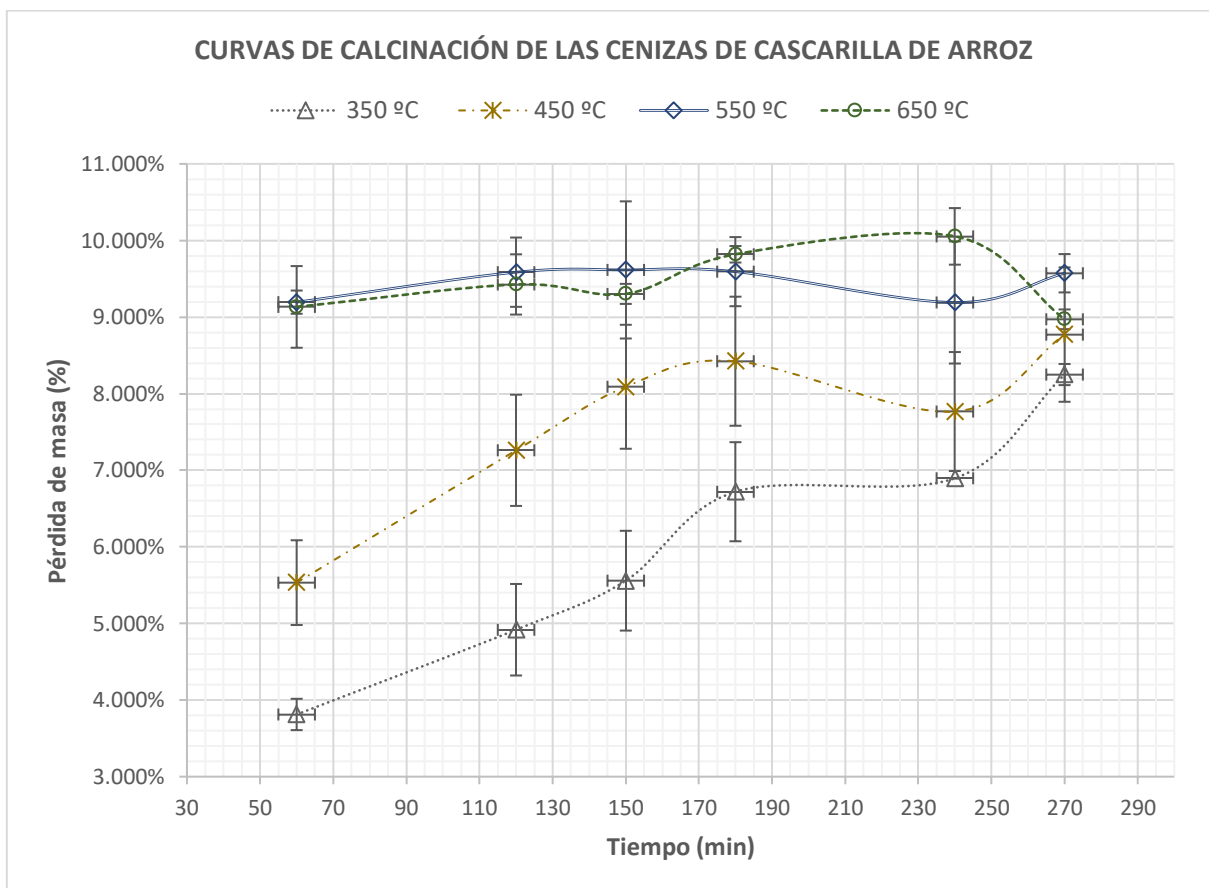
Figura 5. Termograma y gráfico diferencial de las pérdidas de masa y descomposiciones de las cenizas de cascarilla de arroz C00000 determinados en atmósfera inerte de nitrógeno desde 36°C a 1000 °C.



Cuadro 5. Propiedades determinadas de las cenizas provenientes de la caldera C00000.

Propiedad	Valor
Humedad (% m/m)	1.70
Tamaño de partícula (mm)	0.106
Color	Negro oscuro
Densidad de bullo (kg/m ³)	290 - 261
Pérdida en ignición (% m/m)	55.88
Contenido de Silice SiO ₂ (% m/m)	43.14
Contenido de Silice Si (% m/m)	20.17

Figura 6. Curvas promedio de la pérdida de masa por calcinación de la ceniza de cascarilla de arroz C00000 a diferentes temperaturas y tiempos de calcinación.



Cuadro 6. Bases de diseño determinadas para la selección y propuesta de un horno para la calcinación de cenizas C00000.

Parámetro	Valor
Temperatura de operación (°C)	550 - 600
Densidad de bulto de la ceniza (kg/m ³)	290 - 261
Humedad (% m/m)	1.70
Carbono aproximado (% m/m)	9-12
Tiempo máximo de retención en modo batch (min)	150
Flujo de ceniza máximo (kg/día)	6,250
Flujo de ceniza máximo (kg/h)	781

Figura 7. Esquema de proceso propuesto para la calcinación de las cenizas provenientes de la caldera con un horno vertical de llama directa.

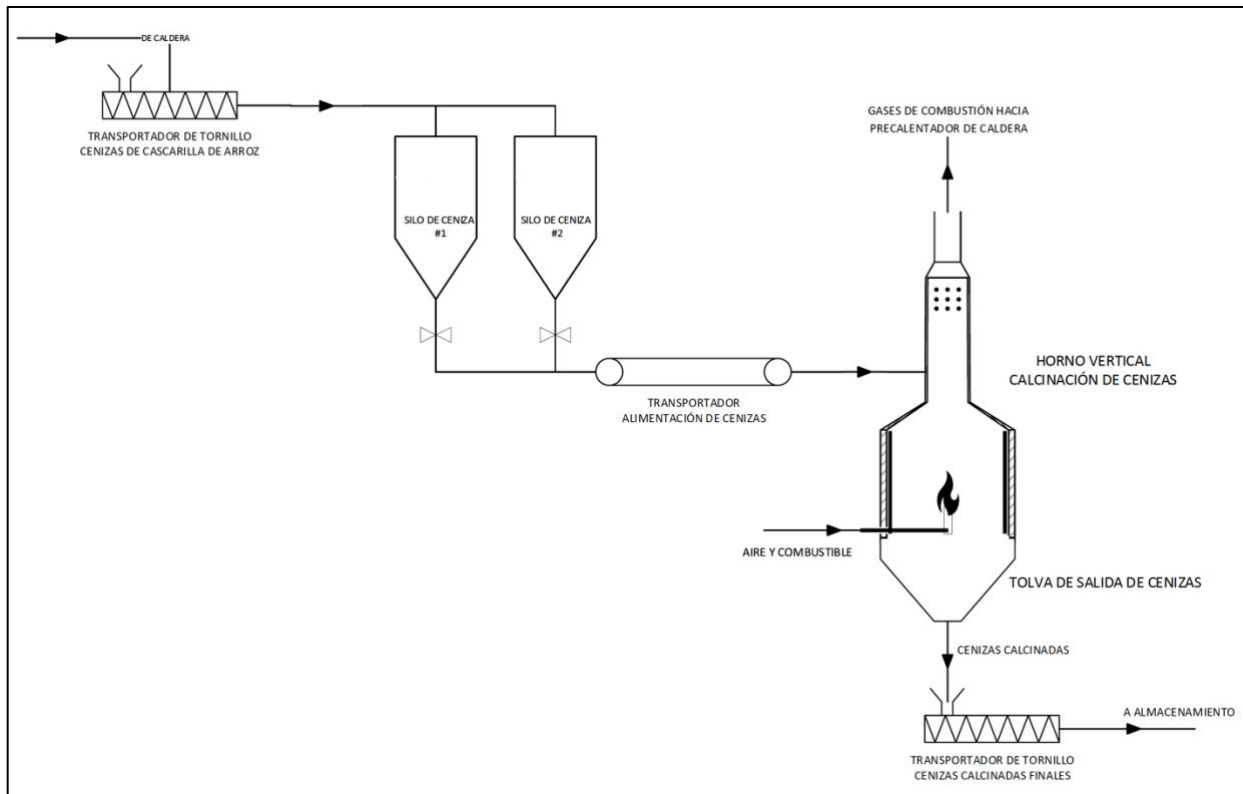
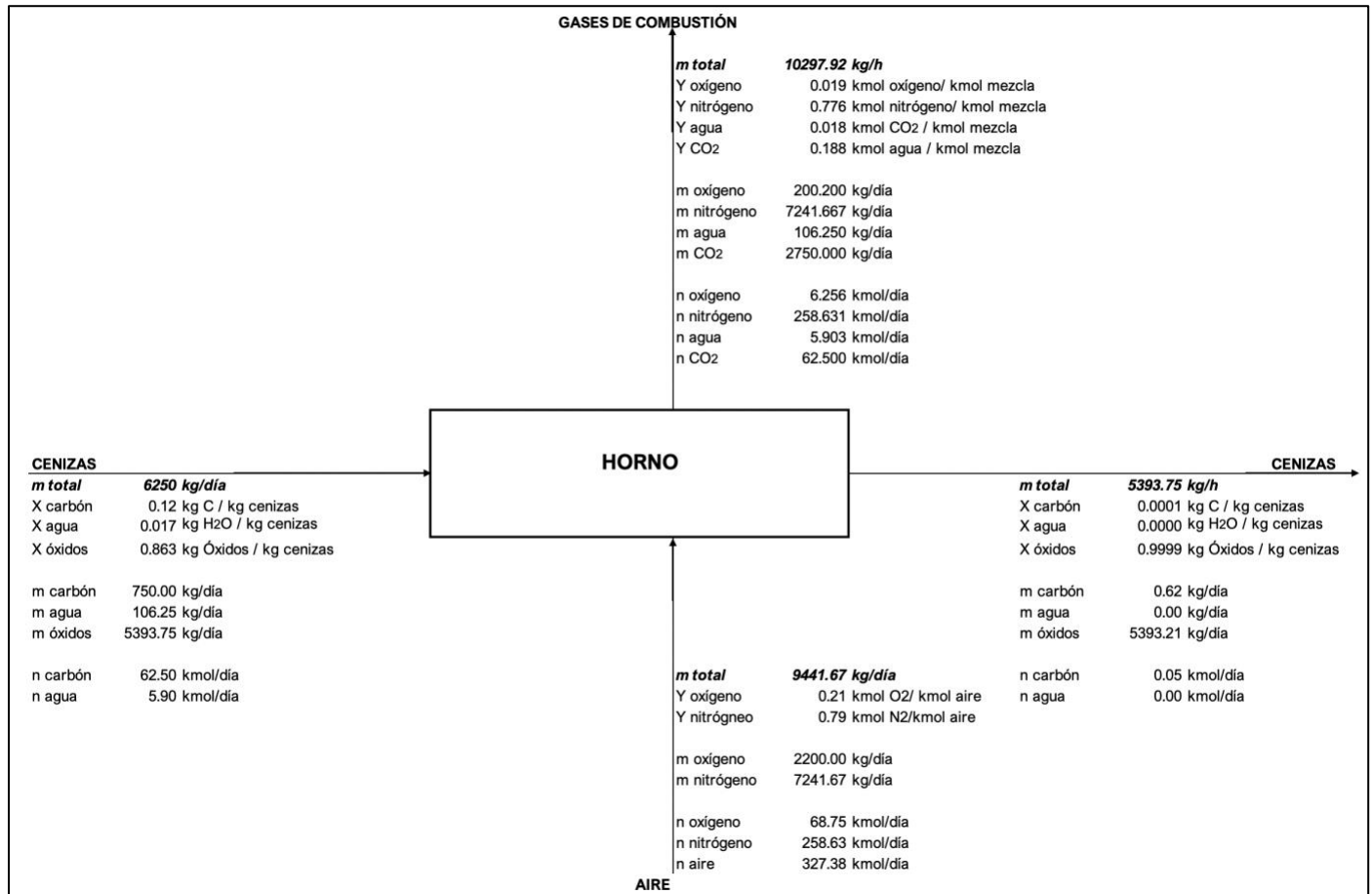


Figura 8. Balance de masa de la combustión de las cenizas caracterizadas bajo las condiciones propuestas en las bases de diseño.



Cuadro 7. Balance de energía de la operación de calcinación de las cenizas C00000 en correspondencia del balance de masa anterior.

Identificación	Flujo de calor (kJ/día)
Evaporación de humedad	390,602.94
Combustión del carbon	- 24,594,312.50
Calentamiento de aire	5,755,483.72
Calentamiento de cenizas	3,793,626.21
Calor total	- 14,654,599.63

Nota: Debido a la convención de signos el flujo negativo indica que la energía neta sale del horno

Figura 9. Ficha técnica del horno vertical de llama para calcinación de las cenizas C00000 elaborada a partir de las bases de diseño y balances de masa y energía determinados.


		HORNO PARA CENIZAS DE CASCARILLA DE ARROZ		<i>Propuesta de un horno de cenizas de cascarilla de arroz para aumentar su contenido de sílice</i>			
				Hoja	1	de	3
		Fecha de elaboración	15/01/21	Fecha de última revisión	2/03/21		
UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA, QUÍMICA INDUSTRIAL, Y BIOTECNOLOGÍA INDUSTRIAL TRABAJO DE GRADUACIÓN DE BRANDON LEONEL GUERRA CASTAÑAZA		Unidades: Sistema Internacional					
Tipo de equipo: Horno para calcinación de cenizas de cascarilla de arroz Ubicación en proceso: Posterior al almacenamiento en silos de las cenizas Proceso de servicio: Planta de producción de vapor a partir de combustión de cascarilla de arroz Tipo de horno: Vertical de llama							
INFORMACIÓN DE PROCESO							
Identificación	Parámetro	Unidades	Valores		Anotaciones		
AUMENTACIÓN AL EQUIPO	Corriente No.	--	1				
	Nombre de corriente	--	Alimentación de cenizas				
	Flujo máxico total	kg/día	6250.000				
	Flujo total de agua	kg/día	106.250				
	Flujo total de carbón	kg/día	750.000				
	Flujo total de óxidos	kg/día	5393.750				
	Temperatura de alimentación	°C	25.000				
	Temperatura máxima	°C	200.000				
	Presión de trabajo	kPa	101.010				
	Capacidad calorífica	kJ/kg*°C	5.345 @25°C				
	Conductividad térmica	W/m*°C	1.600				
Densidad de bulo	kg/m3	261.000					
AIRE	Corriente No.	--	2				
	Nombre de corriente	--	Alimentación de aire				
	Flujo máxico total	kg/día	9442.000				
	Temperatura de alimentación	°C	25.000				
	Temperatura máxima	°C	100.000				
	Presión	kPa	101.020				
	Densidad	kg/m3	1.184				
	Caída de presión mínima esperada por metro de ceniza fluidizada	Pa/m	1682				
	Coefficiente de transferencia de calor del lado de los sólidos	W/m2*°C	35				
	Carga energética del proceso	kJ/h	14,654,599.63				
	Pérdidas estimadas a los alrededores	%	5				
COMBUSTIBLE	Tipo de combustible	--	Diesel				
	Flujo de combustible	kg/día	#1 REF!		Flujo estimado para arranque		
	Temperatura de alimentación	°C	25				
	Poder calorífico	kJ/kg	42600				
GASES DE COMBUSTIÓN	Flujo total	kg/día	10297.92				
	Temperatura entrada	°C	25.00				
	Temperatura salida	°C	600.00				
	CO2	% (m/m)	27.00				
	H2O	% (m/m)	< 2.00				
MATERIALES DE CONSTRUCCIÓN							
	Material de construcción de tubos	--	Acero austenítico SS321				
	Material de construcción de carcasa	--	Acero austenítico SS304				
	Material refractario	--	Cemento refractario o bloques de alta alúmina (> 70%)				
	Material refractario aislante	--	Ladrillos o cemento refractarios de caolinita				
	Temperatura máxima	°C	800.00				
	Presión máxima tubos (2" catálogo 40)	MPa	26.84				
	Presión máxima carcasa (grosor de 3.17mm)	kPa	1079.00				
	Rendimiento de fuerza	MPa	207.00				
	Temperatura de diseño	°C	600.00				
SALIDA DE CENIZAS							
	Acumulación de cenizas	m3	1				
	Ángulo de diseño de tolva	°	20-30				
	Dimensiones de tolva (superior)	m	1.96 x 1.96				
	Dimensiones de tolva (inferior)	m	0.11 x 0.11				
	Salida de cenizas	--	Transportador de tornillo sin fin hacia almacenamiento				
ANOTACIONES ADICIONALES							

Figura 9. Continuación.

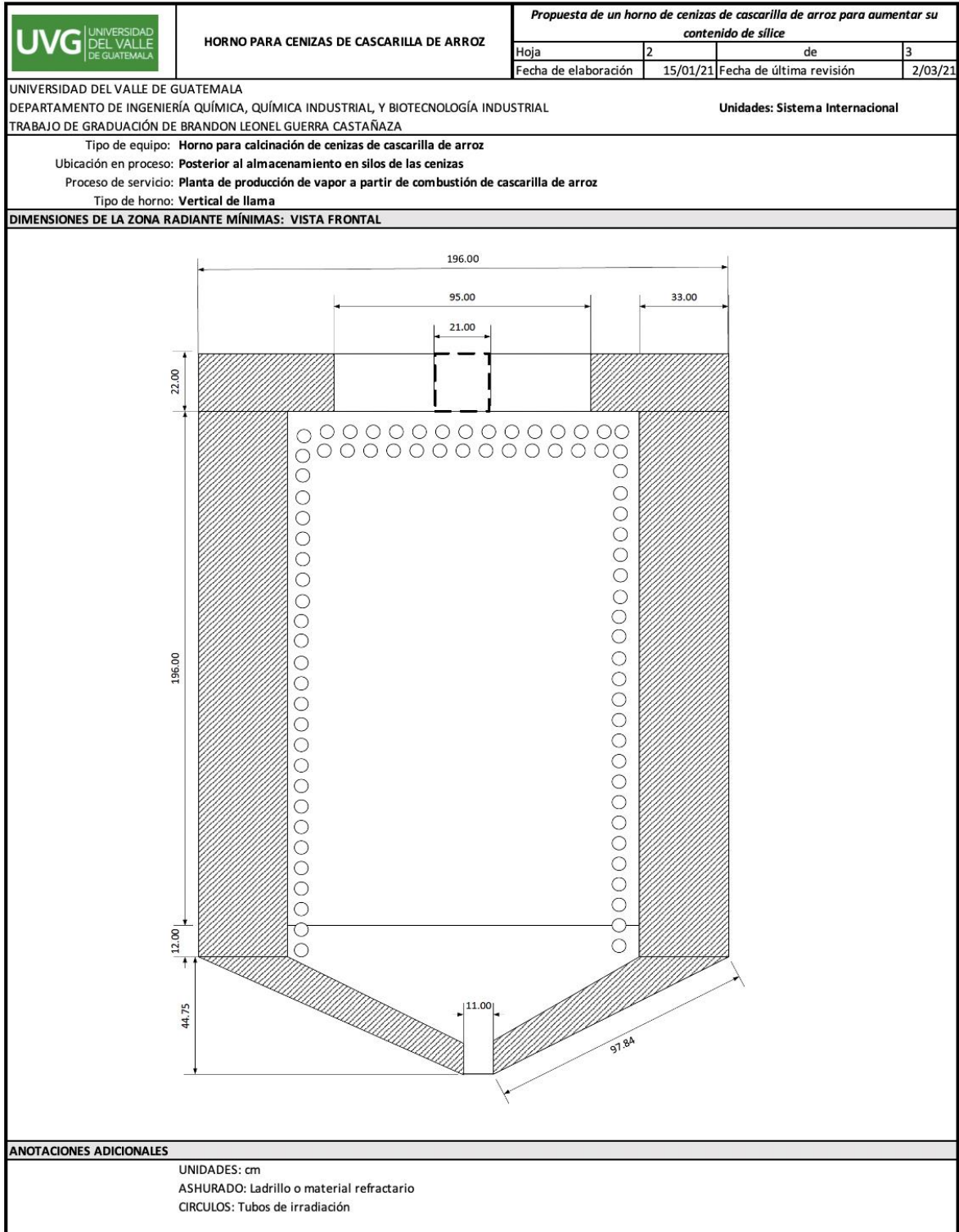
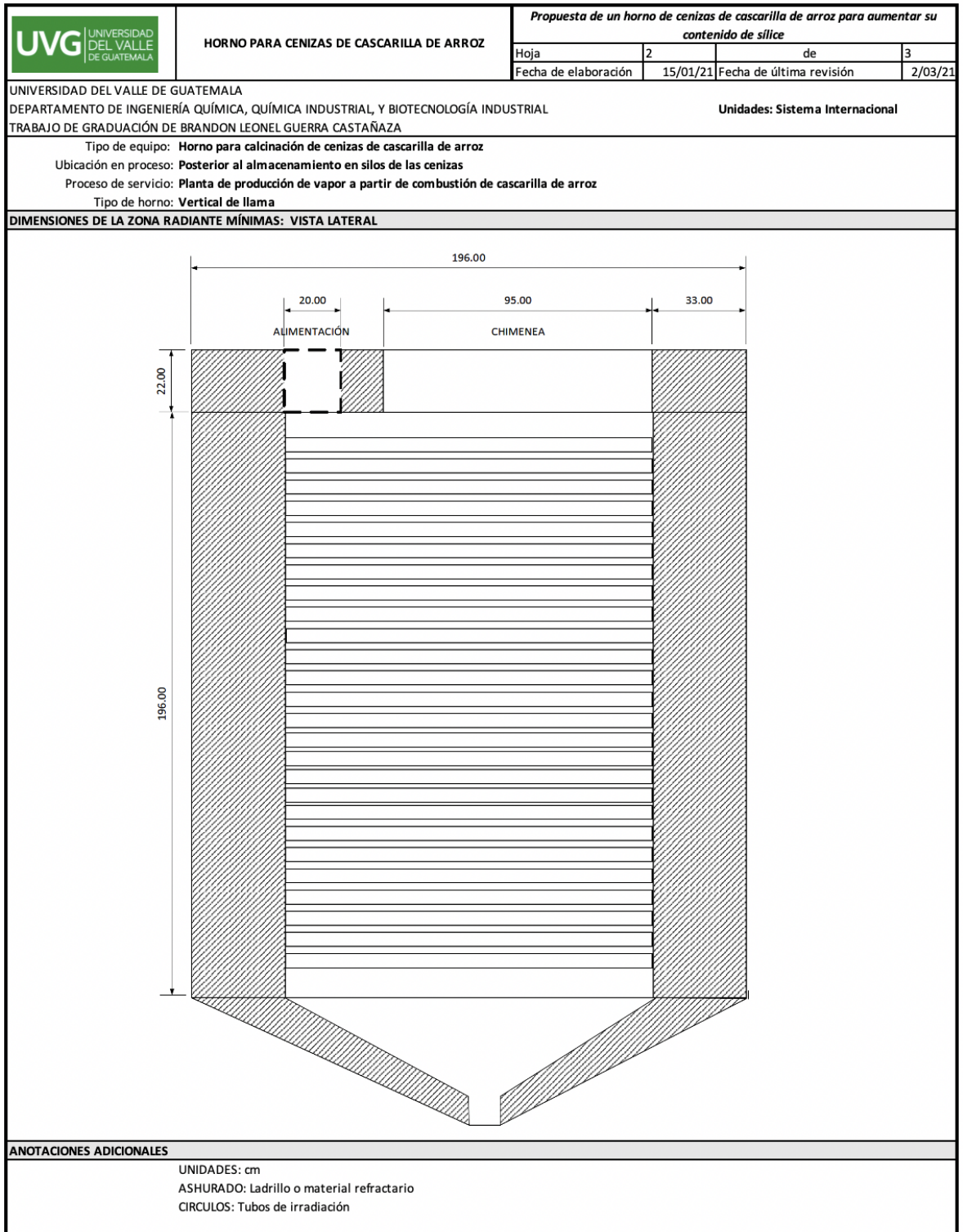


Figura 9. Continuación.



VII. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Para realizar la propuesta de un horno para el tratamiento térmico de las cenizas de cascarilla de arroz provenientes de una caldera de generación de vapor por combustión de la cascarilla y cascarilla solamente, se determinaron las principales bases de diseño, la selección del tipo de horno necesario en función de las bases, el balance de masa y energía del proceso por día de operación, un esquema de la secuencia de las operaciones necesarias para el tratamiento, y finalmente se elaboró la ficha técnica de requerimientos para el posterior diseño del horno.

El principal recurso para este trabajo fue el establecimiento de las bases de diseño, ya que estas fueron los resultados guía para el resto de objetivos establecidos. Para ello, primero se caracterizaron las cenizas de cascarilla de arroz, y algunas muestras de los tratamientos térmicos aplicados. Segundo, se realizaron varias visitas a la planta para efectuar diferentes muestreos y determinar la cantidad de cenizas a ser tratadas según el volumen en la planta de producción de arroz. Por último, se realizaron calcinaciones de las cenizas a diferentes combinaciones de temperaturas y tiempos en un horno mufla para evaluar el comportamiento de pérdida de masa. Los resultados se colocaron en los cuadros 4 al 6, y figuras 3 a 6 de la [sección V](#).

La cuantificación de los principales constituyentes de las cenizas y cascarilla de arroz se llevó a cabo por fluorescencia de rayos x (i.e. FRX o XRF), en un laboratorio externo. En el [Cuadro 4](#), se observó que los óxidos presentes en la cascarilla y sus cenizas todos correspondieron a menos del 3% del material. La cascarilla antes del proceso de generación de vapor presentó un contenido de sílice de 16.98%, el cual aumentó a 43.14% al salir de la caldera, y a partir de esto se comenzó el aumento de la concentración en este trabajo. Se identificó que hubo un aumento de casi el 50% con el tratamientos térmico por 240 minutos a 350°C a 92.81%, y más del 50% con el tratamiento por 240 minutos a 650°C, siendo mayor el último con 95.01%. La disminución en el valor de pérdida de masa “volátil” de acuerdo con la prueba de pérdida en ignición (LOI) fue más pronunciada para la temperatura mayor. Lo anterior mostró que no se necesitan condiciones severas en el horno, en comparación con hornos de incineración de altas temperaturas o calcinaciones en hornos rotatorios, ya

que la purificación del sílice es bastante significativa en una sola etapa a temperaturas por debajo de los 700°C.

Las pruebas de calcinación en un horno mufla consistieron en un sistema de transferencia de calor en el que no hay movimiento ni flujo del material particulado, de manera que la transferencia de calor (y por lo tanto la combustión de la fracción orgánica) es limitada por la convección de los muros del horno y luego por la conducción dentro de la fase de las cenizas. Por lo que se espera que estas calcinaciones a pequeña escala sean menos eficientes que la operación de un horno, y por lo tanto sirvan para establecer la temperatura adecuada de operación con un grado de sobreestimación ya que en un horno habrá mezclado de aire y de las cenizas.

A continuación, en la [Figura 3](#) se presentó el análisis de granulometría con el cual se determinó el tamaño de 0.106 mm de las cenizas C00000 tomando como valor de corte el porcentaje acumulado en platos del 81%. En adición, en el [Cuadro 20](#) se presentaron los porcentajes de masa por plato, y los valores indicaron que hay distribución significativa del tamaño de partícula, lo que se atribuyó a diferencias en la eficiencia de combustión de caldera. Este hecho contribuyó a identificar la necesidad de la etapa de combustión en horno, ya que un proceso de combustión permitirá mantener controladas las características de las cenizas.

El espectro FTIR de la [Figura 4](#) mostró 4 bandas de absorción por debajo de 1200 cm⁻¹; la región de huella dactilar. Inicialmente no se observan bandas apreciables en las regiones de absorción del carbono. Las cuatro bandas observadas corresponden a las absorciones del sistema de óxidos de sílice y de óxidos de metálicos. Debido a esto se infirió que la fracción orgánica residual se encontró unida al sílice y no unida entre sí, lo cual explicaría porque no ocurre combustión significativa a temperaturas bajas y tiempos de calcinación bajos, ya que la fracción orgánica debe desprenderse del sílice para que ocurra la separación de dióxido de carbono, agua y productos de la combustión de la fase de sílice. Lo cual representa un requerimiento energético en el proceso.

En adición, el termograma de la [Figura 5](#) devolvió dos pérdidas de masa significativas. Una de 1.70% (m/m) y otra de 8.61% (m/m). La primera se encontró por

debajo de los 100°C, por lo que se identificó como humedad en las cenizas. Debido a que los contenidos de óxidos metálicos son bajos la humedad adsorbida por los mismos también fue una fracción poco significativa. La siguiente pérdida de masa tuvo su máximo alrededor de los 500°C. Entre el primer máximo de pérdida de masa y el segundo se observó que la línea del termograma diferencial no regresa a la línea base, por lo que se consideró que la segunda pérdida significativa comenzó desde los 350°C y concluyó a los 650°C. Se validaron con esto los rangos propuestos de trabajo y se conservaron las condiciones de la metodología.

En adición al termograma de las cenizas C0000 se obtuvieron los de las cenizas C35240 en la [Figura 17](#), y las cenizas C65240 en la [Figura 18](#). Al contrastar las figuras 17 y 18 se observa que hay una diferencia significativa entre las eficiencias de remoción de la fracción orgánica a estas dos temperaturas, en el [Cuadro 4](#) el contenido de sílice aumentó aproximadamente un 3% del tratamiento de 350°C a 650°C, y para las cenizas C35240 se observó una pérdida total de masa del 3.21% mientras que para las C65240 la pérdida fue de 1.53%, pero las temperaturas a las que ocurrieron las pérdidas fueron por lo menos 100°C menores para el tratamiento de mayor temperatura que el de menor temperatura. Conforme aumentó la temperatura de calcinación las temperaturas necesarias para eliminar los contenidos volátiles remanentes fueron menores. Con todos estos valores observados experimentalmente se estimó el rango de contenido de carbono en las cenizas iniciales desde 9% hasta 12% (m/m) considerando las variaciones observadas, para que con las bases de diseño se asegure la remoción de la fracción orgánica residual.

Los parámetros determinados para el manejo de estos sólidos se resumieron en el [Cuadro 5](#). Los cuales se emplearon posteriormente para la construcción de la ficha técnica del horno propuesto. A continuación de la caracterización, y en complemento de los termogramas obtenidos, se presentó la [Figura 6](#) que contiene las curvas de pérdida de masa por calcinación de las cenizas C00000 a diferentes temperaturas y tiempos de calentamiento en un horno mufla.

Para las temperaturas de 350°C y 450°C se observa un comportamiento lineal hasta los 190 minutos de calcinación. Esta relación lineal y proporcional reveló que a estas temperaturas existe una fuerte relación entre el tiempo y la pérdida de masa. A partir

de los 190 minutos la pendiente de las curvas de pérdida de masa empieza a disminuir drásticamente, y para el tiempo de 270 minutos ambas curvas se acercan bastante con una diferencia de aproximadamente 0.50% de pérdida de masa. La sensibilidad de las curvas al tiempo de residencia de las cenizas es alta para este par de temperaturas. No obstante, las curvas de las temperaturas de 550°C y 650°C presentaron un comportamiento completamente diferente. Desde los 60 hasta los 270 minutos de calcinación, la pérdida de masa presento pendientes positivas y pequeñas. Lo que indicó que la pérdida de masa a estas temperaturas es ligeramente diferente o indiferente con el aumento de tiempo de las cenizas en el horno bajo calentamiento. De manera general de este cuadro se concluyó que la calcinación de las cenizas de cascarilla de arroz es más sensible a la temperatura.

Como resultado de estas observaciones de la sensibilidad de la pérdida de masa, se aplicó el análisis de varianza para las cuatro temperaturas observadas experimentalmente y todos los tiempos. Se usó el modelo de análisis de varianza de dos factores con más de cuatro niveles por factor, por lo tanto, para identificar las diferencias se empleó el anova de dos colas pero con evaluación diferenciada. Es decir, se evaluaron las diferencias por pares de temperaturas, para establecer con certeza estadística a partir de que temperatura y tiempo las pérdidas de masa son significativamente diferentes. Los resultados del análisis de varianza completos se detallaron en los cuadros [9](#) al [19](#).

Con el análisis diferenciado se concluyó, qué con certeza estadística, las pérdidas de masa son significativamente menores para temperaturas por debajo de 550°C, mientras que no hay diferencia estadística entre tiempo y temperatura a partir de los 550°C. Por lo tanto, con este análisis se estableció el rango de temperaturas de operación de 550 a 600°C como parte de las bases de diseño, y se propuso un tiempo de residencia en el equipo máximo de 150 minutos para la calcinación. Considerando que el mecanismo de transferencia de calor en esta metodología sería una de las situaciones menos eficientes para realizar la calcinación a nivel industrial.

Consecuentemente, con la identificación de la temperatura adecuada para la calcinación se finalizaron las bases de diseño y se colocaron en el [Cuadro 6](#). Con esto se procedió a la propuesta del horno. Las cenizas actualmente son alimentadas desde

la caldera hasta silos de almacenamiento empleando un sistema de tornillos sin fin que llevan las cenizas calientes hacia los silos de almacenamiento, desde donde son descargadas a través de válvulas y empacadas en bolsas, luego son descartadas a través de una tercera organización que da tratamiento a los desechos. En lugar, las cenizas de los silos se deben alimentar a un transportados de sólidos para que las cenizas ingresen al horno. Este orden de operaciones propuesto se ilustró en un esquema en la [Figura 7](#).

Posteriormente se desarrolló el balance de masa para la combustión de las cenizas utilizando del flujo diario establecido en las bases que tiene la planta de cenizas. Se empleó el límite superior establecido para el contenido de carbono para sobre estimar el aire de combustión, se asumió que la conversión a dióxido de carbono es completa, y se consideró un 10% de exceso de aire en exceso. Con esto se realizó una simulación para estimar el contenido de salida de gases de combustión, y la obtención de sílice de alta pureza. Los resultados de este balance se colocaron y detallaron en la [Figura 8](#), y se estimó un flujo de 5393.75 kg/día obtenidos de óxidos de alta pureza 99.99%.

Complementariamente se hizo el balance de energía con las mismas consideraciones del balance de materia, y con las funciones de capacidades caloríficas y su dependencia de la temperatura (ver cálculos de muestra). El balance de energía total, debido a la reacción de oxidación del carbono, mostró que el horno generará energía. Por lo que no habrá alto consumo de combustible después de arrancar el horno, ya que la reacción de combustión es altamente exotérmica. Los diferentes valores energéticos se enlistaron en el [Cuadro 7](#).

Por último, considerando todos los resultados previos, se seleccionó el tipo de horno vertical de llama para uso en el proceso de calcinación de los orgánicos residuales en las cenizas, ya que las condiciones de proceso no necesitan ser drásticas como para transformaciones complejas de otros materiales puzolánicos. Además, se determinaron los materiales recomendados de construcción y las presiones de diseño para las aleaciones de acero propuestas, y la información para el diseño se presentó en la [Figura 9](#).

VIII. CONCLUSIONES

1. Realizando la caracterización de las cenizas provenientes de una caldera en una planta de producción de arroz, y con el establecimiento de bases de diseño para la propuesta de un horno para disminuir su fracción orgánica y aumentar el contenido de sílice, se determinó que para la producción actual de cenizas de 6250 kg /día se debe utilizar un horno vertical de llama a una temperatura de operación de 600°C, para esta operación.
2. Del análisis del espectro FTIR y de los termogramas diferenciales de las cenizas de cascarilla de arroz, se infirió que el carbón residual en las cenizas se encuentra unido al sílice ya que no se observaron bandas asociadas a compuestos carbonados, y por lo tanto se espera una demanda energética asociada al proceso de activación de este carbón.
3. El análisis de las curvas de calcinación de las cenizas identificó que la cinética de este proceso depende fuertemente de la temperatura desde 350°C hasta 550°C, ya que para lograr eliminación de masas similares se necesitaron tiempos de retención mucho más largos a temperaturas por debajo de los 550°C, pero a partir de esta temperatura las pérdidas de masa obtenidas no son significativamente diferentes y las curvas tienen pendientes muy bajas.
4. Con el modelo de transferencia de calor empleando el horno mufla presentado en este trabajo se establecieron adecuadamente las condiciones de temperatura y tiempo en modo de operación intermitente requeridas para el proceso de calcinación de las cenizas, validadas con análisis de varianza e interpretación de sus curvas de calcinación, y se consideró cualitativamente que debido al mecanismo de transferencia de calor sin movimiento este estudio representa un caso límite útil para establecer adecuadamente las bases de diseño.

IX. RECOMENDACIONES

1. El alcance del presente trabajo fue la primera propuesta de la etapa con la que comienza el aprovechamiento de las cenizas de cascarilla de arroz, un material residual con valor aprovechable. Recomiendo que se realice un trabajo de diseño en el cuál se determinen las dimensiones y se realice la construcción de este horno para continuar desarrollando una línea de sostenibilidad en el aprovechamiento de este residuo. La planta actualmente cuenta con todos los servicios auxiliares que permitirán implementar esta etapa en el proceso final de la ceniza de manera sencilla. El área donde actualmente se manejan las cenizas cuenta con espacio disponible, los gases de combustión se pueden dirigir junto con los gases de combustión de la caldera, y no se estimó un consumo de combustible significativo en el arranque del horno.
2. Al establecer el tipo de horno y los balances de masa y energía se identificó el requerimiento de un transportador de sólidos desde los silos de almacenamiento de la ceniza para alimentar el horno. Por lo que se recomendó que se considere dentro del proceso un transportador de bandas para ingresar las cenizas al horno.
3. En adición, ultimadamente el carbono que sale en las cenizas es recurso energético desperdiciado, por lo se recomienda que se realicen estudios con mayor profundidad y alcance sobre la combustión de la cascarilla de arroz en la caldera, ya que la distribución de tamaño de partícula indica que hay un recurso energético que no se está aprovechando. Una etapa previa de disminución del tamaño de partícula constituye una operación sencilla que aumentaría la eficiencia de combustión y regularía los productos de salida de la caldera.
4. Por último se recomienda realizar una evaluación económica sobre la comercialización del sílice contenido en estas cenizas, que se investigue la situación del mercado, y se profundice con quienes han presentado interés en adquirir el material previamente.

X. BIBLIOGRAFÍA

Anderson, D. R., Sweeney, D., Williams, T. S., Peralta Rosales, L., & Ocampo Malagamba, M. E. (2011). *Estadística para negocios y economía*. <https://elibro.net/ereader/elibrodemo/39949>

Arcos, C. A., Macíaz Pinto, D., & Jorge Enrique, R. P. (2007). La cascarilla de arroz como fuente de SiO₂ Husk of rice as source of SiO₂. *Revista Facultad de Ingeniería Universidad de Antioquia*, 41, 7-20.

Bajpai, P. K., Rao, M. S., & Gokhale, K. V. G. K. (1978). Synthesis of Mordenite Type Zeolites. *Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development*, 17(3), 223-227. <https://doi.org/10.1021/i360067a009>

Bajpai, P. K., Rao, M. S., & Gokhale, K. V. G. K. (1981). Synthesis of mordenite type zeolite using silica from rice husk ash. *Industrial & Engineering Chemistry Product Research and Development*, 20(4), 721-726. <https://doi.org/10.1021/i300004a026>

Barrer, R. M. (1948). Synthesis of a zeolitic mineral with chabazite-like sorptive properties. *Journal of the Chemical Society (Resumed)*, 127. <https://doi.org/10.1039/jr9480000127>

Benesi, H. A., & Jones, A. C. (1959). An Infrared Study of the Water-Silica Gel System. *The Journal of Physical Chemistry*, 63(2), 179-182. <https://doi.org/10.1021/j150572a012>

Boateng, A. A. (2016). *Rotary kilns: Transport phenomena and transport processes*. <https://public.ebookcentral.proquest.com/choice/publicfullrecord.aspx?p=4092973>

Chandrasekhar, S., Pramada, P. N., & Majeed, J. (2006). Effect of calcination temperature and heating rate on the optical properties and reactivity of rice husk ash. *Journal of Materials Science*, 41(23), 7926-7933. <https://doi.org/10.1007/s10853-006-0859-0>

Chen, H., Wang, W., Martin, J. C., Oliphant, A. J., Doerr, P. A., Xu, J. F., DeBorn, K. M., Chen, C., & Sun, L. (2013). Extraction of Lignocellulose and Synthesis of Porous Silica Nanoparticles from Rice Husks: A Comprehensive Utilization of Rice Husk Biomass. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 1(2), 254-259. <https://doi.org/10.1021/sc300115r>

Dowdy, S. M., Wearden, S., & Chilko, D. M. (2004). *Statistics for research* (3rd ed). Wiley-

Interscience.

Farooque, K., Zaman, M., Halim, E., Islam, S., Hossain, M., Mollah, Y., & Mahmood, A. (1970). Characterization and Utilization of Rice Husk Ash (RHA) from Rice Mill of Bangladesh. *Bangladesh Journal of Scientific and Industrial Research*, 44(2), 157-162. <https://doi.org/10.3329/bjsir.v44i2.3666>

Fernandes, Iara J., Sánchez, F. A. L., Jurado, J. R., Kielling, A. G., Rocha, T. L. A. C., Moraes, C. A. M., & Sousa, V. C. (2017). Physical, chemical and electric characterization of thermally treated rice husk ash and its potential application as ceramic raw material. *Advanced Powder Technology*, 28(4), 1228-1236. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2017.02.009>

Fernandes, Iara Janaína, Calheiro, D., Sánchez, F. A. L., Camacho, A. L. D., Rocha, T. L. A. de C., Moraes, C. A. M., & Sousa, V. C. de. (2017). Characterization of Silica Produced from Rice Husk Ash: Comparison of Purification and Processing Methods. *Materials Research*, 20(suppl 2), 512-518. <https://doi.org/10.1590/1980-5373-mr-2016-1043>

Harris, D. C., & Lucy, C. A. (2016). *Quantitative chemical analysis* (Ninth edition). W.H. Freeman & Company.

Ibrahim, D. M., El-Hemaly, S. A., & Abdel-Kerim, F. M. (1980). Study of rice-husk ash silica by infrared spectroscopy. *Thermochimica Acta*, 37(3), 307-314. [https://doi.org/10.1016/0040-6031\(80\)87160-7](https://doi.org/10.1016/0040-6031(80)87160-7)

Jacobs, P. A., & Martens, J. A. (1987). *Synthesis of high-silica aluminosilicate zeolites*. Elsevier : Distributors for the U.S. and Canada, Elsevier Science Pub. Co.

Kaewkhao, J., & Limsuwan, P. (2012). Utilization of rice husk fly ash in the color glass production. *Procedia Engineering*, 32, 670-675. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2012.01.1325>

Korotkova, T., Ksandopulo, S., Donenko, A., Bushumov, S., & Danilchenko, A. (2016). Physical Properties and Chemical Composition of the Rice Husk and Dust. *Oriental Journal of Chemistry*, 32(6), 3213-3219. <https://doi.org/10.13005/ojc/320644>

Le, V. H., Thuc, C. N. H., & Thuc, H. H. (2013). Synthesis of silica nanoparticles from Vietnamese rice husk by sol-gel method. *Nanoscale Research Letters*, 8(1), 58. <https://doi.org/10.1186/1556-276X-8-58>

Levenspiel, O. (2012). *Ingeniería de las reacciones químicas*. Limusa.

McCabe, W. L., Harriott, P., & Smith, J. C. (2007a). *Operaciones unitarias en ingeniería química*. McGraw-Hill.

McCabe, W. L., Harriott, P., & Smith, J. C. (2007b). *Operaciones unitarias en ingeniería química*. McGraw-Hill.

Mishra, A., Clark, J. H., & Royal Society of Chemistry (Great Britain) (Eds.). (2013). *Green materials for sustainable water remediation and treatment*. RSC Pub.

Morris, C. G., & Academic Press (Eds.). (1992). *Academic Press dictionary of science and technology*. Academic Press.

Panpa, W., & Jinawath, S. (2009). Synthesis of ZSM-5 zeolite and silicalite from rice husk ash. *Applied Catalysis B: Environmental*, 90(3-4), 389-394. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2009.03.029>

Patnaik, P., & Dean, J. A. (2004). *Dean's analytical chemistry handbook* (2nd ed). McGraw-Hill.

Pavia, D. L., Lampman, G. M., Kriz, G. S., & Vyvyan, J. R. (2015). *Introduction to spectroscopy* (Fifth edition). Cengage Learning.

Payá, J., Monzó, J., Borrachero, M. V., Mellado, A., & Ordoñez, L. M. (2001). Determination of amorphous silica in rice husk ash by a rapid analytical method. *Cement and Concrete Research*, 31(2), 227-231. [https://doi.org/10.1016/S0008-8846\(00\)00466-X](https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00466-X)

Perry, R. H., & Green, D. W. (Eds.). (1999). *Perry's chemical engineers' handbook* (7. ed., [3. Nachdr.]). McGraw-Hill.

Ramli, Z., Listiorini, E., & Hamdan, H. (1996). Optimization And Reactivity Study Of Silica In The Synthesis Of Zeolites From Rice Husk. *Jurnal Teknologi*, 25(1), 27-35. <https://doi.org/10.11113/jt.v25.1005>

Rouessac, F., & Rouessac, A. (2007). *Chemical analysis: Modern instrumentation methods and techniques* (2nd ed). John Wiley.

Salas, A., Delvasto, S., de Gutierrez, R. M., & Lange, D. (2009). Comparison of two processes for treating rice husk ash for use in high performance concrete. *Cement and Concrete Research*, 39(9), 773-778. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2009.05.006>

Skoog, D. A. (2015). *Fundamentos de química analítica: Novena edición*. Cengage

Learning.

Skoog, D. A., Holler, F. J., Crouch, S. R., & Skoog, D. A. (2008). *Principios de análisis instrumental*. 6e. Cengage Learning Editores S.A. de C.V. <http://public.ebookcentral.proquest.com/choice/publicfullrecord.aspx?p=4641581>

Smith, J. M., Abbott, M. M., Alatorre Miguel, E., Fernández Alvarado, E., & Van Ness, H. C. (2007). *Introducción a la termodinámica en ingeniería química*. <http://www.ebooks7-24.com/?il=604>

Suresh, S., & Sundaramoorthy, S. (2015). *Green chemical engineering: An introduction to catalysis, kinetics, and chemical processes*. <http://public.ebib.com/choice/publicfullrecord.aspx?p=1594277>

Towler, G. P., & Sinnott, R. K. (2013). *Chemical engineering design: Principles, practice, and economics of plant and process design* (2nd ed). Butterworth-Heinemann.

Treybal, R. E. (1997). *Operaciones de transferencia de masa*. McGraw-Hill.

Waldemar, L. (1933). *Mineral Deposits* (4ta ed.). McGraw-Hill.

Wang, H. P., Lin, K. S., Huang, Y. J., Li, M. C., & Tsaur, L. K. (1998). Synthesis of zeolite ZSM-48 from rice husk ash. *Journal of Hazardous Materials*, 58(1-3), 147-152. [https://doi.org/10.1016/S0304-3894\(97\)00127-1](https://doi.org/10.1016/S0304-3894(97)00127-1)

Xiao, F.-S., Meng, X., & Springer-Verlag GmbH (Eds.). (2016). *Zeolites in sustainable chemistry: Synthesis, characterization and catalytic applications*. Springer.

Xu, R. (Ed.). (2007). *Chemistry of zeolites and related porous materials: Synthesis and structure*. John Wiley & Sons (Asia).

Zain, M. F. M., Islam, M. N., Mahmud, F., & Jamil, M. (2011). Production of rice husk ash for use in concrete as a supplementary cementitious material. *Construction and Building Materials*, 25(2), 798-805. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2010.07.003>

XI. ANEXOS

A. Datos originales

Cuadro 8. Datos crudos recolectados de las pruebas de calcinación en un horno mufla a los tiempos y temperaturas indicadas, según aleatorización para el análisis de varianza. Masas determinadas con una balanza analítica. Las diferentes combinaciones se repitieron según fue necesario y considerado por datos atípicos.

T = 350 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
XX	24-ago	0	0	0	0	0	0	0%
12	24-ago	60	82.7631	10.0048	92.4010	9.6379	0.3669	3.67%
13	24-ago	120	103.4458	10.0550	112.9638	9.5180	0.5370	5.34%
14	24-ago	150	93.7033	10.0050	103.1061	9.4028	0.6022	6.02%
17	28-ago	180	82.7550	10.0741	92.1982	9.4432	0.6309	6.26%
16	24-ago	240	80.5574	10.0010	89.8689	9.3115	0.6895	6.89%
18	28-ago	270	103.4400	10.0035	112.6280	9.1880	0.8155	8.15%

Cuadro 8. Continuación

T = 400 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
22	1-sep	60	103.4193	10.0952	112.8090	9.3897	0.7055	6.99%
23	1-sep	120	82.7405	10.0557	91.9782	9.2377	0.8180	8.13%
24	1-sep	150	93.6850	10.0609	102.9001	9.2151	0.8458	8.41%
19	31-ago	180	93.7003	10.0520	102.8105	9.1102	0.9418	9.37%
20	31-ago	240	82.7496	10.0230	91.8287	9.0791	0.9439	9.42%
21	31-ago	270	103.4306	10.0045	112.4735	9.0429	0.9616	9.61%

Cuadro 8. Continuación

T = 450 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
28	7-sep	60	80.3748	10.0045	89.9725	9.5977	0.4068	4.07%
29	7-sep	120	80.5520	10.0210	89.9515	9.3995	0.6204	6.19%
30	7-sep	150	81.4510	10.0199	90.7380	9.2870	0.7329	7.31%
25	4-sep	180	82.7413	10.0009	91.9966	9.2553	0.7456	7.46%
26	4-sep	240	93.6861	10.0005	102.9336	9.2475	0.7530	7.53%
27	4-sep	270	103.4283	10.0736	112.7156	9.2873	0.7863	7.81%

Cuadro 8. Continuación

T = 550 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
xx	11-sep	0	0	0	0	0	0	0%
31	11-sep	60	81.4278	10.0094	89.6635	8.2357	1.7737	17.72%
32	11-sep	120	80.5386	10.0016	89.6134	9.0748	0.9268	9.27%
33	11-sep	150	80.3672	10.0069	89.4752	9.1080	0.8989	8.98%
34	14-sep	180	103.4429	10.0058	112.4569	9.0140	0.9918	9.91%
36	21-sep	240	103.4494	10.0023	112.5888	9.1394	0.8629	8.63%
38	25-sep	270	103.4420	10.0061	112.5080	9.0660	0.9401	9.40%

Cuadro 8. Continuación

T = 650 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
xx	28-sep	0	0	0	0	0	0	0%
50	16-oct	60	103.4533	10.0001	112.5778	9.1245	0.8756	8.76%
48	12-oct	120	103.4635	10.0007	112.4937	9.0302	0.9705	9.70%
46	9-oct	150	103.4716	10.0090	112.5402	9.0686	0.9404	9.40%
44	6-oct	180	103.4548	10.0047	112.4694	9.0146	0.9901	9.90%
42	5-oct	240	103.4592	10.0008	112.4284	8.9692	1.0316	10.32%
40	28-sep	270	103.4252	10.0186	112.5359	9.1107	0.9079	9.06%

Cuadro 8. Continuación

T = 550 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
xx	19-oct	0	0	0	0	0	0	0%
52	19-oct	60	103.4715	10.0008	112.5420	9.0705	0.9303	9.30%
54	22-oct	120	103.4435	10.0041	112.4566	9.0131	0.9910	9.91%
56	23-oct	150	103.4430	10.0001	112.3602	8.9172	1.0829	10.83%
58	26-oct	240	103.3971	10.0003	112.4219	9.0248	0.9755	9.75%
59	26-oct	240	93.6949	10.0010	102.7288	9.0339	0.9671	9.67%

Cuadro 8. Continuación

T = 350 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
XX	9-nov	0	0	0	0	0	0	0%
72	9-nov	60	93.6815	10.0008	103.2866	9.6051	0.3957	3.96%
74	9-nov	120	93.6961	10.0049	103.2512	9.5551	0.4498	4.50%
80	20-nov	150	93.6892	10.0025	103.1818	9.4926	0.5099	5.10%
79	20-nov	180	93.7000	10.0008	102.9830	9.2830	0.7178	7.18%
78	13-nov	240	93.6935	10.0012	103.0050	9.3115	0.6897	6.90%
76	12-nov	270	93.6735	10.0489	102.8836	9.2101	0.8388	8.35%

Cuadro 8. Continuación

T = 450 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
XX	29-oct	0	0	0	0	0	0	0%
60	29-oct	60	93.6881	10.0052	102.7920	9.1039	0.9013	9.01%
66	5-nov	120	93.6595	10.0140	102.7260	9.0665	0.9475	9.46%
64	2-nov	150	93.6570	10.0022	102.7415	9.0845	0.9177	9.17%
68	6-nov	180	93.6718	10.0438	102.7404	9.0686	0.9752	9.71%
70	6-nov	240	93.6458	10.0019	102.7464	9.1006	0.9013	9.01%
62	30-oct	270	93.6760	10.0664	102.7114	9.0354	1.0310	10.24%

Cuadro 8. Continuación

T = 450 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
XX	29-oct	0	0	0	0	0	0	0%
61	29-oct	60	103.4387	10.0031	112.7416	9.3029	0.7002	7.00%
67	5-nov	120	103.4110	10.0017	112.5795	9.1685	0.8332	8.33%
65	2-nov	150	103.4280	10.0012	112.5425	9.1145	0.8867	8.87%
69	6-nov	180	103.4019	10.0019	112.4644	9.0625	0.9394	9.39%
71	6-nov	240	103.3978	10.0134	112.6097	9.2119	0.8015	8.00%
63	30-oct	270	103.4238	10.0522	112.4972	9.0734	0.9788	9.74%

Cuadro 8. Continuación

T = 550 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
xx	18-sep	0	0	0	0	0	0	0%
53	19-oct	60	93.7170	10.0005	102.8087	9.0917	0.9088	9.09%
55	22-oct	120	93.6887	10.0003	102.7986	9.1099	0.8904	8.90%
57	23-oct	150	93.6859	10.0011	102.6620	8.9761	1.0250	10.25%
35	14-sep	180	93.6870	10.0020	102.7614	9.0744	0.9276	9.27%
37	21-sep	240	93.6896	10.0057	103.3891	9.6995	0.3062	3.06%
39	25-sep	270	93.7017	10.0027	102.7292	9.0275	0.9752	9.75%

Cuadro 8. Continuación

T = 650 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
xx	0-ene	0	0	0	0	0	0	0%
51	16-oc	60	93.7215	10.0002	102.7707	9.0492	0.9510	9.51%
49	12-oct	120	93.7328	10.0009	102.8188	9.0860	0.9149	9.15%
47	9-oct	150	93.7146	10.0060	102.7990	9.0844	0.9216	9.21%
45	6-oct	180	93.7010	10.0012	102.7277	9.0267	0.9745	9.74%
43	5-oct	240	93.6881	10.0013	102.7100	9.0219	0.9794	9.79%
41	29-sep	270	93.6840	10.0021	102.7979	9.1139	0.8882	8.88%

Cuadro 8. Continuación

T = 350 °C								
Muestra	Fecha	Tiempo	m porcelana (g)	m ceniza (g)	m final (g)	mf ceniza (g)	Delta Ceniza (g)	% pérdida
XX	9-nov	0	0	0	0	0	0	0%
73	9-nov	60	103.4334	10.0004	113.0427	9.6093	0.3911	3.91%
75	9-nov	120	103.4496	10.0027	113.0242	9.5746	0.4281	4.28%
79	13-nov	240	103.4517	10.0033	112.7890	9.3373	0.6660	6.66%
77	12-nov	270	103.4225	10.0712	112.5655	9.1430	0.9282	9.22%

Figura 10. Espectro infrarrojo de transformada de fourier (FTIR) de las cenizas C35060 obtenido con un espectrofotómetro PerkinElmer Spotlight 400N Spectrum Versión 10.5.4 de reflectancia total atenuada (ATR).

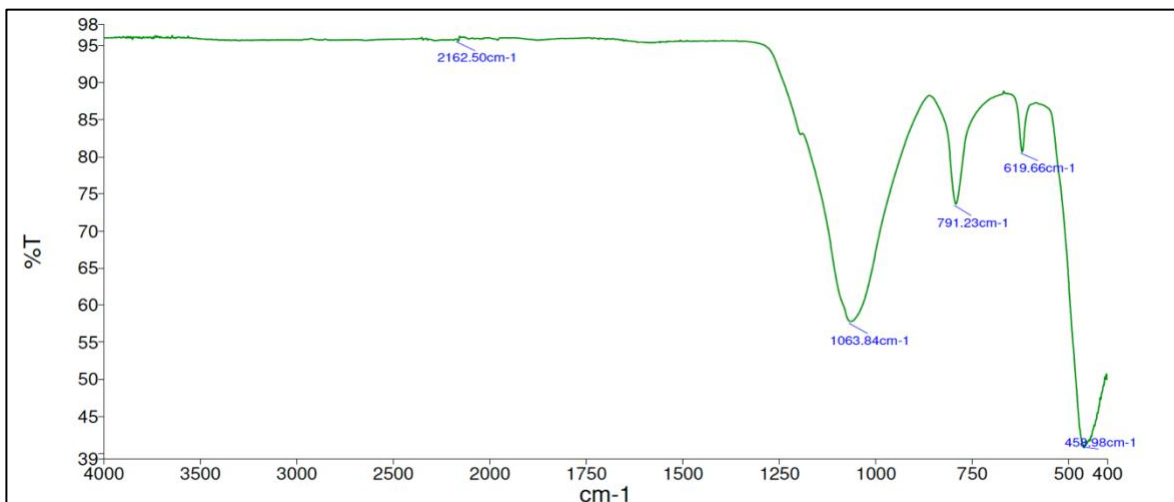


Figura 11. Espectro infrarrojo de transformada de fourier (FTIR) de las cenizas C45060 obtenido con un espectrofotómetro PerkinElmer Spotlight 400N Spectrum Versión 10.5.4 de reflectancia total atenuada (ATR).

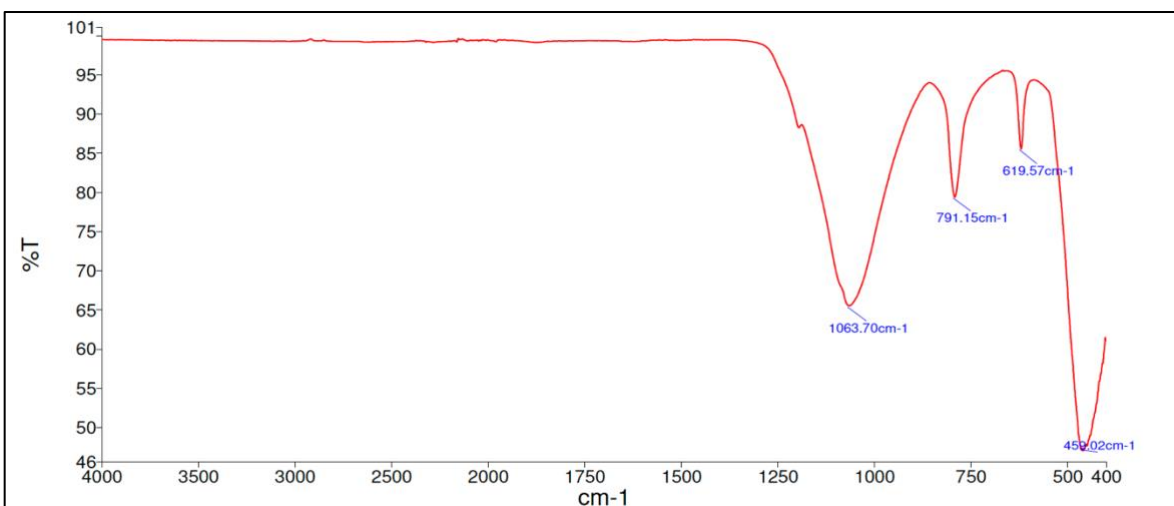


Figura 12. Espectro infrarrojo de transformada de fourier (FTIR) de las cenizas C55060 obtenido con un espectrofotómetro PerkinElmer Spotlight 400N Spectrum Versión 10.5.4 de reflectancia total atenuada (ATR).

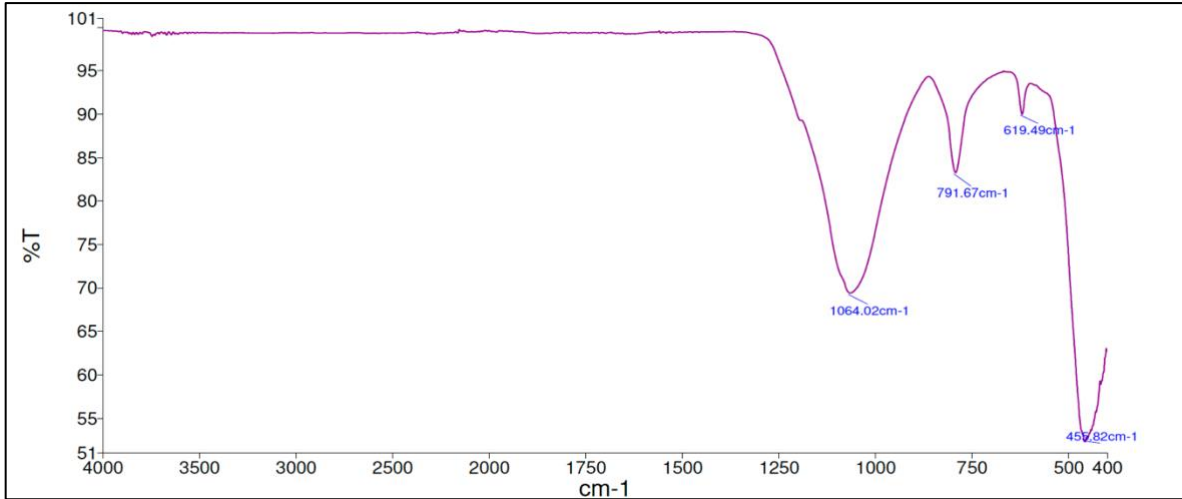


Figura 13. Espectro infrarrojo de transformada de fourier (FTIR) de las cenizas C65060 obtenido con un espectrofotómetro PerkinElmer Spotlight 400N Spectrum Versión 10.5.4 de reflectancia total atenuada (ATR).

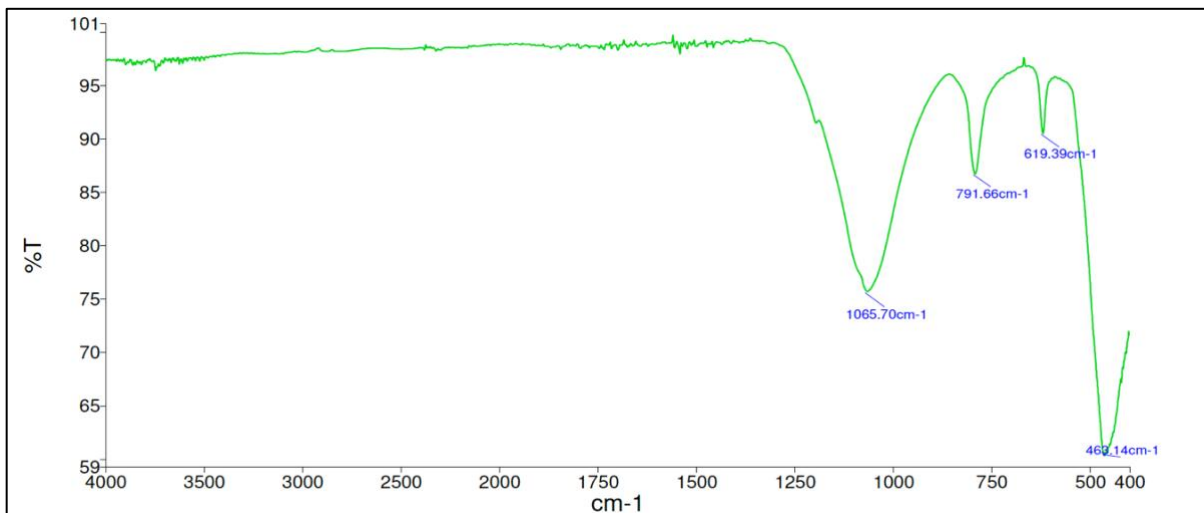


Figura 14. Resultados completos del análisis de composición utilizando FRX de *cascarilla de arroz, cenizas C00000, C35240, y C65240*. Realizados por el Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A.

		CEMENTOS PROGRESO S. A. CENTRO TECNOLÓGICO 15 Ave. 18-01, zona 6 La Pedrera Tel: 22864178 Fax: 22864181 laboratorioCETEC@cempro.com				OT 39379 FECHA 2020-11-23 PÁGINA 1 de 1 ÁREA DE LAB. QC	
Ciudad / Cliente / Tesis	CI-D / Cetec / Tesis		Procedencia	UVG			
Dirección / Teléfono	15 AV. 18-01 Zona 6 Finca La Pedrera / 2286-4100		Muestra	Varias			
Contacto	Lic. Luis Velásquez / Brandon Leonel Guerra Castanaza		Analista(s)	OSANTELIZ			
Proyecto	Propuesta de un horno de cenizas de cascarilla de arroz para aumentar su contenido de sílice		Fecha de Ensayo	2020-12-04			

INFORME DE ENSAYO

ANÁLISIS QUÍMICO
MEDIANTE FLUORESCENCIA DE RAYOS X

* COMPOSICIÓN QUÍMICA (%)														
Muestra	Al2O3	CaO	Cr2O3	Fe2O3	K2O	MgO	MnO	Na2O	P2O5	SO3	SiO2	TiO2	LOI (950 °C)	Total
1 Código: TLGG - 00, Cascarilla de Arroz	0.34	0.29	0.01	0.06	0.20	0.06	0.04	0.00	0.04	0.02	16.98	0.01	83.15	101.20
2 Código: TLGG - 01, Cenizas fincas / molinos	0.26	0.30	0.03	0.26	0.72	0.09	0.11	0.00	0.05	0.03	43.14	0.04	55.88	100.91
3 Código: TLGG - 02, Cenizas cascarilla de arroz, molinos, 100-100	0.31	0.82	0.13	1.16	1.54	0.27	0.25	0.00	0.13	0.09	92.81	0.09	3.93	101.53
4 Código: TLGG - 03, Cenizas cascarilla de arroz, molinos, 100-100	0.26	0.66	0.14	1.15	1.63	0.28	0.26	0.00	0.14	0.10	95.01	0.09	1.85	101.57
---Última Línea---														--

* Expresada como porcentaje en masa (w/w).

 Analista

 Jefe de Laboratorio/Coordinador

OBSERVACIONES [INGRESO ESPECIAL]

Los resultados de ensayo se refieren únicamente a las muestras presentadas por el cliente. No debe reproducirse éste informe, a menos que se haga íntegramente.

SGL-CT-QC-IE-02/Rev. 1

No. 34486 CETEC

Figura 15. Análisis termogravimétrico, termograma y termograma diferencial de cascarilla de arroz. Realizados por el Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A.

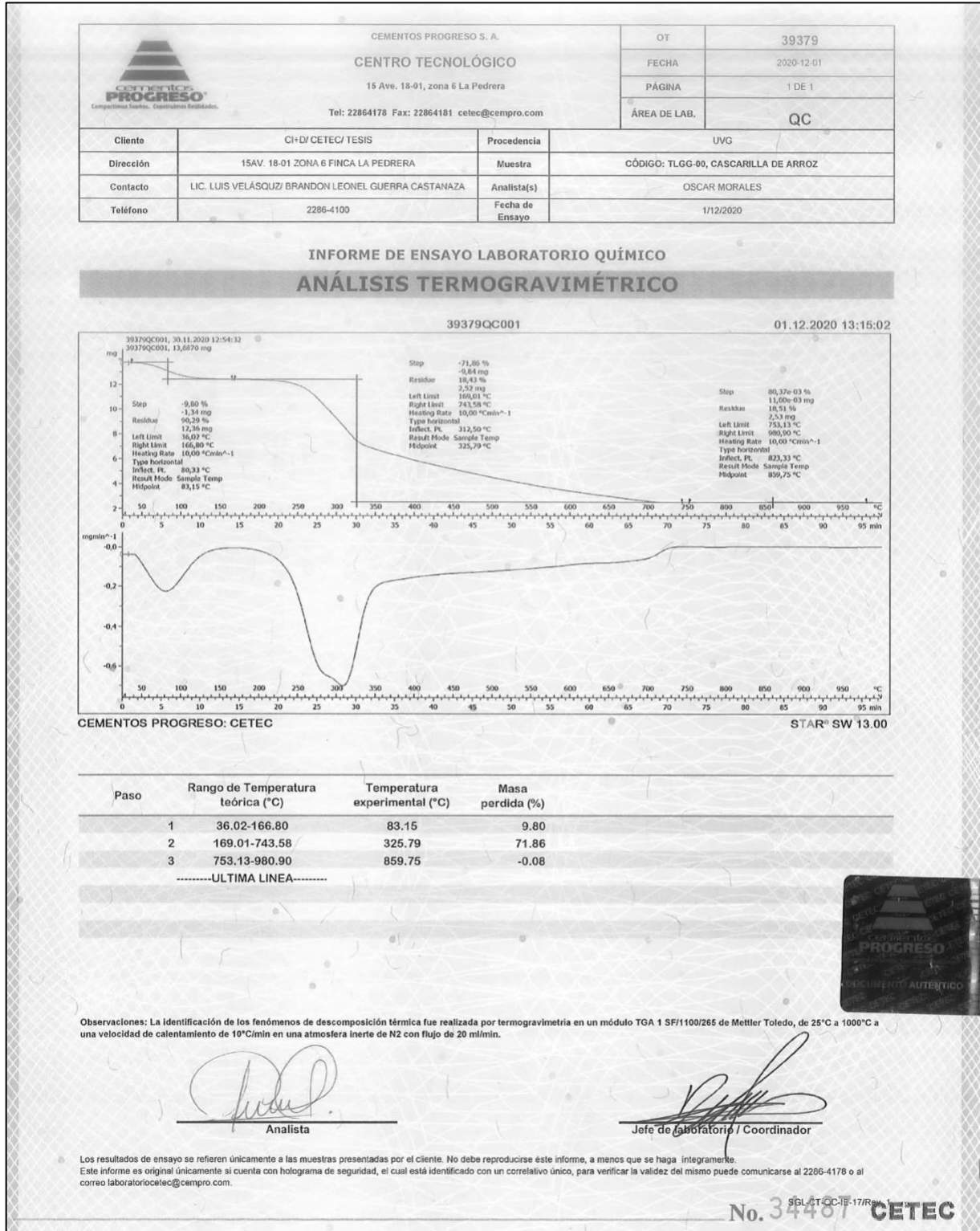


Figura 16. Análisis termogravimétrico, termograma y termograma diferencial de cenizas C0000. Realizados por el Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A.

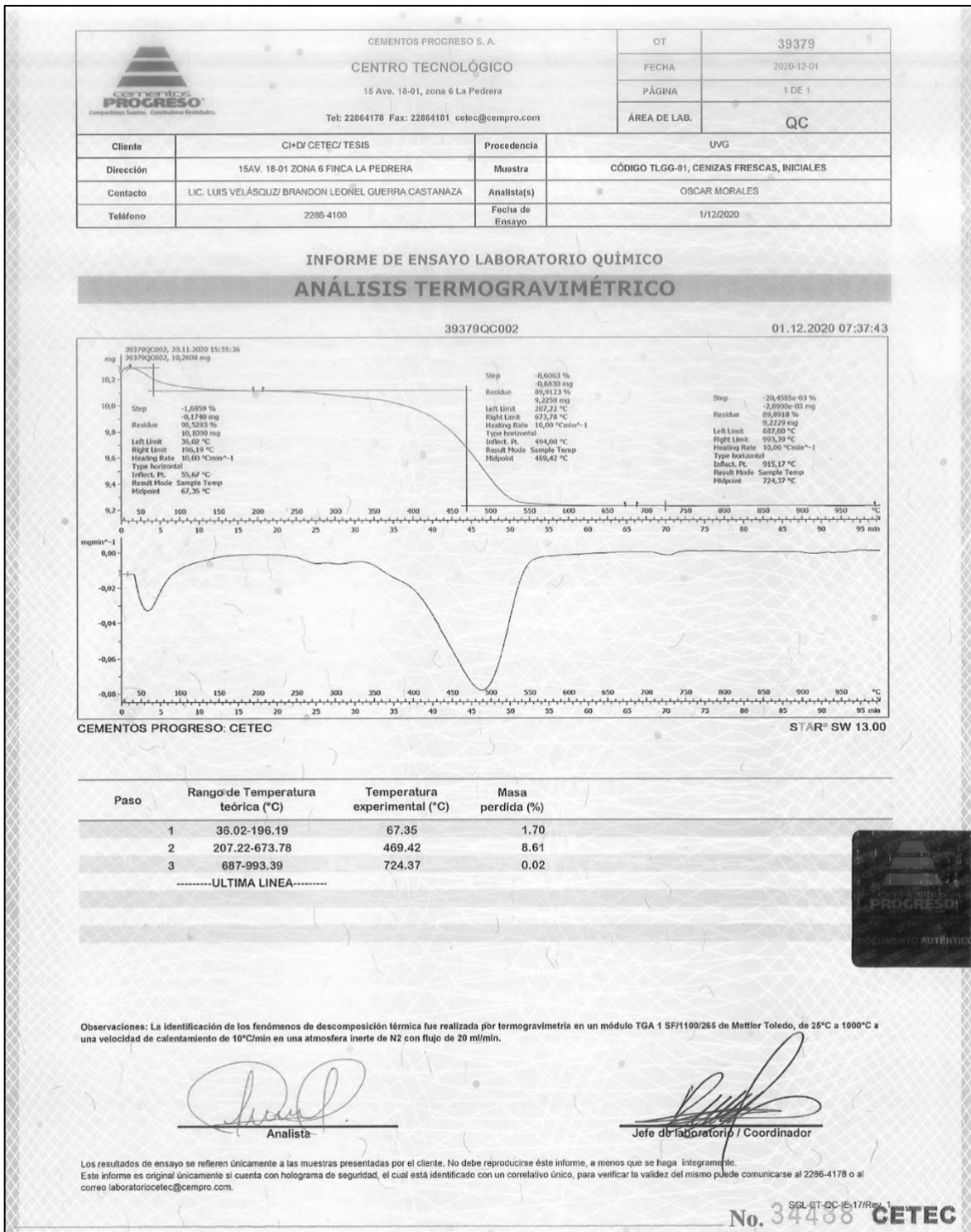


Figura 17. Análisis termogravimétrico, termograma y termograma diferencial de cenizas C35240. Realizados por el Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A.

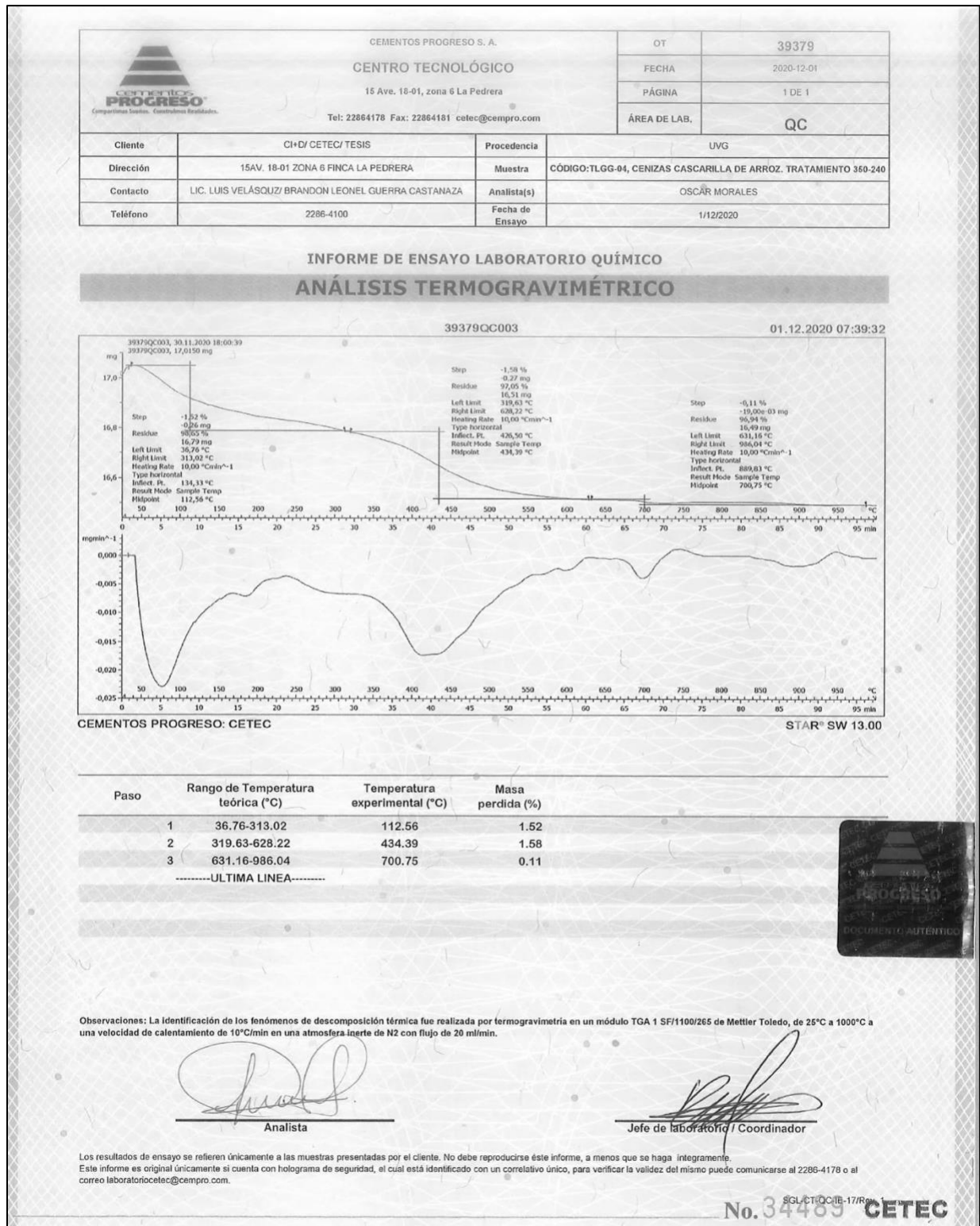


Figura 18. Análisis termogravimétrico, termograma y termograma diferencial de cenizas C65240. Realizados por el Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A.

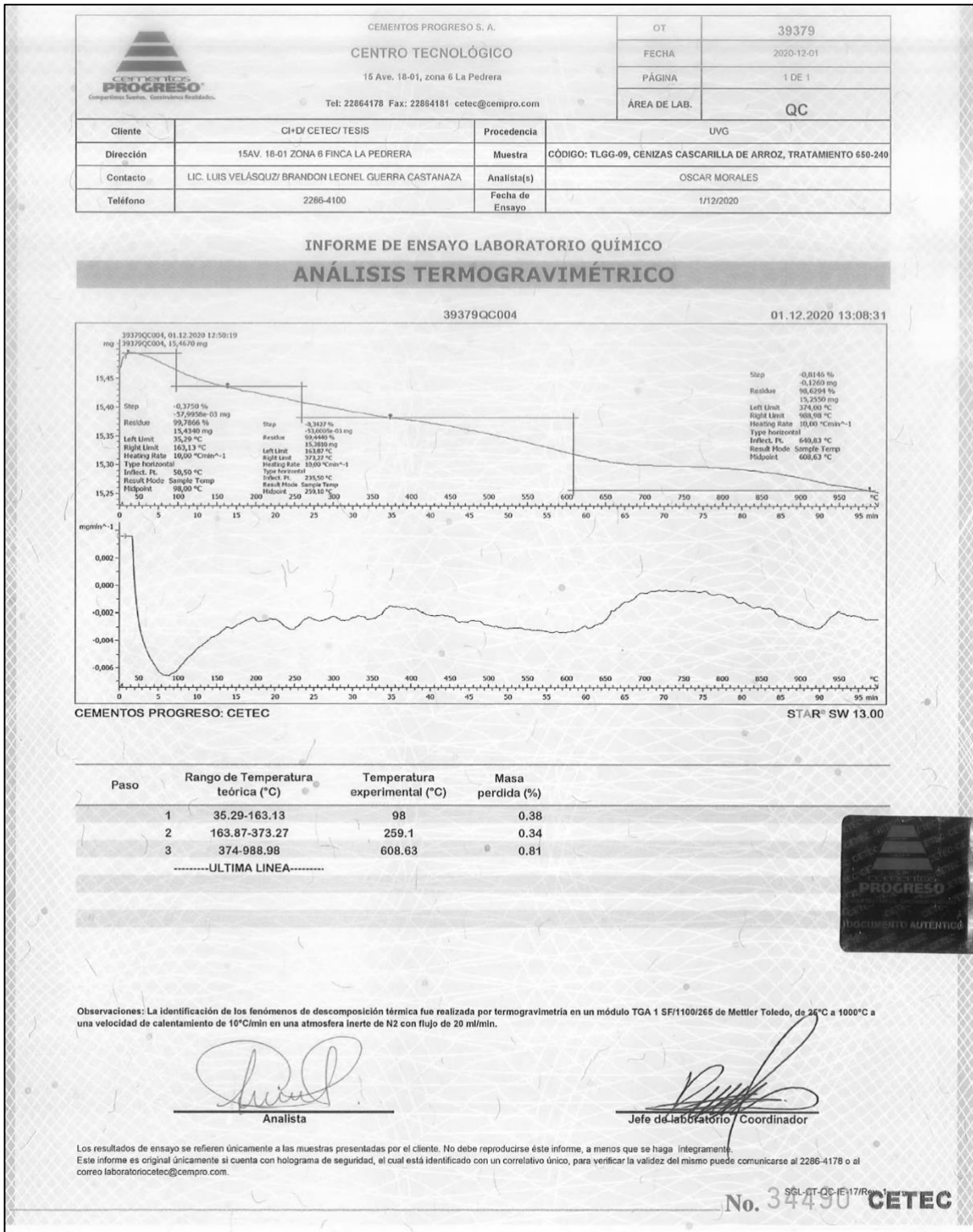


Figura 19. Difractograma de *cascarilla de arroz* para determinación de sus composiciones cristalinas y amorfas. Realizado por el Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A.

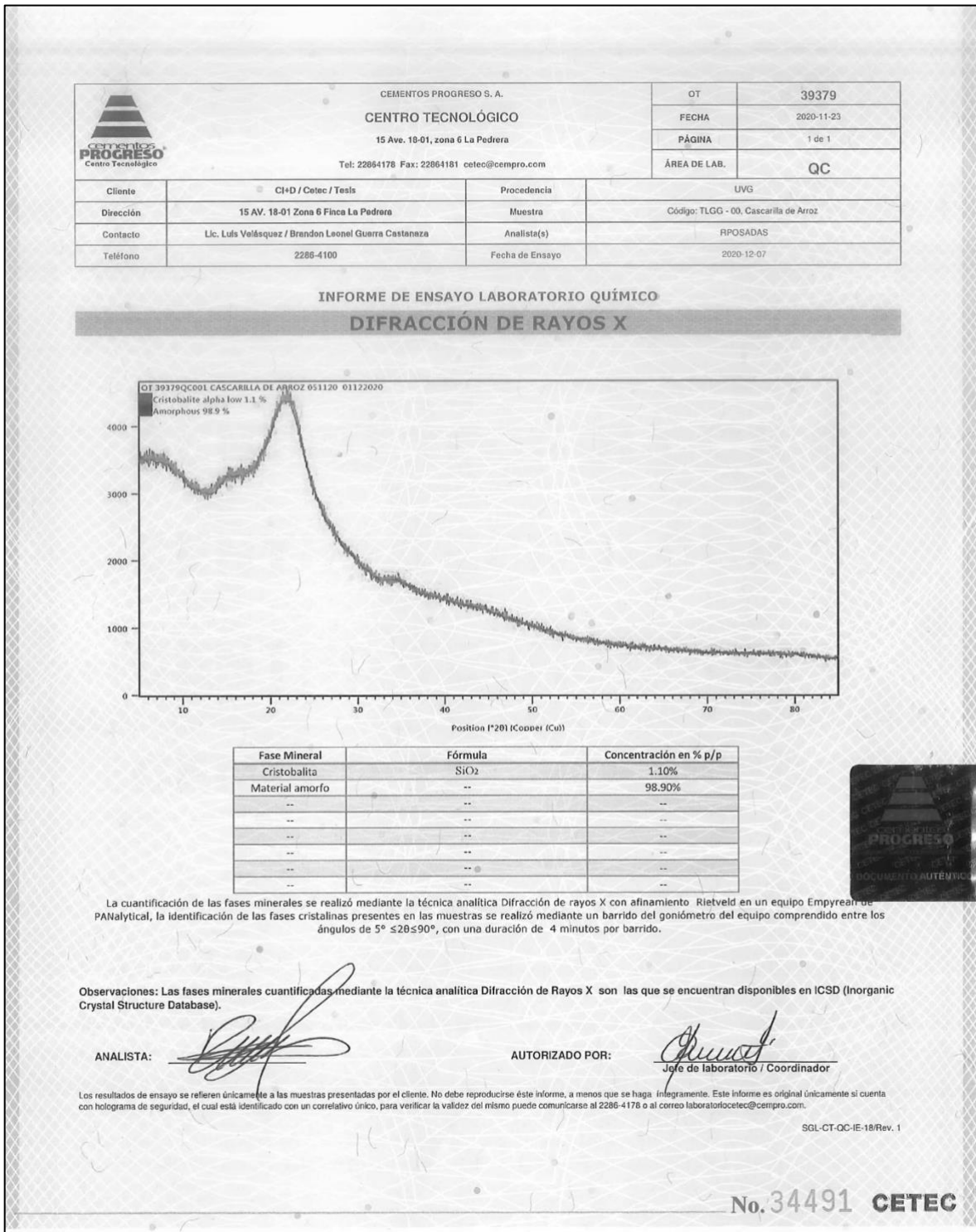


Figura 20. Difractograma de cenizas C00000 para determinación de sus composiciones cristalinas y amorfas. Realizado por el Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A.

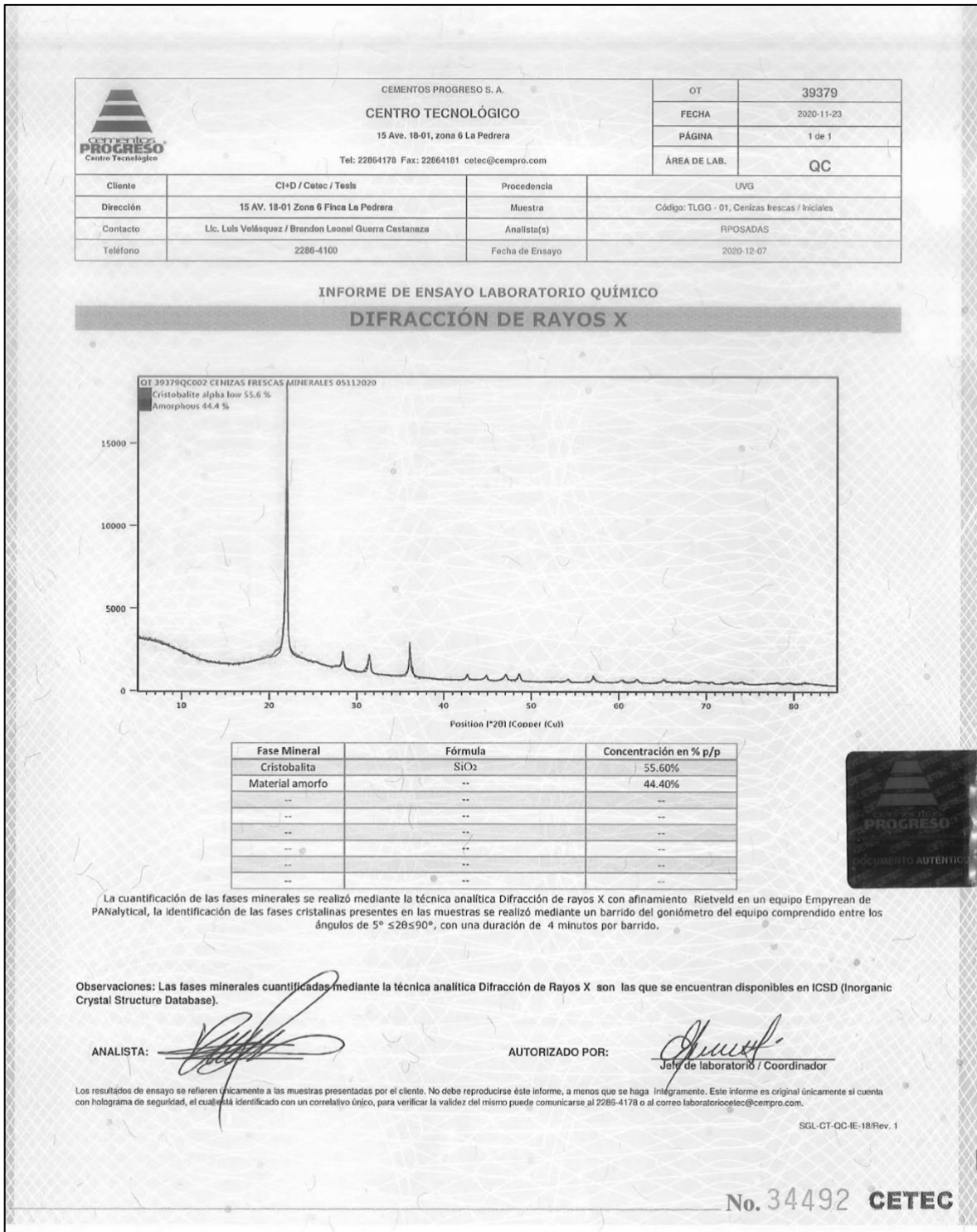
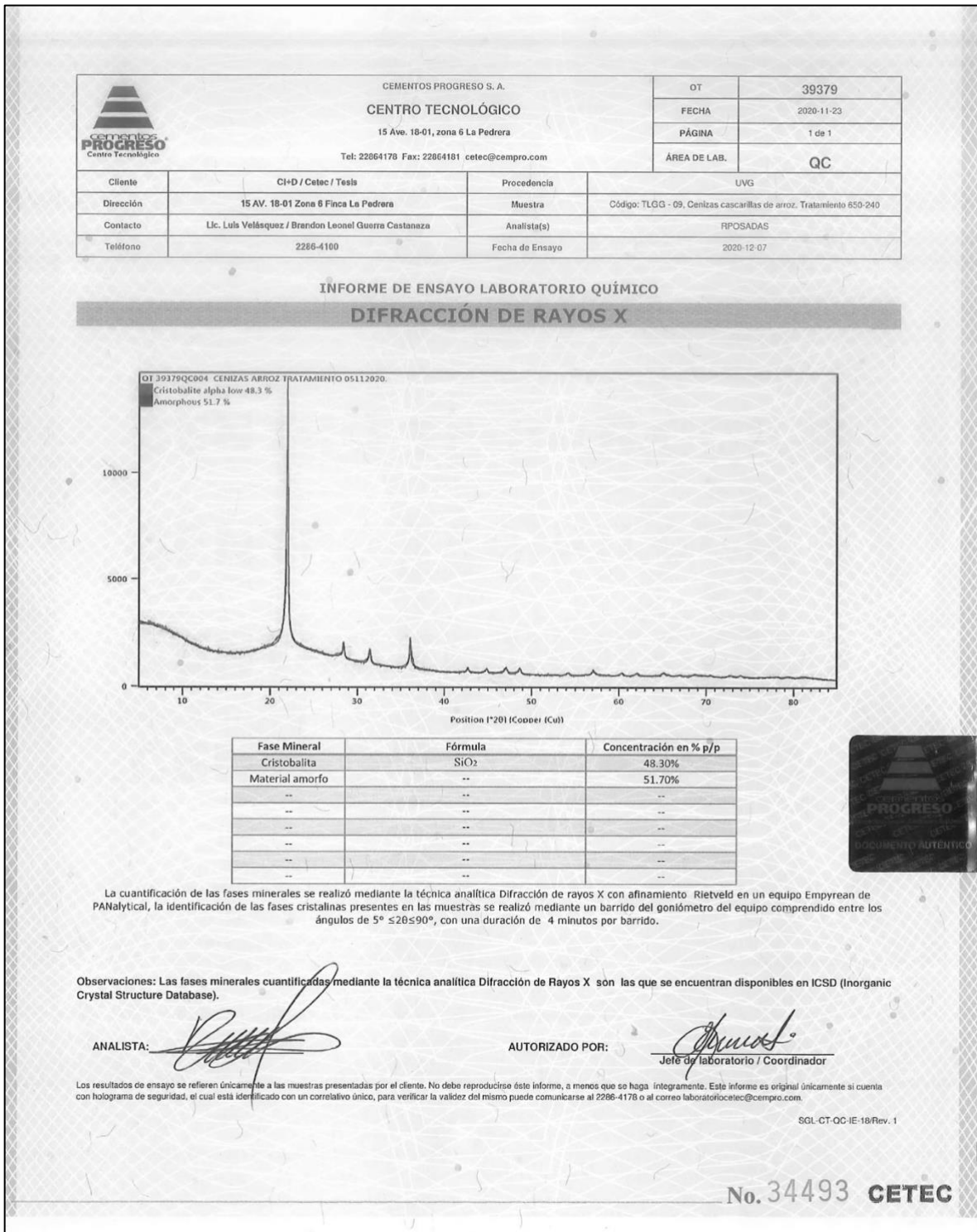


Figura 21. Difractograma de cenizas C65240 para determinación de sus composiciones cristalinas y amorfas. Realizado por el Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A.



B. Cálculos de muestra

Cálculo 1. Cálculo de pérdida de masa para cada corrida.

La pérdida de masa porcentual se determinó a partir de la masa de ceniza inicial, la tara de la porcelana, y la masa de la porcelana y ceniza finales.

$$\Delta m = 100\% - \left(\frac{m_{final} - m_{porcelana}}{m_{ceniza\ inicial}} * 100\% \right)$$

Donde:

Δm : Pérdida de masa por calcinación en las cenizas (% m/m)

m_{final} : Lectura de masa final en la balanza de la porcelana conteniendo las cenizas posterior a la calcinación (g)

$m_{porcelana}$: Masa de la porcelana seca y vacía (g)

$m_{ceniza\ inicial}$: Masa de cenizas colocadas inicialmente en la porcelana (g)

Ejemplo: Determinar para la primera corrida de 350 °C y 60 minutos el valor de la pérdida de masa. A partir del Cuadro 8.

$$\Delta m = 100\% - \left(\frac{m_{final} - m_{porcelana}}{m_{ceniza\ inicial}} * 100\% \right)$$

$$\begin{aligned} \Delta m &= 100\% - \left(\frac{92.4010\ g - 82.7631\ g}{10.0048\ g} * 100\% \right) = 100\% - \left(\frac{9.6379}{10.0048} * 100\% \right) \\ &= 3.667\% \end{aligned}$$

$$\Delta m (350^\circ\text{C}, 60\text{min}, 1) = 3.667\%$$

Se siguió este cálculo para todas las corridas de calcinación y se colocaron en los Cuadros 9 y 10 en la sección de Datos Calculados.

Cálculo 2. Cálculo de densidad de bulto.

La densidad de bulto se determinó por medición directa empleando una probeta de plástico de 2L calibrada con agua a aire ambiente basada en la norma ASTM C29/C29.

$$\rho_{bulto} = \frac{m_{ceniza+probeta} - m_{probeta\ vacia}}{V_{volumen\ calibrado}} \left(\frac{g}{mL}\right) * \left(\frac{1\ kg}{1000\ g}\right) * \left(\frac{1000\ mL}{1L}\right) * \left(\frac{1000L}{1\ m^3}\right)$$

Donde:

ρ_{bulto} : Densidad de bulto determinada para las cenizas C00000. (kg/m³)

$m_{ceniza+probeta}$: Masa de la lectura de la probeta con las cenizas al nivel tarado (g)

$m_{probeta\ vacia}$: Masa de la probeta vacía y seca (g)

$V_{volumen\ calibrado}$: Volumen de la probeta calibrado al nivel (mL)

Ejemplo: Sea el volumen calibrado de 340 mL, la masa de la probeta vacía de 318.7g, y la masa de lectura final 417.3g. Determinar el valor de densidad de bulto para esta medición.

$$\rho_{bulto} = \frac{417.3 - 318.7}{340} \left(\frac{g}{mL}\right) * \left(\frac{1\ kg}{1000\ g}\right) * \left(\frac{1000\ mL}{1L}\right) * \left(\frac{1000L}{1\ m^3}\right) = 290 \frac{kg}{m^3}$$

$$\rho_{bulto} = 290 \frac{kg}{m^3}$$

Se siguió este cálculo para 6 mediciones y los resultados estadísticos de las mediciones se colocaron en el Cuadro 21 de la sección de Datos Calculados y en los resultados de caracterización de las cenizas de cascarilla de arroz C00000.

Cálculo 3. Caída de presión por fluidización.

La caída de presión para lecho empacado se estimó para tener un indicador de la pérdida de aire de alimentación que puede observarse al arrancar el horno si tiene cenizas remanentes en cada periodo de uso.

La estimación se realizó con la ecuación de velocidad mínima de fluidización para el flujo de fluidos a través de lechos porosos. (McCabe *et al.*, 2007)

$$\frac{\Delta p}{L} = g * (1 - \varepsilon_M) * (\rho_p - \rho)$$

Donde:

$\frac{\Delta p}{L}$: caída de presión por metro de ceniza a fluidizar. (Pa/m)

g : constante gravitacional en unidades del SI. 9.8 (m/s²)

ε_M : porosidad de las cenizas

ρ_p : densidad de las partículas sólidas (kg/m³)

ρ : densidad del aire o fluido de empuje (kg/m³)

Ejemplo: Sea la densidad de bulo de las cenizas 261 kg/m³, porosidad nominal de 0.34 para partículas, y la densidad del aire 1.184 kg/m³. Determinar el valor de densidad caída de presión para arranque del horno.

$$\frac{\Delta p}{L} = g * (1 - \varepsilon_M) * (\rho_p - \rho) = 9.8 \frac{m}{s^2} * (1 - 0.4) * (261 - 1.184) \frac{kg}{m^3}$$

$$\frac{\Delta p}{L} = 1682 \frac{Pa}{m}$$

Cálculo 4. Balance de masa: determinación de aire teórico.

A partir de los termogramas se determinó el contenido de carbono residual que se calcinará en el horno y se aproximó al 12% (m/m).

$$6250 \frac{kg \text{ Cenizas}}{día} * \left(\frac{0.12kg \text{ C}}{1kg \text{ Cenizas}} \right) * \left(\frac{1kmol \text{ C}}{12kg \text{ C}} \right) * \left(\frac{1kmol \text{ O}_2}{1kmol \text{ C}} \right) * 1.10 = 68.72 \frac{kmol \text{ O}_2}{h}$$

$$68.72 \frac{kmol \text{ O}_2}{día} * \left(\frac{1kmol \text{ aire}}{0.21kmol \text{ O}_2} \right) * \left(\frac{29 \text{ kg Aire}}{1kmol \text{ Aire}} \right) = 9,494 \frac{kg \text{ Aire}}{día}$$

El aire teórico se calculó en base al Carbono total a quemar completamente.

Cálculo 5. Balance de energía: calor sensible.

El balance de energía se fundamenta en la siguiente ecuación para sistemas abiertos

$$\Delta E_k + \Delta E_p + \Delta H = Q + W_s$$

Los términos de energía potencia, trabajo de flujo, y energía cinética se cancelan.

$$\sum \Delta H = Q_{total}$$

Debido a que la mezcla es compleja se determinaron las entalpías de los constituyentes principales y luego se sumaron. A continuación, se ilustra el cálculo para las entalpías de calor sensible.

$$\Delta H = m \int C_p dT = m * M * 8.314 \frac{J}{mol} * \int_{T_o}^{T_f} \left(A + BT + CT^2 + \frac{D}{T^2} \right) dT$$

Con la integración de la capacidad calorífica en función de la temperatura se determinó la cantidad de calor necesaria para calentar los principales constituyentes desde 25°C a 600°C. Cada material tiene sus propios coeficientes A, B, C y D tabulados. (Smith et al., 2007)

Donde:

ΔH : Calor sensible total necesario para calentar uno de los constituyentes de la ceniza de cascarilla de arroz C00000 de 25°C a 600°. (J/día)

m : flujo másico total esperado alimentado del constituyente de la ceniza. (g/día)

T : Temperaturas absolutas (K).

M : Peso molecular del constituyente calculado (kg/kmol)

Para realizar el cálculo se debe resolver la integral a las condiciones establecidas.

Ejemplo: Determinar para el carbón en las cenizas cuanto calor es necesario para el calentamiento a partir de la integral del cambio de entalpía

$$Q_{sensible} = \Delta H = 750,000 \frac{g C}{día} * \left(\frac{1 mol C}{12g C} \right) * 8.314 \frac{J}{mol * K} * \int_{298.15}^{873.15} (A + BT + CT^2 + \frac{D}{T^2}) dT$$

Sean: A = 3.355, B = 0.000575, C = 0, y D = -1600

$$\therefore Q_{sensible} = 5,755,483.7 * 10^3 \frac{J}{día}$$

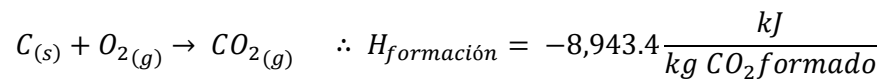
Este cálculo se realizó para el óxido de silicio, el aire de alimentación, y el carbón constituyente de las cenizas.

Cálculo 6. Balance de energía: calor de reacción.

Este cálculo se realizó con las entalpías tabuladas para el vapor de agua a las condiciones de operación, y las entalpías de formación para la combustión del carbón.

$$\Delta H = m_{h_2o} * (H_{final(vapor)} - H_{inicial(liquida)}) \text{ ó } \Delta H = m_C * 1.10 * (H_{formación CO_2})$$

Sea la entalpía de formación del CO₂ H = -84943.4 kJ/kg CO₂ formado determinar la entalpía de reacción o calor latente para esta reacción:



$$\Delta H = m_C * 1.10 * (H_{formación CO_2})$$

$$\Delta H = 750 \frac{kg C}{día} * \frac{1 kmol C}{12 kg C} * \frac{1 kmol CO_2}{1 kmol C} * \frac{44 kg CO_2}{1 kmol CO_2} * 1.10 * \left(-8,943.4 \frac{kJ}{kg CO_2} \right)$$

$$\therefore \Delta H = -24,594,312.5 \frac{kJ}{día}$$

Cálculo 7. Presión máxima de deformación de aceros.

Para estimar las presiones máximas de los aceros propuestos para la construcción del horno se empleó el modelo Barlow para determinación de la presión máxima interna que las aleaciones SS304 y SS321 soportan sin deformarse. (Morris & Academic Press, 1992; Perry & Green, 1999; Towler & Sinnott, 2013)

$$P = \frac{2 * S * t}{D}$$

Donde:

P: Presión soportada por estrés del metal (MPa)

S: Rendimiento de fuerza del metal (MPa)

t: Grosor de pared del metal (m)

D: Diámetro del cilindro (m)

Ejemplo: Para tubería de 2" catálogo 40, el grosor de pared es de 3.91mm, y el rendimiento de tensión del SS304 es de 207 Mpa. Determinar la presión de deformación de esta tubería.

$$P (MPa) = \frac{2 * 207 * 3.912 * 10^{-3}}{60.325 * 10^{-3}} = 26.85 MPa$$

C. Análisis de error

Cálculo 8. Cálculo de los residuos para el análisis de varianza

Sea el modelo de anova (ver cuadro 11 en sección de *Datos Calculados*):

$$y = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha\beta)_{ij} + \epsilon_{ijk}$$

$$\Rightarrow \therefore \epsilon = y_{\text{observada}} - y_{\text{ajustado}}^*$$

Donde:

ϵ : Corresponde al valor del residuo de la pérdida de masa por calcinación a una temperatura y tiempo en horno muffle específicos. (% m/m)

$y_{\text{observada}}$: Es el valor experimental observado de la pérdida de masa para cada corrida de cada temperatura y tiempo de residencia. (% m/m)

y_{ajustado}^* : Es el promedio de las observaciones del valor de pérdida de masa por calcinación a cada punto de tiempo y temperatura obtenido. (% m/m)

Ejemplo: Determinar para la primera corrida de 350 °C y 60 minutos cual es el valor del residuo.

$$\text{Primero se determina el valor ajustado; } y_{\text{ajustado}}^* = \frac{3.667\% + 3.957\%}{2} = 3.812\%$$

$$\text{Segundo se realiza la resta; } y_{\text{observada}} - y_{\text{ajustado}}^* = 3.667\% - 3.812\% = -0.14\%$$

$$\epsilon (350 \text{ }^\circ\text{C}, 60\text{min}, 1) = -0.14\%$$

Se siguió este cálculo para todos los residuos de los tres análisis de varianza identificados en los cuadros 12 al 19 en la sección a continuación.

D. Datos calculados

Cuadro 9. Porcentajes de pérdida de masa (% m/m) de las pruebas de calcinación en un horno mufla a diferentes condiciones. Resultados de calcinación finales utilizados para análisis de varianza.

<i>Tiempo (min)</i>	<i>Temperatura (°C)</i>			
	350	450	550	650
60	3.667%	4.066%	9.302%	8.756%
	3.957%	7.000%	9.088%	9.510%
120	5.341%	6.191%	9.267%	9.704%
	4.496%	8.331%	9.906%	9.148%
150	6.019%	7.314%	8.983%	9.396%
	5.098%	8.866%	10.249%	9.210%
180	6.263%	7.455%	9.912%	9.896%
	7.177%	9.392%	9.274%	9.744%
240	6.894%	7.530%	8.627%	10.315%
	6.896%	8.004%	9.755%	9.793%
270	8.152%	7.806%	9.395%	9.062%
	8.347%	9.737%	9.749%	8.880%

Cuadro 10. Porcentajes de pérdida de masa promedio (% m/m) de las pruebas de calcinación en un horno mufla a diferentes condiciones. Resultados de calcinación finales utilizados para gráfico de curvas de calcinación.

<i>Tiempo (min)</i>	<i>Temperatura (°C)</i>			
	350	450	550	650
60	3.812%	5.533%	9.195%	9.133%
120	4.918%	7.261%	9.586%	9.426%
150	5.558%	8.090%	9.616%	9.303%
180	6.720%	8.424%	9.593%	9.820%
240	6.895%	7.767%	9.191%	10.054%
270	8.250%	8.771%	9.572%	8.971%

Cuadro 11. Condiciones establecidas para el análisis de varianza de dos colas realizado por pares de temperaturas para establecer la temperatura y tiempos de calcinación en modo de operación por lotes.

VARIABLES

RESPUESTA	Porcentaje de pérdida de masa
TIEMPO	De calcinación
TEMPERATURA	De calcinación

MODELO ANOVA DE 2 FACTORES

$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \beta_j + (\alpha * \beta)_{ij} + \epsilon_{ijk}$

$Y_{ijk} = \mu + \tau_i + \beta_j + \tau\beta_{ij} + \epsilon_{ijk}$

Donde:

Error es de distribución normal

Varianza constante

E Independiente

PRUEBAS DE HIPÓTESIS

Temperatura de calcinación

Ho: $\alpha_1 = \alpha_2 = 0$

Ha: $\alpha_1 \neq \alpha_2 \neq 0$ Por lo menos algún factor de interacción es diferente de cero

Tiempo de calcinación

Ho: $B_1 = B_2 = B_3 = B_4 = B_5 = B_6 = 0$

Ha: $B_1 \neq B_2 \neq B_3 \neq \dots \neq 0$; Por lo menos algún factor es diferente de cero

Interacción

Ho: $\sum \sum (\beta\tau)_{ij} = 0$

Ha: $\sum \sum (\beta\tau)_{ij} \neq 0$; Por lo menos algún término del factor de interacción es diferente de cero

CRITERIO DE RECHAZO

Quando $F > F_{crit}$ se rechaza la hipótesis nula

Quando Valor $P < 0.05$ se rechaza la hipótesis nula

Cuadro 12. Tabla anova de dos factores para comparación de la media de pérdida de masa por calcinación a temperaturas de 350 °C y 450 °C.

ANÁLISIS DE VARIANZA

Variable	Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F	Conclusión
Tiempo	Muestra	0.003531	5	0.000706305	6.565	3.106	SE RECHAZA H_0
Temperatura	Columnas	0.001565	1	0.00156578	14.554	4.747	SE RECHAZA H_0
Interacción	Interacción	0.000313	5	6.27374E-05	0.583	3.106	SE ACEPTA H_0
	Dentro del grupo	0.00129	12	0.000107585			
	Total	0.006702	23				

Cuadro 13. Cálculo y determinación de residuos para validación del análisis de varianza de dos factores de la media de pérdida de masa por calcinación a temperaturas de 350°C y 450°C anterior.

CORRIDA	TIEMPO	TEMPERATURA	FACTOR DE INTERÉS AJUSTADO	FACTOR DE INTERÉS Exp	RESIDUOS	ORDEN DE CORRIDA	INTERACCIÓN
1	60	350	3.81%	3.67%	-0.14%	12	1
1	60	450	5.53%	4.07%	-1.47%	28	2
2	60	350	3.81%	3.96%	0.14%	72	1
2	60	450	5.53%	7.00%	1.47%	61	2
1	120	350	4.92%	5.34%	0.42%	13	3
1	120	450	7.26%	6.19%	-1.07%	29	4
2	120	350	4.92%	4.50%	-0.42%	74	3
2	120	450	7.26%	8.33%	1.07%	67	4
1	150	350	5.56%	6.02%	0.46%	14	5
1	150	450	8.09%	7.31%	-0.78%	30	6
2	150	350	5.56%	5.10%	-0.46%	80	5
2	150	450	8.09%	8.87%	0.78%	65	6
1	180	350	6.72%	6.26%	-0.46%	17	7
1	180	450	8.42%	7.46%	-0.97%	25	8
2	180	350	6.72%	7.18%	0.46%	79	7
2	180	450	8.42%	9.39%	0.97%	69	8
1	240	350	6.90%	6.89%	0.00%	16	9
1	240	450	7.77%	7.53%	-0.24%	26	10
2	240	350	6.90%	6.90%	0.00%	78	9
2	240	450	7.77%	8.00%	0.24%	71	10
1	270	350	8.25%	8.15%	-0.10%	18	11
1	270	450	8.77%	7.81%	-0.97%	27	12
2	270	350	8.25%	8.35%	0.10%	76	11
2	270	450	8.77%	9.74%	0.97%	63	12

Figura 22. Gráfico de distribución de frecuencias de los residuos para validación del análisis de varianza de la pérdida de masa por calcinación a 350°C y 450°C.

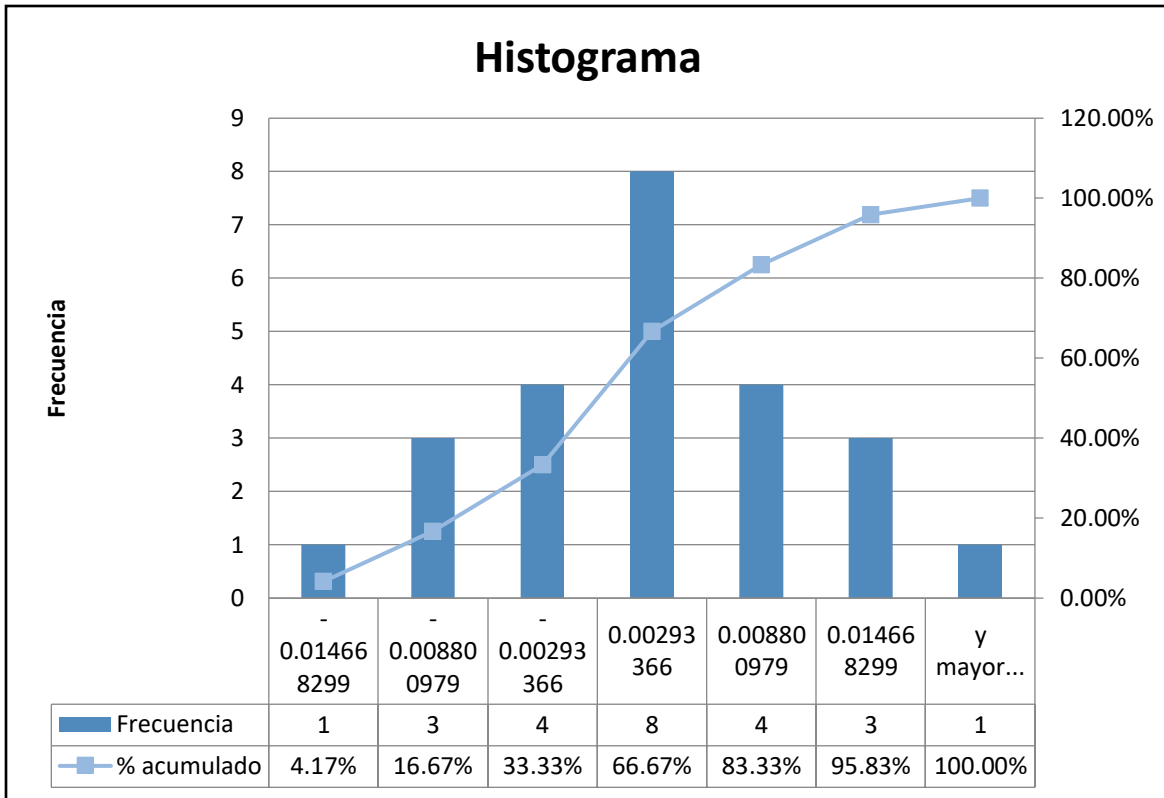
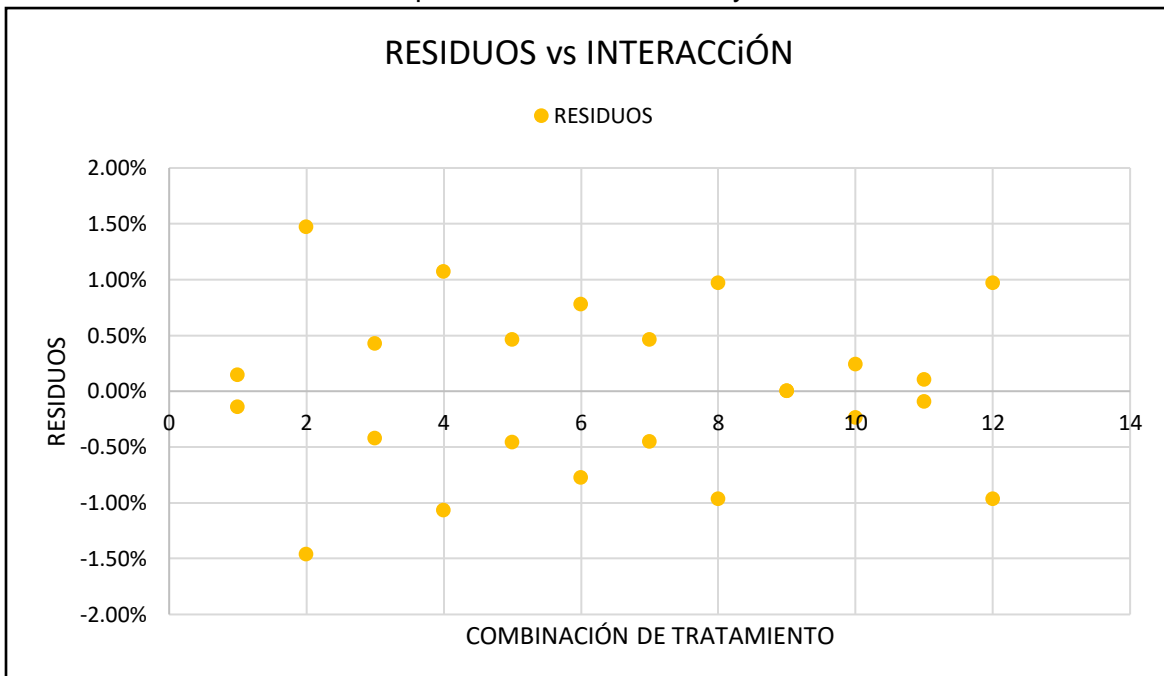


Figura 23. Gráfico de residuos para validación del análisis de varianza de la pérdida de masa por calcinación a 350°C y 450°C.



Cuadro 16. Tabla anova de dos factores para comparación de la media de pérdida de masa por calcinación a temperaturas de 450 °C y 550 °C.

ANÁLISIS DE VARIANZA							
Variable	Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F	Conclusión
Tiempo	Muestra	0.000846591	5	0.000169318	1.496105873	3.106	SE ACEPTA H_0
Temperatura	Columnas	0.001982812	1	0.001982812	17.52024109	4.747	SE RECHAZA H_0
Interacción	Interacción	0.000535326	5	0.000107065	0.946034391	3.106	SE ACEPTA H_0
	Dentro del grupo	0.001358072	12	0.000113173			
	Total	0.004722802	23				

Cuadro 17. Cálculo y determinación de residuos para validación del análisis de varianza de dos factores de la media de pérdida de masa por calcinación a temperaturas de 450°C y 550°C anterior.

CORRIDA	TIEMPO	TEMPERATURA	FACTOR DE INTERES AJUSTADO	FACTOR DE INTERÉS Exp	RESIDUOS	ORDEN DE CORRIDA	INTERACCIÓN
1	60	550	9.19%	9.30%	0.11%	52	1
1	60	450	5.53%	4.07%	-1.47%	28	2
2	60	550	9.19%	9.09%	-0.11%	53	1
2	60	450	5.53%	7.00%	1.47%	61	2
1	120	550	9.59%	9.27%	-0.32%	32	3
1	120	450	7.26%	6.19%	-1.07%	29	4
2	120	550	9.59%	9.91%	0.32%	54	3
2	120	450	7.26%	8.33%	1.07%	67	4
1	150	550	9.62%	8.98%	-0.63%	33	5
1	150	450	8.09%	7.31%	-0.78%	30	6
2	150	550	9.62%	10.25%	0.63%	57	5
2	150	450	8.09%	8.87%	0.78%	65	6
1	180	550	9.59%	9.91%	0.32%	34	7
1	180	450	8.42%	7.46%	-0.97%	25	8
2	180	550	9.59%	9.27%	-0.32%	35	7
2	180	450	8.42%	9.39%	0.97%	69	8
1	240	550	9.19%	8.63%	-0.56%	36	9
1	240	450	7.77%	7.53%	-0.24%	26	10
2	240	550	9.19%	9.75%	0.56%	58	9
2	240	450	7.77%	8.00%	0.24%	71	10
1	270	550	9.57%	9.40%	-0.18%	38	11
1	270	450	8.77%	7.81%	-0.97%	27	12
2	270	550	9.57%	9.75%	0.18%	39	11
2	270	450	8.77%	9.74%	0.97%	63	12

Figura 24. Gráfico de distribución de frecuencias de los residuos para validación del análisis de varianza de la pérdida de masa por calcinación a 450°C y 550°C.

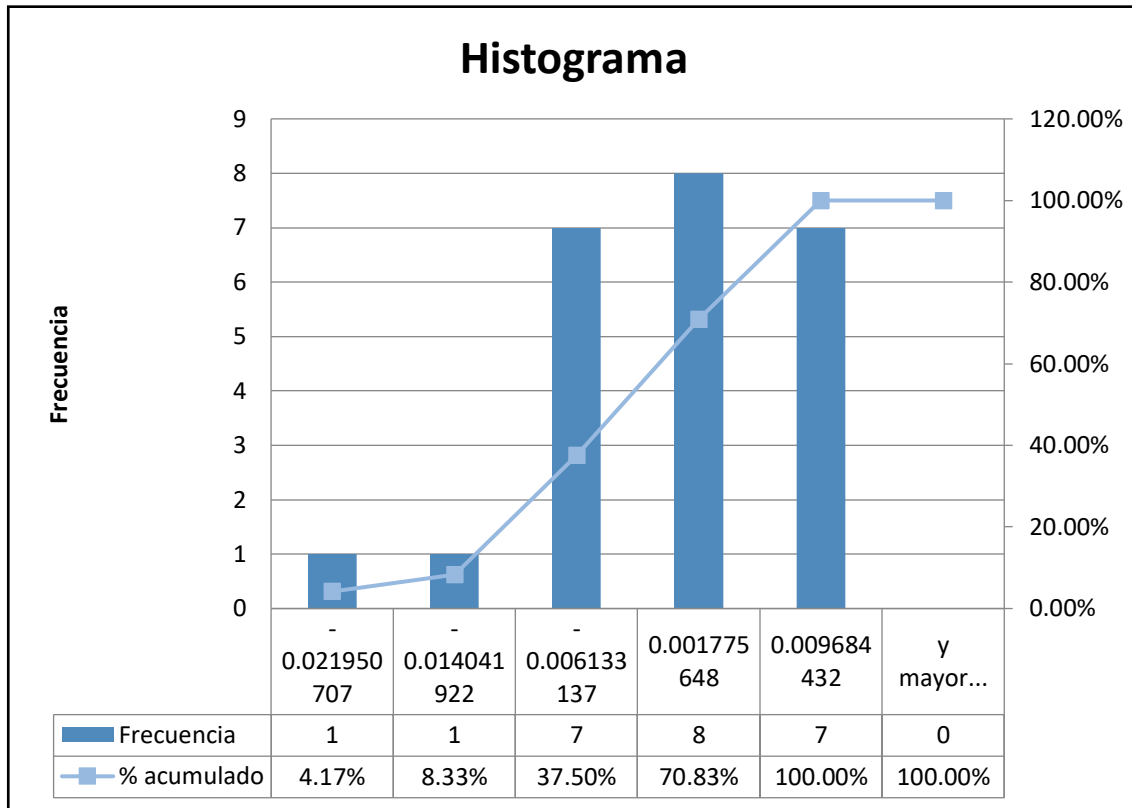
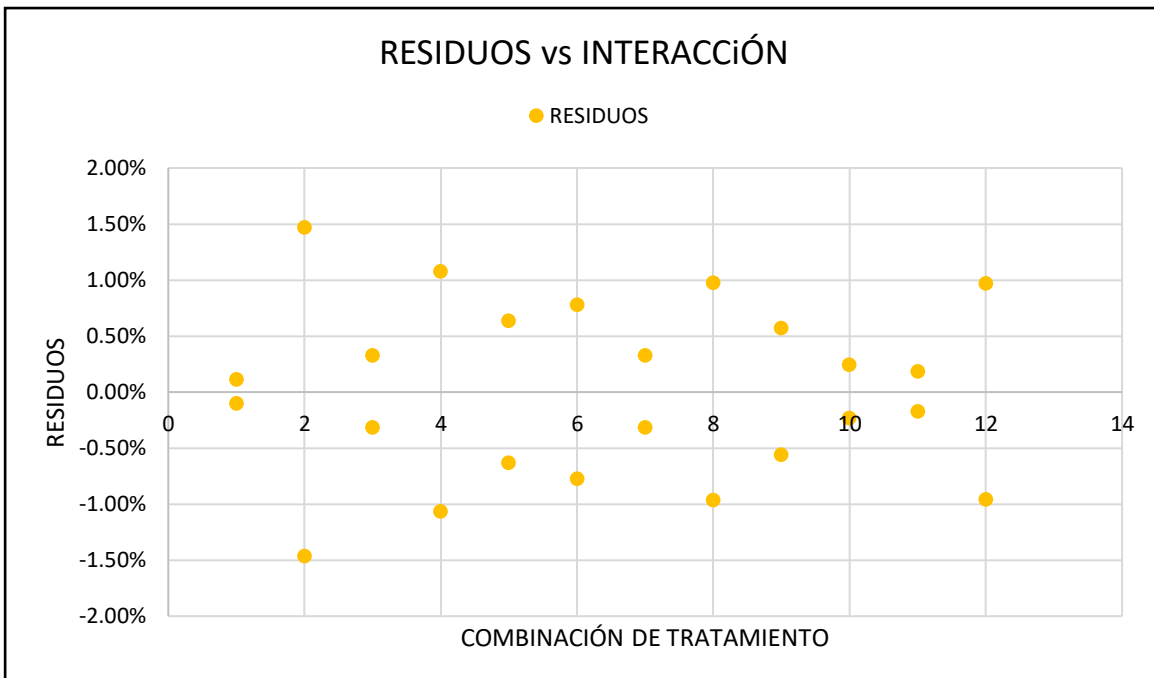


Figura 25. Gráfico de residuos para validación del análisis de varianza de la pérdida de masa por calcinación a 450°C y 550°C.



Cuadro 18. Tabla anova de dos factores para comparación de la media de pérdida de masa por calcinación a temperaturas de 550 °C y 650 °C.

ANÁLISIS DE VARIANZA							
Variable	Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Valor crítico para F	Conclusión
Tiempo	Muestra	8.49332E-05	5	1.69866E-05	0.798838974	3.106	SE ACEPTA Ho
Temperatura	Columnas	3.53353E-08	1	3.53353E-08	0.001661732	4.747	SE ACEPTA Ho
Interacción	Interacción	0.000128477	5	2.56954E-05	1.208389408	3.106	SE ACEPTA Ho
	Dentro del grupo	0.00025517	12	2.12642E-05			
	Total	0.000468615	23				

Cuadro 19. Cálculo y determinación de residuos para evaluación del análisis de varianza de dos factores de la media de pérdida de masa por calcinación a temperaturas de 550°C y 650°C anterior.

CORRIDA	TIEMPO	TEMPERATURA	FACTOR DE INTERES AJUSTADO	FACTOR DE INTERÉS Exp	RESIDUOS	ORDEN DE CORRIDA	INTERACCIÓN
1	60	550	9.19%	9.30%	0.11%	52	1
1	60	650	9.13%	8.76%	-0.38%	51	2
2	60	550	9.19%	9.09%	-0.11%	53	1
2	60	650	9.19%	9.51%	0.31%	50	2
1	120	550	9.59%	9.27%	-0.32%	32	3
1	120	650	9.43%	9.70%	0.28%	48	4
2	120	550	9.59%	9.91%	0.32%	54	3
2	120	650	9.59%	9.15%	-0.44%	49	4
1	150	550	9.62%	8.98%	-0.63%	33	5
1	150	650	9.30%	9.40%	0.09%	46	6
2	150	550	9.62%	10.25%	0.63%	57	5
2	150	650	9.30%	9.21%	-0.09%	47	6
1	180	550	9.59%	9.91%	0.32%	34	7
1	180	650	9.82%	9.90%	0.08%	44	8
2	180	550	9.59%	9.27%	-0.32%	35	7
2	180	650	9.82%	9.74%	-0.08%	45	8
1	240	550	9.19%	8.63%	-0.56%	36	9
1	240	650	10.05%	10.32%	0.26%	43	10
2	240	550	9.19%	9.75%	0.56%	58	9
2	240	650	9.19%	9.79%	0.60%	42	10
1	270	550	9.57%	9.40%	-0.18%	38	11
1	270	650	8.97%	9.06%	0.09%	40	12
2	270	550	9.57%	9.75%	0.18%	39	11
2	270	650	8.97%	8.88%	-0.09%	41	12

Figura 26. Gráfico de distribución de frecuencias de los residuos para validación del análisis de varianza de la pérdida de masa por calcinación a 550°C y 650°C.

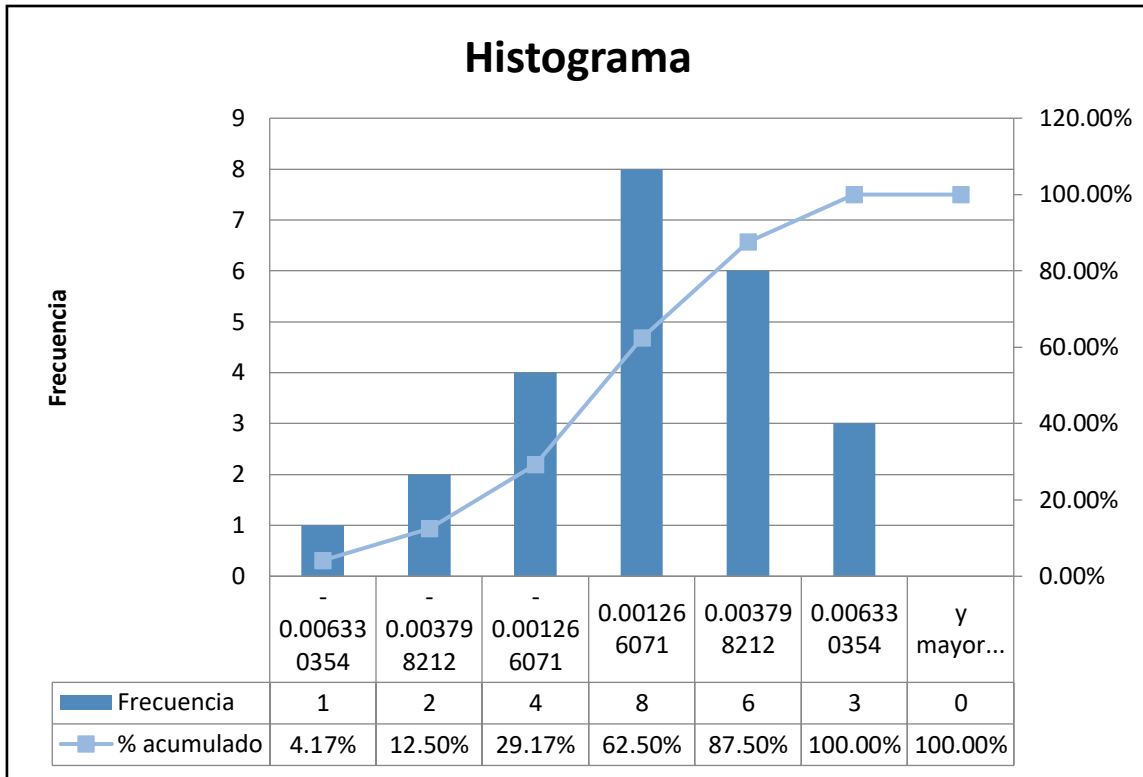
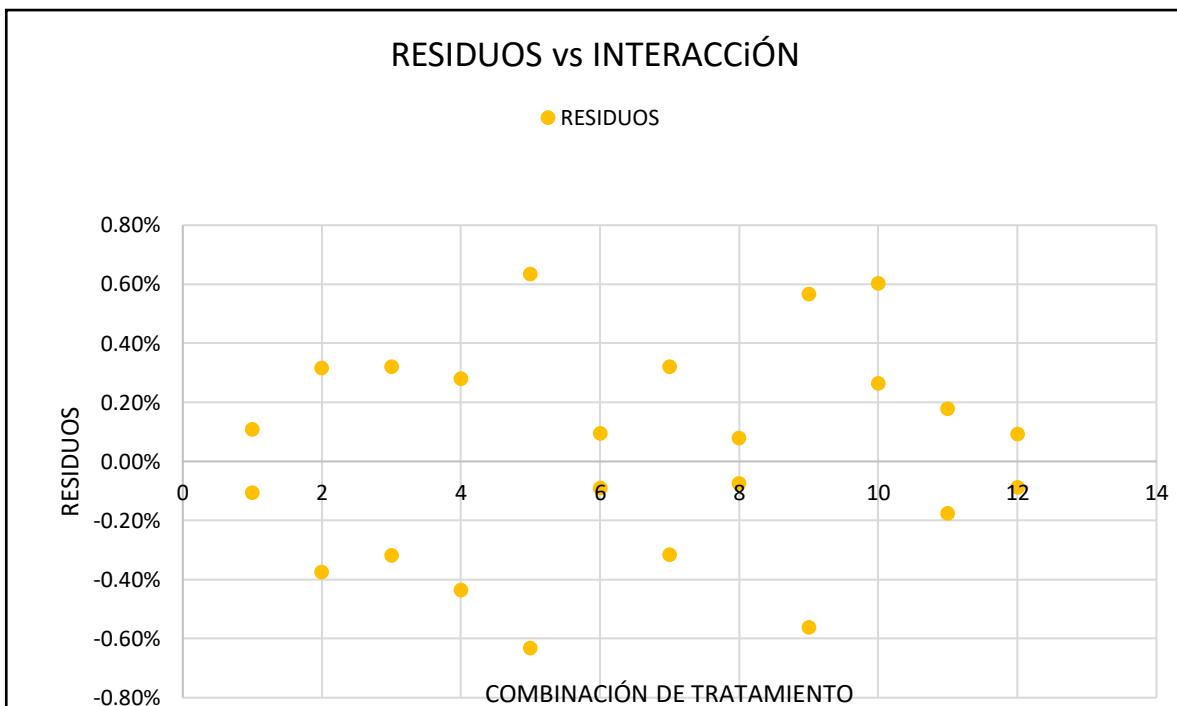


Figura 27. Gráfico de residuos para validación del análisis de varianza de la pérdida de masa por calcinación a 450°C y 550°C.



Cuadro 20. Resultados crudos del análisis granulométrico para determinación del tamaño de partícula de las Cenizas C00000. Empleando tamices Tyler Estándar norma ASTM E11. Mitad de platos análisis de gruesos y mitad de platos de finos.

Plato No.	Tamaño (mm)	Mesh	Masa (g)	Porcentaje (%)	Porcentaje acumulado (%)
0	0	0	0	0	0%
1	0.355	45	34.5	33.92%	33.92%
2	0.25	60	17	16.72%	50.64%
3	0.18	80	16	15.73%	66.37%
4	0.15	100	6.4	6.29%	72.66%
5	0.106	140	8.7	8.55%	81.22%
6	0.075	200	6.8	6.69%	87.91%
7	< 0.075	250	12.3	12.09%	100.00%
Total			101.7	100%	NA

Cuadro 21. Estadística descriptiva de la determinación de densidad de bulto de las cenizas C00000. Basada en la norma ASTM C29/C29 para agregados de concreto.

Densidad (kg/m3)	
Media	271.297379
Error típico	4.19683365
Mediana	269.082353
Moda	#N/D
Desviación estándar	10.280101
Varianza de la muestra	105.680476
Curtosis	2.29664627
Coficiente de asimetría	1.39608052
Rango	29.1304348
Mínimo	260.86957
Máximo	290.00000
Suma	1627.78427
Cuenta	6
Nivel de confianza(95.0%)	10.7883043

Cuadro 22. Detalle del balance de energía de la operación de calcinación de las cenizas C00000 en correspondencia del balance de masa anterior.

AGUA	
H vapor	3705.6 kJ/kg
H líquido	29.3 kJ/kg
m	106.3 kg/día
<u>Q agua</u>	<u>390602.9 kJ/día</u>
COMBUSTIÓN DEL CARBÓN	
Reacción	
C(s) + O2(g) ---> CO2(g)	
H rxn @ 25 °C	-393.5 kJ/mol CO2 formado
H rxn @ 25 °C	-8943.4 kJ/kg CO2 formado
m CO2 form	2750.0 kg/día
<u>Q combustión</u>	<u>-24594312.5 kJ/día</u>
CALENTAMIENTO AIRE	
Cp/R = A + BT + CT ² + DT-2	
A	3.355
B	0.000575
C	0
D	-1600
To	298.15 K
Tf	873.15 K
Int. Cp dT	17677.92 J/mol
Int. Cp dT	609.5834483 kJ/kg Aire
m aire	9441.67 kg/día
<u>Q calent. aire</u>	<u>5755483.7 kJ/día</u>
CALENTAMIENTO CENIZAS	
Cp/R = A + BT + CT ² + DT-2	
A	4.871
B	0.005365
C	0
D	-100100
To	298.15 K
Tf	873.15 K
Int. Cp dT	36467.37 J/mol
Int. Cp dT	606.9801931 kJ/kg Cenizas
m cenizas	6250.00 kg/día
<u>Q calent. Cenizas</u>	<u>3793626.2 kJ/día</u>

E. Imágenes del proceso experimental

Figura 28. Fotografía frontal del Horno tipo Muffla marca Thermo Scientific modelo Thermolyne F6010 empleado para la calcinación de las cenizas de cascarilla de arroz.



Fotografía tomada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias del Departamento de Ingeniería Química, Química Industrial, y Biotecnología Industrial de la Universidad del Valle de Guatemala.

Figura 29. Fotografía trasera lateral del Horno tipo Muffla marca Thermo Scientific modelo Thermolyne F6010 empleado para la calcinación de las cenizas de cascarilla de arroz.



Fotografía tomada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias del Departamento de Ingeniería Química, Química Industrial, y Biotecnología Industrial de la Universidad del Valle de Guatemala

Figura 30. Fotografía de las porcelanas cargadas con las muestras de cenizas a calcinar para cada corrida y modo de distribución en horno previo a la calcinación.



Fotografía tomada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias del Departamento de Ingeniería Química, Química Industrial, y Biotecnología Industrial de la Universidad del Valle de Guatemala.

Figura 31. Fotografía de las porcelanas empleadas para la calcinación de las cenizas de 5 pulgadas con muestras de cenizas.



Fotografía tomada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias del Departamento de Ingeniería Química, Química Industrial, y Biotecnología Industrial de la Universidad del Valle de Guatemala.

Figura 32. Bolsas de almacenamiento de las muestras preparadas e identificadas para conservar las cenizas para análisis.

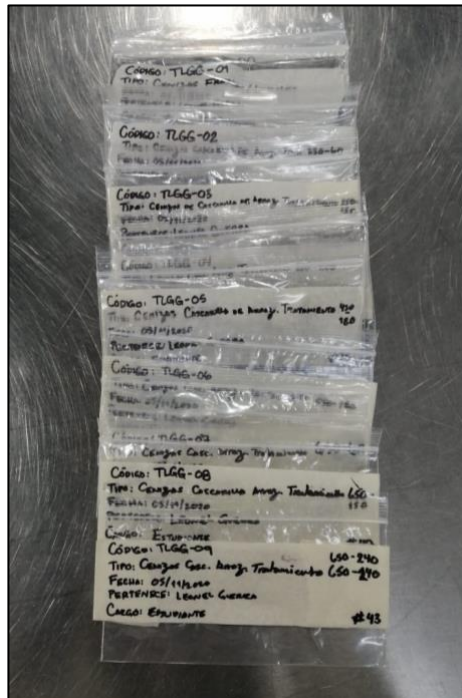


Figura 33. Fotografía del tarado de las porcelanas previamente secadas y limpiadas en balanza analítica.

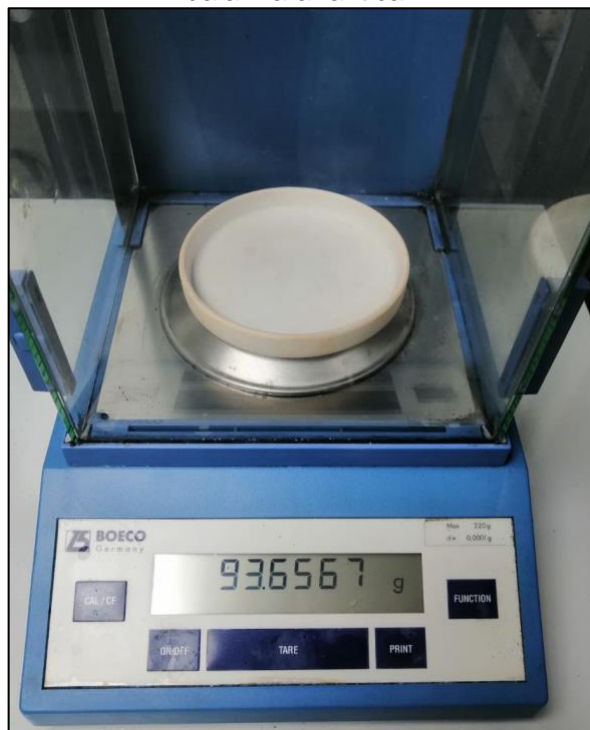


Figura 34. Fotografía del medición de masa de las cenizas en balanza anítica para ser calcinadas.

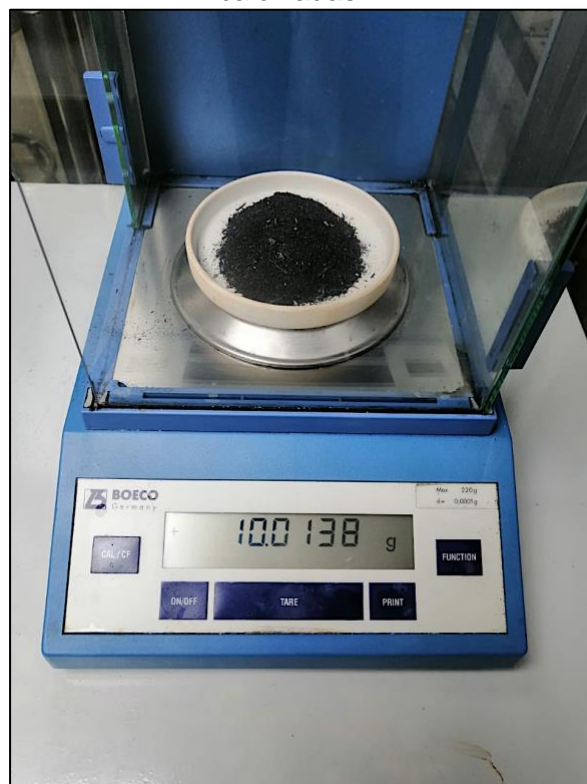


Figura 35. Fotografía de la medición de masa final de una muestra de cenizas después de ser calcinada. Se observa la disminución del color negro intenso de las cenizas en comparación con la figura anterior.

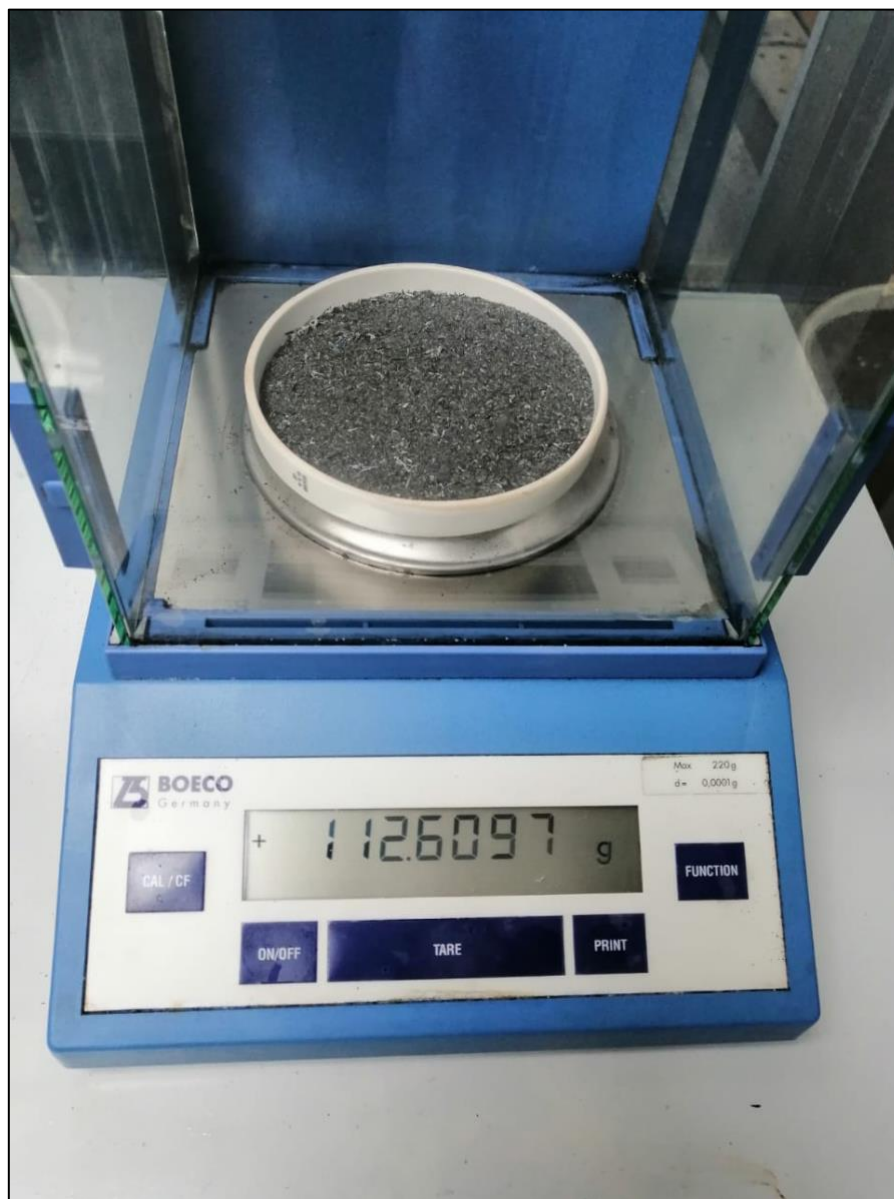
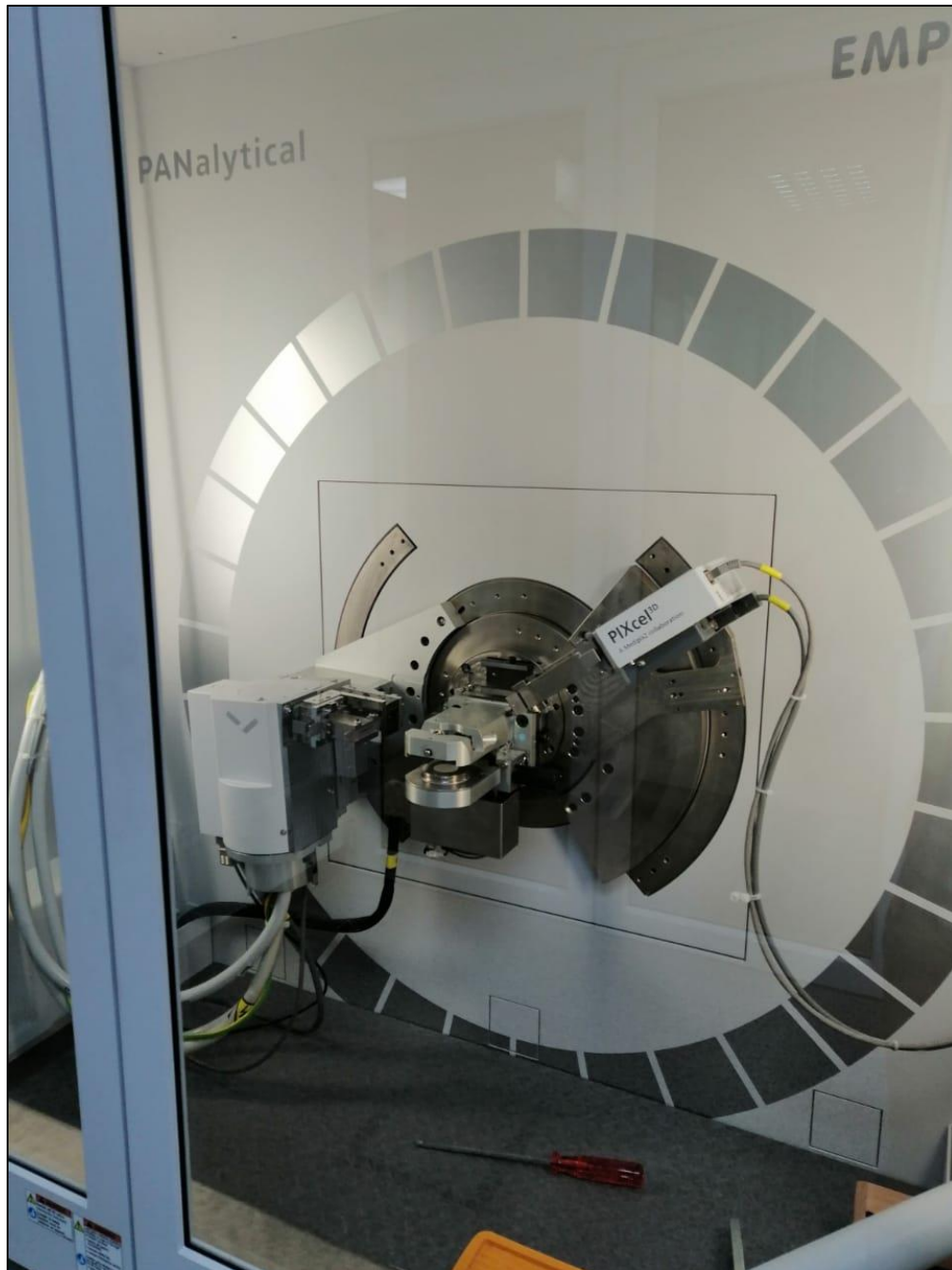


Figura 36. Fotografía del equipo de difracción de rayos x empleado para la determinación de los difractogramas, y la proporción cristalina de cascarilla de arroz, cenizas C00000, y cenizas C65240.



Fotografía tomada en el Laboratorio del Centro Tecnológico de Cementos Progreso S.A. en “La Pedrera” zona 5 de la Ciudad de Guatemala.

Figura 37. Fotografía del equipo de tamizado para determinación de tamaño de partícula.



Fotografía tomada en el Laboratorio de Operaciones Unitarias del Departamento de Ingeniería Química, Química Industrial, y Biotecnología Industrial de la Universidad del Valle de Guatemala.