

ÍNDICE

CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN	1
1.1. ANTECEDENTES Y MOTIVACIÓN.....	2
1.2. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA.....	3
1.3. SOLUCIÓN PROPUESTA	4
1.4. OBJETIVOS	5
1.4.1. Objetivo General.....	5
1.4.2. Objetivos Específicos	5
1.5. ALCANCES	5
1.6. METODOLOGÍAS Y HERRAMIENTAS UTILIZADAS.....	6
1.7. RESULTADOS ESPERADOS.....	6
1.8. ORGANIZACIÓN DEL DOCUMENTO.....	7
CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO	8
2.1. ANÁLISIS DE DATOS EXPERIMENTALES	9
2.1.1. Definición de errores	9
2.1.2. Clasificación de los errores.....	10
2.1.3. Exactitud.....	12
2.1.4. Precisión	13
2.2. ASPECTOS ESTADÍSTICOS.....	14
2.2.1. Distribuciones de datos.....	14
2.2.2. Coeficiente de correlación de Pearson.....	15
2.2.3. Pruebas de hipótesis.....	17
2.3. FOTO-CENTRIFUGAS	19
2.3.1. Foto-centrifuga de cubeta	20
2.4. PRINCIPIO DE LOS MÉTODOS ÓPTICOS PARA MEDICIÓN TAMAÑO DE MICROPARTÍCULAS	21
2.4.1. Transmisión y absorción óptica.....	22
2.4.2. Ley de Lambert-Beer.....	23
2.5. MÉTODOS DE SEDIMENTACIÓN PARA MEDICIÓN DE MICRO PARTÍCULAS.....	25

2.5.1.	Sedimentación en un campo de fuerza gravitacional	26
2.5.2.	Sedimentación en un campo de fuerza centrifugo	27
2.6.	REPRESENTACIÓN DE LA DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑO DE MICRO PARTÍCULAS.....	30
2.6.1.	Análisis acumulativo	30
2.6.2.	Análisis incremental	32
2.7.	DIÁMETROS MEDIOS PARA DISTRIBUCIONES DE TAMAÑOS DE PARTÍCULAS.....	33
2.7.1.	Moda.....	33
2.7.2.	Mediana	33
2.7.3.	Media.....	34
2.8.	AMPLITUD DE LA DISTRIBUCION DE TAMAÑOS DE MICRO PARTICULAS.....	35
CAPÍTULO III: MODELACIÓN ESPECÍFICA DEL PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO DEL EQUIPO Y CARACTERIZACIÓN DE LOS DATOS EMPLEADOS.....		36
3.1.	CENTRIFUGA ANALÍTICA ÓPTICA SHIMADZU SA-CP3.....	37
3.1.1.	Sedimentación de las partículas.....	38
3.1.2.	Principio óptico de medición.....	39
3.2.	METODOLOGÍA PARA LA OBTENCIÓN DE DATOS	40
3.2.1.	Procedimiento experimental	40
3.2.2.	Micro partículas Geltech S501	40
3.2.3.	Preparación de suspensiones	41
3.3.	DATOS OBTENIDOS EN LA SHIMADZU SA-CP3	43
3.3.1.	Distribución de tamaño de la partícula a 750 rpm.....	45
3.4.	CALIBRE DE REFERENCIA	46
CAPÍTULO IV: DETERMINACIÓN DE LA PRECISIÓN DEL EQUIPO Y SU ERROR ASOCIADO		48
4.1.	DETERMINACIÓN DE LA CORRELACIÓN ENTRE EL CALIBRE Y LOS RESULTADOS OBTENIDOS.....	49

4.1.1. Ensayo a 750 rpm	50
4.1.2. Ensayo a 2.000 rpm	53
4.1.3. Ensayo a 3.500 rpm	55
4.2. ANÁLISIS DE LA AMPLITUD DE LA DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑOS DE MICROPARTICULAS	58
4.3. ANÁLISIS SOBRE LOS VALORES CENTRALES DE LA DISTRIBUCIÓN DE TAMAÑOS DE PARTICULAS	60
CAPÍTULO V: DISCUSIÓN Y ANÁLISIS	65
5.1. ANÁLISIS DE RESULTADOS DEL COEFICIENTE DE PEARSON	66
5.2. ANÁLISIS DE RESULTADOS SOBRE LA AMPLITUD DE LA DISTRIBUCIÓN	67
5.3. ANÁLISIS DE RESULTADOS DE LA MODA ESTADÍSTICA	69
CONCLUSIONES	71
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	74
ANEXOS	76
A. CARACTERÍSTICAS DE LA SHIMDZU SA-CP3	77
B. DESCRIPCIÓN DE LOS EQUIPOS DE LABORATORIO.....	79
C. DATOS OBTENIDOS POR LA SHIMADZU SA-CP3	82
D. DATOS OBTENIDOS POR EL EQUIPO HELOS PARA EL CALIBRE DE REFERENCIA.....	110
E. DIAGRAMA ACUMULATIVO E INCREMENTAL DE LOS DATOS OBTENIDOS POR LA CENTRIFUGA ANALÍTICA.	111
F. TABLA t DE STUDENT	115

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA 2.1: Comparación de errores sistemáticos y accidentales.....	12
FIGURA 2.2: Esquema de la relación entre exactitud y precisión.....	13
FIGURA 2.3: Representación gráfica de los modelos estadísticos.	18
FIGURA 2.4: Principios básicos de centrifugadoras de sedimentación.....	19
FIGURA 2.5: Cubeta rectangular con tapón de teflón.	20
FIGURA 2.6: Elementos de la foto-centrifuga Horiba Capa-500.	21
FIGURA 2.7: Rayos de luz que interactúan con una partícula.....	22
FIGURA 2.8: Atenuación de la luz en una cubeta de vidrio.	22
FIGURA 2.9: Proceso de sedimentación y análisis óptico de partículas.	26
FIGURA 2.10: Esquema de una partícula sometida a fuerzas gravitatorias.	26
FIGURA 2.11: Esquema de las fuerzas sobre una partícula que sedimenta mediante la acción de campo centrífugo.	28
FIGURA 2.12: Perfil de concentración y curso temporal de la sedimentación de partículas monomodales en el sistema de campo centrífugo.	30
FIGURA 2.13: Histograma distribución acumulativa.	31
FIGURA 2.14: Histograma distribución incremental.....	32
FIGURA 2.15: Representación de la moda, mediana y media en una distribución de tamaño de partículas.....	34
FIGURA 3.1: Centrifuga analítica Shimadzu SA-CP3.	37
FIGURA 3.2: Sección transversal a través del disco de la centrífuga y el sistema óptico ..	38
FIGURA 3.3: Esquema representativo del sistema óptico de medición.	39
FIGURA 3.4: Fotografía micropartículas Geltech 0,5 μm	40
FIGURA 3.5: Diagrama para los valores de extinción obtenido para 750, 1.200, 2.000 y 3.000 rpm.....	44
FIGURA 3.6: Diagrama acumulativo para partículas de 0,5 μm de diámetro nominal a 750 rpm.....	45
FIGURA 3.7: Diagrama incremental para partículas de 0,5 μm de diámetro nominal a 750 rpm.....	46

FIGURA 3.8: Gráfico de distribución acumulativo e incremental de tamaño de partículas de dióxido de silicio de 0,5 μm de diámetro nominal.	47
FIGURA 4.1: Distribución acumulativa para los resultados de las mediciones de la centrifuga analítica a 750 rpm y los datos del calibre de referencia medido por el equipo Helos.	50
FIGURA 4.2: Gráfico de dispersión $Q_3(\%)$, Helos - Shimadzu para 750 rpm.	52
FIGURA 4.3: Distribución acumulativa para la comparación de los resultados de las mediciones de la centrifuga analítica a 2.000 rpm y los datos del calibre de referencia medidos por el equipo Helos.	53
FIGURA 4.4: Gráfico de dispersión $Q_3(\%)$, Helos - Shimadzu para 2.000 rpm.	54
FIGURA 4.5: Distribución acumulativa para los resultados de las mediciones de la centrifuga analítica a 3.500 rpm y los datos del calibre de referencia medidos por el equipo Helos.	56
FIGURA 4.6: Gráfico de dispersión $Q_3(\%)$, Helos - Shimadzu, para 3.500 rpm.	57
FIGURA 4.7: Distribución incremental para el calibre de referencia y diferentes campos de aceleración de medición, en la centrifuga analítica.	59
FIGURA 4.8: Gráfico de control sobre las mediciones de la centrifuga analítica con respecto a la medida del calibre de referencia.	64
FIGURA 5.1: Distribución incremental para la comparación de la amplitud del calibre de referencia vs la centrifuga analítica a una velocidad de operación de 1.800 rpm.	68

ÍNDICE DE TABLAS

TABLA 2.1: Correlación lineal entre dos variables.....	16
TABLA 2.2: Nivel de correlación lineal.....	16
TABLA 2.3: Modelos estadísticos (correlación lineal)	17
TABLA 3.1: Caracterización de partículas Geltech por el espectrómetro Helos y un microscopio electrónico de barrido	41
TABLA 3.2: Ejemplo de la distribución en Excel de los datos obtenidos de los ensayos...	44
TABLA 4.1: Medidas utilizadas para la comparación de datos acumulativos a 750 rpm. ..	51
TABLA 4.2: Resumen de los resultados de contrastación y significancia para datos acumulativos a 750 rpm.....	52
TABLA 4.3: Medidas utilizadas para la comparación de datos acumulativos a 2.000 rpm.54	
TABLA 4.4: Resumen de los resultados de contrastación y significancia para datos acumulativos a 2.000 rpm.....	55
TABLA 4.5: Medidas utilizadas para la comparación de datos acumulativos a 3.500 rpm.56	
TABLA 4.6: Resumen de los resultados de contrastación y significancia para datos acumulativos a 3.500 rpm.....	57
TABLA 4.7: Resumen de los datos para D_{10} , D_{50} , D_{90} y el valor Span.....	58
TABLA 4.8: Error relativo presente en los valores D_{10} , D_{50} , D_{90} y Span.....	60
TABLA 4.9: Dispersión de datos D_{10} , D_{50} , D_{90} y Span, respecto del valor central.....	60
TABLA 4.10: Datos obtenidos de las mediciones para 2 conjuntos de ensayos a diferentes velocidades	61
TABLA 4.11: Error asociado a las medidas del primer conjunto de ensayos de la centrifuga analítica respecto del calibre de referencia.	62
TABLA 4.12: Error asociado a las medidas del segundo conjunto de ensayos de la centrifuga analítica respecto del calibre de referencia.	62
TABLA 4.13: Dispersión que presentan las mediciones de la centrifuga respecto de parámetros diferentes.....	63