



UNIVERSIDAD DE LA RIOJA

TESIS DOCTORAL

Título
Modelizado y optimización del proceso de compresión de aditivos alimentarios mediante DEM (<i>Discrete Element Method</i>)
Autor/es
Jorge Muro Hernández
Director/es
Ana González Marcos y Fernando Alba Elías
Facultad
Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial
Titulación
Departamento
Ingeniería Mecánica
Curso Académico
2014-2015



Modelizado y optimización del proceso de compresión de aditivos alimentarios mediante DEM (*Discrete Element Method*), tesis doctoral de Jorge Muro Hernández, dirigida por Ana González Marcos y Fernando Alba Elías (publicada por la Universidad de La Rioja), se difunde bajo una Licencia Creative Commons Reconocimiento-NoComercial-SinObraDerivada 3.0 Unported. Permisos que vayan más allá de lo cubierto por esta licencia pueden solicitarse a los titulares del copyright.

© El autor
© Universidad de La Rioja, Servicio de Publicaciones, 2015
publicaciones.unirioja.es
E-mail: publicaciones@unirioja.es



**Departamento de Ingeniería Mecánica
Doctorado en Diseño e Ingeniería de Producto
y de Procesos Industriales**

TESIS DOCTORAL

**MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE
COMPRESIÓN DE ADITIVOS ALIMENTARIOS
MEDIANTE DEM (*DISCRETE ELEMENT METHOD*)**

Autor: D. Jorge Muro Hernández

Directores: Dra. D^a. Ana González Marcos

Dr. D. Fernando Alba Elías

Logroño, Junio de 2015

A la memoria de mis padres, por su ejemplo.

A mi mujer, Clara, y a mis dos hijas, María e Irene, por su apoyo incondicional.

AGRADECIMIENTOS

A mis directores de tesis, Ana y Fernando, por sumar su esfuerzo al mio para dar como resultado este trabajo.

Al Dr. Álvaro Janda por su inestimable ayuda, guía eficaz en momentos de incertidumbre.

A los técnicos de taller de la Universidad de La Rioja, José Manuel y José Luis, por estar siempre dispuestos a fabricar mis, siempre urgentes, requerimientos.

A mi familia y amigos por el tiempo robado, que prometo devolver con intereses.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CAPÍTULO 1	1
1 INTRODUCCIÓN.....	3
1.1 Antecedentes.....	3
1.1.1 Aditivos alimentarios.....	3
1.1.2 Método de Elementos Discretos.....	5
1.2 Motivación y objetivos.....	6
1.3 Estructura del documento.....	8
CAPÍTULO 2	11
2 ESTADO DEL ARTE.....	13
2.1 Aditivos alimentarios.....	13
2.1.1 Definición y legislación.....	13
2.1.2 Formas de dosificación.....	15
2.1.3 Compresión de mezclas de difícil fabricación.....	20
2.2 Proceso de compresión.....	22
2.2.1 Modelos aplicables al proceso de compresión.....	22

2.2.2 Etapas en la compactación.....	25
2.2.3 Parámetros que influyen en el proceso de compactación.....	27
2.2.4 Test de determinación de la resistencia mecánica.....	31
2.3 DEM.....	35
2.3.1 Introducción.....	35
2.3.2 Generalidades.....	36
2.3.3 Revisión histórica.....	38
2.3.4 Influencia de los parámetros en la simulación.....	43
CAPÍTULO 3.....	47
3 MATERIALES.....	49
3.1 Introducción.....	49
3.2 Materiales utilizados.....	49
3.2.1 Sal.....	49
3.2.2 Ácido cítrico.....	54
3.2.3 Estearato de magnesio.....	55
3.3 Descripción de los instrumentos y aparatos.....	58
3.3.1 Prensa industrial.....	58
3.3.2 Punzones.....	76
3.3.3 Comprimidos.....	79
3.3.4 Prensa de laboratorio.....	81
3.3.5 Software DEM.....	85

CAPÍTULO 4	87
4 MÉTODOS.....	89
4.1 Introducción.....	89
4.2 Pruebas empíricas.....	91
4.2.1 Fabricación de comprimidos en la prensa industrial.....	91
4.2.2 Fabricación de comprimidos en la prensa de laboratorio.....	92
4.3 Simulaciones con software DEM.....	95
4.3.1 Diseño de modelos.....	96
4.3.2 Pruebas preliminares.....	96
4.3.3 Análisis de parámetros en DEM.....	105
4.3.4 Diseño de experimentos (DOE).....	125
CAPÍTULO 5	127
5 RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	129
5.1 Introducción.....	129
5.2 Ensayos reales vs simulaciones.....	130
5.2.1 Proceso de compactación.....	131
5.2.2 Proceso de rotura.....	134
5.3 Calculo de la velocidad máxima de la simulación.....	137
5.3.1 Variación de la fuerza máxima.....	138
5.3.2 Gráficas tensión-deformación.....	146

5.4 Estudio del módulo de corte (G, shear modulus).....	154
5.5 Simulación de modelos para fabricación de comprimidos.....	160
5.5.1 Hertz-Mindlin with Bonding.....	161
5.5.2 Hertz-Mindlin with JKR Cohesion.....	195
5.5.3 Hysteretic Spring + Linear Cohesion.....	206
5.5.4 ECM.....	215
5.6 Simulación de modelos para rotura de comprimidos.....	223
5.6.1 Hertz-Mindlin with Bonding.....	224
5.6.2 Hertz-Mindlin with JKR Cohesion.....	237
5.6.3 Hysteretic Spring + Linear Cohesion.....	239
5.6.4 ECM.....	241
5.7 Validación.....	248
5.7.1 Introducción.....	248
5.7.2 Comprimido de diámetro 17 mm plano.....	249
5.7.3 Comprimido de diámetro 13 mm plano.....	252
5.7.4 Conclusiones.....	255
5.8 Ejemplos de aplicación.....	256
5.8.1 Calculo radio optimo punzones.....	256
5.8.2 Agitación del comprimido.....	258
5.8.3 Varios componentes.....	259
5.8.4 Diferentes tamaños de partículas.....	260
5.8.5 Test de compresión axial.....	262
5.8.6 Test de penetración.....	263

5.8.7 Impacto.....	264
5.8.8 Otras aplicaciones.....	266
CAPÍTULO 6.....	267
6 CONCLUSIONES Y LINEAS FUTURAS.....	269
6.1 Conclusiones generales.....	269
6.2 Líneas futuras.....	272
CAPITULO 7.....	275
7 REFERENCIAS.....	277
ANEXO A.....	287
COMPRESION CON PRENSA EXCENTRICA.....	289
ANEXO B.....	307
EDEM – MODELOS DE CONTACTO.....	309
B.1 HERTZ-MINDLIN (No Slip).....	309
B.2 HERTZ-MINDLIN WITH BONDING.....	311
B.3 HERTZ- MINDLIN WITH JKR COHESION.....	313
B.4 LINEAR COHESION.....	317
B.5 HYSTERIC SPRING.....	317
B.6 LINEAR SPRING.....	321

ÍNDICE DE FIGURAS

CAPÍTULO 2

Figura 2.1: Fractura por baja compacidad.....	21
Figura 2.2: Adherencia del aditivo al punzón.....	21
Figura 2.3: Fractura por adherencia al casquete superior del punzón.....	22
Figura 2.4: Etapas del proceso de compactación.....	25
Figura 2.5: Aumento de la compactación en función de la presión y el tiempo.....	26
Figura 2.6: Distribución de densidad con lubricación y sin ella	28
Figura 2.7: Test de compresión diametral.....	32
Figura 2.8: Determinación de la altura equivalente Heq de una pastilla.....	34
Figura 2.9: Comprimido después del ensayo de resistencia.....	34
Figura 2.10: Tipos de modelo de contacto. [Mellado, 2011].....	37

CAPÍTULO 3

Figura 3.1: Diferentes presentaciones de la sal.	50
Figura 3.2: Proceso de tamizado.....	52
Figura 3.3: Granulometría obtenida.....	52

Figura 3.4: Prensa de comprimidos Bonals.....	59
Figura 3.5: Etapas en el proceso de compresión.....	60
Figura 3.6: Vista de la leva original (dcha.) y modificada (izda.).....	62
Figura 3.7: Vista en 3D de la leva original (izda.) y modificada (dcha.).....	62
Figura 3.8: Regulación punzón superior.....	63
Figura 3.9: Regulación punzón inferior.....	63
Figura 3.10: Proceso de compresión con matriz partida.....	64
Figura 3.11: Distintas geometrías de matriz partida.....	65
Figura 3.12: Conjunto de base, matriz partida y guías.....	65
Figura 3.13: Vista en explosión del conjunto.....	66
Figura 3.14: Base. Imagen 3D renderizada.....	67
Figura 3.15: Matriz cerrada.....	68
Figura 3.16: Matriz abierta.....	68
Figura 3.17: Matriz. Vista superior.....	68
Figura 3.18: Matriz. Vista inferior.....	68
Figura 3.19: Matriz partida y guías. Conjunto desmontado.....	68
Figura 3.20: Matriz partida y guías. Conjunto montado.....	69
Figura 3.21: Matriz partida y guías. Vista en explosión.....	69
Figura 3.22: Cilindro hidráulico.....	71
Figura 3.23: Multiplicador neumático y su esquema.....	72
Figura 3.24: Sistema oleoneumático.....	72
Figura 3.25: Armario eléctrico.....	74
Figura 3.26: Punzón plano (izda.) y cóncavo (dcha.).....	76

Figura 3.27: Diferentes punzones usados en los ensayos.....	78
Figura 3.28: Diferentes geometrías de comprimidos.....	80
Figura 3.29: Pastilla de Diablanc de 6 gr.....	80
Figura 3.30: Prensa triaxial.....	82
Figura 3.31: Piezas diseñadas para adaptar la prensa de laboratorio.....	83
Figura 3.32: Matrices de diferentes diámetros.....	84
Figura 3.33: Célula de carga de 5 Tn.....	84
Figura 3.34: Sistema de adquisición de datos.....	85
Figura 3.35: Software Geolab.....	85
Figura 3.36: Módulos y extensiones de EDEM.....	86

CAPÍTULO 4

Figura 4.1: Test diametral (izda.) y test axial (dcha.).....	93
Figura 4.2: Test de compresión diametral. Inicio (izda.) y aparición de grieta (dcha.)...94	
Figura 4.3: Test de compresión diametral. Inicio (izda.) y aparición de grieta (dcha.)...94	
Figura 4.4: Variación en los enlaces.....	98
Figura 4.5: Variación en energía y fuerza.....	98
Figura 4.6: Comparación de los dos métodos de simulación.....	101
Figura 4.7: Comienzo método 1.....	102
Figura 4.8: Comienzo método 2.....	102
Figura 4.9: LLenado defectuoso.....	102
Figura 4.10: Llenado correcto.....	102
Figura 4.11: Método 1 (sup.) y método 2 (inf.).....	103

Figura 4.12: Repetición del método 2.....	103
Figura 4.13: Fuerza por método 1.....	104
Figura 4.14: Fuerza por método 2.....	104
Figura 4.15: Densidad 2170 kg/m ³	108
Figura 4.16: Densidad 7000 kg/m ³	108
Figura 4.17: Distribución de densidades.	109

CAPÍTULO 5

Figura 5.1: Compresión de sal en polvo.....	132
Figura 5.2: Simulación de compresión en EDEM.....	132
Figura 5.3: Comprimido en EDEM.....	133
Figura 5.4: Comprimidos de 22 mm de diámetro obtenidos en la prensa.....	133
Figura 5.5: Grafica de fuerza de rotura con prensa. Tipo 1.....	134
Figura 5.6: Gráfica de rotura con EDEM. Tipo 1.....	135
Figura 5.7: Grafica de fuerza de rotura con prensa. Tipo 2.....	136
Figura 5.8: Gráfica de rotura con EDEM. Tipo 2.....	136
Figura 5.9: Diametral Test. Prensa.....	137
Figura 5.10: Diametral Test. EDEM.....	137
Figura 5.11: Fuerza-tiempo para.....	139
Figura 5.12: Fuerza-tiempo para.....	139
Figura 5.13: Valores máximos de fuerza de compresión (G=1e+6 Pa).....	140
Figura 5.14: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle (G=1e+6 Pa).....	140
Figura 5.15: Valores máximos de fuerza de compresión (G=1e+7 Pa).....	141

Figura 5.16: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+7$ Pa).....	141
Figura 5.17: Valores máximos de fuerza de compresión ($G=1e+8$ Pa).....	142
Figura 5.18: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+8$ Pa).....	142
Figura 5.19: Valores máximos de fuerza de compresión ($G=1e+6$ Pa).....	143
Figura 5.20: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+6$ Pa).....	143
Figura 5.21: Valores máximos de fuerza de compresión ($G=1e+8$ Pa).....	144
Figura 5.22: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+8$ Pa).....	144
Figura 5.23: Comparativa entre todas las gráficas en detalle.....	145
Figura 5.24: Gráfica de tensión-deformación.....	147
Figura 5.25: Gráfica tensión-deformación hasta $v=2$ m/s.....	148
Figura 5.26: Gráfica tensión-deformación, con ampliación ($G=1e+8$ Pa).....	149
Figura 5.27: Gráfica tensión-tiempo ($G=1e+8$ Pa).....	149
Figura 5.28: Gráfica tensión-deformación ($G=1e+7$ Pa).....	150
Figura 5.29: Gráfica tensión-tiempo ($G=1e+7$ Pa).....	150
Figura 5.30: Gráfica tensión-deformación ($G=1e+6$ Pa).....	151
Figura 5.31: Gráfica tensión-tiempo ($G=1e+6$ Pa).....	152
Figura 5.32: Gráfica tensión-deformación ($G=1e+8$ Pa) y diámetro 13 mm.....	153
Figura 5.33: Gráfica tensión-tiempo ($G=1e+8$ Pa) y diámetro 13 mm.....	153
Figura 5.34: Evolución de los enlaces respecto a Shear Modulus.....	159
Figura 5.35: Evolución de la fuerza máxima respecto a Shear Modulus.....	160
Figura 5.36: Detalle del ensayo CBCC (mejor resultado).....	169
Figura 5.37: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 6).....	170
Figura 5.38: Detalle del ensayo CCCC1 (mejor resultado).....	174

Figura 5.39: Relación entre el nº de enlaces intactos y la calidad del comprimido	
(Rango 1) - Gráfica 1.....	175
Figura 5.40: Relación entre el nº de enlaces intactos y la calidad del comprimido	
(Rango 1) – Gráfica 2.....	175
Figura 5.41: Ejemplo de proceso de compresión (Rango 1).....	177
Figura 5.42: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 1).....	177
Figura 5.43: Detalle del ensayo CCCC2 (mejor resultado).....	181
Figura 5.44: Ejemplo de proceso de compresión (Rango 2).....	182
Figura 5.45: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 2).....	183
Figura 5.46: Detalle del ensayo CBCC3 (mejor resultado).....	187
Figura 5.47: Ejemplo de proceso de compresión (Rango 3).....	188
Figura 5.48: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 3).....	188
Figura 5.49: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 4).....	191
Figura 5.50: Detalle del ensayo CBCC5 (mejor resultado).....	194
Figura 5.51: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 5).....	194
Figura 5.52: Detalle del ensayo BCCB (mejor resultado).....	202
Figura 5.53: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (réplica 1)....	202
Figura 5.54: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (réplica 2)....	203
Figura 5.55: Detalle del ensayo CCAA (mejor resultado).....	211
Figura 5.56: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (réplica 1)....	212
Figura 5.57: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (réplica 2)....	212
Figura 5.58: Detalle del ensayo CCBA (mejor resultado).....	220
Figura 5.59: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (Rango 1)....	220

Figura 5.60: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (Rango 2)...	221
Figura 5.61: Proceso de compresión con ECM.....	222
Figura 5.62: Gráfica de fuerza sin exportar las propiedades (Procedimiento 1).....	226
Figura 5.63: Gráfica de fuerza exportando las propiedades (Procedimiento 2).....	226
Figura 5.64: Gráfica de fuerza sin exportar el comprimido (Procedimiento 3).....	226
Figura 5.65: Procedimiento 1 (izqda.), procedimiento 2 (centro) y procedimiento 3	227
Figura 5.66: Fuerza de rotura ensayo “Rotura 2”.....	236
Figura 5.67: Momento de la fractura. Ensayo "Rotura 2".....	236
Figura 5.68: Comprimido HM with JKR.....	238
Figura 5.69: Test diametral.....	238
Figura 5.70: Gráfica de fuerza de rotura-tiempo.....	238
Figura 5.71: Ensayo CCAA. Diametral Test.....	239
Figura 5.72: Ensayo BBBA. Diametral Test.....	239
Figura 5.73: Ensayo BBBA. Gráfica fuerza-tiempo.....	240
Figura 5.74: Ensayo CCAA3. Diametral Test. Inicio (izqda.) y final (dcha.).....	241
Figura 5.75: Gráfica Diametral Test CCAA3.....	242
Figura 5.76: Gráfica Diametral Test CBCC.....	242
Figura 5.77: CCAA3. Diametral Test.....	243
Figura 5.78: CCAA3. Grafica fuerza de rotura-tiempo.....	243
Figura 5.79: ECM-HM1. Diametral Test.....	244
Figura 5.80: ECM-HM1. Diagrama fuerza de rotura-tiempo.....	245
Figura 5.81: ECM-HM2. Diametral Test.....	246
Figura 5.82: ECM-HM2. Diagrama fuerza de rotura-tiempo.....	246

Figura 5.83: ECM-HM2. Diametral Test.....	247
Figura 5.84: ECM-HM3. Diagrama fuerza de rotura-tiempo.....	247
Figura 5.85: Comprimido de diámetro 17 mm.....	250
Figura 5.86: Gráfico fuerza-tiempo para el comprimido de 17 mm de diámetro (compresión).....	251
Figura 5.87: Test de compresión diametral. Diámetro 17 mm.....	251
Figura 5.88: Gráfico fuerza-tiempo para el comprimido de 13 mm de diámetro (rotura). 252	
Figura 5.89: Comprimido de diámetro 13 mm.....	253
Figura 5.90: Gráfico fuerza-tiempo para el comprimido de 13 mm de diámetro (compresión).....	254
Figura 5.91: Test de compresión diametral. Diámetro 13 mm.....	254
Figura 5.92: Gráfico fuerza-tiempo para el comprimido de 13 mm de diámetro (rotura). 255	
Figura 5.93: Expulsión de la pastilla radio 10.....	258
Figura 5.94: Friabilidad. Secuencia de agitación de un comprimido.....	259
Figura 5.95: Mezcla 1: 15% de ácido cítrico.....	260
Figura 5.96: Mezcla 2: 50 % de ácido cítrico.....	260
Figura 5.97: Partículas 0,6 mm de diámetro. (Monocomponente).....	261
Figura 5.98: Partículas de 0,6 mm de diámetro. (Bicomponente).....	261
Figura 5.99: Partículas de 3 mm de diámetro. Vista en planta.....	262
Figura 5.100: Partículas de 3 mm de diámetro. Vista en alzado.....	262
Figura 5.101: Comprimido antes del test de compresión axial.....	263
Figura 5.102: Después del test de compresión axial.....	263
Figura 5.103: Test de penetración de una pastilla (García, 2010).....	263

Figura 5.104: Test de penetración con EDEM. Vista de partículas (Izda.) y vista de enlaces (dcha).....	264
Figura 5.105: Secuencia de impacto de una pastilla a velocidad media.....	265
Figura 5.106: Impacto de un comprimido a velocidad alta.....	265

ANEXO A

Figura A.1: Porcentaje de comprimidos correctos según composición.....	304
Figura A.2: Porcentaje de comprimidos correctos según parámetros máquina.....	305

ANEXO B

Figura B.1: Fuerza normal en función del solapamiento normal.....	314
Figura B.2: Los dos tipos de contactos simulados.....	316
Figura B.3: Relación fuerza-deformación en la compresión de dos partículas.	316
Figura B.4: Fuerza normal en función del solapamiento.....	318
Figura B.5: Comparación entre Hertz-Mindlin e Hysteretic Spring.....	324

ÍNDICE DE TABLAS

CAPÍTULO 2

Tabla 2.1: Modelos de compresión.....	24
---------------------------------------	----

CAPÍTULO 3

Tabla 3.1: Propiedades del cloruro de sodio.....	51
--	----

Tabla 3.2: Granulometría obtenida.....	53
--	----

CAPÍTULO 4

Tabla 4.1: Repetición de ensayo con los mismos parámetros.....	97
--	----

Tabla 4.2: Variación en las simulaciones gráficas.....	98
--	----

Tabla 4.3: Comparación entre ambos métodos.....	104
---	-----

Tabla 4.4: Parámetros del modelo Hertz-Mindlin with Bonding.....	118
--	-----

Tabla 4.5: Parámetros del modelo Hertz-Mindlin with JKR.....	119
--	-----

Tabla 4.6: Parámetros del modelo Linear Cohesion.....	119
---	-----

Tabla 4.7: Parámetros del modelo Hysteretic Spring.....	121
---	-----

Tabla 4.8: Resumen de los métodos de diseño de experimentos.....127

CAPÍTULO 5

Tabla 5.1: Valores comunes a todos los ensayos para el cálculo de G.....156

Tabla 5.2: Ensayos con diferentes valores de Shear modulus (Parte I).....157

Tabla 5.3: Ensayos con diferentes valores de Shear modulus (Parte II).....158

Tabla 5.4: Parámetros de los materiales utilizados en EDEM.....162

Tabla 5.5: Parámetros del modelo Hertz-Mindlin with Bonding.....163

Tabla 5.6: Niveles utilizados en el DOE para los parámetros a analizar (Rango 0).....164

Tabla 5.7: Matriz de experimentos para el diseño en cuadrado greco-latino replicado.....165

Tabla 5.8: Ensayos con HM with Bonding (réplica 1 -arriba- y 2 -abajo-).....165

Tabla 5.9: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (réplica 1).....167

Tabla 5.10: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (réplica 2).....168

Tabla 5.11: Análisis de la varianza para los ensayos con HM with Bonding (Rango 0)....169

Tabla 5.12: Niveles utilizados para los parámetros a analizar (Rango 1).....171

Tabla 5.13: Parámetros ensayos H-M Bonding (Rango 1).....171

Tabla 5.14: Parámetros ensayos complementarios H-M Bonding (Rango 1).....171

Tabla 5.15: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 1).....173

Tabla 5.16: Ensayos complementarios Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 1).....174

Tabla 5.17: Posibles valores de los parámetros (Rango 2).....178

Tabla 5.18: Valores comunes a todos los ensayos.....179

Tabla 5.19: Parámetros ensayos H-M Bonding (Rango 2).....179

Tabla 5.20: Parámetros ensayos complementarios H-M Bonding (Rango 2).....179

Tabla 5.21: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 2).....	180
Tabla 5.22: Ensayos complementarios Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 2).....	181
Tabla 5.23: Posibles valores de los parámetros (Rango 3).....	183
Tabla 5.24: Valores comunes a todos los ensayos.....	184
Tabla 5.25: Parámetros ensayos H-M Bonding (Rango 3).....	184
Tabla 5.26: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 3).....	185
Tabla 5.27: Ensayos complementarios Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 3).....	186
Tabla 5.28: Posibles valores de los parámetros (Rango 4).....	189
Tabla 5.29: Ensayos con HM with Bonding (Rango 4).....	189
Tabla 5.30: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 4).....	190
Tabla 5.31: Posibles valores de los parámetros (Rango 5).....	192
Tabla 5.32: Ensayos con HM with Bonding (Rango 5).....	192
Tabla 5.33: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (rango 5).....	193
Tabla 5.34: Parámetros del modelo Hertz-Mindlin with JKR Cohesion.....	196
Tabla 5.35: Parámetros de los materiales utilizados en EDEM.....	197
Tabla 5.36: Posibles valores de los parámetros analizados.....	197
Tabla 5.37: Ensayos con Hertz-Mindlin with JKR Cohesion (réplica 1 y 2).....	198
Tabla 5.38: Ensayos Hertz-Mindlin with JKR cohesion (réplica 1).....	200
Tabla 5.39: Ensayos Hertz-Mindlin with JKR cohesion (réplica 2).....	201
Tabla 5.40: Análisis de la varianza para los ensayos con Hertz-Mindlin with JKR	203
Tabla 5.41: Parámetros modelos Linear Cohesion + Hysteretic Spring.....	206
Tabla 5.42: Parámetros de los materiales utilizados en EDEM.....	207
Tabla 5.43: Posibles valores de los parámetros.....	207

Tabla 5.44: Ensayos con Hysteretic Spring + Linear Cohesion (réplica 1 y 2).....	208
Tabla 5.45: Ensayos Hysteretic Spring + Linear Cohesion (réplica 1).....	209
Tabla 5.46: Ensayos Hysteretic Spring + Linear Cohesion (réplica 2).....	210
Tabla 5.47: Análisis de la varianza para los ensayos con Hysteretic Spring + Linear Cohesion.....	213
Tabla 5.48: Parámetros de los materiales utilizados en EDEM.....	216
Tabla 5.49: Posibles valores de los parámetros.....	216
Tabla 5.50: Ensayos con ECM (réplica 1 -arriba- y 2 -abajo-).....	217
Tabla 5.51: Ensayos ECM (réplica 1).....	218
Tabla 5.52: Ensayos ECM (rango 2).....	219
Tabla 5.53: Ensayos ECM (réplica 2).....	219
Tabla 5.54: Análisis de la varianza para los ensayos con ECM.....	223
Tabla 5.55: Influencia de Shear Modulus en la fuerza de rotura I.....	229
Tabla 5.56: Influencia de Shear Modulus en la fuerza de rotura II.....	230
Tabla 5.57: Selección de ensayos de rotura I.....	231
Tabla 5.58: Selección de ensayos de rotura II.....	232
Tabla 5.59: Comprimidos de altura de casquete esférico de 0 a 5 mm.....	256
Tabla 5.60: Comprimidos de altura de casquete esférico de 6 a 10 mm.....	257

ANEXO A

Tabla A.1: Valores utilizados. en el proceso de compresión.....	289
Tabla A.2: Resultados según la posición de la palanca.....	303
Tabla A.3: Mejores resultados.....	303

ÍNDICE DE SÍMBOLOS

TERMINOS LATINOS

a	Constante en la fórmula de Kawakita
A	Área
b	Constante en la fórmula de Kawakita
C	Constante, en al ecuación de Walker
C ₁	Constante en la ecuación de Cooper-Eaton
C ₂	Constante en la ecuación de Cooper-Eaton
C _{rr}	Coefficiente de fricción a la rodadura
D	Densidad relativa a presión P
D	Diámetro del comprimido [mm]
D ₀	Densidad relativa a presión cero
e	Coefficiente de restitución
E	Módulo de Young
F	Fuerza
F	Fuerza de aplastamiento diametral [N]
F _{Hertz}	Fuerza normal Hertz-Mindlin

F_n	Fuerza Normal
F_n^d	Fuerza de amortiguamiento
F_n^t	Fuerza de amortiguamiento tangencial
$F_{pullout}$	Fuerza necesaria para separar dos partículas
F_r	Fuerza de rozamiento
F_t	Fuerza tangencial
G	Módulo de corte, Shear Modulus
G'	Módulo de corte equivalente
h	Altura
H_{eq}	Altura equivalente del comprimido
k	densidad de energía de cohesión
K	Kelvin
K	Módulo de compresibilidad
K	Constante en la ec. de Heckel
K_1	Constante en la ecuación de Cooper-Eaton
K_2	Constante en la ecuación de Cooper-Eaton
K_m	Tangential Stiffness Multiplier
m'	Masa equivalente
N	Fuerza Normal
P	Presión
R	Radio
R_i	Distancia del punto de contacto al centro de masas
S_n	Rigidez normal

S_t	Rigidez tangencial
t	Tiempo
t	Espesor del comprimido [mm]
TS	Resistencia a la tensión (Tensile Strength) [N·mm ²]
V	Volumen final
V_0	Volumen inicial
V_c	Volumen del compacto a determinada presión
$V_{n,t}$	Velocidad normal y tangencial de la partícula
v_n^{rel}	Componente normal de la velocidad relativa
V_r	Volumen relativo
V_t	Volumen verdadero (medido mediante picnómetro de helio)
V_{xi}	Velocidad inicial de la partícula x
V_{xf}	Velocidad final de la partícula x
W	Constante de cambio de volumen por incremento de presión en la ec. de Walker
X	Power value for adhesion branch

TÉRMINOS GRIEGOS

α'	Coefficiente de fricción
γ	Energía de superficie
γ_s	Tensión superficial de líquido
δ_0	Solapamiento residual
δ_c	Distancia entre partículas

δ_n	Solapamiento normal
δt	Intervalo de tiempo (Timestep)
Δx	Deformación
ε	Deformación
ε	Porcentaje de la porosidad del compacto
μ_r	Coefficiente de fricción de rodadura
μ_s	Coefficiente de fricción estático
ρ_r	Densidad relativa
σ_{\max}	Tensión normal máxima
τ_0	Tension de rotura aparente del aglomerado
τ_i	Momento de rodadura
τ_{\max}	Tensión tangencial máxima
ν	Coefficiente de Poisson
ω_i	vector unitario de velocidad angular
$\omega_{n,t}$	Velocidad angular normal y tangencial

ACRÓNIMOS

3D	Tres Dimensiones
ADR	Adaptative Dynamic Relaxation
API	Application Programming Interface
ASTM:	American Society for Testing and Materials
BALL	Software DEM de 2 dimensiones desarrollado por Cundall y Strack

CAD	Computer Aided Design
CAD/CAM	Computer Aided Design / Computer Aided Manufacturing
CE	Comunidad Europea
CNS	Critical Normal Stress
CoRR	Coefficient of Rolling Resistance
CR	Coefficient of Restitution
CRF	Coefficient of Rolling Friction
CSF	Coefficient of Static Friction
CSS	Critical Shear Stress
DEM	Discrete Element Method
DFR	Discrete Function Representation
DOE	Design of Experiments
DT	Diametral Test
ECM	Elasto-Plastic Contact Model
ED	Energy Density
EDEM	Software de Discrete Element Method
FAO	Food and Agriculture Organization
FCC	Face Centered Cubic
GEMM	Generic EDEM Material Model Database
H-M	Hertz-mindlin
JKR	Johnson-Kendall-Roberts
MED	Metodo de Elemento Discreto
MR	Momento de rodadura

NS	Normal Stiffnes
OMS	Organización mundial de la salud
QFD	Quality Function Deployment
SE	Surface Energy
SM	Shear Modulus
SS	Shear Stiffness
TRUBALL	Software DEM de 3 dimensiones desarrollado por Cundall y Strack
UE	Unión Europea
UNE	Una Norma Española

RESUMEN

Los aditivos son utilizados de manera generalizada en la industria de la alimentación y su uso está regulado por diferentes legislaciones que intentan asegurar la salud de los consumidores. La dosificación de estos aditivos se realiza habitualmente por dos métodos muy diferenciados: disueltos en agua, dando lugar a lo que se denomina “líquido de gobierno”, o en forma de comprimidos. El primer método es el más utilizado, a pesar de los muchos inconvenientes que presenta: bajo aprovechamiento de las sustancias utilizadas, corrosión y deterioro de maquinaria e instalaciones, contaminación del agua, dosis incorrectas, ingredientes insolubles, etc. El segundo sería el ideal en caso de resolver la dificultad de compresión de muchas de las mezclas requeridas. En la actualidad, el método casi exclusivo en las industrias conserveras y en los laboratorios de investigación del sector, sigue siendo el líquido de gobierno, lo que motiva a buscar soluciones que hagan realidad la expansión progresiva de los comprimidos de aditivos en la industria de la alimentación, más concretamente, en la conservera.

El objetivo general es definir un modelo virtual que se comporte como el real, y que ayude a solucionar, en lo posible, los problemas actuales de compresión de aditivos alimentarios. Para ello, se emplea el Método de Elementos Discretos (*Discrete Element Method*, DEM), el cual permite estudiar el comportamiento de los aditivos alimentarios, considerados como partículas, ante diferentes sollicitaciones. Con el programa *EDEM® Simulation*, de la empresa *DEM Solutions*, se simula el proceso de compactación dentro del molde, observando el comportamiento del producto al variar distintos parámetros. También se estudia el efecto de rotura por aplicación de fuerzas exteriores.

La metodología propuesta en la presente tesis se divide en tres fases:

1. Analizar todos los posibles modelos de contacto del software EDEM susceptibles

de crear cohesión entre las partículas para simular la compactación y posteriormente la rotura.

2. Estudiar el proceso de compresión real en laboratorio para obtener datos medibles y comparables con los obtenidos en el programa de DEM.
3. Definir y optimizar los parámetros más adecuados de cada modelo de contacto, para poder comparar los resultados reales y los virtuales, y finalmente intentar validar el proceso.

A partir de las simulaciones realizadas y de los resultados obtenidos, se obtienen dos conclusiones principales:

- ECM (*Edinburgh Elasto-Plastic Contact Model*) ha resultado ser el mejor de todos los modelos de contacto analizados para la simulación de la fabricación de comprimidos. Sin embargo, para la rotura, la tensión es más baja de lo necesario y la deformación del material es demasiado plástica.
- *Hertz-Mindlin with Bonding* es el modelo que mejores resultados ofrece en las simulaciones de rotura del comprimido, aunque no es capaz de reproducir fielmente el valor de la fuerza de rotura, obteniéndose siempre valores excesivamente altos.
- La metodología más adecuada para obtener las mejores respuestas consiste en fabricar el comprimido mediante el modelo ECM, y posteriormente aplicar el modelo de contacto *Hertz-Mindlin with Bonding* para simular el ensayo de rotura.

Finalmente, una vez modelado el proceso de fabricación de comprimidos, se plantean una serie de aplicaciones prácticas que auguran interesantes resultados.

El modelizado del proceso de compresión de aditivos alimentarios mediante DEM es un campo complejo en el que queda camino por recorrer. En esta línea, parece del más alto interés continuar trabajando con modelo ECM, dado que es el que mejor comportamiento tiene en la fabricación de comprimidos, buscando una mayor optimización de los parámetros del mismo. Así, como trabajos futuros, se plantea el uso de otras variables cuantitativas, como, por ejemplo, la deformación plástica remanente tras la compresión o rotura, para determinar la calidad de los comprimidos. También se propone el uso de la

metodología de superficie de respuesta para optimizar los parámetros del modelo de fabricación de comprimidos. Otra línea de trabajo interesante sería el estudio de mezclas con adherencia en los punzones, como la que aparece en los procesos reales cuando se emplea ácido cítrico.

ABSTRACT

The additives are used widely in the food industry and its use is regulated by different laws that attempt to ensure the health of consumers. The dosage of these additives is usually done by two very different methods: dissolved in water, which is called "covering liquid or as with tablets.

The first method is the most widely used, despite the many disadvantages it presents: low resource use of the substances used, corrosion and deterioration of machinery and installations, water pollution, incorrect doses, insoluble ingredients, etc.. The second would be the ideal if the difficulty of compression required many mixtures is solved. Today, the almost exclusive method used in the canning industries and research laboratories in the sector is still the covering liquid, what motivates the search for solutions that make the progressive expansion of additives tablets reality in the industry food, more specifically, in the cannery one.

The general objective is to define a virtual model that behaves as real, and helps to solve, if possible, the current problems of compression of food additives.

In order to do this, *the Discrete Element Method* (DEM), which allows to study the behavior of food additives, considered as particles, is used under different stresses. With the EDEM® Simulation program by the company DEM Solutions, the compaction process is simulated in the mold, observing the behavior of the product as the different parameters vary. The breakage effect of applying external forces is also studied.

The methodology proposed in this thesis is divided into three phases:

1. Analyzing all possible contact models of EDEM software susceptible of creating

- cohesion between particles to simulate compaction and subsequently break.
2. Studying the true compression process in the laboratory to obtain measurable and comparable data with those obtained in the DEM program.
 3. Defining and optimizing the most suitable parameters for each contact model to compare actual results and virtual, and finally try to validate the process.

Based on the simulations and the results obtained, two main conclusions are obtained:

- ECM (Edinburgh Elasto-Plastic Contact Model) has proved to be the best of all contact models analyzed for simulating the manufacture of tablets, however the tension to break is lower than necessary and the deformation of the material it is too plastic.
- *Hertz-Mindlin With Bonding* is the model that provides the best results in simulations of breakage of the tablet although not being able to accurately reproduce the value of the breaking force, always give excessively high values.
- The most appropriate methodology to obtain the best response is to produce the tablet by the ECM model, and then apply the contact model of *Hertz-Mindlin With Bonding* to simulate the breaking test.

Finally, once modeled manufacturing process of tablets, a number of practical applications that predict interesting results arise.

The modeling of the compression process of food additives by DEM is a complex area in which a lot remains to be done. In this line, it seems highly interesting to continue working with ECM model, since it shows the best behavior on the manufacture of tablets, seeking greater optimization of the parameters. Thus, as further work to be done is proposed the use of other quantitative variables, for example, residual plastic deformation or breakage upon compression, to determine the quality of the tablets. It is also proposed the use of response surface methodology to optimize the parameters of tableting model. Another interesting line of work would be the study of mixtures with grip on the punches, as shown in the actual processes when citric acid is used.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (*DISCRETE
ELEMENT METHOD*)”**

1 INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes

1.1.1 Aditivos alimentarios

Los aditivos alimentarios son utilizados de manera generalizada en la industria de la alimentación y su uso está regulado por diferentes legislaciones que intentan, en todo momento, asegurar la salud de los consumidores.

La dosificación de estos aditivos se realiza, habitualmente, por dos métodos muy diferenciados: disueltos en agua dando lugar a lo que se denomina “líquido de gobierno”, o en forma de comprimidos. El primer método es el más utilizado, a pesar de los muchos inconvenientes que presenta (bajo aprovechamiento de las sustancias utilizadas, corrosión y deterioro de maquinaria e instalaciones, contaminación del agua, dosis incorrectas, ingredientes insolubles, etc.), mientras el segundo sería el ideal en caso de resolver el principal inconveniente: la dificultad de compresión de muchas de las mezclas requeridas.

Aparentemente, el proceso de fabricación de comprimidos es tan sencillo como dosificar, introducir la mezcla a compactar en la matriz y someterla a alta presión entre los dos punzones, expulsándola posteriormente. Sin embargo, el resultado obtenido a veces no es el esperado.

La compactación de determinadas sustancias resulta problemática debido a su dureza, su baja cohesión o la adherencia a matrices o punzones. En la gran mayoría de las aplicaciones industriales se soluciona adicionando otras sustancias con propiedades aglutinantes, lubricantes, estabilizantes o de otro tipo, que subsanan el problema.

En el caso concreto de los comprimidos farmacéuticos la dosis de componente activo suele

ser muy baja, debiendo añadir excipientes, que no siendo dañinos para la salud, mejoren sustancialmente el resultado final del elemento fabricado. Y aquí radica la diferencia con los aditivos alimentarios, en el uso de excipientes.

Desde el punto de vista sanitario, el excipiente puede ser adecuado para un producto farmacéutico (normalmente de bajo volumen y peso), pero cuando se trata de conservas vegetales, la cantidad a utilizar es mucho mayor, lo que podría comprometer la garantía sanitaria, en caso de superar la dosis diaria máxima permitida. Además, la proporción mínima a utilizar para garantizar un proceso de compactado óptimo va a suponer una modificación de la percepción organoléptica del producto, así como la aparición de residuos no deseados, lo que supondría el rechazo por parte del consumidor. Por ejemplo, uno de los excipientes utilizados como lubricante en la industria farmacéutica y alimenticia es el estearato de magnesio (E572), que no tiene efectos adversos conocidos en el uso alimentario, pero sin embargo en conservas vegetales aparece como un residuo claramente visible, y también puede ser incompatible con los ácidos presentes o añadidos en algunos productos en conserva. Además, la tendencia social en la actualidad es discriminar los alimentos que utilicen cualquier tipo de aditivo distinto del estrictamente necesario, sin olvidar el posible riesgo que supone la, cada vez mayor, intolerancia o alergia a diversas sustancias.

Debido a esta problemática, se comprende que el uso claramente mayoritario en la dosificación de aditivos alimentarios sea el de líquido de gobierno, método que cuenta con una fácil aplicación, pero con indudables desventajas frente a la opción de los comprimidos. El uso de éstos es más ventajoso en cuanto a la perfecta dosificación y ahorro de los ingredientes, mejora de la calidad de los vertidos al medio ambiente y menores costes de mantenimiento de las instalaciones (al desaparecer los fenómenos de corrosión provocados por los líquidos de gobierno).

El problema no es el uso y dosificación de comprimidos, que está perfectamente resuelto, sino la fabricación generalizada de estos. Hay muchas mezclas que se pueden producir con facilidad, pero otras, como las que contienen más de 10-15% de ácido cítrico (que se adhieren a los punzones) o algunas mezclas de especias (que no llegan a compactar) hacen fracasar la implantación universal del método.

Una vez conseguido el comprimido, éste puede sufrir deterioro en el transporte, almacenamiento o manipulación posterior, que lo podría inutilizar para su uso. El control de calidad del producto cobra aquí gran importancia, al igual que los métodos empleados para su fabricación y utilización.

En la actualidad, el método implantado en las industrias conserveras de La Rioja o del resto de España, y de los laboratorios de investigación del sector, sigue siendo fundamentalmente el líquido de gobierno.

Todo ello nos anima a buscar soluciones que hagan realidad el empleo, lo más generalizado posible, de los comprimidos de aditivos alimentarios en la industria de la alimentación, más concretamente, en la conservera.

1.1.2 Método de Elementos Discretos

En general, la modificación de los parámetros sobre la máquina real está muy limitada, fundamentalmente por el tiempo y el dinero que supone la adaptación de ésta o de los útiles necesarios. Si se consigue una representación virtual fidedigna de todo el proceso se facilita enormemente el estudio de las posibles soluciones. Para ello se utilizará el Método de Elemento Discreto (*Discrete Element Method, DEM*), que permite estudiar el comportamiento de los aditivos alimentarios, considerados como partículas, ante diferentes sollicitaciones. El programa a utilizar será concretamente *EDEM Simulation*, de la empresa *DEM Solutions*.

Los aditivos, al igual que las sustancias farmacéuticas, los granos agrícolas y una gran proporción de los materiales manejados en situaciones industriales, son de naturaleza granular o en partículas. La variedad de las tensiones y los regímenes de deformación que los materiales granulares pueden experimentar en escenarios industriales son complejas y éstos han sido el centro de una gran investigación .

En los últimos años, el método de los elementos discretos, desarrollado por Cundall y Strack [Cundall & Strack, 1979] se ha utilizado ampliamente para investigar el comportamiento de los sólidos granulares sometidas a una variedad de condiciones de carga con el objetivo de comprender y predecir resultados cuantitativos.

Aunque DEM ha demostrado ser una herramienta muy prometedora, a pesar de que los

estudios de validación (comparando los resultados experimentales y simulaciones basados en las propiedades de las partículas) han mostrado algunas discrepancias [Chung, (2006)], su aplicación a la modelización del proceso de compresión de aditivos alimentarios es un campo abierto a la investigación todavía muy poco desarrollado.

Mediante DEM se tratará de simular la compresión dentro del molde, observando el comportamiento del producto al variar distintos parámetros, entre ellos, la presión, la geometría y material del utillaje o la granulometría. También se tratará de simular el efecto producido en el elemento por fuerzas exteriores intensas que lo lleven a la rotura. Otro aspecto interesante, pero de difícil modelizado es la adherencia de la mezcla al utillaje.

1.2 Motivación y objetivos

Aunque el tema propuesto para investigación pueda parecer ampliamente superado por la tecnología actual, la realidad es muy distinta. El uso de comprimidos es un hecho bastante extendido en nuestra sociedad, fundamentalmente en el ámbito farmacéutico, por lo que nos hace suponer que es fácil trasladarlo a cualquier otro ámbito, y no siempre es así.

El proceso comúnmente utilizado por la industria para agregar aditivos a los alimentos en conserva es el llamado “líquido de gobierno”. Consiste en hacer pasar los envases abiertos, con los alimentos ya en su interior, bajo una ducha de agua en la que previamente se han disuelto los aditivos. Las muchas desventajas de este método (contaminación del líquido, pérdidas, corrosión de instalaciones, error en la dosificación, vertidos contaminantes, etc.) aconsejan buscar una solución alternativa..

El método propuesto, de añadir los aditivos en forma de comprimido, tiene numerosas ventajas respecto al anterior: exactitud en la dosificación, limpieza, eficiencia, no deteriora las instalaciones, no hay vertidos contaminantes, etc.. Sin embargo también tiene inconvenientes: no está extendido, hay mezclas de difícil compresión, aditivos que se adhieren a los punzones, posible deterioro en la manipulación y dosificación, etc..

Estando situados en una zona con una gran implantación de industrias alimentarias, y conserveras en particular, es muy interesante estudiar en profundidad el método propuesto e intentar solucionar algunos de sus problemas aplicando una de las tecnologías más actuales, el Método de Elemento Discreto.

La aplicación e investigación con DEM para el estudio de la compactación está más o menos extendido en la industria farmacéutica, pero la información no trasciende, o lo hace sesgadamente. Las patentes y la competencia hacen que dichas investigaciones sean de uso interno, por lo que encontrar amplia información sobre la configuración y valor de los parámetros no es tarea fácil.

En cuanto a la industria de la alimentación, apenas hay estudios del proceso de compresión de aditivos, y ninguno referido a los comprimidos para alimentos en conserva. Estos últimos tienen unas peculiaridades respecto a otros de uso alimentario o farmacéutico que dificultan su aplicación. El uso de lubricantes o excipientes, que facilitan mucho la compactación, debe ser mínimo o nulo, ya que después de la disolución pueden aparecer como un residuo en la parte superior del envase. Sin embargo, los otros sectores no tienen este problema, ya que el elemento activo, muchas veces, es mínimo comparado con el porcentaje de excipientes (lubricantes y apelmazantes entre otros).

Por tanto, el objetivo general es definir un modelo virtual que se comporte como el real, y que ayude a solucionar, en lo posible, los problemas actuales de compresión de aditivos alimentarios, y plantee alternativas de mejora.

Más detalladamente, los objetivos perseguidos por este trabajo de investigación son los siguientes:

1. Estudiar y comprender el proceso de compresión de aditivos alimentarios mediante el empleo de *software* específico de aplicación del Método de Elementos Discretos.
2. Analizar todos los posibles modelos de contacto del *software EDEM* susceptibles de crear cohesión entre las partículas, con el objetivo de conseguir comprimidos bien compactados.
3. Estudiar el proceso de compresión en laboratorio para obtener datos medibles y comparables con los obtenidos en el programa de *DEM*.
4. Definir y optimizar los parámetros más adecuados para la compresión, de cada modelo de contacto, para poder comparar los resultados reales y los virtuales.
5. Modelizar el proceso de compresión desarrollado con el *software EDEM* para poder validarlo con el seguido en el laboratorio.

6. Estudiar la fractura de los comprimidos en el laboratorio para obtener datos medibles y comparables con los obtenidos en el programa de DEM.
7. Definir y optimizar los parámetros más adecuados para la fractura, de cada modelo de contacto, para poder comparar los resultados reales y los virtuales.
8. Modelizar el proceso de fractura desarrollado con el *software EDEM* para poder validarlo con el seguido en el laboratorio.
9. Relacionar el proceso de compresión y el proceso de fractura en el programa *EDEM* y también con los realizados en el laboratorio.
10. Obtener conclusiones que permitan conocer y utilizar el modelo para otros usos o aplicaciones.

1.3 Estructura del documento

La tesis está dividida en 7 capítulos y 2 anexos. Una breve descripción de cada capítulo se puede ver a continuación:

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN

En primer lugar se muestran los antecedentes de esta investigación, donde se detallan las pruebas realizadas previamente, así como los dispositivos y maquinaria empleados. Se justifican los motivos que han impulsado a llevarla adelante y se enumeran los objetivos generales. Por último se explica la estructura del documento y se hace un breve resumen de cada capítulo.

CAPÍTULO 2. ESTADO DEL ARTE

Se da a conocer la situación actual de los asuntos tratados posteriormente. Se comienza con la definición y normativa vigente sobre aditivos alimentarios, así como los métodos de dosificación y sus ventajas e inconvenientes. Se analiza el proceso de compresión, los modelos teóricos que lo rigen, las etapas de que consta y los parámetros que lo definen.

Se termina con el Método de Elemento Discreto (*Discrete Element Method, DEM*), sus fundamentos, una revisión histórica y un análisis de la influencia de los parámetros más importantes.

CAPÍTULO 3. MATERIALES

En primer lugar se describe y detalla el uso de los materiales en esta investigación (sal, ácido cítrico y estearato de magnesio). A continuación le toca el turno a los instrumentos y aparatos utilizados: prensas, punzones y matricería, célula de carga, sistema de adquisición de datos, etc.. Por último se detallan las características del *software DEM* utilizado: *EDEM* de *DEM Solutions*.

CAPÍTULO 4. MÉTODOS

Se describe la metodología empleada en el documento. En cuanto a las pruebas empíricas se detallan el método de compresión empleado en el laboratorio y el test de compresión diametral. En lo referido a las simulaciones, se explica la secuencia seguida en el proceso y las pruebas preliminares que han permitido optimizarlo y reducir el tiempo de simulación. Por último se analizan los parámetros utilizados para configurar los ensayos en el *software EDEM*, tanto los propios del material, como los propios de cada modelo de contacto.

CAPÍTULO 5. RESULTADOS Y CONCLUSIONES

Es el capítulo más amplio del documento, y donde se muestra un resumen de todos los resultados obtenidos de la simulación, así como de las conclusiones derivadas de ellos. Se comienza comparando los procesos real y virtual estableciendo la posible relación entre ellos. Se calcula la mayor velocidad a la que se pueden realizar las simulaciones y el valor del módulo de corte para obtener en ellas la misma fuerza máxima que en los ensayos reales de compactación. Seguidamente se desarrollan los ensayos necesarios para cada modelo de contacto de EDEM que puede propiciar la cohesión: *Hertz-Mindlin with Bonding*, *Hertz-Mindlin with JKR*, *Linear Cohesion* y *ECM*. Se analiza en estos mismos modelos el proceso de rotura del comprimido. Se exponen las conclusiones a las que se ha llegado tras el análisis de los resultados de las simulaciones y se comparan estas con los resultados del proceso en laboratorio, para intentar validar el método. Se termina exponiendo una serie de aplicaciones prácticas realizadas con el *software*, como muestra de sus posibilidades.

CAPÍTULO 6. CONCLUSIONES Y LÍNEAS FUTURAS

Se exponen las conclusiones generales alcanzadas tras el estudio y análisis de los resultados. Se proponen las líneas de investigación que pueden completar este documento, o derivarse a partir de él.

CAPÍTULO 7. REFERENCIAS

Contiene el listado de los artículos científicos, libros, tesis, páginas web, y cualquier otro material bibliográfico consultado y referenciado.

ANEXO A

Se exponen los resultados obtenidos de aplicar sistemáticamente el proceso de compresión a una serie de aditivos alimentarios, utilizando una prensa industrial. Estos ensayos y la problemática generada por ellos fueron la línea de partida de esta investigación, y su análisis ha contribuido de gran manera a comprender el proceso que se ha simulado y validado posteriormente.

ANEXO B

En el último apartado de la tesis se describen teóricamente los modelos de contacto utilizados en la investigación, según su aplicación en el *software* empleado.

CAPÍTULO 2

ESTADO DEL ARTE

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (*DISCRETE
ELEMENT METHOD*)”**

2 ESTADO DEL ARTE

En este apartado se darán a conocer la situación actual de los elementos motivo de esta investigación: los aditivos, el proceso de compresión y la simulación por medio del Método de Elemento Discreto (*Discrete Element Method, DEM*).

2.1 Aditivos alimentarios

2.1.1 Definición y legislación

La definición de aditivo alimentario según el CODEX ALIMENTARIUS FAO/OMS [FAO, 1981] es la siguiente:

- “Cualquier sustancia que normalmente no se consume como alimento ni se usa normalmente como ingrediente característico del alimento, tenga o no valor nutritivo y cuya adición intencional al alimento con un fin tecnológico (incluso organoléptico) en la fabricación, elaboración, preparación, tratamiento, envasado, empaquetamiento, transporte o conservación de ese alimento, resulta, o es de prever que resulte (directa o indirectamente) en que él o sus derivados pasen a ser un componente de tales alimentos o afecten a las características de éstos”.

Los “Principios Generales del Uso de Aditivos Alimentarios” [FAO, 1992], resumidos, son:

- Evaluación de la inocuidad: Únicamente se aprobarán e incluirán en esta norma los aditivos alimentarios que no conllevan riesgos para la salud del consumidor a las dosis de empleo propuestas. Cuando el aditivo alimentario deba ser utilizado en alimentos ingeridos por grupos específicos de consumidores, se tendrá en cuenta la ingesta diaria probable del aditivo alimentario entre dichos consumidores.

- Necesidad tecnológica y justificación del uso de aditivos: El empleo de aditivos alimentarios está justificado únicamente si ello conlleva alguna ventaja para el consumidor, no presenta riesgos para su salud y no le induce a equivoco, y si se cumple uno o más de los fines o requisitos (a) a (d) señalados a continuación, y sólo cuando estos fines no puedan alcanzarse por otros medios factibles económica y tecnológicamente:
 - a. Conservar la calidad nutricional del alimento.
 - b. Proporcionar ingredientes o constituyentes necesarios para alimentos fabricados para grupos de consumidores que tienen necesidades dietéticas especiales;
 - c. Aumentar la calidad de conservación o la estabilidad de un alimento o mejorar sus propiedades organolépticas, a condición de que esta dosis no altere la naturaleza, sustancia o calidad del alimento de forma que engañe al consumidor;
 - d. Proporcionar ayuda en la fabricación, elaboración preparación, tratamiento, empaquetado, transporte o almacenamiento del alimento a condición de que el aditivo no se utilice para encubrir los efectos del empleo de materias primas defectuosas o de prácticas (incluidas las no higiénicas) o técnicas indeseables durante el curso de cualquiera de estas operaciones.
- Buenas prácticas de fabricación (BPF). Todos los aditivos alimentarios regulados mediante las disposiciones de esta norma se emplearán respetando las condiciones de una buena práctica de fabricación, que son las siguientes:
 - a. La cantidad de aditivo añadido al alimento se limitará al mínimo necesario para obtener el efecto deseado;
 - b. La cantidad de aditivo que llega a formar parte del alimento como consecuencia de su uso en la fabricación, elaboración o envasado de un alimento y que no tiene por objeto obtener ningún efecto físico o técnico en el mismo alimento, se reduce al máximo razonablemente posible;
 - c. El aditivo está preparado y manipulado de la misma forma que un

ingrediente alimentario.

Además de la normativa de la FAO, los aditivos se regulan en toda la Unión Europea por el Reglamento (CE) N° 1333/2008 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 16 de diciembre de 2008, sobre aditivos alimentarios [P.E., 2008].

En el anexo II de este Reglamento, se recogen los aditivos que se pueden utilizar en el territorio de la Unión y se indican las dosis máximas y los alimentos en los que se pueden adicionar. En el anexo III se recogen las sustancias que pueden ser empleados en aditivos, enzimas, aromas y nutrientes.

Aunque este Reglamento se publicó en 2008, su anexo II es aplicable desde el 1 junio de 2013, mientras que el anexo III empezó a aplicarse el 2 de diciembre de 2011.

Todos los aditivos que se utilicen en la elaboración de alimentos, tendrán que cumplir unos criterios, que se regulan en el Reglamento (UE) N° 231/2012 de la Comisión, de 9 de marzo de 2012, por el que se establecen especificaciones para los aditivos alimentarios que figuran en los anexos II y III del Reglamento (CE) N° 1333/2008 del Parlamento Europeo y del Consejo. Este Reglamento es aplicable desde diciembre de 2012.

2.1.2 Formas de dosificación

Los alimentos pueden aditivarse empleando diferentes formatos, pero los más comúnmente utilizados, sobretodo en la industria conservera, son los siguientes:

- En seco. En forma de polvo, granulado o comprimidos, siendo este último el caso de estudio.
- En formato líquido. Es el método conocido como “líquido de gobierno” y que consiste en diluir los aditivos en agua.

A continuación se reflejaran particularidades, ventajas e inconvenientes de cada uno de los métodos.

2.1.2.1 Dosificación en seco

Existen diferentes procesos para añadir los aditivos en seco a los alimentos:

a) Dosificación por comprimidos

Consiste en comprimir en una prensa específica, y utilizando utillaje adecuado, los aditivos en polvo a emplear, de tal forma, que contengan la dosis necesaria para cada envase. Posteriormente se distribuirán manualmente o automáticamente.

Los comprimidos como forma farmacéutica son ampliamente utilizados y su fabricación no presenta dificultad para el sector, pero presentan ciertas particularidades respecto a los utilizados en alimentación. El uso de excipientes está generalizado, representando un porcentaje muy superior a la sustancia activa, lo que determina la facilidad de fabricación.

La industria conservera viene desde hace tiempo suministrando algunos aditivos específicos para cada producto (alcachofa, champiñón, verduras, pimientos,...) en forma de comprimidos, formulados únicamente con las proporciones adecuadas de aditivos y sal, aunque no es un hecho generalizado. Se evita el uso de excipientes para no cometer errores en la dosificación de estos productos ni dejar residuos no deseados en el alimento, lo que complica la fabricación de algunos compuestos e impide la de otros, siendo únicamente determinadas mezclas las que se pueden comprimir.

Al ser éste el método objeto del presente estudio, se analizará posteriormente con más detalle.

b) Dosificación manual en granulado o polvo.

Para añadir aditivos muy difíciles de comprimir por su poca compactibilidad (especies) o con ingredientes en proporciones más altas de lo habitual (ácido cítrico). La aplicación de estas muestras se realiza manualmente por enrasado del recipiente adaptado al volumen necesario. Aunque realmente se podría automatizar con dosificadoras volumétricas o por peso, eso no es fiable en la realidad, pues estos aditivos se suelen adherir a las paredes y por tanto falsear el resultado, siendo además un sistema caro.

Este sistema de dosificación presenta los siguientes inconvenientes:

- Baja velocidad de dosificación, 15-20 botes/min como máximo.
- Para aumentar esta velocidad es imprescindible aumentar proporcionalmente el coste de mano de obra.

c) Sistema de dosificación automática de los ingredientes en polvo

Esta maquinaria se emplea para la dosificación de productos secos y de densidad consistente. Existen dos tipos de maquinas que podrían utilizarse para este propósito.

- Dosificadores volumétricos. Estos dispositivos están provistos de vasos telescópicos que permiten ajustar un peso de un determinado producto según su volumen. El dosificador adquiere el producto de una tolva de alimentación que está instalada encima de los vasos telescópicos, mediante el movimiento rotativo de éstos, el producto cae en su interior y posteriormente es dispensado, mediante la abertura de la tapa inferior, al correspondiente recipiente de envasado.
- Dosificadores sin-fin. Compuesto de una tolva superior acumuladora con un removedor de producto, de marcha continua o bien intermitente, según el producto a dosificar, para evitar su apelmazamiento. El peso a obtener es regulado por un dispositivo generador de impulsos electrónico-digital, que controla los giros del sin-fin a voluntad.

Las desventajas de la dosificación automática de ingredientes en polvo son :

- El ambiente de la mayoría de las plantas de envasado está cargado de vapor de agua fruto de las operaciones de escaldado, cocido y pasteurizado de los distintos productos. Esta circunstancia entorpece sensiblemente la dosificación al formarse una pasta en el mismo punto de salida de la mezcla de aditivos.
- Los depósitos que contienen el polvo a dosificar desvirtúan la mezcla ya que no están optimizados para albergar más de 1 ingrediente.
- La dosificación de ingredientes no es muy fiable cuando existen diferentes granulometrías o naturaleza. Aparece segregación.
- La máxima velocidad que alcanzan estos métodos es inferior a la de los procesos habituales

d) Sistema de dosificación automática por encapsulación de los ingredientes.

Otra alternativa la constituye la posibilidad de encapsular los ingredientes de las mezclas especiales para posteriormente distribuirlas con una máquina dispensadora de cápsulas convencional.

La cápsula blanda de gelatina es una forma de dosificación sólida formada por dos películas de gelatina que contienen entre ellas el ingrediente sólido o líquido que se desea encapsular. También se utilizan otros recubrimientos.

Actualmente se está investigando novedosos sistemas de encapsulación y microencapsulación [Sandoval et al., 2004], [Irache, 2010] que podrían complementarse con un posterior proceso de compresión.

Desventajas de la dosificación de ingredientes encapsulados:

- Proceso extremadamente caro.
- Mala disolución de los elementos que componen la cápsula (gelatina).
- Demasiada proporción de elemento encapsulador respecto a sustancia activa.

2.1.2.2 Dosificación por líquido de gobierno

Según el método de aplicación del líquido en los recipientes podemos hablar de dosificación por cascada, por duchas o volumétrica. Este último es el de mayor coste y mejor (de los de su familia), en cuanto a la exactitud de la dosificación, pero también el más caro y lento.

Consiste en hacer pasar los envases, con el alimento en su interior, por debajo del dispensador de líquido de gobierno hasta que rebose.

Debido a que el líquido es suministrado de manera continua al paso de los recipientes, existe un porcentaje de éste que no termina en los envases. Esta parte del líquido es recogida y reconducida al depósito de alimentación del líquido

Este sistema presenta los siguientes inconvenientes:

- La recuperación permanente del líquido de gobierno da lugar a turbiedades e impurezas, además de una continua concentración de los ingredientes debido a la evaporación del agua de la mezcla.
- No es posible asegurar la perfecta concentración de aditivos en cada recipiente, debido a que en muchas ocasiones, el recipiente está totalmente lleno de producto y el líquido de gobierno se desborda.

- Existen ciertos aditivos que son poco solubles o que tardan demasiado en disolverse y que no se repartirían uniformemente en el líquido.
- Algunas sustancias pierden su calidad o ciertas características, al disolverse en el líquido de gobierno.

Otro inconveniente, muy importante económicamente, es el daño que el líquido de gobierno causa en suelos, depósitos, tuberías, cadenas, cintas transportadoras, cerradoras de botes y en el propio envase.

2.1.2.3 Comparación entre los métodos más utilizados

Los métodos más empleados en la industria conservera son , en primer lugar y con una gran diferencia, el líquido de gobierno, seguido de los comprimidos. A pesar de que objetivamente el segundo método es superior al primero su uso es minoritario, en parte, debido a la inercia de ser el proceso históricamente más usado y sobretodo debido a la dificultad de automatizar la adición de los aditivos por cualquier otro método, incluido los comprimidos. En la actualidad se consiguen empastillar solo algunos aditivos, mezclas que contienen gran proporción de sal, u otros aditivos no adherentes. El problema aparece con proporciones elevadas de compuestos como el ácido cítrico (por encima del 10%) o de especias de baja compresibilidad.

El objetivo de esta investigación es mejorar el proceso de obtención de comprimidos para que su utilización pueda ampliarse.

A pesar de su uso minoritario y específico, las ventajas fundamentales del sistema de dosificación por comprimidos en comparación con el de líquido de gobierno, son [Otero, 2000]:

- En el aspecto de calidad y seguridad del producto, los comprimidos aseguran una perfecta dosificación de los ingredientes con independencia del peso escurrido de cada bote, pues se formulan sobre pesos netos y las desviaciones en el llenado no hacen variar los resultados finales.
- Las materias primas empleadas son de pureza y calidad similar a la farmacéutica, por la necesidad de emplear productos muy refinados que permitan una mezcla homogénea y una compresión perfecta.

- Se produce un ahorro en el consumo de aditivos ya que se emplean únicamente los estrictamente necesarios y no se realizan preparaciones que luego no se consumen y que posteriormente se vierten. Por este último motivo, se mejora la calidad de los vertidos en las industrias.
- Desde el punto de vista económico puede parecer más caro el coste del comprimido por bote, pero globalmente, debido a las mermas por manipulación y a los costes de mantenimiento de las instalaciones a causa de los fenómenos de corrosión provocados por los líquidos de gobierno no es así. Se puede estimar en un aumento de la vida media de las instalaciones del 50 % utilizando el formato seco.
- La recuperación permanente del líquido de gobierno en las dosificadoras da lugar a turbiedades e impurezas, además de a una continua concentración de los ingredientes por evaporación al trabajar con temperaturas superiores a 60°C.

Por tanto, queda claro que existen importantes ventajas desde el aspecto técnico de la calidad y la seguridad del alimento procesado, así como de los costes de mantenimiento de la instalación.

Un estudio mucho más detallado de la elección del método más adecuado, utilizando QFD (*Quality Function Deployment*), se realizó en el trabajo de investigación “Aplicación del QFD al diseño de nuevo sistema de compresión de aditivos alimentarios” [Muro, 2007].

2.1.3 Compresión de mezclas de difícil fabricación

En la industria farmacéutica se utilizan técnicas de compresión de productos farmacéuticos muy depuradas y contrastadas, que no presentan problemas a la hora de fabricar comprimidos. Esto es debido a que la concentración de compuesto activo (c.a.) es bastante baja (menos del 20%), siendo el resto, excipientes de diferentes tipos que mejoran la cohesión, el acabado, la dureza, etc. y también facilitan la compresión. Sin embargo, en el sector alimentario los comprimidos deben estar compuestos de casi el 100% de aditivos, quedando una muy pequeña proporción para excipiente.

Esto hace que la compresión de determinados compuestos sea muy difícil o imposible debido a diferentes causas:

- Algunas sustancias son muy abrasivas y al efectuar la compresión deterioran muy

rápida matriz y punzones.

- Las mezclas que contienen especias tienen una compactabilidad muy baja por lo que no se consigue dar forma al comprimido debido a la poca cohesión.
- Otros aditivos se adhieren a las paredes de matriz y punzones, necesitando una gran fuerza por parte de la prensa, llegándose en la mayoría de los casos a producirse el gripado de esta.

En las figuras 2.1, 2.2 y 2.3 se muestran algunos de los posibles problemas encontrados en la compactación de aditivos alimentarios.



Figura 2.1: Fractura por baja compactación



Figura 2.2: Adherencia del aditivo al punzón



Figura 2.3: Fractura por adherencia al casquete superior del punzón

Una modificación de las propiedades fisico-químicas de los ingredientes de la mezcla mediante un sistema de acondicionamiento (Humedad, temperatura, estado de agregación, etc.,..) permite la compresión de algunas mezclas que no eran posibles de fabricar anteriormente [Alba, 2004]. Sin embargo este método está poco desarrollado y pendiente de estudio.

Lo deseable sería encontrar otros procesos para la compresión de dichas mezclas sin tener que recurrir al pretratamiento del producto, facilitando y abaratando de esta forma la fabricación.

2.2 Proceso de compresión

El proceso de compresión de un material pulverizado depende sobretodo de sus propiedades físicas y químicas: forma, tamaño de partícula, superficie específica, plasticidad, cohesión, etc..

El análisis de los mecanismos de compactación de un material suele llevarse a cabo mediante la simulación del proceso de compresión sometiendo una muestra a un ensayo de compresión uniaxial [Heckel, 1961]; [Roberts y Rowe, 1987].

2.2.1 Modelos aplicables al proceso de compresión

En las primeras ecuaciones propuestas, para explicar la compactación uniaxial, se relacionaba mediante representaciones gráficas el volumen relativo de los compactos con

el logaritmo de la presión de consolidación, con el fin de ajustar a una recta las respuestas obtenidas, y así, realizar un estudio comparativo de los resultados [Walker, 1923]. En dichas gráficas se expresaba el cambio de volumen por incremento de la presión en un factor de 10, llamándose a esta constante W. Este modelo no resultaba preciso porque el cálculo del volumen relativo depende de las medidas de la densidad real, no siempre fácil de determinar.

Posteriormente se han desarrollado numerosas variaciones de este modelo. Según el área de estudio e investigación se utilizarán distintos modelos matemáticos para estudiar el comportamiento bajo compresión de diferentes materiales. Para estudiar la compresión uniaxial hay diversidad de opiniones sobre cual es la ecuación más adecuada de las disponibles.

En el caso de materiales cerámicos se investigó sobre la compactación de alúmina micronizada y la evolución de la densidad aparente y su influencia en la sinterización [Bruch, 1967]. Mediante el análisis del volumen relativo con la variación de presión se propuso un nuevo modelo matemático para analizar la densificación de materiales cerámicos suponiendo que se producen dos mecanismos diferentes de compactación [Cooper y Eaton, 1962]. En la fase de reorganización se produce el relleno de los huecos, para después producirse una deformación elástica, flujo plástico y fragmentación de las partículas.

Los modelos anteriores no son de uso en la industria farmacéutica, que se decanta más por los modelos de Heckel [Heckel, 1961], Kawakita [Kawakita y Lüdge, 1971] y Adams [Adams y McKeown, 1996]. En la industria metalúrgica, en el estudio de la sinterización, el modelo más usado es el de Heckel, que basó sus investigaciones en el estudio de materiales metálicos. Estos tienen un comportamiento bajo compresión definido por fenómenos de deformación plástica. En la tabla 2.1 se pueden observar los modelos de compresión más importantes.

Modelo	Ecuación	Parámetros
Walker (1923)	$100 \cdot V_r = -W \cdot \log P + C$	P = Presión V _r = Volumen relativo W, C = cte.
Heckel (1961)	$\ln\left(\frac{1}{1-\rho_r}\right) = K \cdot P + A$	P = Presión P _r = Densidad relativa K, A = cte.
Cooper- Eaton (1962)	$\chi = \left(\frac{\frac{1}{D_0} - \frac{1}{D}}{\frac{1}{D_0} - 1}\right) = C_1 \cdot \exp\left(\frac{-K_1}{P}\right) + C_2 \cdot \exp\left(\frac{-K_2}{P}\right)$	P = Presión D ₀ = Densidad relativa a presión cero D = Densidad relativa a presión P K ₁ , K ₂ , C ₁ y C ₂ = cte.
Kawakita (1971)	$\frac{V_0 - V}{V_0} = \frac{abP}{1 + bP}$	P = Presión V ₀ = Volumen inicial V = Volumen final a, b = cte.
Adams (1996)	$\ln(P) = \ln\left(\frac{\tau_0'}{\alpha'}\right) + \alpha' \cdot \varepsilon + \ln(1 - e^{(-\alpha' \cdot \varepsilon)})$	P = Presión τ ₀ = tensión de rotura aparente del aglomerado α' = coef. de fricción ε = Deformación

Tabla 2.1: Modelos de compresión

2.2.2 Etapas en la compactación

El proceso de compactación tiene las siguientes etapas:

- **Reorganización:** Al aplicar presión, las partículas, que habían llenado el molde de forma aleatoria, se reorganizan disminuyendo su volumen inicial y la densidad aparente
- **Empaquetamiento:** Al seguir aplicando presión las partículas se deslizan hasta formar empaquetamientos más estables. En esta y en la anterior etapa es de gran importancia las propiedades de fluencia del material.
- **Deformación elástica:** Las partículas ya consolidadas sufren deformación elástica disminuyendo su volumen y cambiando de forma. En caso de cesar la carga el compacto recuperaría la forma previa a esta etapa.
- **Deformación plástica:** En caso de un comportamiento frágil, se produce fragmentación de las partículas que se descomponen en trozos menores para a continuación deslizarse y recolocarse rellenando huecos entre otros fragmentos mayores y densificando todavía más el comprimido. Las partículas maleables se deforman plásticamente.
- **Fractura:** Si la presión sigue aumentando llegará un momento en que el comprimido rompa.

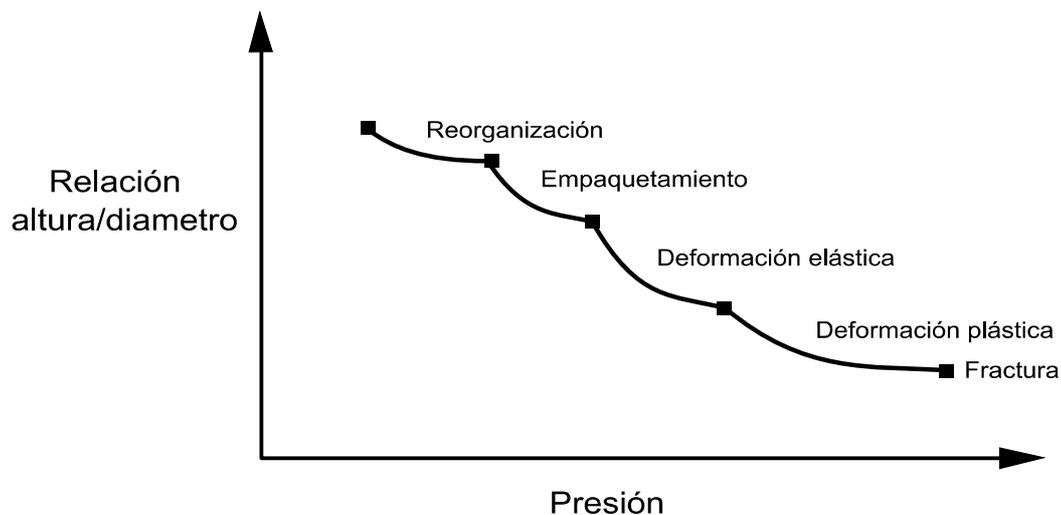


Figura 2.4: Etapas del proceso de compactación

En la figura 2.4 se puede ver las diferentes etapas en el proceso de compactación en función de la presión aplicada y de la relación entre la altura y el diámetro del comprimido. Como es lógico al aumentar la presión va disminuyendo la relación altura/diámetro.

En la gráfica de la figura 2.5 se puede comprobar como aumenta la densidad y compactación de la probeta en función de la presión y el tiempo siguiendo también las etapas anteriormente descritas.

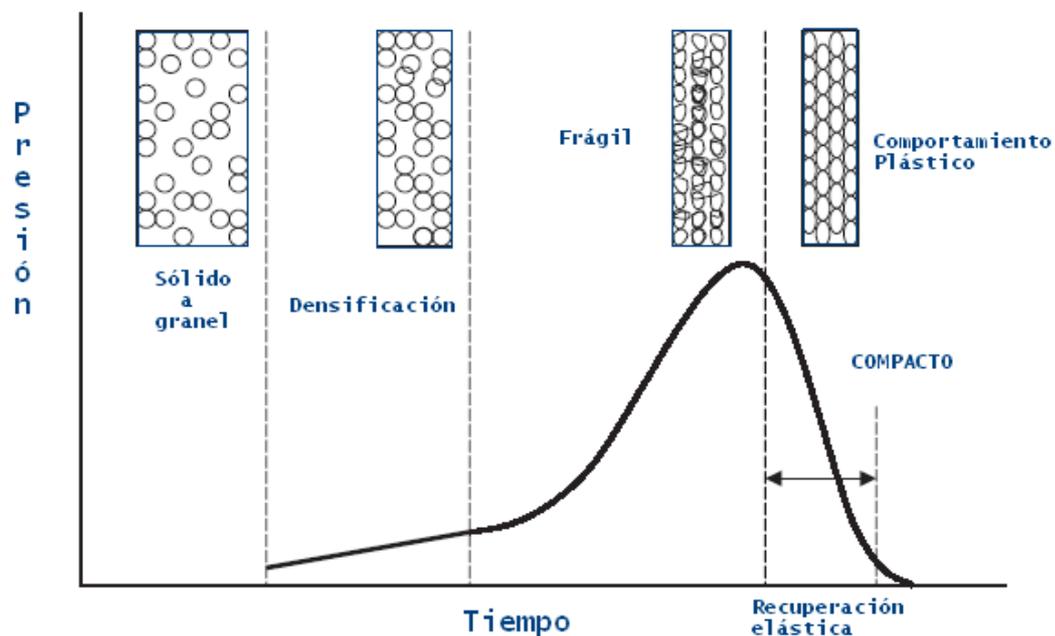


Figura 2.5: Aumento de la compactación en función de la presión y el tiempo [García, 2010]

La forma, el tamaño y otras propiedades físicas más complejas definen la dureza de las partículas primarias, que aumenta conforme se acerca a la zona de transición de comportamiento frágil a dúctil, produciéndose la compactación debido a la deformación plástica [Poquillon et al., 2002]. Se produce flujo plástico y finalmente tiene lugar un proceso de flujo elástico, por lo que al cesar la presión el compacto se expande. En el caso de materiales blandos (productos farmacéuticos u orgánicos de bajo modulo de Young) al aplicar altas presiones la elasticidad es muy importante.

Una manera de minimizar este efecto es mantener durante un tiempo la máxima presión antes de la expulsión del comprimido. Dicho tiempo se conoce como “tiempo de permanencia”.

La tendencia a la fragmentación aumenta en las etapas iniciales de la compactación, hasta alcanzar un máximo a partir del cual se reduce debido al aumento del número de coordinación y entra en escena la deformación plástica. A menor índice de plasticidad, menor eficacia del trabajo plástico en el material [Chandler et al., 2008].

Es necesario tomar en consideración la variación debida a la elasticidad del molde o la recuperación elástica que sufre el material una vez cesa la carga aplicada [Briscoe y Rough, 1998].

Como ya se ha comentado, la forma de las partículas es un factor muy importante en la compresión, y la morfología más adecuada para el estudio es la esférica, ya que simplifica enormemente las consideraciones físicas a valorar [Zavaliangos, 2003].

2.2.3 Parámetros que influyen en el proceso de compactación

2.2.3.1 Fricción

El rozamiento producido entre las paredes de la matriz y las partículas es de suma importancia en el resultado del compacto obtenido. Una alta fricción podría ocasionar la fabricación de comprimidos defectuosos o con alta anisotropía, sobretodo en cuanto a densidad y adherencia entre partículas. Un defecto clásico por esta causa en la fabricación de tabletas farmacéuticas u otro tipo de productos es la laminación, en la cual se produce un plano de rotura perpendicular a la dirección de compactación.

El uso de lubricantes en forma de excipientes (estearato de magnesio fundamentalmente) mejora los resultados notablemente. Sin embargo su utilización en la fabricación de aditivos empastillados no es adecuada debido a los residuos que genera, como se explica en el apartado de aditivos alimentarios.

En la figura 2.6 se muestran las distintas distribuciones de densidad en ensayos de alúmina compactada utilizando lubricante y sin lubricante [Briscoe y Rough, 1998]. El gradiente de densidades es menor en el proceso lubricado que sin lubricar, siendo además los valores en la parte central del compacto más altos, lo que resulta en un producto de mayor calidad.

Diversos autores han tratado de explicar el fenómeno de la anisotropía (variación de las propiedades en función de la dirección) en la distribución de densidad [Zavaliangos, 2003];

[Galen et al., 2005]; [Davies, 2007].

La anisotropía está causada principalmente por el fenómeno de fricción entre las paredes de la matriz y las partículas adyacentes, provocando gradientes de densidades, y por tanto, de resistencia, en la estructura [Mohammed et al., 2005].

La fricción de expulsión del comprimido también depende de la velocidad de compactación. A mayor sea esta, mayor fuerza se necesita para extraer el comprimido [Sun, 2015].

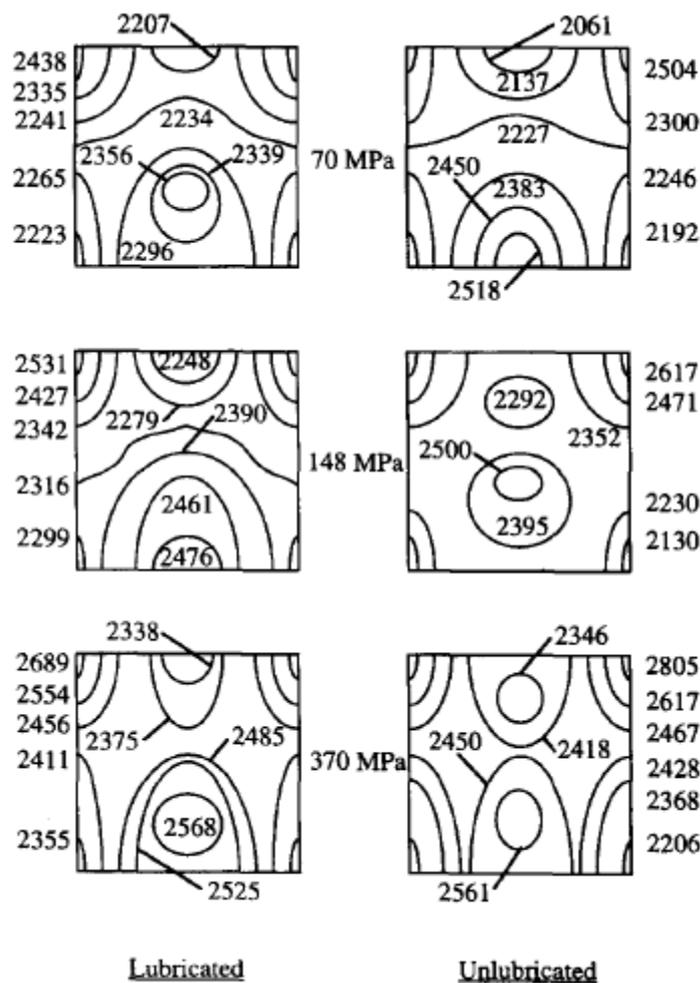


Figura 2.6: Distribución de densidad con lubricación y sin ella [Briscoe y Rough, 1998]

2.2.3.2 Compactabilidad

La compactabilidad es la capacidad de un lecho de polvo para formar un compacto de una resistencia específica por la aplicación de presión y, en combinación con la compresibilidad, define el éxito en la realización de comprimidos.

Por lo general, la compactabilidad se describe, en términos de resistencia a la tracción de la tableta, como una función de la presión de compactación aplicada. Como la resistencia a la tracción se ve afectada por diversos parámetros del proceso tales como ajustes de la máquina, tiempo y condiciones de almacenamiento entre la compactación y el análisis de la resistencia, el tipo de máquina de compactación y su principio de funcionamiento, etc., la configuración experimental tiene que mantenerse constante para ser capaz de generar resultados comparables.

Además, las características de las partículas previas a la compresión, tales como la distribución de tamaño y la forma también afectan a la compactabilidad de cualquier polvo. Debido a las múltiples variaciones en la configuración de las investigaciones, un gran número de los resultados presentados en la literatura no son comparables.

2.2.3.3 Compresibilidad

La compresibilidad de un material se define como su capacidad para reducir su volumen relativo cuando es sometido a una presión de compactación [Grossmann et al., 2004].

Las propiedades químicas de los ingredientes de los polvos a comprimir están bien definidos sobretodo en la industria farmacéutica y alimentaria. Sin embargo, el comportamiento físico en términos de compactación de polvo no es suficientemente conocido.

La compresibilidad (c) se puede calcular según la siguiente ecuación:

$$c = \frac{\Delta V}{V \cdot \Delta P} \quad (\text{Ecuación 2.1})$$

donde la relación de la variación de volumen (V) respecto el volumen inicial debido a un cierto cambio en la presión (P , [Pa]) define c .

En la realidad, el resultado final está influenciado por la cantidad de aire contenido en el seno del material y la facilidad para su expulsión, el grado de reordenamiento, la forma de las partículas e incluso las dimensiones del recipiente que las ocupa.

La velocidad de compactación se ve afectada por el aire atrapado en los poros y la recuperación elástica una vez cesa la presión ejercida. Es aconsejable que la velocidad de compactación sea lo suficientemente lenta como para dejar escapar el aire interno. Estas limitaciones provocan defectos (como la laminación), debilitamiento o destrucción de los productos formados [Simon y Guigon, 2003].

2.2.3.4 Resistencia mecánica

La resistencia mecánica de los comprimidos depende de la cantidad y de la dureza de los enlaces creados entre las partículas durante la consolidación. Los valores de ambas variables crecen conforme aumenta la densidad del compacto, que es función de la presión alcanzada durante el proceso. Esta última se transmite a través de los puntos de contacto entre las partículas individuales. El aire contenido entre las partículas afecta sustancialmente a las propiedades mecánicas del comprimido ya que la permeabilidad del material y la presencia de poros en la estructura final influyen en su comportamiento mecánico.

La resistencia mecánica se puede expresar como la fuerza necesaria para romper las pastillas aplicando fuerzas de aplastamiento normales o paralelas al eje del elemento a estudiar [Rumpf, 1962].

La resistencia del comprimido se calcula, fundamentalmente, mediante el test de compresión diametral (*Diametral Test*), explicado en el apartado siguiente, y es uno de los métodos más comunes para la determinación de las propiedades con respecto a su estabilidad durante las etapas de procesamiento posteriores tales como recubrimiento de película, envasado, transporte, etc..

2.2.3.5 Porosidad

La porosidad representa la fracción de espacios vacíos que se suelen crear durante la formación de una estructura y disminuye a medida que se ejerce una presión sobre un lecho de sólido. Es de gran importancia en la compactación de sólidos pulverulentos

porque el aire contenido en el seno de los mismos tendrá un papel determinante en el proceso debido a que su evacuación eficaz a través de los poros evitará problemas de laminación en las estructuras compactadas formadas.

Algunas propiedades de los comprimidos como resistencia a la tracción, fiabilidad, desintegración y tiempo de disolución dependen principalmente de la porosidad. Basándose en mediciones de desplazamiento del punzón precisas, la porosidad y por lo tanto el grado de densificación en cada punto durante el ciclo de compresión se puede calcular mediante la siguiente ecuación:

$$\varepsilon = 100 \cdot \left[1 - \frac{V_t}{V_c} \right] \quad (\text{Ecuación 2.2})$$

siendo:

- ε = Porcentaje de la porosidad del compacto
- V_t = Volumen verdadero (medido mediante picnómetro de helio)
- V_c = Volumen del compacto a determinada presión

La porosidad dentro de la matriz es menor que una vez expulsada la pastilla, ya que se produce un incremento de esta debido a la recuperación elástica producida durante la descompresión

2.2.4 Test de determinación de la resistencia mecánica

Los métodos más habituales para determinar la resistencia mecánica de un aglomerado son dos:

- Test de compresión axial
- Test de compresión diametral (Diametral Test)

2.2.4.1 Test de compresión axial

La resistencia de aglomerados en la dirección axial (paralela a la dirección de compresión) fue estudiada por Rumpf (1970). Para ello fabricaba los comprimidos mediante un dispositivo diseñado específicamente para ello.

Los valores de la resistencia son muy variables debido a las diferentes zonas de tensión

creadas en el interior del compacto, por lo que dicho método no es efectivo. Además debido a la anisotropía que presentan generalmente los compactos, y por tanto zonas de diferentes densidades, los resultados no son fiables ni generalizables.

2.2.4.2 Test de compresión diametral

Es el más utilizado y más preciso, dentro de sus limitaciones. Consiste en colocar una probeta entre dos platos, en la posición indicada en la figura 2.7, de tal forma que uno de los platos se desplace en dirección perpendicular al eje de revolución, hasta que la pastilla rompa.

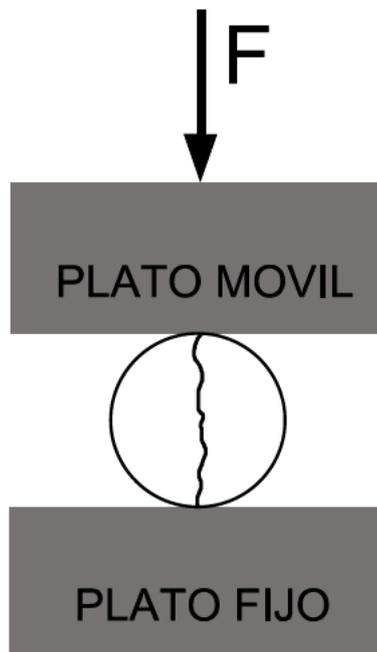


Figura 2.7: Test de compresión diametral

Para poder comparar el ensayo en diferentes probetas, es imprescindible que se repitan las mismas condiciones y proceso, ya que la forma geométrica, la homogeneidad del compacto, las propiedades de deformación del material a ensayar y las condiciones del ensayo pueden tener un efecto importante en los resultados.

Para comprimidos de diferente tamaño y forma los resultados obtenidos por la prueba de compresión diametral no son directamente comparables entre sí debido a las dimensiones inconsistentes de la superficie fraccionada.

La resistencia a la fractura es función de la geometría del compacto y de la fuerza necesaria para que se produzca la rotura. [Kasá P. et al. (2009)]

[Fell y Newton, 1970] establecieron la resistencia a la tensión en la siguiente ecuación, estrictamente válida sólo para pastillas redondas y planas (cilíndricas).

$$TS = \frac{2 \cdot F}{\pi \cdot D \cdot t} \quad (\text{Ecuación 2.3})$$

Siendo:

- TS = Resistencia a la tensión (*Tensile Strength*) [$\text{N} \cdot \text{mm}^2$]
- F = Fuerza de aplastamiento diametral [N]
- D = Diámetro del comprimido [mm]
- t = espesor del comprimido [mm]

Con el fin de comparar las propiedades de las tabletas cilíndricas con otras de diferente forma, la altura de cualquier comprimido no plano se puede convertir a la altura de otra plana que tiene el mismo volumen. El cálculo de la resistencia se realiza utilizando este valor de la altura equivalente como se puede ver en la figura 2.8.

La ecuación anterior es válida para materiales elásticos isótropos que se someten a rotura frágil. Para materiales que se deforman plásticamente puede dar lugar a una subestimación de la resistencia. A pesar de ello, los resultados podrían ser aún válidos para fines comparativos (es decir, para pruebas realizadas con el mismo material) [Galen et al., 2005]

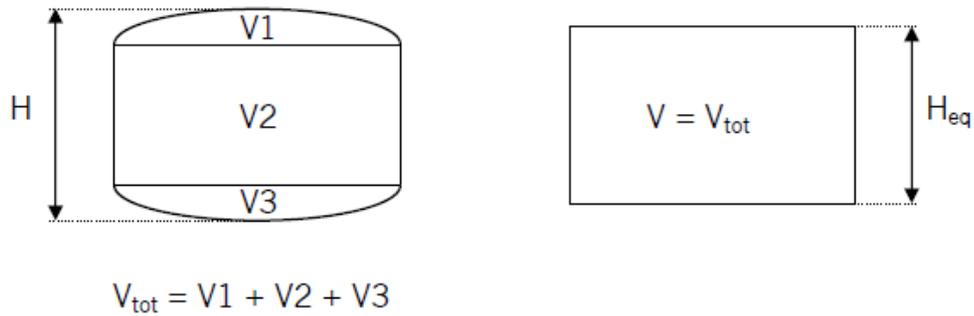


Figura 2.8: Determinación de la altura equivalente H_{eq} de una pastilla plana a partir del mismo volumen de otra curva.

2.2.4.3 Variante

Otro posible método para realizar análisis comparativos representativos de la resistencia de los compactos consiste en un soporte metálico en el que se coloca y sujeta el comprimido y mediante la acción de un pistón se traspasa completamente. Al igual que en los test axial o diametral se realiza con una prensa, generalmente hidráulica, equipada con un sistema de adquisición de datos.

Este dispositivo proporciona información relacionada con la fuerza de los enlaces y la estructura del compacto y es una variante de los métodos clásicos de compresión radial o axial. [García, P., 2010]. En la figura 2.9 se puede observar como queda el comprimido una vez realizado este ensayo.



Figura 2.9: Comprimido después del ensayo de resistencia

2.3 DEM

2.3.1 Introducción

Cuando se plantea la resolución de un problema en ingeniería podemos elegir, como método numérico de cálculo, un comportamiento continuo o discreto (o mezcla de ambos):

- **Sistema continuo.** El dominio se subdividirá en varios elementos, que estarán estrictamente conectado en sus fronteras con los mismos elementos vecinos durante el transcurso de toda la simulación. Esta restricción de conectividad implica que cada elemento no tendrá la posibilidad de desplazarse libremente, pues su movimiento depende de una condición de continuidad en las fronteras del elemento que impide que se desvincule de sus vecinos, y de una ecuación diferencial que gobierna al conjunto de todos los elementos del sistema como un único continuo. Sin embargo, dicha restricción hace a este sistema ideal para representar la deformación interna de cada elemento, en lugar de su desplazamiento como cuerpo rígido.
- **Sistema discreto.** El dominio se subdividirá en una serie de elementos independientes que pueden o no estar conectados, y que no requieren de una ecuación de continuidad que defina la relación existente entre ellos. Esto significa que el movimiento de cada uno de los elementos será libre, y que estará determinado según las interacciones que se presenten en los contactos en un instante dado. Estas condiciones son perfectas para sistemas granulares y particulados, y en general, para representar el desplazamiento de cada una de las piezas que componen un sistema de elementos rígidos, en lugar de la deformación interna de cada elemento.
- **Sistema mixto.** Hay procesos en los que es más eficiente considerar un método mixto que utilice conceptos de ambos.

En el caso de los aditivos alimentarios, y más concretamente en el proceso de compresión, se utilizará como método más adecuado el de los elementos discretos, que será detallado más ampliamente en los apartados posteriores.

2.3.2 Generalidades

Principalmente se pueden distinguir las siguientes propiedades básicas que definen de forma global y a grandes rasgos este método de análisis numérico:

- Las partículas son elementos discretos que en su conjunto conforman el sistema complejo a analizar. Pueden ser de diferentes tamaños y formas.
- Estos elementos discretos o distintos se desplazan independientemente uno de otros e interaccionan entre sí en las zonas de contacto.
- Se rige bajo los principios de la mecánica del cuerpo rígido, a nivel de partícula, y los elementos discretos se consideran elementos rígidos en sí.

La caracterización de los contactos entre partículas (ver figura 2.10) se describe en el modelo por los siguientes elementos mecánicos:

- **Muelles:** Describen la fase de comportamiento elástico del medio en la zona de contacto entre cada partícula. Este comportamiento elástico queda caracterizado por dos muelles uno en la dirección de contacto normal y otro en la dirección tangencial, los cuales corresponden con las descomposiciones de fuerzas de contacto que se utilizan en la formulación del método.
- **Pistones:** Son elementos que toman en cuenta la viscosidad del medio que se simula. En la formulación establecida indistintamente puede emplearse varios modelos de contacto que pueden ser delimitados en modelos de contacto viscoso y no viscoso, lo que permite aplicar el modelo a un gran número de problemas mecánicos, tanto elásticos como viscoelásticos.
- **Elementos de fricción:** Describen la descohesión y el fallo del material en la zona de contacto entre cada partícula. Cuando en el contacto se produce la rotura, esta partícula se desprende del medio.

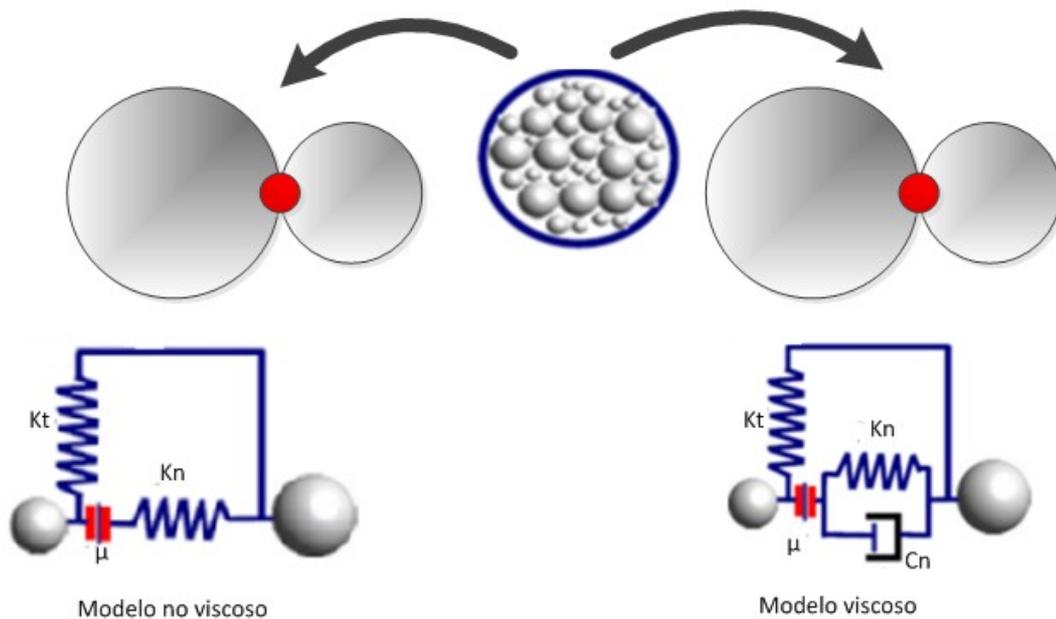


Figura 2.10: Tipos de modelo de contacto. [Mellado, 2011]

La formulación establecida para el desarrollo del modelo mediante elementos discretos, adopta una serie de hipótesis que permiten simplificar el problema real desechando los aspectos menos significativos y permitiendo establecer un modelo físico y matemático del problema en estudio. Las hipótesis que se establecen son las siguientes [O'Sullivan, 2011]:

- Las partículas son rígidas, es decir, poseen su propia masa e inercia.
- Las partículas se mueven independientemente una de otra. Se considera para cada una el movimiento rotacional y traslacional, tomado en cuenta su posición y velocidad.
- El *software* identifica automáticamente el contacto entre ellas.
- El contacto entre partículas se da en una superficie infinitesimal de contacto, y este se produce únicamente entre dos partículas. Se considera un modelo de masa resorte para representar el contacto entre partículas.
- El solapamiento entre dos partículas se da en el punto de contacto durante la colisión.
- La fuerza compresiva de interacción entre partículas se puede obtener a partir de la

magnitud del traslape.

- En los puntos de contacto, es posible que se transmita las fuerzas de compresión y tensión en las direcciones normales de contacto, así como las fuerzas tangenciales de contacto, que son perpendiculares a las fuerzas de contacto normales.
- Las fuerzas de contacto entre partículas se calcula considerando la distancia de separación entre dos partículas. Una vez la fuerza de contacto supere el valor máximo de tensión en ese instante, las partículas se alejan una de otra y el contacto pasa a ser nulo. Posteriormente este contacto cero no se lo considera para el calculo de fuerzas normales de contacto.
- El incremento de tiempo (t) debe ser lo suficientemente pequeño para que el movimiento de una partícula en base a un traslape sea lo suficientemente pequeño para influenciar unicamente a las partículas cercanas en el conglomerado.
- Un conjunto de partículas puede ser usado para representar a un sistema de mayor tamaño, el movimiento relativo entre las partículas componentes del conglomerado pueden causar deformación en el ensamble granular.

2.3.3 Revisión histórica

El Método de Elementos Discretos fue introducido por Cundall, e inicialmente eran de tipo bidimensional y empleaban elementos circulares [Cundall & Strack, 1979] o poligonales [Walton, 1983]. Posteriormente se empezó a estudiar su aplicación en tres dimensiones, utilizando esferas [Cundall, 1988a] y poliedros ([Cundall, 1988b]; [Hocking, 1989]) con la incorporación de elipses [Thing et al, 1993] y más recientemente elipsoides [Lin et al, 1997] y funciones supercuadráticas [Willians et al, 1989]; [Hogue, 1998]. La utilización de elementos discretos con geometría esférica también había sido empleada con anterioridad [Rodriguez-Ortiz, 1974]. El paso de dos a tres dimensiones comporta un fuerte incremento del coste computacional de la resolución del problema elemento, que dificulta enormemente la aplicación del método para este tipo de problemas. Cundall comparó los resultados obtenidos mediante la simulación con los experimentos físicos descritos por Ishiboschi & Cheu, 1988, y con los resultados teóricos que se debían obtener. Cundall realizó básicamente dos tipos de ensayos tridimensionales: un modelo de contacto lineal entre partículas representado por las correspondientes rigideces y por otra parte un modelo

de contacto no lineal entre partículas. El modelo de contacto no-lineal, se formula de acuerdo con la teoría de *Herz* [Mindlin & Deresiewicz, 1963].

El objetivo fundamental en DEM es una simulación precisa del comportamiento de un conjunto de partículas reales. La influencia de la forma de la partícula en dicho comportamiento está menos documentado que la relación entre la forma y la eficiencia en la detección de contactos. Las excepciones son los modelos que utilizan poliedros, los cuales pueden ser diseñadas para representar fielmente la forma de las partículas angulares de superficie plana, [Hart et al., 1988]; [Gaboussi y Barbosa, 1990]. Se limita la atención a partículas con superficies curvas y se consideran sólo representaciones de partículas cuya forma sea adecuada para su aplicación en DEM, es decir, aquellas que no requieren esquemas de detección de contacto altamente especializados (y computacionalmente caro) tal como se emplea para las formas complejas en CAD/CAM.

Las formas de los elementos más comunes que se utilizan en los modelos de DEM son discos circulares (por ejemplo [Cundall & Strack, 1983]; [Ng y Dobry, 1994]; [Xu y Yu, 1997]) o esferas ([Thornton & Kafui, 1997]; [Ning et al., 1997]). Mientras que los elementos esféricos tienen la gran ventaja de la simplicidad de cálculo, la rotación de las partículas está limitada sólo por las fuerzas de rozamiento debido al contacto con las partículas vecinas. Esta característica permite la simulación de partículas no esféricas cuya rotación está restringida por el enclavamiento en los contactos ([Oda et al., 1983]; [Lin & Ng, 1995]). Además, las fuerzas de contacto normales no contribuyen al momento que actúa sobre un elemento esférico ya que cada fuerza de contacto normal siempre actúa a través del centro del elemento. Esto tiene el efecto de ponderar el efecto de rotación del vector de fuerza de contacto hacia el componente tangencial. Estos dos atributos inherentes a las partículas circulares o esféricas contribuirán a una disminución en la precisión de las simulaciones de partículas que se desvían en un grado significativo de una forma esférica perfecta .

El uso de elementos elípticos fue desarrollado como una mejora de elementos circulares para representar partículas de superficie real curva con una relación de aspecto mayor que uno [Ting et al., 1993]. Se registraron mejoras significativas en la precisión de las simulaciones que utilizan partículas elípticas en lugar de circulares para representar la arena bajo compresión cuasi-estática ([Ting et al., 1995]; [Zhu et al., 1996]). Sin embargo,

debido a la complejidad de los métodos actuales de detección de contacto para los elementos elípticos, el tiempo de cálculo es mucho mayor que para los elementos circulares, para los que se requiere simplemente la distancia entre centros ([Sakaguchi et al., 1994], [Lin & Ng, 1995]). Una desventaja adicional de los elementos elípticos, y de cualquier otro elemento de dos dimensiones no circular, es la pérdida del efecto de rotación de partículas en la tercera dimensión. Utilizando elipsoides se solucionaba la anterior limitación, pero incurría en una sobrecarga computacional significativa y error en la detección de los contactos [Lin & Ng, 1995]. Una alternativa a los elementos circulares que todavía emplea primitivas geométricas es el “par-elemento” que comprende un par de elementos circulares de igual diámetro fijo rígidamente junto con sus centros separados una distancia de un diámetro dando una partícula con una relación de aspecto de dos ([Taylor & Preece, 1992]; [Sakaguchi et al., 1994]). Los elementos circulares no pueden girar independientemente el uno del otro de modo que tanto la rotación como la traslación se aplica a la partícula. Aunque las partículas “par-elemento” se definieron para dos dimensiones los mismos principios podrían aplicarse a esferas emparejadas. La unión de muchas esferas mediante la aplicación de adherencia entre ellas produce un aglomerado. Tales aglomerados podrían ser considerados como partículas de forma irregular en 3D con un contorno de la superficie a partir de la superficie expuesta de las esferas posicionadas en el exterior del aglomerado [Ning et al., 1997]. Se analizaron la posición y los contactos entre las esferas durante el impacto de un aglomerado contra una superficie plana, pero no queda claro si se consideraba la inercia de todo el conjunto.

Las partículas lisas de forma irregular, no circular, también se pueden representar mediante el uso de una o más funciones continuas para describir la superficie de una partícula. Estas pueden ser funciones arbitrarias o supercuadráticas. Una amplia gama de formas se pueden generar usando una o más supercuadráticas ([Barr, 1981]; [Williams & Pentland, 1989]). El contacto entre dos formas supercuadráticas puede determinarse a partir de la intersección de las dos funciones, pero, debido a la no linealidad de las ecuaciones, este proceso es computacionalmente caro y casi impracticable [Hogue, 1998]. También habrá algún error en la determinación del contacto normal [Lin & Ng, 1995] Para facilitar el uso de formas supercuadráticas en formas bidimensionales es válido el uso de la representación de función discreta (DFR), que también es aplicable a formas arbitrarias definidos por una

o más funciones continuas [Williams & O'Conner, 1995]. El límite de un elemento de forma arbitraria es discretizada utilizando una cierta densidad de nodos. Por tanto, la partícula tiene una representación tanto continua como discreta . Se usaron técnicas de detección de contacto similares a las empleadas para las formas poligonales X para detectar los contactos entre partículas.

Un tipo alternativo de representación discreta es el descrito por Munjiza et al. (1995) , que representó formas arbitrarias de dos dimensiones por medio de un conjunto de nodos frontera con información asociada de su modo de conectividad. Este método permite la generación de geometrías complejas, pero requiere un algoritmo de detección de contacto bastante complejo y se limita a formas de dos dimensiones .

Hogue (1998) extendió la aplicación de la DFR a partículas en tres dimensiones.

Las partículas no esféricas, de superficie lisa, cuya forma puede ser generadas por revolución a lo largo del eje principal, se pueden simular en DEM a partir de esferas superpuestas de tamaño arbitrario cuyos centros se fijan a lo largo del eje mayor de simetría de la partícula. La detección de contactos, el cálculo de la fuerza-deformación y el movimiento de las partículas se logra usando técnicas estándar de DEM modificados para integrar el comportamiento de cada elemento de esfera con la de la partícula multielemento a la que pertenece [Favier et al., 1999].

Gracias a la importante mejora en el *hardware* y en las arquitecturas de los ordenadores, la capacidad de cálculo ha aumentado de forma muy significativa y aunque, estos modelos seguían siendo bidimensionales ([Cleary, 1998]; [Cleary, 2000]), posteriormente, los *software* de aplicación del método de elementos discretos han permitido la simulación de geometrías tridimensionales ([Cleary & Sawley, 2002]; [Cleary & Prakash, 2004]).

Hoy día, se sigue progresando en la escala de los modelos así como en el aumento de la fidelidad y exactitud de los resultados de acuerdo a los sistemas reales, pudiéndose simular formas exactas implementadas a través de CAD en 3D, aunque a expensas de un alto coste operacional

Así pues, el método DEM ofrece un amplio abanico de posibilidades en lo que respecta a la simulación numérica del comportamiento mecánico de materiales granulares, pudiendo

utilizarse en su formulación elementos discretos de geometría cualquiera.

La formulación del método está principalmente basada en dos leyes fundamentales de la mecánica clásica. La ley fuerza-desplazamiento que relaciona ambas variables mediante una rigidez y la segunda ley de Newton que permite establecer la relación entre fuerza y aceleración. A partir de estas dos leyes fundamentales se desarrolla toda la formulación del método. Además del desarrollo del método iniciado por Cundall, diversos autores fueron investigando en líneas más específicas o no contempladas por los estudios iniciales.

Bardet & Proubet 1989 se dedicaron a investigar la modelización de medios no lineales: medios elásticos isótropos y anisótropos, elastoplasticidad en su versión asociativa como no asociativa, y otros múltiples mecanismos plásticos, con un análisis en dos dimensiones.

Posteriormente se desarrolló ADR (Relajación Dinámica Adaptable) que es una nueva técnica en la simulación numérica mediante DEM, expresamente formulada para el estudio de medios granulares [Bardet & Proubet, 1991]. Esta técnica fue iniciada por la necesidad de optimizar la convergencia de los algoritmos explícitos condicionalmente estables.

Cundall y Strack desarrollaron *software* específico: el BALL, para el cálculo en dos dimensiones y el TRUBALL para tres dimensiones. La definición de las ecuaciones de equilibrio entre las partículas, y el empleo de una ley fuerza-desplazamiento en los contactos permite mejorar sustancialmente el algoritmo original. Posteriormente se definen las ecuaciones del movimiento de relajación dinámica (ADR) y se hace un estudio de convergencia del método.

Trent & Margolin (1992) estudiaron la rotura que se produce en un medio granular cementado. Posteriormente compararon dicha rotura con la que describe la teoría de Griffith para medios continuos, y la aplicación de ésta para medios granulares.

Bardet (1994) presenta un modelo viscoelástico a partir de MED que caracteriza la respuesta dinámica de un material poroelástico saturado. Posteriormente propone un modelo simplificado y aproximado para resolver problemas dinámicos en medios poroelásticos. Las soluciones obtenidas en el estudio realizado por Bardet muestran que los resultados son idénticos tanto para el problema poroelástico como para el viscoelástico.

Otsu et al. (1999) estudiaron el comportamiento de medios granulares y la interacción con

líquido entre sus poros desarrollando un modelo cuya principal novedad es que incluye la presión interior de un líquido saturado entre las partículas que componen el medio.

Ejemplos de estudios con elementos discretos para medios no granulares hay multitud, como los realizados por Selvadurai (1999) al aplicarlo al hielo, como si fuera un aglomerado de partículas. Considera que la interacción entre dos materiales distintos, como es el caso del movimiento de un cuerpo formado por hielo y el de una estructura estacionaria flexible, describe un estado de deformación plana. Este autor también realizó el estudio de geomateriales frágiles y de geomateriales viscoplásticos, donde con DEM se consiguió aumentar la tensión hasta la rotura y así visualizar la evolución de esta a lo largo del medio, lo que permite analizar la forma de los mecanismos que la provocan.

En la formulación inicial de Cundall & Strack (1979) las partículas se comportan como cuerpos rígidos, lo cual puede ser una limitación en muchos casos. La combinación del método de elementos discretos con el método de elementos finitos, permite describir un comportamiento de las partículas mucho más cercano a la realidad, permitiendo la deformación de las partículas sólidas [Gethin et al., 2001]. Esto supone una gran evolución del proceso de simulación mediante la combinación de elementos discretos y elementos finitos. La combinación de ambas técnicas todavía está en pleno desarrollo y permite la resolución más acorde a la realidad de numerosos procesos, aunque requerirá una gran potencia de cálculo computacional.

2.3.4 Influencia de los parámetros en la simulación

Los programas de cálculo por elementos discretos, al igual que otros, dependen de manera muy notable de la correcta elección de las variables y valores a utilizar. A veces dicha selección es sencilla por tratarse de un dato propio del material fácilmente identificable, pero muchas otras veces dicho dato es fruto de la experimentación e iteración, ya que los programas DEM hacen una simplificación bastante burda de la forma de la partícula o de otras geometrías, en vistas a una economía de cálculo, respecto a la realidad. En este apartado se relatará una breve reseña histórica, pero dada la importancia del asunto para el desarrollo de la investigación, la influencia y desarrollo de dichos parámetros tendrá un apartado concreto en esta tesis.

Los parámetros de interacción entre los materiales y los característicos de ellos, se

estudiaron por diversos autores. En los últimos años han sido analizados el “coeficiente de resistencia a la rodadura” en comprimidos farmacéuticos [Ketterhagen et al., 2010], el “coeficiente de restitución” también en comprimidos farmacéuticos [Bharadwaj et al., 2010]. Otros autores estudiaron como los parámetros de contacto y los característicos (módulo de corte, coeficiente de *Poisson* o la densidad de las partículas) de cada material son necesarios para la predicción precisa de las fuerzas de contacto [Kruggel-Emden et al., 2007], [Ketterhagen et al., 2009], [Kodam, 2009]. También analizaron los parámetros de interacción entre materiales, como el coeficiente de restitución, el coeficiente de rozamiento por deslizamiento y el coeficiente de resistencia a la rodadura, que describen cómo se comportan los materiales cuando entran en contacto entre sí.

El coeficiente de resistencia a la rodadura (CoRR), define la relación entre la fuerza que se opone al movimiento de balanceo y la fuerza normal que actúa entre dos materiales en contacto. Para cuerpos esféricos o cilíndricos se ha atribuido a la pérdida de histéresis [Tabor, 1955] y especialmente se da en los casos en que los materiales son deformables, como el caucho.

Otras veces el tipo de materiales utilizados no tienen apenas resistencia a la rodadura, pero se considera como si la tuviera para ayudar a explicar la resistencia a la rodadura debido a las partículas no perfectamente esférica [Ketterhagen, 2007]. O sea, la rugosidad es simulada añadiendo un valor de CoRR mayor.

El par debido a la resistencia a la rodadura MR se ha incluido en los modelos DEM a través de varios métodos [Beer and Johnston, 1976], [Brilliantov y Pöschel, 1998], [Iwashita y Oda, 1998].

Varios autores han demostrado a lo largo de diversos estudios que es importante tener en cuenta la resistencia a la rodadura como factor decisivo en la interacción entre partículas o partículas y superficies [Zhou et al., 2002], [Estrada et al., 2008], [Ji et al., 2009]. Sin embargo la predicción de los valores adecuados es altamente improbable, por lo que los valores de Coeficiente de resistencia a la rodadura (CoRR) deben medirse de forma experimental. Estos y otros autores han aportado valores para materiales comunes como acero, aluminio, cobre, vidrio, cuarzo, etc., pero es difícil encontrar datos para otros materiales más específicos que deberán hallarse experimentalmente [Kudrolli et al., 1997],

[Williams, 2005], [ASTM, 2009]

En cuanto al coeficiente de fricción por deslizamiento estudiado por otros autores [Tomlinson, 1929], [Beare y Bowden, 1938] o el coeficiente de restitución [Foerster et al., 1994], [Gorham y Kharaz, 2000] solo hay datos para los materiales más comunes excepto escasos trabajos [Hancock et al., 2009].

En capítulos posteriores se hará un desarrollo más detallado de la influencia de las variables más influyentes en los resultados de las simulaciones en DEM.

CAPÍTULO 3

MATERIALES

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (*DISCRETE
ELEMENT METHOD*)”**

3 MATERIALES

3.1 Introducción

En este capítulo se hará referencia a todos los materiales tanto maquinas, accesorios, dispositivos, etc. como materia prima utilizados en todo el proceso de la investigación. Algunos de ellos se han utilizado solo en algunas fases mientras otros han sido protagonistas en casi todo el desarrollo. Se ha preferido hacer primero referencia a los materiales utilizados (empezando por las materias primas), para posteriormente pasar a describir la metodología empleada para poner en servicio dichos materiales.

3.2 Materiales utilizados

3.2.1 Sal

La sal será la materia prima fundamental en la fabricación de comprimidos de aditivos. Aparece como aditivo principal en casi todas las conservas y preparados alimenticios. Su fórmula química es NaCl (cloruro de sodio en la nomenclatura *stock*), lo que indica que está compuesta por los elementos químicos sodio (Na) y cloro (Cl).

El cloruro sódico es necesario para el ser humano, aunque su consumo debe ser comedido, ya que un exceso de este resulta perjudicial para la salud. Por eso las conservas y otros alimentos preparados deberían llevar una cantidad equilibrada de este compuesto, aunque en muchos casos la cantidad es excesiva para la salud, aunque apropiada para el proceso industrial (por ejemplo los embutidos y salazones).

La sal gracias a su elevado poder osmótico es capaz de deshidratar a un amplio espectro de virus y bacterias en estado no-esporulado, por lo que se usa como conservante desde tiempos remotos. Además su uso en los alimentos realza el sabor, uno de principales

objetivos perseguidos con su consumo.

El cloruro de sodio químicamente puro no es higroscópico, el que la sal ordinaria se humedezca se debe a las impurezas de cloruro de magnesio, sustancia que si absorbe la humedad atmosférica.

El cloruro de sodio es fácilmente soluble en agua e insoluble o sólo ligeramente soluble en la mayoría de los otros líquidos. De forma pequeña, transparente, incoloro o en forma de cristales cúbicos blancos. Es inodoro pero tiene un sabor muy característico salado.

En el mercado se presenta en diferentes formatos (ver figura 3.1):

- Sal fina: También llamada sal de mesa. Uso fundamental en alimentación.
- Sal gruesa: De mayor tamaño de grano, es para uso alimentario o industrial.
- Sal muy gruesa. Uso para descalcificación de máquinas que trabajan con agua o para otros procesos industriales, uso agrícola y ganadero. Deshielo de carreteras.
- Sal en escamas: Sal extraída por procesos naturales sin moler. Uso alimentario.
- Comprimidos: Para alimentación o descalcificación. Es el formato utilizado en esta investigación.



Figura 3.1: Diferentes presentaciones de la sal. Fuente: <http://www.infosa.com/>

Las principales propiedades del cloruro de sodio (NaCl) se detallan en la tabla 3.1

Propiedad	Unidad	Valor
Estructura		FCC
Masa molar	g/mol	58,44
Punto de fusión	° C	801
Punto de ebullición	° C	1413
Densidad	kg/m ³	2200
Solubilidad en agua a 20°C	g/l	360
Indice de refracción		1,5 a 10
Conductividad térmica a 273 K	W/(m K)	1,15
Calor específico a 273K	Cal/(g K)	0,20
Constante dieléctrica a 1 MHz		5,9
Dureza (Knoop)		18,2
Coefficiente Poisson		0,252
Limite elastico	MPa	2,4
Modulo de corte (G)	GPa	8,97
Módulo de compresibilidad (K)	GPa	24,42
Módulo de Young (E)	GPa	39,98

Tabla 3.1: Propiedades del cloruro de sodio

3.2.1.1 Granulometría

Para determinar el tamaño medio de los granos de sal utilizados en el proceso de compactación, se ha hecho un estudio de granulometría. Para ello se ha utilizado un conjunto de cribas colocadas en el vibrador (figura 3.2), de tal forma que con la vibración generada los granos de sal van atravesando los distintos cedazos hasta quedar atrapados en aquel cuya luz es menor que su tamaño. En la figura 3.3 se puede observar la distribución

de los granos en cada criba según su tamaño. Este resultado ha sido pesado y analizado mostrándose en la tabla 3.2 la granulometría obtenida.



Figura 3.2: Proceso de tamizado



Figura 3.3: Granulometría obtenida

Diametro tamiz	Peso sal (gr)	peso citrico (gr)	% sal	% citrico
1,25	0,22	0	0	0
0,8	76,06	0,08	18	0
0,63	107,59	2,83	26	1
0,5	115,67	122,72	27	42
0,32	101,68	140,67	24	48
Base	20,08	26	5	9
TOTAL	421,3	292,3		

Tabla 3.2: Granulometría obtenida

Del estudio granulométrico se obtienen los valores medios para la sal y el ácido cítrico empleado en las pruebas de laboratorio. Estos son:

- Sal: 0,75 mm
- Ácido cítrico: 0,5 mm

3.2.1.2 Su uso en esta investigación

La sal es un aditivo utilizado en la gran mayoría de alimentos procesados y fundamental en conservas vegetales y encurtidos, siendo el ingrediente mayoritario en muchas de ellas. Por eso se ha usado como base en esta investigación. Al principio se empezó a estudiar su uso combinado con ácido cítrico en porcentajes variables, para posteriormente, conforme se iba viendo la dificultad que eso conllevaba en la evolución de la investigación acabar por usarlo como único ingrediente. La fabricación en la prensa de comprimidos de 100% sal no supone dificultad técnica y su estudio en DEM supone sentar las bases para seguir avanzando en mezclas y compuestos más complicados.

En cuanto a la granulometría, a pesar de ser 0,75 mm para la sal real, en las simulaciones con EDEM se va a tomar un valor mayor, 1mm de radio. De esta forma el esfuerzo de procesado computacional disminuye sustancialmente, y como se comprobará al realizar ensayos con tamaños menores, incluido menor al real, los resultados son equivalentes.

En la realidad, ocurre una segregación entre los diferentes tamaños de partículas o componentes, que ha sido estudiado mediante DEM [Mateo-Ortiz et al., 2014], pero no se va a aplicar en esta investigación por simplificación, siendo una posible línea futura de

estudio.

3.2.2 Ácido cítrico

El **ácido cítrico** es un ácido orgánico natural, débil que se encuentra en muchas frutas y verduras, especialmente en cítricos. También se produce por muchos organismos vivos, incluyendo el moho. Comercialmente, es obtenido a través de la fermentación de melazas con el hongo *Aspergillus niger*.

El ácido cítrico se describe por la fórmula química $C_6H_8O_7$, compuesta de seis átomos de carbono, ocho átomos de hidrógeno y siete átomos de oxígeno. Al dividirse aún más, el compuesto se describe como ácido 2-hidroxi-propano-1,2,3-tricarboxílico.

Dentro de la nomenclatura de los aditivos es conocido como **E330**.

Sus propiedades principales son:

- Polvo de color blanquecino
- Antioxidante
- Conservante de alimentos
- Amortiguador del PH
- Sabor amargo
- Buena disolución en líquido
- No tóxico a dosis adecuadas

Por estas razones, el ácido cítrico se encuentra en la lista de ingredientes de muchos productos alimenticios de hoy en día.

El ácido cítrico es uno de los tipos más comunes de los ácidos naturales en el mundo. Debido a que se encuentra en muchas frutas y casi todos los sistemas digestivos, el ácido cítrico se puede añadir a los alimentos y productos de limpieza por igual sin representar peligros tóxicos para los usuarios. El ácido, junto con derivados de sí mismo, tiene infinidad de usos en las industrias química y alimentaria, por lo general actúa como conservante y saborizante en la fabricación de muchos tipos de alimentos y bebidas. También tiene aplicaciones en experimentos químicos, fármacos y diversos tipos de

productos de limpieza. Sus propiedades ácidas pueden eliminar algunos contaminantes del entorno cercano, por lo que se añade industrialmente como aditivo en el envasado de muchos alimentos como las conservas de vegetales enlatadas.

3.2.2.1 Su uso en esta investigación

Junto a la sal se usa de forma habitual en las conservas de pimientos, algo muy común en la región.

Cuando se mezcla con sal en un porcentaje superior al 15-20% (para pimientos del piquillo contiene hasta un 30% de ácido cítrico) se producen adherencias en los punzones y matrices dificultándose enormemente la producción de comprimidos, ya que estos se rompen en la expulsión y no adoptan la forma y peso necesarios. Debido a estos problemas y a que el modelizado en DEM ha resultado bastante más complicado de lo esperado en un principio, la mayoría de las pruebas se han hecho prescindiendo de esta sustancia, aunque si se han hecho algunos ensayos para iniciar el estudio de la simulación de fabricación de comprimidos de la mezcla de ambos aditivos.

3.2.3 Estearato de magnesio

El estearato de magnesio es el resultado de la combinación del ácido esteárico con un ion de magnesio. El ácido esteárico contiene 18 carbonos y su estructura no contiene dobles enlaces por lo que se considera una grasa saturada.

En términos de etiquetado recibe el nombre de E-572.

Se utiliza como aditivo especialmente en la industria farmacéutica y en los complementos dietéticos. Su función es actuar como lubricante, hidrofugante, anti-apelmazante y desmoldante.

Es insoluble en agua, pero es soluble en ácido. Las píldoras con aglutinantes de estearato de magnesio se disuelven rápidamente en el ácido estomacal permitiendo la disolución rápida para una rápida liberación del medicamento.

Generalmente se considera seguro para el consumo humano a niveles por debajo de 2500 mg/kg por día.

Entre las principales características del estearato de magnesio se encuentran:

- Se presenta como polvo fino blanco
- Jabonoso al tacto
- Insoluble en alcohol, éter y agua
- Inodoro
- Su punto de fusión se encuentra en los 140°C.
- Su uso alimentario no representa riesgos para la salud.

Hay dos calidades para el estearato de magnesio, la calidad farmacéutica, alimentaria y cosmética de mayor calidad y la de grado industrial, menos pura y que se utiliza en cantidades mayores que la de calidad alimentaria.

El estearato de magnesio también evita que los ingredientes se peguen a la máquina de encapsulación, lo que es importante, ya que de lo contrario los principios activos se pueden adherir a la máquina y no entrar en las cápsulas en la dosis deseada.

Se usa como lubricante, cuya acción puede ocurrir por la combinación de dos o más de los siguientes mecanismos:

- Elimina la carga estática externa de las partículas.
- Cubrimiento de la superficie rugosa de las partículas haciendo que se disminuya la fricción y rugosidad de estas.
- Aumenta la adsorción de gases y vapores de las partículas.
- Evita la cohesión y fricción entre las partículas al reducir las fuerzas de interacción de Van der Waals.

En términos generales los factores a tener en cuenta para seleccionar los lubricantes son la afinidad física y química por el granulado, grado de mezclado, proporción y contenido de humedad de los materiales. Un requisito fundamental es que el lubricante debe tener un tamaño de partícula muy pequeño para que este sea capaz de cubrir completamente las rugosidades de superficie de las partículas.

La cantidad de lubricante a adicionar debe ser muy controlada, ya que si se agrega en exceso, el flujo del granulado tenderá a disminuir porque se aumentarían las fuerzas de

cohesión del material.

Si la proporción de estearato de magnesio aumenta de 0 a 0,2 % en las tabletas, el coeficiente de fricción en la matriz disminuye hasta en un 50% [Schrank-Junghaeni, H et al., 1984]. Pero cuando la concentración de lubricante alcanza una cierta concentración, no hay mucha diferencia si el lubricante está en forma granular o en polvo en cuanto a la realización de su función [Johansson, 1986].

El estudio de la compactación de pastillas muestra que las mezclas lubricadas con estearato de magnesio monohidratado requieren mayores valores de fuerza de compresión, fuerza de eyección y de despegue que con la forma dihidratada, por lo que será preferible este último formato [Wang et al., 2012]. Comúnmente se usan concentraciones desde 0,25% hasta 1,5 % y en ocasiones especiales hasta el 5% [Ritschel, 2002]. Otro inconveniente para el uso en conservas vegetales es que tiene carácter hidrofóbico y retarda la disolución de la pastilla en el líquido [Lowhental, 1972][Bolhuis et al., 1975].

El uso del material en forma de gránulos, en lugar del polvo de origen, permite reducir sustancialmente la cantidad de estearato a utilizar, que solo se emplea en recubrir estos, llegando incluso a reducciones de diez veces menores [Mosig, 2014].

3.2.3.1 Su uso en esta investigación

El uso de lubricante es muy beneficioso para el proceso de compresión y por tanto también lo sería para la fabricación de comprimidos de aditivos alimentarios. En las dosis adecuadas los lubricantes alimentarios, especialmente el estearato de magnesio, son inocuos para la salud, pero en el caso de los alimentos en conserva presentan un gran inconveniente. Al no ser solubles en agua, aparecen en las conservas de un modo muy visible, formando una película blanca sobre la superficie. Esto no afecta a la calidad de los alimentos pero si a su presencia, lo que puede hacer que el cliente rechace el producto. Para evitar este problema hay que utilizar proporciones muy bajas o nulas. En las pastillas compuestas únicamente con sal se puede fabricar sin apenas lubricante, eso si, la matriz y punzones serán de acero de alta dureza con tratamiento superficial para evitar el desgaste y la corrosión.

En la prensa de laboratorio el estearato se aplica de forma manual, recubriendo con una

ligera capa la matriz y punzones para evitar que se adhiera a ellos. De esta forma la proporción usada es muy baja y apenas se incorpora a la pastilla.

En la prensa automática no se puede hacer ya que es un proceso muy rápido. La solución pasa por mezclarlo con los ingredientes activos, con los inconvenientes que se han comentado ya. Otra posible solución sería modificar la prensa para que a través de la matriz se pulverice una pequeña cantidad de lubricante justo después de la expulsión del comprimido y antes de que se vuelva a llenar de sal en polvo.

3.3 Descripción de los instrumentos y aparatos

3.3.1 Prensa industrial

La máquina utilizada en un principio para la obtención de comprimidos y estudio de la problemática ha sido una prensa específica para la fabricación de comprimidos de la empresa especializada Bonals, en concreto el modelo BF-352 (ver figura 3.4)

Es una máquina de tipo excéntrica de compresión directa, utilizada habitualmente para producciones limitadas y pruebas de laboratorio.

Las características de la máquina son:

- Diámetro máximo del comprimido: 30 mm.
- Capacidad de llenado: 30 mm.
- Compresiones por minuto: 32.
- Presión máxima: 6 TN.
- Potencia instalada: 1,5 kW
- Dimensiones: 600 x 750 x 1800 mm
- Peso neto: 350 kg.



Figura 3.4: Prensa de comprimidos Bonals

La secuencia en el conformado del comprimido consiste en las siguientes etapas (figura 3.5):

- Llenado de la matriz y enrasado: son realizadas por el depósito de material, que estado alimentado manualmente o por un silo conectado por conducto flexible, se desplaza hacia adelante rebasando la cavidad formada por la matriz y punzón inferior, produciéndose el llenado de dicha cavidad por el material en polvo o granulado debido a la gravedad. Para mejorar el llenado y no dejar espacios vacíos, el depósito realiza una sacudida brusca adelante y atrás, para posteriormente retroceder y enrasar el sobrante de material.
- Compresión: que puede ser de simple efecto (solo se mueve el punzón superior) o de doble efecto (ambos punzones se mueven en sentidos opuestos para comprimir el polvo). Esta máquina inicialmente era de simple efecto pero se diseñó una nueva

leva de accionamiento de los punzones, que consigue una compresión de doble efecto. De esta manera se produce una mayor compactación y homogeneización de la densidad en el comprimido evitándose que la cara inferior fuera menos densa y se produjeran roturas (capping) o pérdida de material.

- **Expulsión:** una vez producida la compresión, el punzón superior retrocede y a continuación asciende el punzón inferior, expulsando la pastilla al exterior. Seguidamente el depósito empuja fuera de la plataforma la tableta, que cae por una rampa al depósito de producto acabado, realizando simultáneamente un nuevo llenado y empezando otra vez el ciclo.

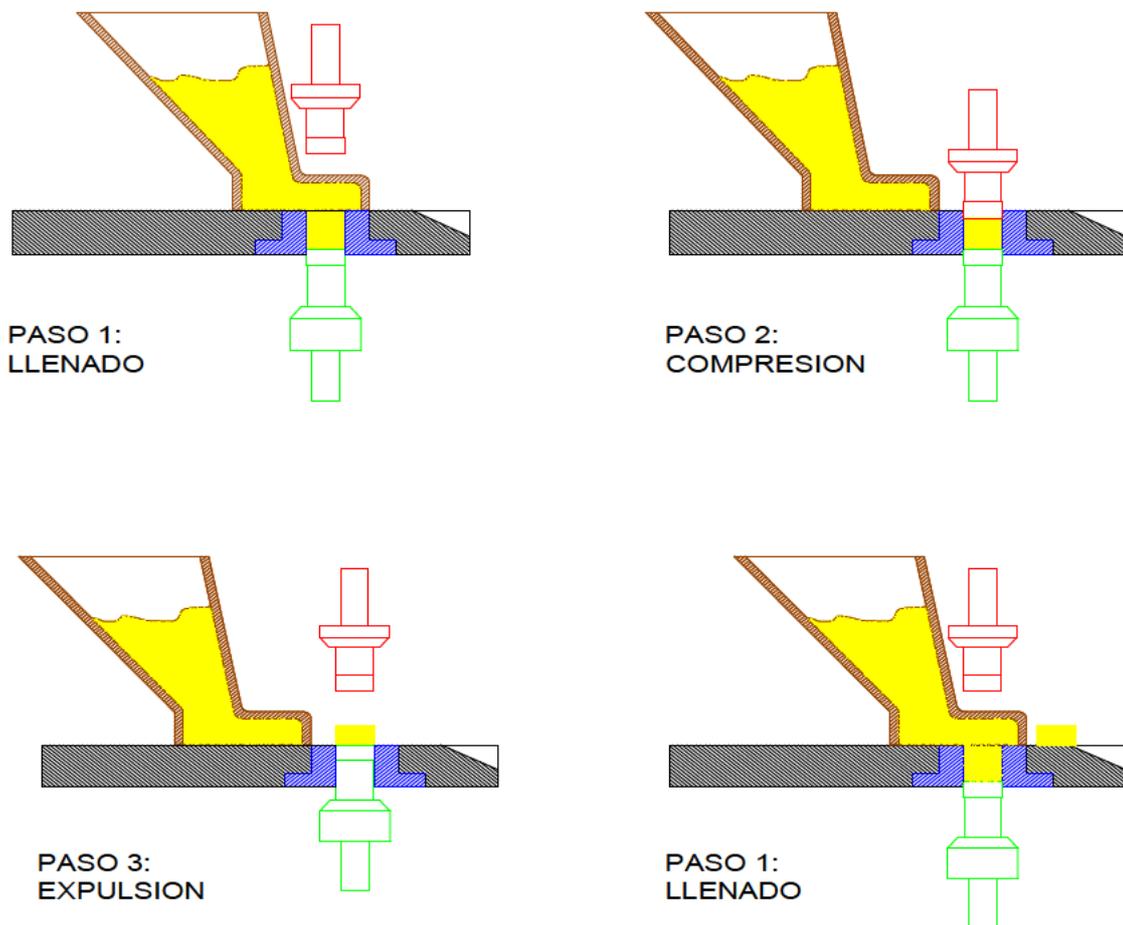


Figura 3.5: Etapas en el proceso de compresión

La prensa original ha recibido una serie de modificaciones para hacerla más efectiva y adaptarla a los materiales a comprimir. Se van a describir a continuación:

- Perfil de la leva: Se modifica para convertir la prensa de simple a doble efecto. Se explica en el apartado 3.3.1.1.
- Matriz partida: La matriz se divide en dos partes para facilitar la expulsión del comprimido. Se explica en el apartado 3.3.1.2
- Instalaciones complementarias: Se acondicionan, o se crean nuevas, las instalaciones eléctricas (apartado 3.3.1.3), neumática (apartado 3.3.1.4) y automatismos (apartado 3.3.1.5).

3.3.1.1 Leva de compresión

Inicialmente esta máquina era de simple efecto, lo que significa que solo el punzón superior estaba implicado en el movimiento de compresión, haciendo el punzón inferior únicamente la función de tope inferior, pero sin movimiento. Este tipo de compresión es más sencilla y sirve para algunos procesos, pero en este caso debido a la alta fricción de las partículas o a la alta adherencia a la matricería de algunas mezclas con ácido cítrico, resulta más conveniente un proceso de doble efecto, en el que ambos punzones se mueven en sentidos opuestos comprimiendo la pastilla entre ellos por igual. De esta forma la densidad es más homogénea en las dos caras del comprimido y se evita que aparezca un fallo característico que es el capping (alguna de las partes convexas se despegan del resto de la tableta).

Como disponer de una prensa de doble efecto no es posible, se ha modificado la actual para conseguir un efecto similar. La leva inicial se ha sustituido por otra con un diseño de la curva de la leva tal que el seguidor actuara sobre el punzón inferior no solo en la expulsión, si no también en la compresión, interactuando con el otro punzón. La carrera del punzón inferior será de 3 mm. que coincidirán con los 3 mm. últimos del recorrido descendente del punzón superior. En las figuras 3.6 y 3.7 se puede ver la leva antigua y la propuesta, en realizadas 2D y en 3D.

La nueva leva fue mecanizada e incorporada a la prensa, obteniéndose una mejor calidad en la compactación.

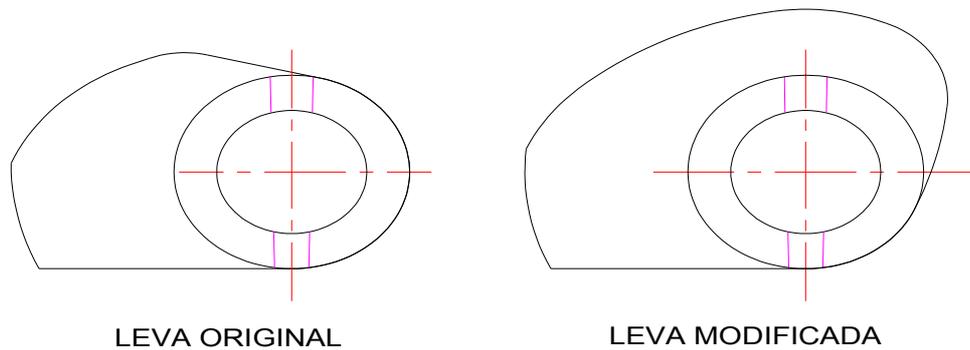


Figura 3.6: Vista de la leva original (dcha.) y modificada (izda.)

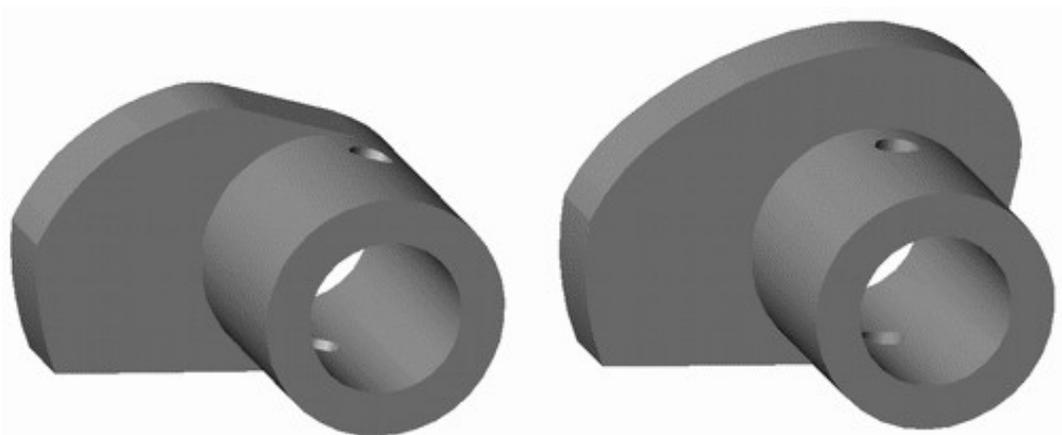


Figura 3.7: Vista en 3D de la leva original (izda.) y modificada (dcha.)

Al cambiar la leva y su funcionamiento ha sido necesario modificar la longitud del punzón superior, acortándolo 6 mm. Para poder realizar las pastillas de la forma y dimensiones iguales a las realizadas con la otra leva, se deben ajustar la regulación de la excéntrica (sube o baja el punzón superior, figura 3.8), la posición del punzón inferior (regulable mediante el cambio de la altura del soporte, figura 3.9) y la posición inicial del seguidor (modificando la posición de las dos tuercas cilíndricas que mueven el balancín, figura 3.9). Con este último mecanismo también se regula la altura final del punzón en la expulsión del comprimido.

Tras estas modificaciones la máquina se adapta mejor a las necesidades requeridas,

consiguiéndose un incremento en la calidad de comprimidos.



Figura 3.8: Regulación punzón superior



Figura 3.9: Regulación punzón inferior

3.3.1.2 Matriz partida

La matriz partida es una de las opciones que se han aplicado para solucionar los problemas mencionados en la compresión de los aditivos alimentarios. Consiste en dividir la matriz en dos partes para que estas se separen después de la compresión y permitan una mejor expulsión de la pastilla, evitando la fricción y adherencia del compuesto sobre la matriz y punzones. Este proceso de apertura y cierre debe estar totalmente automatizado y coordinado con el proceso de compresión, lo que obliga a equipar a la máquina de un sistema de automatización, que será desarrollado más adelante.

Todo este sistema está registrado mediante una “**PATENTE DE INVENCION CON EXAMEN PREVIO**” de la cual el doctorando es coinventor [Universidad de La Rioja, 2010]

3.3.1.2.1 Funcionamiento

Después de las modificaciones efectuadas, el proceso de fabricación de comprimidos se realizará de la siguiente manera (ver figura 3.10):

1. Llenado de la matriz: La tolva de alimentación llena la matriz, cuyas partes permanecen unidas, y los punzones quedan inmóviles en sus posiciones extremas. Se realiza un pequeño vaivén de la tolva para que el llenado sea más efectivo.
2. Compresión: Conforme se va retirando el alimentador, que simultáneamente enrasa el aditivo para que la cantidad sea la exacta, el punzón superior descende y el inferior asciende, comprimiendo el aditivo entre ambos. Las dos partes de la matriz todavía permanecen unidas.
3. Expulsión: Al terminarse el recorrido descendente del punzón superior la matriz se abre, accionada por un cilindro hidráulico comandado por sensor y autómatas. Ésta permanece abierta mientras el punzón inferior asciende (con un poco de retraso respecto a la ascensión del punzón superior) hasta su posición más alta, empujando al comprimido, que ahora no rozará con las paredes. Una vez arriba, es expulsado de la zona de prensado por el alimentador en su camino hacia un nuevo llenado de la matriz, que lo impulsa hacia el almacén de producto terminado a través de una rampa. Simultáneamente el punzón inferior completa su descenso hasta la parte más baja, preparándose para un nuevo ciclo.

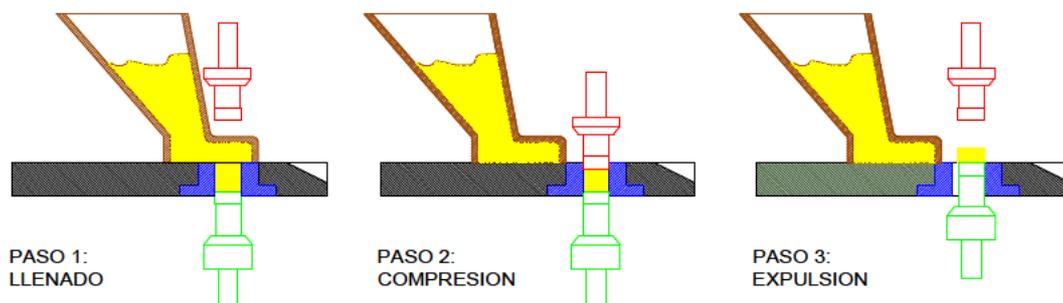


Figura 3.10: Proceso de compresión con matriz partida

3.3.1.2.2 Alternativas

Se barajaron distintas geometrías para las dos partes de la matriz, como se muestra en la figura 3.11. En la parte superior se ven en posición cerrada las tres alternativas que se han estudiado, y en la parte inferior en la posición abierta.

De las tres, se ha elegido la primera por ser más sencilla a la hora de encajar que las otras y ser autocentrante, además de ser más resistente que la segunda que podría deteriorarse más rápidamente en las puntas de la parte más pequeña, produciéndose un cierre defectuoso.

No solo ha sido necesario rediseñar la matriz sino toda la pieza donde esta se asentaba, que además hacía de guía y apoyo para el alimentador, como se observa en la figura 3.12.

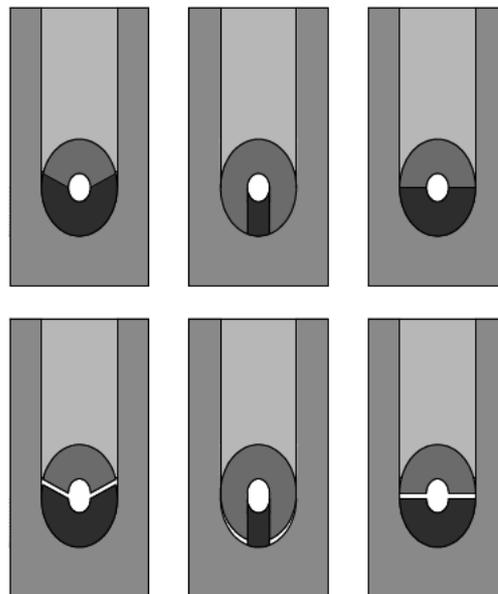


Figura 3.11: Distintas geometrías de matriz partida



Figura 3.12: Conjunto de base, matriz partida y guías

3.3.1.2.3 Descripción de la solución elegida

A continuación se puede observar como es la solución elegida por medio de la imagen y del montaje en explosión de todo el sistema (figura 3.13). Posteriormente se han desarrollado cada una de las partes.

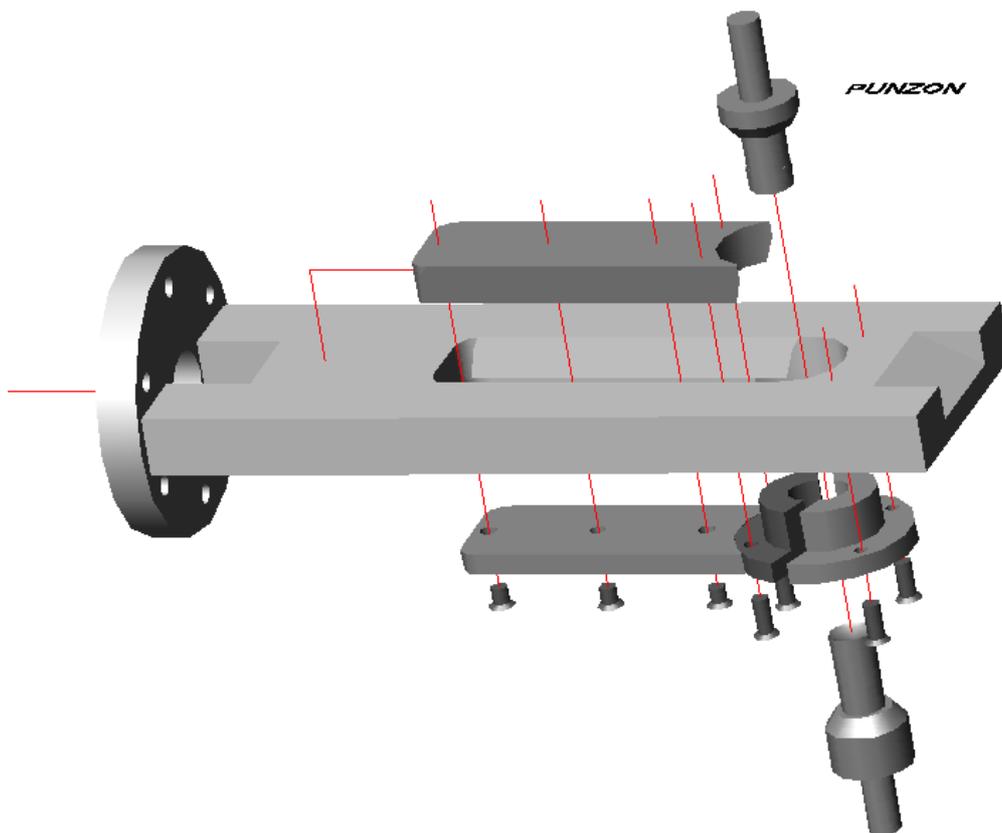


Figura 3.13: Vista en explosión del conjunto

- Base:

Se ha diseñado una base de la matriz totalmente nueva, en la que se integra la matriz fija, la matriz móvil junto a las guías que la desplazan y el soporte para el mecanismo de accionamiento. Se ha construido en acero inoxidable F-312, ya que al deslizar el alimentador sobre él y estar en contacto directo con la sal y otros aditivos, debe ser resistente al desgaste y a la corrosión, tal y como lo garantiza este material. Está unida a la estructura de la prensa con cuatro tornillos de cabeza hexagonal colocados equidistantes del eje de los punzones en la parte inferior. En la imagen 3.14 se observa la forma de esta pieza.

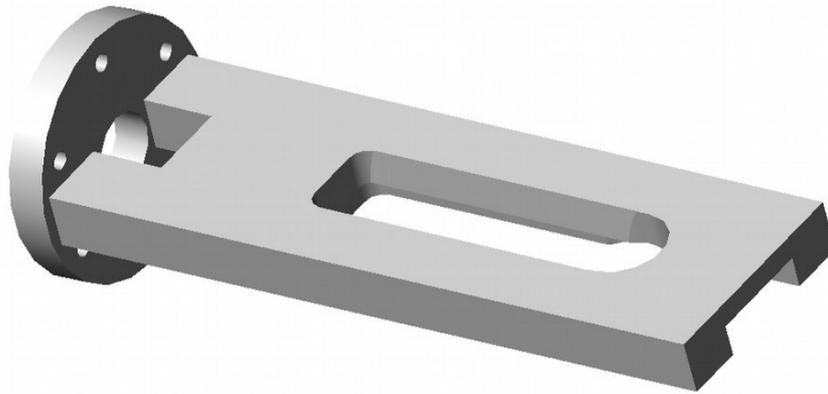


Figura 3.14: Base. Imagen 3D renderizada

- Matriz:

Se fabrica en acero especial para herramientas F-522 (95MnCrW5), templado y revenido, para obtener unas propiedades físico-químicas adecuadas, como son la resistencia al desgaste y la dureza necesaria para la compresión.

Su forma es cilíndrica, pero con valona en la parte inferior, en la cual se dispone de dos alojamientos para tornillos empotrados en cada una de las dos medias partes. Con dos tornillos se fijarán la semimatriz mayor (la parte derecha) a la base descrita en el apartado anterior. La otra parte, la izquierda, se fijará a la pletina que sirve de guía y que se describe en el siguiente punto. Por tanto, el elemento más grande queda fijo y al abrirse la matriz solo se desplaza el menor. Se puede ver la matriz renderizada en 3D en las figuras 3.15 y 3.16 y las piezas, una vez fabricadas, en las figuras 3.17 y 3.18.

- Pletina guía

Debido a las grandes fuerzas que se producen en la compresión del aditivo, y que son transmitidas a las paredes internas de la matriz, se debe diseñar ésta con un material y forma suficientemente resistente. Al fabricar la matriz en dos partes, cuando se produce la compresión para la conformación del comprimido, estas fuerzas internas tienden a separar ambas con una gran intensidad, y si no se consigue mantenerlas perfectamente unidas, la pastilla se rompe o resulta defectuosa.

Para compensar esas fuerzas se utiliza un cilindro hidráulico que es capaz de retener la matriz móvil cuando debe estar cerrada, pero también de separarla en la parte del ciclo que sea necesario. El elemento de unión entre el cilindro y la parte móvil de la matriz serán dos guías que deslizan en la base. Se muestran a continuación, tanto en imagen 3D como en foto. La figura 3.19 es un despiece y la figura 3.20 un montaje, pero visto desde abajo para poder mostrar el sistema de sujeción por tornillos.

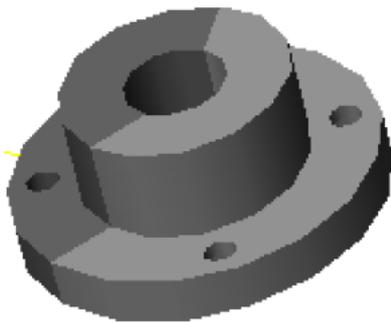


Figura 3.15: Matriz cerrada

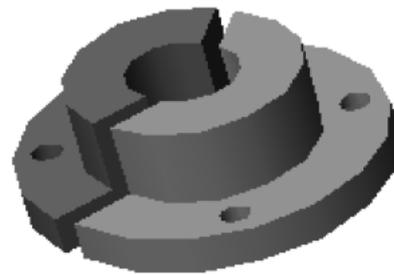


Figura 3.16: Matriz abierta



Figura 3.17: Matriz. Vista superior



Figura 3.18: Matriz. Vista inferior



Figura 3.19: Matriz partida y guías. Conjunto desmontado



Figura 3.20: Matriz partida y guías. Conjunto montado

Una vista del montaje en explosión, en la posición de funcionamiento se observa en la figura 3.21.

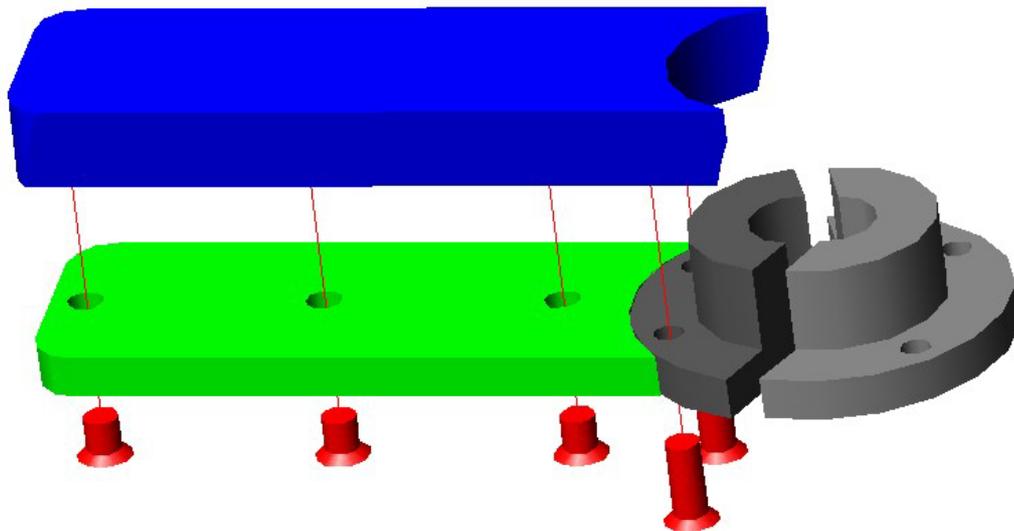


Figura 3.21: Matriz partida y guías. Vista en explosión

- Accionamiento

La fuerza requerida para retener la matriz móvil durante la compresión del aditivo es muy grande y era necesario dimensionar un dispositivo capaz de cumplir esa función. Inicialmente se pensó en un cilindro neumático, por las ventajas que supone el aire en aplicaciones alimentarias respecto a los sistemas hidráulicos en cuanto a limpieza y

facilidad de uso y mantenimiento.

Respecto a que sistema es el mejor para el accionamiento de la matriz partida, si hidráulico o neumático, es necesario razonar las características de cada uno. Los inconvenientes de un sistema hidráulico respecto a uno neumático son:

- Higiene alimentaria: En caso de avería, o por el simple funcionamiento del sistema es habitual que en el sistema se produzcan fugas de aceite que puedan contaminar el alimento o aditivo. En los sistemas neumáticos las fugas serían de aire lo que no compromete las garantías sanitarias del producto.
- Complejidad y precio: Un sistema hidráulico necesita un depósito de aceite, bomba de presión y racores y latiguillos especiales, más aparatosos y difíciles de montar y caros que los neumáticos.

Las ventajas de un sistema hidráulico respecto a uno neumático son:

- Se puede aplicar mayor presión con la hidráulica. Un cilindro hidráulico de tamaño medio es más que suficiente para esta aplicación. Sin embargo, por ser el aire compresible no se puede usar un cilindro convencional, porque al realizarse la compresión del polvo, la parte móvil cedería, destruyéndose el comprimido. Tras mirar distintas aplicaciones neumáticas de cilindros específicos para retención (sistemas de retención mecánica por fricción o enclavamiento) se comprobó que para conseguir la fuerza de oposición necesaria no era posible salvo utilizando cilindros excesivamente grandes

Vistas las ventajas e inconvenientes se ha intentado buscar lo mejor de cada sistema y se ha ideado una solución mixta: Un cilindro hidráulico con un multiplicador de presión oleoneumático, que se explican a continuación. Para evitar problemas con las fugas de aceite el conjunto utilizado es un circuito cerrado y hermético, que se puede montar y desmontar en conjunto, y por tanto reparar y mantener fuera de la máquina y zona de contacto con productos alimentarios. El sistema consiste en:

- Cilindro hidráulico. Se ha usado un cilindro hidráulico de doble efecto con vástago roscado que se han unido a las pletinas-guía por medio de agujero roscado aplicado en la superior. A la base se une mediante tornillos en la parte preparada al efecto.

Por la parte posterior va unido a un racor específico que sirve para el llenado (mediante tornillo-tapón). A continuación un codo de 90° que se une con una manguera flexible al multiplicador de presión. Tiene la particularidad de que el avance es de accionamiento hidráulico, que es donde realmente se necesita mantener la presión, y sin embargo el retroceso es de accionamiento neumático, por no ser necesaria tanta fuerza. Para abaratar costes de la modificación se ha utilizado un cilindro de segunda mano adaptado (figura 3.22).

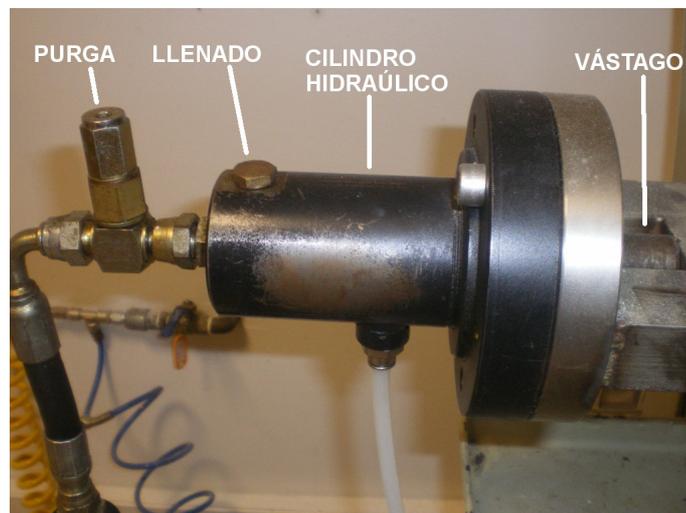


Figura 3.22: Cilindro hidráulico

- Multiplicador de presión oleoneumático. Está unido al cilindro mediante una manguera hidráulica flexible, y situado debajo de él. El funcionamiento de este dispositivo consiste en convertir la presión neumática aplicada en un lado del émbolo en presión hidráulica mucho mayor en el otro lado. Para ello, una presión determinada en una gran superficie, originada por el aire comprimido que entra por la parte inferior del multiplicador, se convierte en una presión mucho mayor en una superficie menor, en el lado superior del émbolo, que está lleno de aceite. Dispone de una zona de compensación para transferir con mayor efectividad la presión neumática a hidráulica. La multiplicación es de 10 veces la presión de entrada. Como se trabaja entre 4 y 7 bares de presión neumática, se consigue entre 40 y 70 bares en el cilindro hidráulico, teniendo además la seguridad de que el aceite no sufrirá disminución de volumen y por tanto no retrocederá el vástago. En la figura

3.23 se ve el multiplicador neumático, así como un esquema de su composición interna. En la figura 3.24 se muestra todo el sistema oleoneumático.

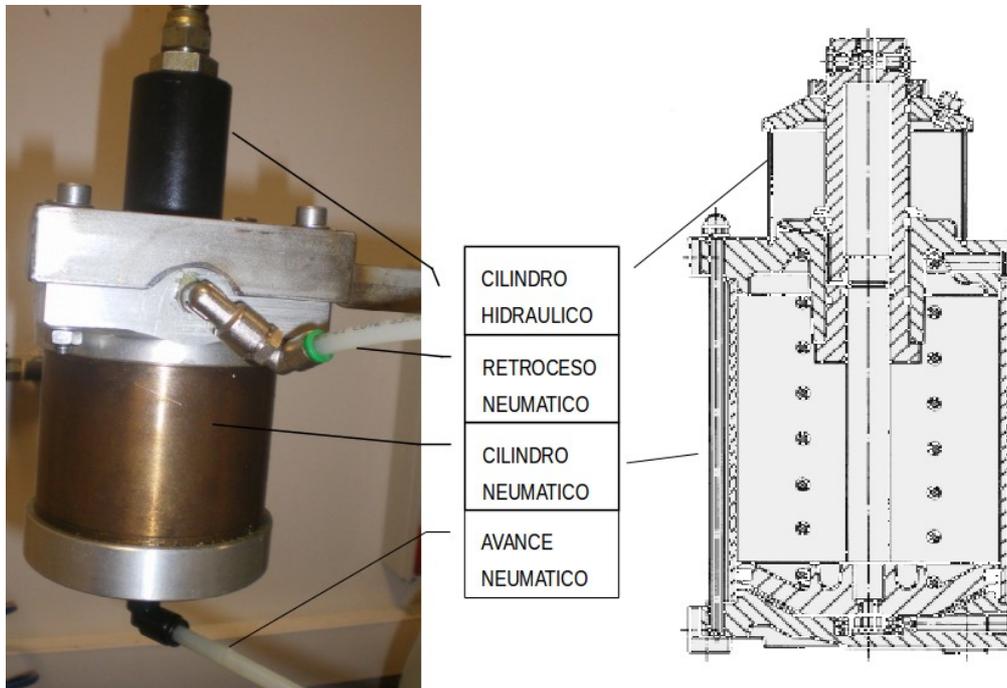


Figura 3.23: Multiplicador neumático y su esquema



Figura 3.24: Sistema oleoneumático

Como se ve en la foto anterior los tubos neumáticos que controlan el retroceso del cilindro y del multiplicador están unidos por medio de una T. De esta forma retroceden simultáneamente. El accionamiento neumático del multiplicador de presión va por otro tubo, que junto a los anteriores están regulados por una válvula neumática, sensores y un microautómata.

3.3.1.3 Instalación eléctrica

- Equipamiento eléctrico original

La prensa venía equipada en origen con un mecanismo eléctrico de marcha-paro que únicamente controlaba la conexión o desconexión del motor eléctrico que acciona el eje de la prensa.

- Equipamiento eléctrico actual

Debido a que la instalación eléctrica consta ahora de muchos más componentes, se ha colocado un armario hermético adosado a la máquina. Dicha instalación consta de los siguientes elementos:

- Interruptor general, interruptor de puesta en marcha y pulsador de emergencia.
- Fuente de alimentación de 24 v. para los componentes electrónicos: microautómata y sensores.
- Interruptor diferencial (disyuntor) y contactor de la serie Siemens Sirius.
- Interruptor automático (junto con los dos anteriores se usa para la seguridad de funcionamiento del motor eléctrico de la prensa)
- Relé activado a 24v
- Variador de frecuencia Siemens, que permite cambiar la velocidad de rotación del motor, y por tanto la velocidad del punzón y la duración del ciclo de compresión. Está situado fuera, sobre el armario.

En la figura 3.25 se puede observar el interior del armario eléctrico tal y como quedó tras el montaje de todo el equipamiento descrito. Ha sido necesario acoplarlo a la estructura de la prensa mediante el atornillado de unos perfiles angulares.

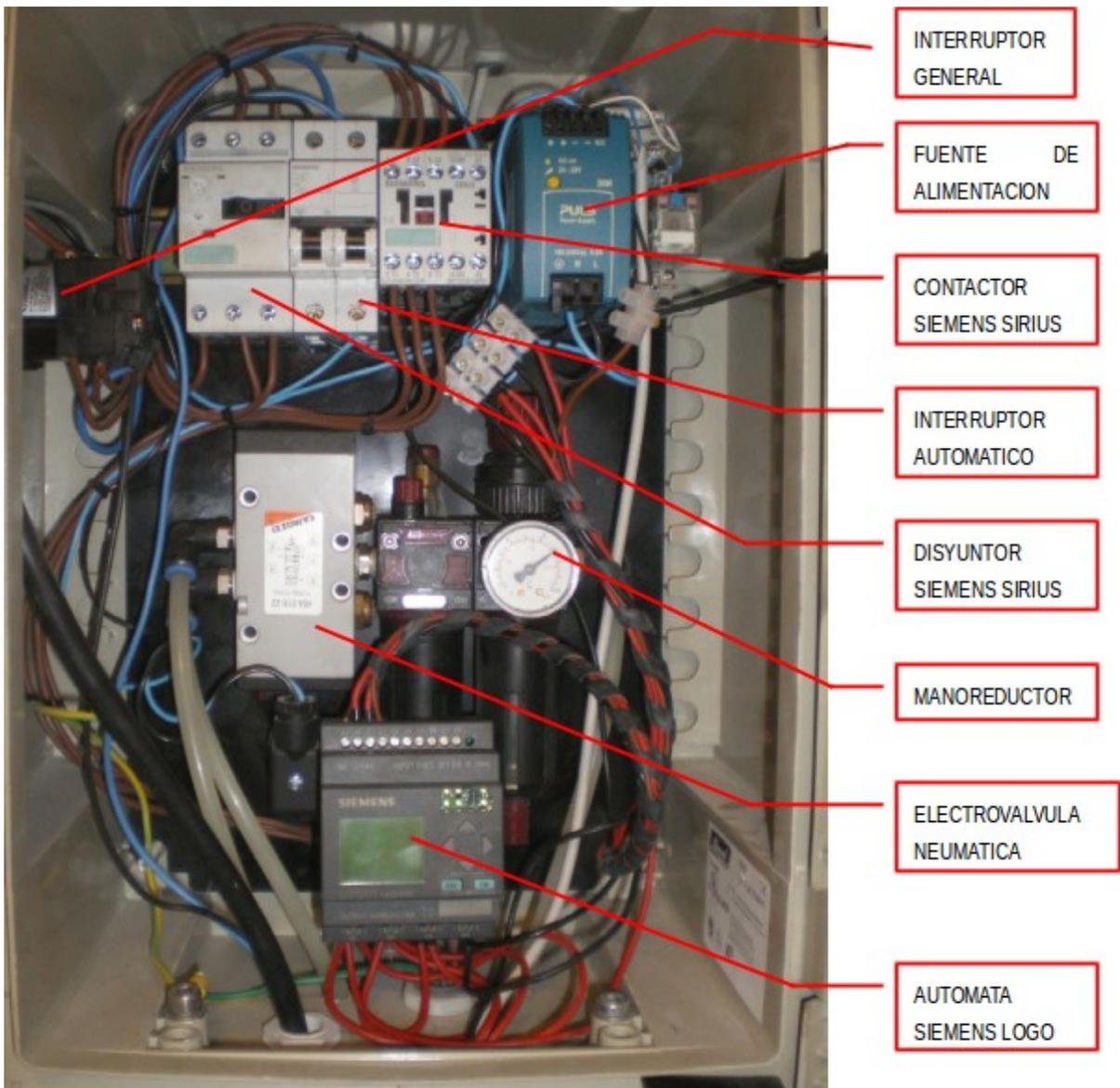


Figura 3.25: Armario eléctrico

3.3.1.4 Instalación neumática

La instalación neumática cuenta con los siguientes elementos:

- Manorreductor con depósito de aceite.
- Electroválvula 5/2 (5 entradas – 2 posiciones), que encargada de la apertura y cierre de la matriz partida.
- Reguladores de caudal.

3.3.1.5 Automatismos

Se utilizan los siguientes elementos:

- Un micro autómatas SIEMENS LOGO_i de 24 V para el control del proceso de apertura y cierre de la matriz partida. Recibe la señal del sensor por una de las entradas y envía una señal de salida a la electroválvula que actúa sobre el multiplicador oleoneumático y el cilindro hidráulico, abriendo o cerrando la matriz.
- Sensor capacitivo. Instalado en la parte superior de la máquina, junto a la leva. Sobre la leva de expulsión se ha colocado una pieza de acero que, en el punto exacto de giro, interacciona con el sensor. Esta pieza se puede girar para encontrar la posición más adecuada de activación del sensor.

3.3.1.6 Uso de la prensa en esta investigación

La prensa tal y como viene de serie funciona perfectamente para la fabricación de comprimidos de materiales con buena compactabilidad y con la dosis adecuada de excipiente lubricante. Pero permite pocas variaciones en su modo de trabajo.

Para el estudio de la compresión de aditivos alimentarios ha sido necesario modificar y automatizar profundamente la máquina para poder controlar diferentes parámetros que han permitido variaciones en la manera de fabricar las pastillas según las necesidades.

En primer lugar, la prensa se ha utilizado para entender el proceso de compresión, ver los problemas reales en su desarrollo y las posibilidades de solución a dichos errores.

Se han comprimido distintas mezclas industriales a diferentes proporciones hasta observar el punto en el que empiezan a aparecer defectos o roturas. Se ha trabajado sobretodo con sal y ácido cítrico, que en proporciones de este último por encima de 15-20% se queda adherido al punzón. En el ANEXO A se ve una muestra de los ensayos realizados y documentados.

En un principio la intención era llevar a cabo los ensayos reales que sirvieran de respaldo a DEM, también con esta prensa, pero se vio que no era lo más adecuado. Existen unas limitaciones estructurales y geométricas que impiden adaptar el sistema de adquisición de

datos de fuerza de compresión. Además el proceso es demasiado rápido y violento apareciendo cargas dinámicas que dificultan la simulación. Por tanto se optó por proseguir la investigación con una prensa de laboratorio, más acorde a los requisitos del proceso virtual.

3.3.2 Punzones

Para obtener unos comprimidos que posean las características deseadas es necesario realizar modificaciones en los punzones de la maquina de compresión, que era utilizada solo para la producción de pastillas cilíndricas. Los nuevos punzones tienen la superficie de compresión cóncava. En la figura 3.26 se muestra como son los punzones en visualización 3D renderizados: antiguo a la izquierda y nuevo a la derecha.

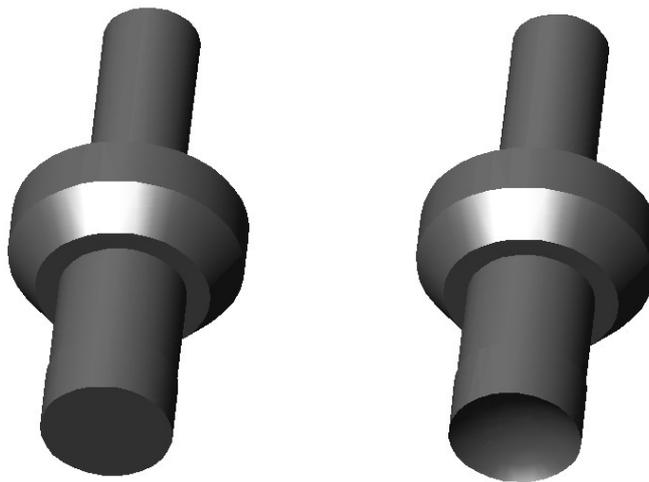


Figura 3.26: Punzón plano (izda.) y cóncavo (dcha.)

Para la realización de estas pruebas se han fabricado múltiples parejas de punzones y de casquillos de diferentes materiales. Se han ensayados geometrías de pastillas para 2gr, para 6gr, etc..

3.3.2.1 DISEÑO Y MATERIALES DE LOS PUNZONES.

Las pruebas y estudios que se llevaron a cabo permitieron llegar a las conclusiones que se

exponen a continuación.

- Disminución de la curvatura de la cabeza del punzón:

Existe una relación directa entre el diámetro que determina la concavidad de los punzones y la presión máxima que se puede ejercer para conformar una pastilla. A menor curvatura de los casquetes, mayor es la presión que puede aplicarse sin que el material de la pastilla se adhiera a la superficie de contacto de los punzones. Esta disminución en la curvatura tiene como límite inferior la concavidad necesaria para que las pastillas rueden unas respecto de otras en el depósito principal del dosificador. Se hicieron pruebas con distintas curvaturas y tamaños de pastillas, hasta llegar al formato que se consideró definitivo.

- Empleo de nuevos materiales:

Los punzones utilizados normalmente para fabricar comprimidos sufren desgaste (ataque físico) y corrosión (ataque químico). El material de los punzones era de acero f-521(denominación UNE) templado y revenido. Debido al deterioro de la superficie de compresión era necesario pulir o sustituirlos demasiado a menudo.

Se hicieron pruebas con los siguientes materiales, que se suponen más adecuados que el usado anteriormente.

- Carburos de Cromo y de Tungsteno, recubrimientos de 4 μm .
- Nitruración (recubrimientos de 4 μm)
- Cromados (recubrimientos de 4 μm .)
- Carburo de Titanio y CarboNitruro de Titanio (recubrimientos de 4 μm .)
- Acero pulvimetalúrgico CPM 420V (sin recubrimiento, todo el punzón mecanizado a partir de una pieza maciza)

La opción del acero pulvimetalúrgico fue muy superior al resto de las alternativas en términos de número del comprimidos fabricados sin necesidad de pulido y en calidad de los comprimidos obtenidos, ya que con este material era posible aplicar una presión de conformación mayor que la habitual.

En la figura 3.27 se observa algunos de los diferentes punzones utilizados en los ensayos

con la prensa Bonals o con la prensa de laboratorio. Los hay de diferente diámetro, distinta geometría (curva o plana) y de diferente tratamiento superficial.



Figura 3.27: Diferentes punzones usados en los ensayos

3.3.2.2 Características del nuevo material de los punzones

Se van a fabricar en acero CPM 420V, que es un acero inoxidable pulvimetalúrgico hipercarburado de altísima resistencia al desgaste, oxidación y corrosión, y con buena pulibilidad. Adecuado para matricería, tiene gran aplicación en industria de la alimentación, cirugía y farmacia (compactación de medicamentos).

La clave del éxito de este material respecto al resto, se debe a sus magníficas prestaciones frente a los problemas críticos a la hora de comprimir pastillas: el desgaste físico propio de la erosión y la corrosión química producida por los ingredientes de las mezclas (principalmente sal).

3.3.2.3 Aspectos a tener en cuenta

A pesar de no haber sido posible comprimir las mezclas especiales (sin realizar el proceso de acondicionamiento en el prototipo) con estas modificaciones, se ha comprobado una mejora significativa en el proceso de compresión de las mezclas habituales que si se

pueden comprimir. Se ha aumentado la calidad de los comprimidos y el número de comprimidos que se pueden fabricar sin paradas para pulir los punzones.

Existe una presión óptima para la compresión de cada aditivo. Una presión insuficiente hace que la pastilla no tenga la compactación suficiente para soportar la manipulación del comprimido hasta el momento de su dosificación (fabricación, almacenamiento, transporte, paso por el dosificador,...). En cambio, una presión excesiva provoca que los elementos que ejercen la compresión sufran un desgaste innecesario que acortan su vida útil. Si una pastilla posee mucha compacidad es posible que dificulte su dilución en el recipiente destino. Por último, para determinadas mezclas (p.e. DIAPIM) una vez superada la presión óptima, la pastilla se comporta como un sólido y ese extra de presión hace que el comprimido se “colapse” y que se fracture a la altura de los casquetes.

3.3.3 Comprimidos

Esta investigación forma parte de otro proyecto más amplio y ambicioso que contempla el proceso completo de administración de los aditivos en formato comprimido a conservas vegetales, y que incluye la mezcla de los componentes, el pretratamiento y acondicionamiento, la compresión y la dosificación automatizada. Se vio que para que esta última fuera correcta se debía cambiar la forma cilíndrica utilizada originalmente. Teóricamente una geometría totalmente esférica es la más apropiada para la serialización (ordenamiento de las pastillas en una única hilera) ya que estas ruedan sin dificultad unas respecto a otras y se facilita el proceso. Una vez que se ha obtenido una fila de pastillas, éstas tienen que rodar por el conducto que hace de almacén, antes de la dosificación en los recipientes. Como una geometría completamente esférica supone dificultades de fabricación por la adherencia de los materiales a la concavidad y posterior rotura en la expulsión, se consideró una forma intermedia: cilíndrica con caras convexas curvas, en lugar de planas.

De esta manera son capaces de rodar en el proceso de ordenamiento hacia la dosificación, pero también es factible fabricarlos. Los tamaños y formas definitivos para diferentes tamaños utilizados en la industria se ven en la figura 3.28, así como un ejemplo de una de ellas en la figura 3.29.

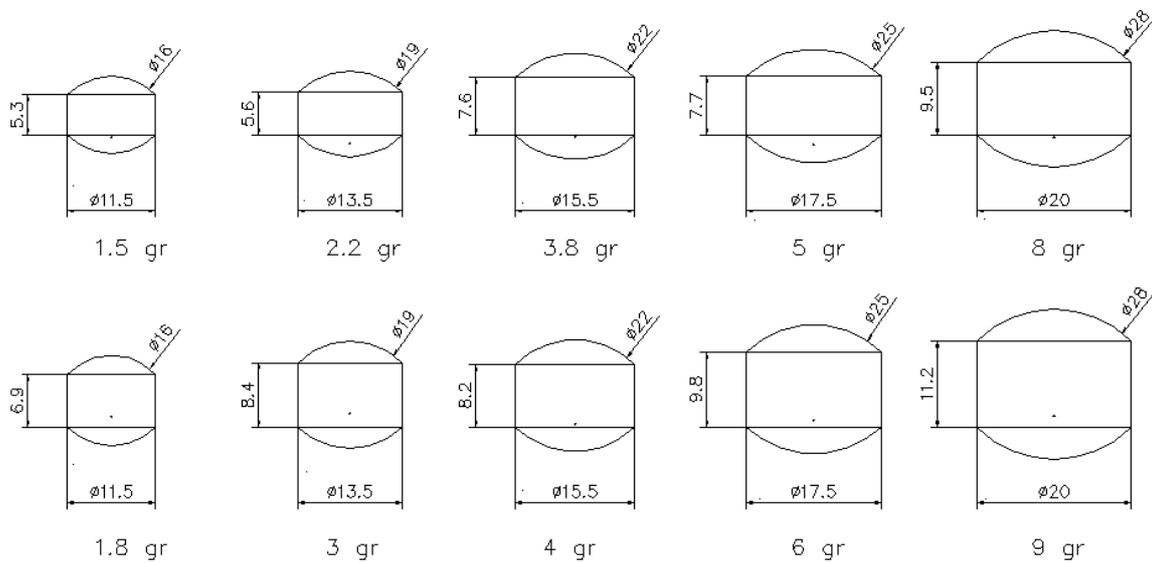


Figura 3.28: Diferentes geometrías de comprimidos

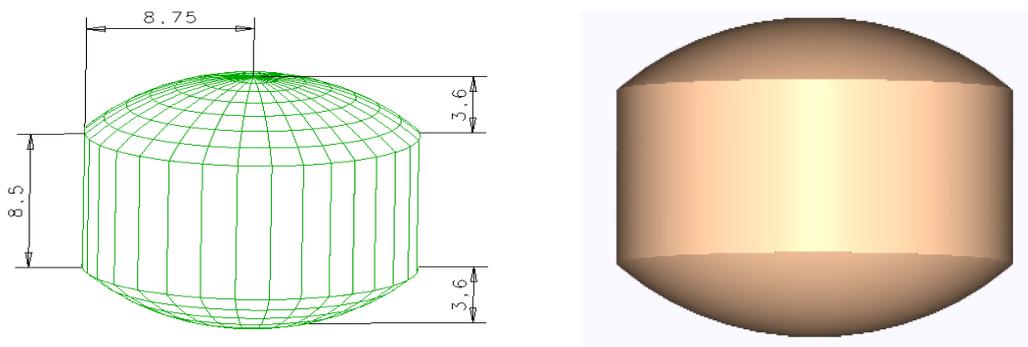


Figura 3.29: Pastilla de Diablanc de 6 gr.

Los comprimidos deben satisfacer las siguientes especificaciones:

- Geometría: Las pastillas deben poseer una determinada geometría para que el sistema de dosificación pueda ser alimentado a granel, sin que exista una colocación previa de las mismas.
- Dureza/compacidad: Debe existir un compromiso entre la dureza mínima necesaria para que el comprimido soporte los trasiegos propios del transporte, manipulación y

paso por el dosificador automático y una dureza máxima que no suponga un retraso en la dilución del comprimido en el recipiente.

- Uniformidad de peso: Todas las pastillas destinadas a un determinado recipiente tienen que tener un peso dentro de los límites de tolerancia establecidos.
- Homogeneidad en la composición: Todos deben contener la misma cantidad de cada compuesto para que cumplan su cometido y no supongan un problema para la salud.

3.3.3.1 Comprimidos ensayados

En las pruebas preliminares el tamaño utilizado fue el de 22 mm de diámetro de caras curvas. Posteriormente se hicieron pruebas en la prensa triaxial y simulaciones en EDEM con los siguientes tamaños y geometrías:

- Diámetro 13 mm de caras planas
- Diámetro 13 mm de caras curvas
- Diámetro 17 mm de caras planas
- Diámetro 22 mm de caras planas
- Diámetro 22 mm de caras curvas

Se ha ensayado con diferentes alturas de comprimido, según la cantidad de material utilizado y el grado de compresión. Las alturas más habituales han sido 9 mm en las de caras planas.

3.3.4 Prensa de laboratorio

Para los ensayos de fabricación y rotura de comprimidos en laboratorio se ha usado una prensa de la marca Controls, modelo Triax 50. Es una máquina de compresión triaxial que se ha adaptado para los ensayos. Se muestra en la figura 3.30.



Figura 3.30: Prensa triaxial

3.3.4.1 Especificaciones técnicas

Las especificaciones técnicas de la prensa, según el fabricante, son:

- Velocidad mínima: 0,00001 mm/min
- Velocidad máxima: 9,99999 mm/min
- Velocidad rápida de posicionamiento: 25 mm/min
- Carga máxima: 50 kN
- Sistema de limitación de carrera: Dos microinterruptores eléctricos y dos digitales.

- Motor paso a paso de 5 fases y 1000 impulsos por vuelta
- Luz máxima horizontal: 380 mm.
- Luz máxima vertical: 850 mm.
- Dimensiones: 500x273x1266 mm.
- Peso: 95 kg.

3.3.4.2 Piezas adaptadas

Dado que la máquina, en principio, estaba diseñada para ensayos triaxiales y tiene los accesorios específicos para ello, ha sido necesario diseñar y fabricar unas piezas en acero para poder acoplar los punzones y matrices a los dispositivos de anclaje de la prensa. Dichas piezas se pueden ver en la figura 3.31.



Figura 3.31: Piezas diseñadas para adaptar la prensa de laboratorio

3.3.4.3 Punzones y matrices

Se usan los mismos punzones utilizados para la prensa Bonals, pudiendo así realizar ensayos con diferentes diámetros y tipos de cara, así como diferentes acabados superficiales o composición.

Como matriz se han usado dos diferentes elementos (ver figura 3.32):

- Casquillo para taladrado de Diámetro calibrado, realizados en acero templado y

revenido y posteriormente rectificado, para los punzones de 17,5 y 22 mm. De diámetro.

- Matriz sencilla, utilizada también en la otra prensa, para los punzones de 13 mm.



Figura 3.32: Matrices de diferentes diámetros

3.3.4.4 Célula de carga.

Para poder obtener los valores de las cargas aplicadas en la máquina de compresión triaxial se ha intercalado en el dispositivo compresor una célula de carga de la marca REP transducers, de una capacidad máxima de 50kN, y que se puede apreciar en la figura 3.33. Dicha célula va conectada al dispositivo de adquisición de datos .



Figura 3.33: Célula de carga de 5 Tn.

3.3.4.5 Sistema de adquisición de datos

La maquina de ensayo triaxial viene equipada con un sistema de adquisición de datos de la misma marca Controls que permite obtener las lecturas de carga aplicada en el punzón inferior en cada instante, que se puede ver en la figura 3.34

La señal eléctrica obtenida en la célula de carga entra en la unidad de suministro de datos, con capacidad para 8 sondas y de ahí pasa al dispositivo de gestión de datos MPD 80, que los convierte en una señal interpretable por el software instalado en el ordenador.

El software incluido en el paquete es Geolab Y2K (figura 3.35), que permite obtener en formato de hoja de calculo las diferentes cargas aplicadas a lo largo del tiempo. Esto permite posteriormente convertir esos datos a una gráfica.



Figura 3.34: Sistema de adquisición de datos

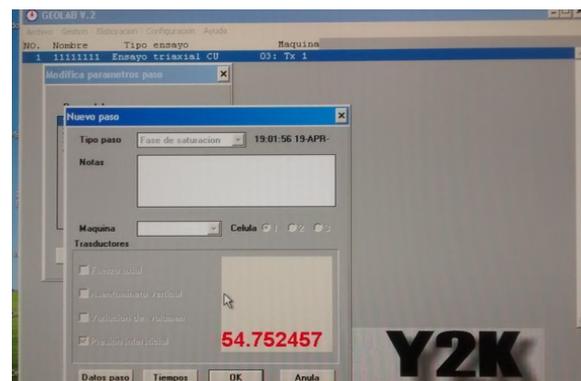


Figura 3.35: Software Geolab

3.3.5 Software DEM

El software de Método de Elementos Discretos (Discrete Element Method – DEM) utilizado es EDEM, de DEM Solutions, uno de los programas de referencia en este sector.

Consta de los siguientes módulos (ver figura 3.36):

- EDEM Creator: Sirve para crear y definir las partículas y geometrías que van a interactuar. Es posible importar objetos en 3D hechos en programas de CAD.
- EDEM Simulator: Realiza los cálculos necesarios para la simulación.

- EDEM Analyst.: Permite analizar y simular los resultados. Se pueden exportar imágenes y vídeos.

Además, dispone de dos extensiones complementarias:

- EDEM API: Permite programar nuevos modelos de contacto, factorías, etc..
- EDEM Coupling Interface: Incluye otros complementos como Diseño de Experimentos o Dinámica de Fluidos.

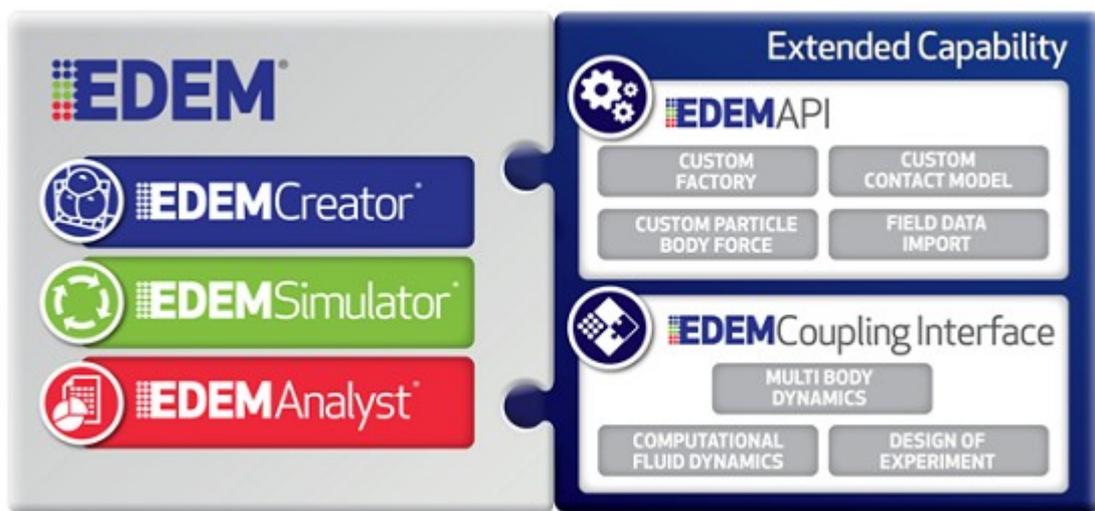


Figura 3.36: Módulos y extensiones de EDEM

CAPÍTULO 4

MÉTODOS

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (*DISCRETE
ELEMENT METHOD*)”**

4 MÉTODOS

4.1 Introducción

El objetivo de esta investigación es modelar y optimizar el proceso de producción de comprimidos de aditivo alimentario mediante un programa de Método de Elementos Discretos (*Discrete Element Method, DEM*), para lo que se han conjugado adecuadamente todos los materiales descritos en el apartado anterior con los métodos que se describirán a continuación.

En este tipo de estudios donde se deben analizar numerosos parámetros y realizar tantos ensayos es necesario secuenciarlos de una manera ordenada y estructurada, para posteriormente ser capaces de analizar los resultados con efectividad y exactitud. Para ello se va a recurrir al diseño de experimentos (*Design of Experiments, DOE*)

También se va a describir la metodología aplicada a los ensayos reales realizados en laboratorio, fundamentalmente el test de compresión diametral.

Por último se describen los parámetros utilizados en el *software DEM*.

Para alcanzar los objetivos planteados, se propone una metodología centrada en dos líneas principales de actuación:

1. En una primera fase, se desarrollará un modelo DEM del proceso de fabricación de comprimidos alimentarios. En este caso, para la validación de la operación de compresión de la mezcla se tienen en cuenta tanto factores cuantitativos (número de enlaces intactos o fuerza, dependiendo del modelo DEM empleado), como cualitativos (calidad visual del acabado del comprimido).
2. Posteriormente, se creará un modelo DEM de fractura (ensayo de compresión

diametral) de los comprimidos generados en la fase anterior. Con este modelo se pretende obtener una prueba de resistencia mecánica de los mismos. Del mismo modo que antes, la validación del modelo de fractura se realizará en base a variables cuantitativas (fuerza) y cualitativas (tipo de rotura observada).

En la generación de los modelos de simulación intervienen diversos parámetros que deben ajustarse adecuadamente para lograr una representación, lo más fiel posible, de la realidad. Aunque algunos de estos parámetros están relacionados con las propiedades físicas de las partículas a comprimir, en algunos casos, el uso de las propiedades medidas de dichas partículas conducen a simulaciones DEM con resultados muy diferentes de los ensayos realizados (Johnstone, 2010). Por este motivo, es necesario determinar los parámetros DEM más adecuados en cada caso, lo que incrementa la complejidad del proceso de creación de los modelos DEM. En este sentido, diversos autores proponen aproximaciones con las que calibrar los modelos DEM. Entre ellos, cabe destacar los trabajos de Yoon (2007) y Johnstone (2010), por su relevancia con la temática investigada en la presente tesis. En ambos casos, los autores plantean una metodología de calibración de parámetros DEM basada en el diseño de experimentos (*Design of Experiments, DOE*).

Tomando como referencia los trabajos citados, la metodología empleada en la presente tesis, para la calibración de cada uno de los modelos DEM propuestos, consta de los siguientes pasos:

1. Pruebas empíricas, con las que obtener datos experimentales (fuerzas de compresión o rotura) para la calibración de los modelos DEM. Consistirán en:
 - 1.1. Diseño y fabricación de matricería y utillajes
 - 1.2. Ajuste y calibración de máquinas e instrumentos
 - 1.3. Ensayos preliminares para definir velocidad, fuerza y desplazamiento
 - 1.4. Ensayos definitivos. Obtención de resultados: Fuerza máxima y curvas Fuerza-desplazamiento

2. Estudios preliminares.
 - 2.1. Diseño geometrías matricería y utillajes EDEM
 - 2.2. Diseño y aplicación de las dinámicas de las geometrías
 - 2.3. Determinación del rango de búsqueda de los parámetros utilizados en las simulaciones.
 - 2.4. Estudios de repetibilidad. Se analiza el grado de variabilidad existente en la simulación del proceso de compresión, propia de la aleatoriedad existente en la generación de partículas y, por tanto, en la secuencia de interacciones que pueden ocurrir.
 - 2.5. Simplificación de la geometría. Se analiza la posibilidad de simplificar la geometría, tanto de los comprimidos como de la matricería, con el objeto de reducir al máximo posible el tiempo de simulación.
3. Calibración de parámetros.
 - 3.1. Estudio y determinación de los parámetros DEM. Identificación de factores significativos y definición de rangos de variación.
 - 3.2. Definición de la estrategia experimental (matriz de simulaciones).
 - 3.3. Ejecución de las simulaciones establecidas en el paso anterior.
 - 3.4. Estudio de la influencia de los parámetros DEM en la respuesta analizada.
4. Comparación pruebas reales con simulaciones
5. Conclusiones y aplicaciones

4.2 Pruebas empíricas

4.2.1 Fabricación de comprimidos en la prensa industrial

En primer lugar, ha sido necesario comprender lo mas exactamente posible el proceso de fabricación real de los comprimidos, antes de intentar simularlo. De esta forma también se conocen los problemas y errores mas comunes en dicho proceso. En el apartado 1.1.1 se

explica con detalle la secuencia completa de la fabricación de comprimidos, tanto con la máquina en estado original como con las modificaciones en la leva o utilizando la matriz partida. En el ANEXO A se pueden ver los resultados de las pruebas realizadas con la prensa industrial Bonals.

4.2.2 Fabricación de comprimidos en la prensa de laboratorio

Inicialmente se pensó en realizar todos los ensayos en la prensa Bonals, pero tras estudiar su posible adaptación se vio que era inviable colocar la célula de carga, además de necesitar un dispositivo de adquisición de datos ultrarrápido y preciso, ya que la velocidad del impacto del punzón es muy alta.

En la prensa de laboratorio *Controls* el proceso es a una velocidad mucho mas lenta y controlada, lo que permite obtener de forma mas precisa los datos de fuerza de compresión en diferentes momentos del proceso.

Se trata de realizar un ensayo lo mas simplificado posible para poder reproducirlo mas rápidamente, y con el mínimo número de variables, en el programa de DEM.

4.2.2.1 Fabricación de comprimidos

La metodología empleada para la fabricación de las pastillas con dicha prensa consiste en realizar el llenado de la matriz de forma manual hasta enrasado y posteriormente proceder a la compactación del polvo. Esta se lleva a cabo hasta que se alcanza una fuerza de compresión preestablecida, que según el área de la pastilla se ha elegido de manera que se aplique la misma presión en todas ellas. Se van a aplicar los siguientes valores de fuerza máxima de compresión:

- Pastilla de 22 mm de diámetro: 44.000 N.
- Pastilla de 17 mm de diámetro: 26.200 N.
- Pastilla de 13 mm de diámetro: 15.400 N.

Posteriormente se retrae el punzón superior y se procede a la extracción de la pastilla de la matriz. Para este proceso es precisa la ayuda de la propia prensa debido a la alta presión y fricción generada por el comprimido sobre las paredes de la matriz.

La primera parte de la simulación en EDEM consistirá en realizar este proceso de creación

del compacto de tal forma que se reproduzcan las mismas condiciones de fabricación y se alcancen valores de fuerza lo mas aproximados a la realidad que sea posible.

4.2.2.2 Ensayo de compresión diametral

Una vez fabricada la pastilla se procederá a su rotura mediante el test de compresión diametral (Diametral test) o axial, que evalúa la resistencia mecánica en la dirección radial o axial en función de la posición del compacto cilíndrico objeto de estudio (Figura 4.1)

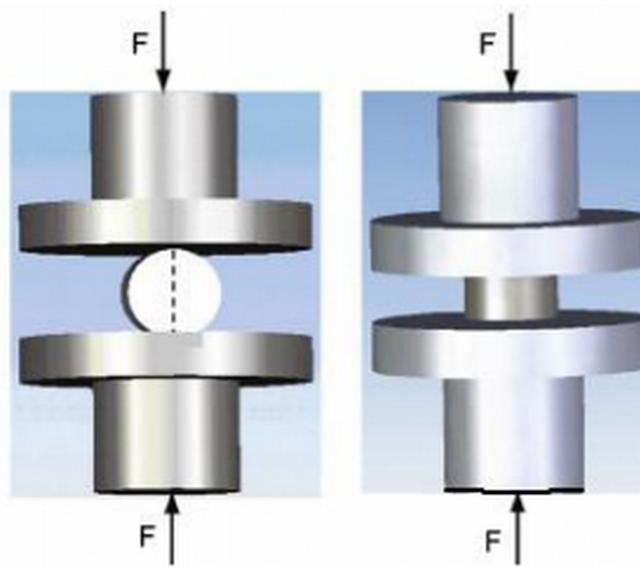


Figura 4.1: Test diametral (izda.) y test axial (dcha.)
Fuente: *International Journal of Solids and Structures*, 45, 3088–3106 (2008)

En la figura 4.2 se observa la aplicación en la prensa de laboratorio del Test de compresión diametral, antes y después de aparecer la primera grieta. Igualmente, en la figura 4.3 se pueden ver un ejemplo de aplicación del Test de compresión axial, antes y después de la primera grieta.

La fuerza necesaria para romper un compacto constituye una medida de la cohesión entre partículas, que resulta de especial interés para predecir el comportamiento en caso de almacenamiento, transporte o manejo de comprimidos.

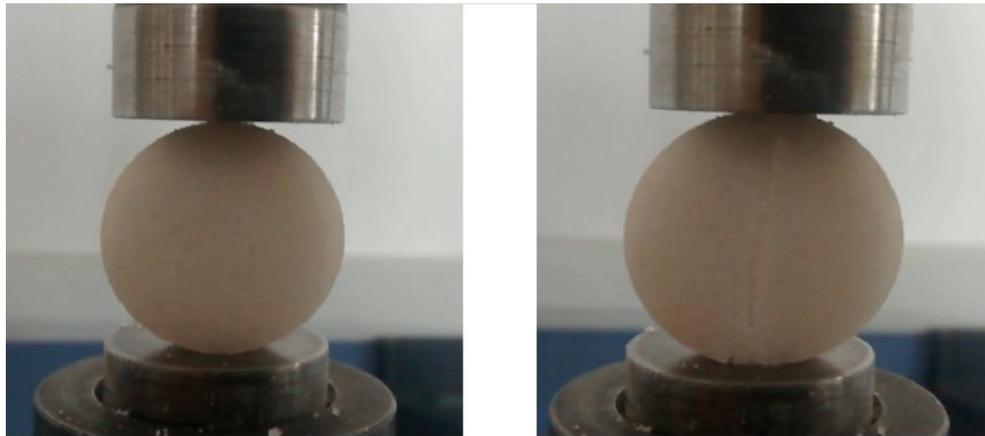


Figura 4.2: Test de compresión diametral. Inicio (izda.) y aparición de grieta (dcha.)



Figura 4.3: Test de compresión diametral. Inicio (izda.) y aparición de grieta (dcha.)

La resistencia a la tensión de compresión aplicada se mide normalmente mediante el test de compresión diametral o con el test de compresión axial para determinar las condiciones de fallo o ruptura. Se va a estudiar con detenimiento el primer caso, aunque también se realizarán algunos ensayos de compresión axial.

El proceso consiste en:

- Se colocar la probeta a ensayar entre los platos de la prensa hidráulica electrónica y se monitoriza la fuerza aplicada mediante una célula de carga conectada al equipo.
- Se aplica un desplazamiento constante y programado al embolo inferior hasta que se produce la ruptura del compacto.

- Se paraliza el movimiento del pistón hidráulico.
- Se obtienen y analizan los datos, así como el estado físico de la probeta.

La diferencia entre ambos ensayos es fundamentalmente la orientación del plano de ruptura y la sección sobre la que se aplica la carga. Esta depende de la colocación de la pastilla entre los punzones, tal como se ve en la figura 4.1.

Este tipo de ensayos son de gran interés porque dotan de información relacionada con las propiedades mecánicas de los materiales ensayados y su fractura. Esto permite identificar defectos y zonas de densidad localizada o anisotropía, y comparar los valores obtenidos con los parámetros propios del proceso de compactación (Tensión de rotura, trabajo neto de compactación, etc).

Es importante que el proceso sea escrupulosamente seguido en todos los ensayos para que sean comparables entre si y poder analizarlos conjuntamente.

4.3 Simulaciones con software DEM

Una vez realizados los ensayos de laboratorio, se debe proceder a reproducirlos virtualmente mediante el software adecuado de Método de Elemento Discreto (*Discrete Element Method, DEM*). El programa empleado va a ser *EDEM*, de la empresa *DEM Solutions*.

Para realizar dichas simulaciones se debe desarrollar la siguiente secuencia:

- Obtención de la velocidad máxima de desplazamiento del punzón. En primer lugar se debe definir la velocidad máxima del proceso simulado de tal forma que se obtengan resultados equivalentes a los reales. La máquina utilizada para la compresión se desplaza automáticamente a una velocidad máxima de 10 mm/min, pero se utilizará una velocidad menor que sea capaz de captar con mas frecuencia los datos de fuerza. Se realizarán una serie de simulaciones comenzando con dicha velocidad del punzón superior y creciendo progresivamente hasta el momento en el que la curva de la gráfica de fuerza de compresión y su valor máximo cambien significativamente. El ahorro de tiempo en la simulación gracias a esta medida va a ser de suma importancia.

- Cálculo del módulo de corte (*Shear Modulus*). Con el objetivo de obtener una fuerza de compactación igual a la aplicada por la prensa se va a ir aumentando progresivamente el valor del módulo de corte, en una serie de ensayos configurados con la velocidad calculada anteriormente.
- Se deberán realizar suficientes ensayos con cada uno de los modelos susceptibles de compactar las partículas, variando cada parámetro sensible y analizando posteriormente los resultados.
- Para completar las simulaciones, y buscando un comportamiento en ellas lo más real posible, se deberá proceder a aplicarle el test de compresión diametral, y a estudiar los resultados.
- Con toda la experiencia previa, se simularán posibles aplicaciones posteriores a la fabricación de las pastillas, como el estudio de la friabilidad, la geometría de los punzones, diferente tamaño de partículas y comprimidos, mezclas de partículas, choque contra una superficie, etc.

4.3.1 Diseño de modelos

Todos los modelos utilizados se realizan en 3D usando diferentes programas de CAD como Autocad®, Catia® o Solid Edge®, según los formatos necesarios en los diversos procesos informáticos. Para poder introducirlos en *EDEM* es necesario convertirlos a formato stl y posteriormente importarlos al programa como geometría creada externamente.

4.3.2 Pruebas preliminares

Previamente a desarrollar los ensayos de manera sistemática utilizando el Diseño de experimentos, se deben realizar los estudios necesarios para hacer aquellos con las garantías necesarias y en el tiempo menor posible. Todas las modificaciones detalladas a continuación han sido comprobadas con el suficiente número de ensayos como para validar su uso sin que suponga una modificación perceptible de los resultados.

4.3.2.1 Rangos de los parámetros

Los rangos abarcados por los posibles valores que pueden aplicarse a las variables son sumamente amplios, muchas veces entre 0 y $1e+300$. Tal amplitud no responde a valores

aplicables a la realidad, pero dado que con este software se realizan numerosas simplificaciones que facilitan y agilizan el proceso, aplicar valores poco realistas permite emular el comportamiento real. *EDEM* permite el uso de valores totalmente irreales como coeficientes de fricción muy superiores a 1 o densidades inmensas, y se consiguen simulaciones válidas. Con la acotación de los rangos válidos para cada parámetro se concentra el estudio en una zona mas manejable, y donde es posible realizar un análisis sistemático.

4.3.2.2 Estudio de repetibilidad

Debido a la particularidad del método y a la posible aleatoriedad del proceso, y por tanto, a las diferentes secuencias de interacciones que pueden ocurrir, los resultados pueden ser diferentes para repetidas simulaciones del mismo ensayo.

Para comprobar cuanto puede llegar a ser esa variabilidad, se han realizado una serie de simulaciones repitiéndolas con exactamente los mismos parámetros. Los resultados han sido diferentes, pero dentro de un margen. En la tabla 4.1 se pueden observar esos datos.

	ENSAYO 24-1	ENSAYO 24-2	ENSAYO 24-3	ENSAYO 24-4	ENSAYO 24-5	VAR. MAX.
ENLACES TOTALES	2494	2494	2494	2494	2494	0%
ENLACES INTACTOS	1289	1384	1324	1339	1315	7%
ENLACES ROTOS	1205	1110	1170	1155	1179	8%
CONTACTOS TOTALES	1968	1985	1962	1971	1972	1%
CONTACTO SAL-SAL	1523	1583	1525	1550	1545	4%
CONTACTO SAL -CAJA	216	195	212	208	209	10%
CONTACTO SAL- PLATO MOVI	0	0	0	0	0	0%
CONTACTO SAL- PLATO FIJO	229	207	225	213	218	10%
FUERZA MÁXIMA	232,74	235,34	232,93	233,03	237,15	2%
ENERGIA TOTAL	-35,9708	-33,6132	-36,3807	-34,6866	-33,9887	-8%

Tabla 4.1: Repetición de ensayo con los mismos parámetros

Por ejemplo, en la fuerza, que es un dato utilizado a menudo como referencia en ensayos posteriores, la variación es pequeña, solo del 2%. Las mayores diferencias vienen dadas en los aspectos menos relevantes, el número de contactos entre las partículas y la geometría, que es de 10%. En cuanto a los enlaces totales (*Total Bonds*), todas tienen el mismo

número porque las simulaciones parten de una pastilla ya conformada a la que se le aplica un ensayo de compresión diametral. No ocurre lo mismo en los enlaces intactos o rotos, donde la variación es del 7 y 8% respectivamente, lo que es un valor importante. La energía total también muestra unas diferencias bastante amplias: 8%.

Las diferencias son mayores de las que cabría esperar, por lo que a la hora de evaluar próximos ensayos hay que tener en cuenta esta variabilidad, y adoptar una mayor flexibilidad al analizar los errores o diferencias encontrados. En las siguientes gráficas de las figuras 4.4 y 4.5 se representa la evolución de los datos mas interesantes: *intact bonds*, *broken bonds*, *energy total* y fuerza.

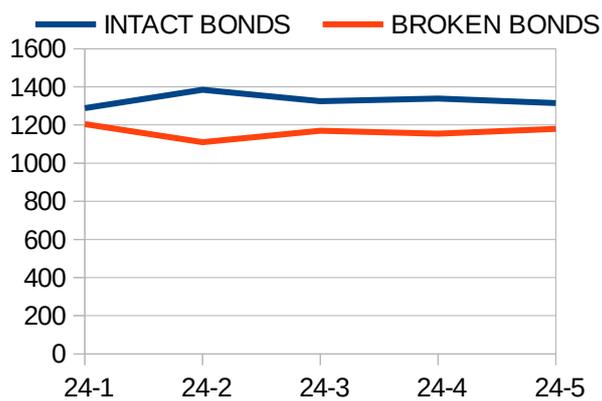


Figura 4.4: Variación en los enlaces

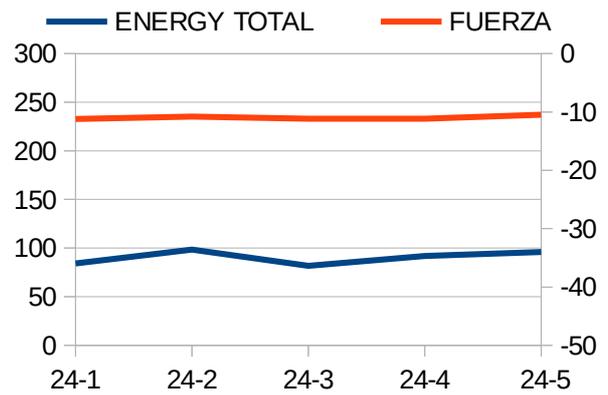


Figura 4.5: Variación en energía y fuerza

Pero los cambios no afectan solo a los datos numéricos, también al resultado gráfico de la simulación. En la tabla 4.2 se muestran las imágenes de cada uno de los ensayos repetidos.

ENSAYO 24-1	ENSAYO 24-2	ENSAYO 24-3	ENSAYO 24-4	ENSAYO 24-5

Tabla 4.2: Variación en las simulaciones gráficas

4.3.2.3 Simplificación de las geometrías

Dado que se quieren realizar numerosas pruebas, con un tiempo de simulación lo mas bajo posible, se procederá a simplificar al máximo las geometrías tanto de los comprimidos como de la matricería. De esta forma el tiempo de simulación se reduce considerablemente y los resultados son equivalentes, como se comprobará en diferentes pruebas preliminares.

Se van a realizar ensayos con geometrías de comprimido (cilíndrica con las caras curvas convexas) y punzones y matrices idénticas a las utilizadas en la prensa, pero mas como ejemplo final de aplicación que como ensayo de referencia para el análisis. La forma mas sencilla de simplificarlo es creando unos punzones redondos planos, que generan unas pastillas cilíndricas, del mismo diámetro que los ya existentes para poder aprovechar la matriz.

En la máquina triaxial se utilizará la nueva geometría, ya que esta forma permite una simulación en DEM mas rápida que la precedente. Además se disminuye el número de partículas, creando una pastilla mas estrecha, lo que supone un menor numero de interacciones y por tanto de tiempo de proceso.

El comprimido utilizado inicialmente estaba formado por 830 partículas, con el nuevo diseño se reduce a 500 partículas, lo que significa menos interacciones, menos contactos, menos enlaces, y por tanto, menos coste computacional y menos tiempo.

4.3.2.4 Cambio de parámetros en diferentes momentos de la simulación

Cuando el tiempo es un factor determinante para la consecución de un objetivo, se debe optimizar al máximo. Dado que se tienen que realizar una cantidad muy elevada de ensayos y que una parte importante del desarrollo de estos es semejante, se van a hacer las pruebas pertinentes para poder simplificarlos.

Se ha experimentado con dos métodos, que se explican a continuación, y que quedan secuenciados en el diagrama de la figura 4.6.

- Método 1: En un primer momento se aplican todos los parámetros al principio de la simulación, se genera, por medio de una factoría de partículas (*factory*), todas las necesarias y se les deja el tiempo necesario para que caigan y llenen la matriz, apoyándose sobre el punzón inferior. A continuación se procede a comprimir,

permanecer un corto espacio de tiempo con los punzones estáticos en el punto de máxima compresión para que las partículas y los enlaces se estabilicen, y por último se retira el punzón superior, y le sigue el inferior, expulsando el compacto. Ver figura 4.7

- Método 2: Consiste en realizar una exportación (*Export Simulation Deck*) después de haber concluido la generación de partículas, llenado de la matriz y aproximación del punzón superior justo hasta el momento en el que está a punto de tocar las partículas. A partir de ese nuevo archivo procedente de la exportación en el instante anterior, se cambian los parámetros y se ejecuta el resto del proceso, ahorrando un valioso tiempo. Ver figura 4.8

Tras numerosas comprobaciones se constata que ambos métodos conducen a resultados equivalentes, o incluso mejores para el itinerario reducido. Cuando los valores del coeficiente de fricción estática son altos (cercanos a 1 o superior) el llenado de la matriz se produce de una forma irregular (figura 4.9) ya que las partículas se separan de las paredes como si hubiera una fuerza de repulsión, y quedan acumuladas ocupando un espacio mayor. Al comprimir las el resultado siempre es bastante peor de lo esperado, sin embargo, al hacer el cambio del valor del coeficiente de fricción una vez llenado el molde, se produce una compresión mejor, mas acorde con lo que corresponde, y dando unos valores de, por ejemplo fuerza, según lo esperado (figura 4.10)

Esta simplificación todavía supone un beneficio mucho mayor en el caso de la simulación del “Test de compresión diametral” (*Diametral test*). Se comprueban igualmente dos métodos:

- Método 1: Cambio de parámetros y posterior fabricación del comprimido, para a continuación aplicarle el “Test de compresión diametral”.
- Método 2: Partiendo de un comprimido ya elaborado con unos parámetros genéricos, se cambian por los que se necesiten y se procede a aplicarle el test de compresión diametral.

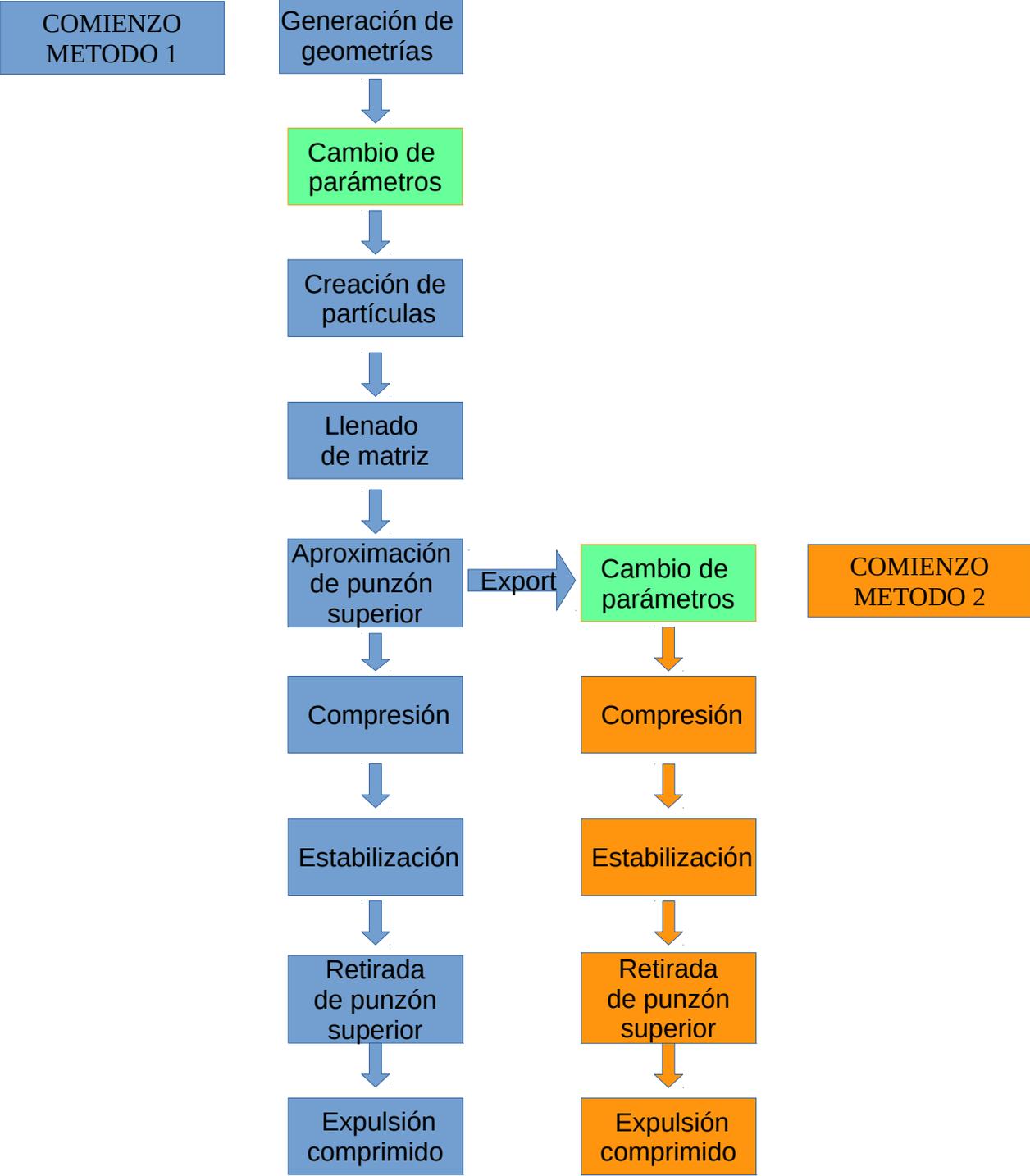


Figura 4.6: Comparación de los dos métodos de simulación

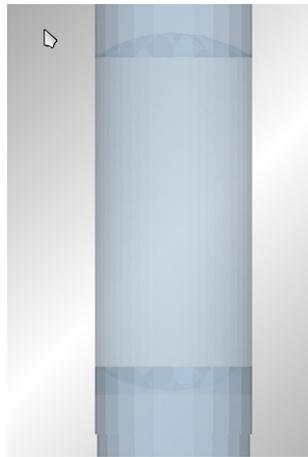


Figura 4.7: Comienzo método 1

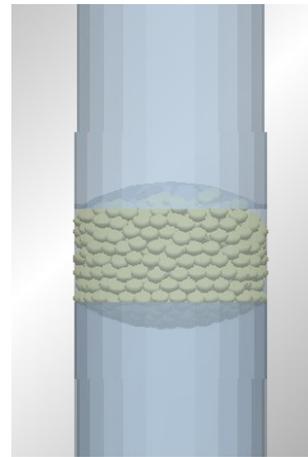


Figura 4.8: Comienzo método 2

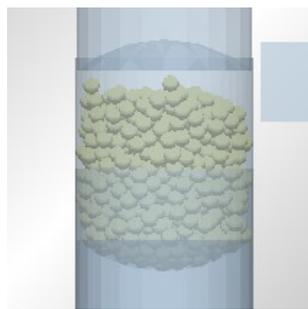


Figura 4.9: Llenado defectuoso

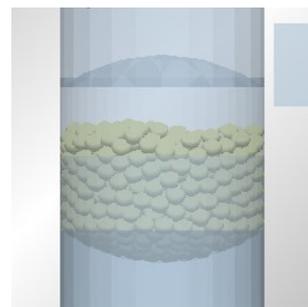


Figura 4.10: Llenado correcto

Los resultados por ambos métodos son equivalentes en cuanto al comportamiento del comprimido. Incluso en ensayos en los que no se produce un enlace adecuado entre las partículas y, por tanto, no cohesionan formando un comprimido compacto, sino que éstas se desmoronan, se hace el cambio de parámetros una vez conformada la pastilla y las partículas inmediatamente se desmoronan. En las figuras 4.11 se puede observar como los resultados son semejantes, tanto como si se repitiera exactamente el mismo ensayo, donde las pequeñas diferencias son debidas a la aleatoriedad del proceso. En la figura 4.12 se ha vuelto a repetir el procedimiento 2 desde el principio y se observa como el resultado no es idéntico (ver el apartado anterior para mas detalles) Esta comprobación se ha hecho en repetidas ocasiones y los resultados han sido semejantes, validando por tanto, la simplificación.

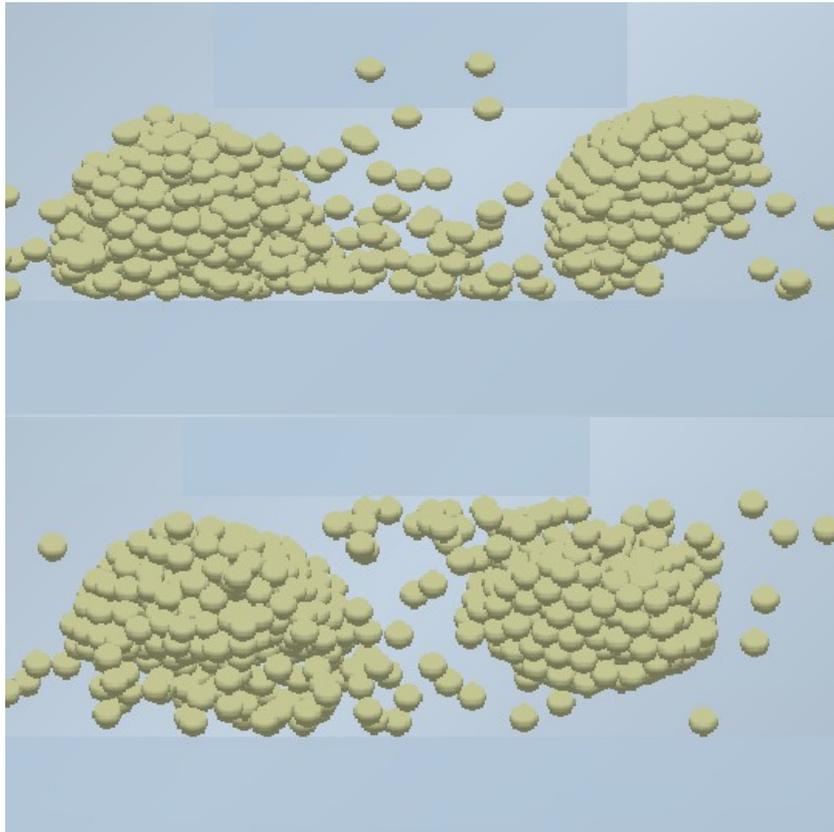


Figura 4.11: Método 1 (sup.) y método 2 (inf.)

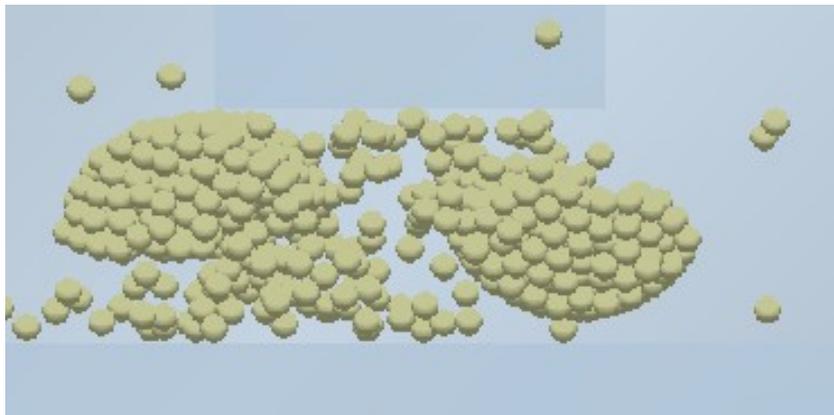


Figura 4.12: Repetición del método 2

Sin embargo, si que existe una diferencia entre ambos métodos y es en cuanto a los datos obtenidos en la fuerza total o energía. En el primer caso se obtiene una fuerza mayor que cuando se hace a partir de la pastilla ya conformada. Por tanto lo correcto, si se necesita precisión, es utilizar el método 2 en las pruebas de aproximación, hasta obtener el resultado

deseado y, con esos parámetros repetir el proceso desde el principio. En la tabla 4.3 se muestran los resultados de los datos mas relevantes utilizando ambos métodos.

	Método 1	Método 2	Método 2 bis	Variación 1-2
Fuerza	1212,31	781,57	763,64	-36%
Energía	-10,21	-14,88	-14,98	46%
Contactos totales	1786	1848	1884	3%
Contactos SAL-SAL	1770	1840	1868	4%
Contactos SAL-plato móvil	0	2	2	0%
Contactos SAL-plato fijo	11	5	11	-55%
Contactos SAL-soporte	5	2	3	-60%
Enlaces totales	2462	2485	2490	1%
Enlaces intactos	1653	1682	1703	2%

Tabla 4.3: Comparación entre ambos métodos

Como se puede observar, las diferencias realmente relevantes son en cuanto a los datos de fuerza máxima y de energía, pero en los contactos y en los enlaces la variación es insignificante. Las gráficas 4.13 y 4.14 comparan los resultados de fuerza de ambos .

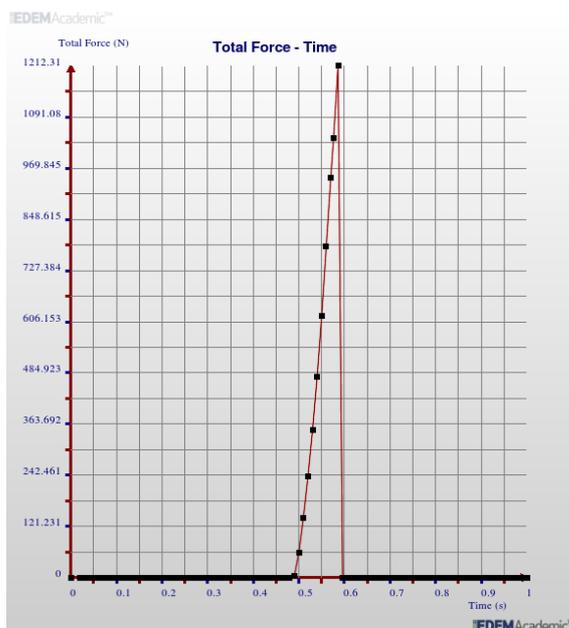


Figura 4.13: Fuerza por método 1

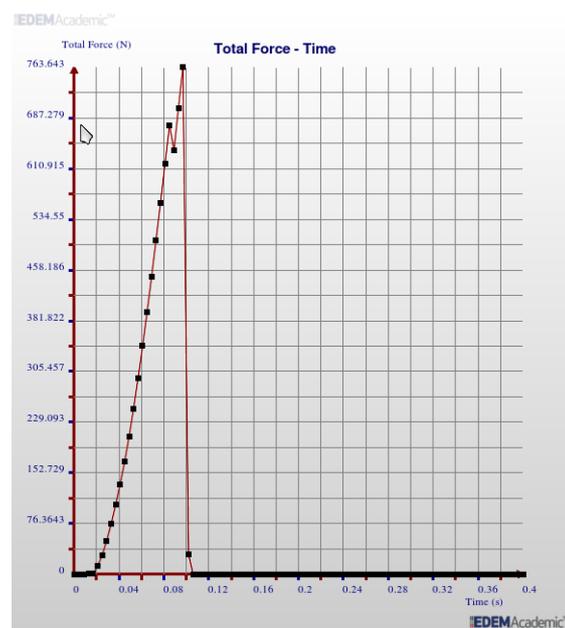


Figura 4.14: Fuerza por método 2

Las curvas de ambas gráficas siguen un perfil semejante. La diferencia que se aprecia respecto al tiempo es porque ambos ensayos tienen duraciones distintas y la rotura se produce en momentos diferentes, pero aunque la escala es diferente, las curvas son semejantes.

4.3.3 Análisis de parámetros en DEM

Se ha creído necesario, para una mayor efectividad en el proceso de simulación y para la mejor comprensión de los resultados obtenidos, hacer un análisis de los parámetros más relevantes que toman parte en el proceso. Se van a dividir en dos grupos fundamentales:

- Parámetros específicos del material
- Parámetros específicos de la aplicación DEM

Muchos de estos valores no tienen una importancia decisiva en los resultados de algunos de los modelos utilizados con el software del Método de Elemento Discreto, sin embargo, si son muy sensibles para otros. En el capítulo 5 se detallará más concretamente el valor asignado a cada uno de ellos y las conclusiones que se pueden obtener de su uso. Otros parámetros son mucho más generales y menos significativos, y se han obtenido de publicaciones previas o de ensayos preliminares.

Es muy importante resaltar que los datos asignados a cada parámetro en los ensayos con el *software* comercial utilizado, *EDEM*®, de *DEM Solutions*, no tienen porque dar los mismos resultados en otros programas comerciales, y viceversa.

4.3.3.1 Parámetros específicos del material

Se consideran parámetros específicos del material aquellos que solo dependen de las características inherentes al material, como la densidad, el coeficiente de rozamiento, el coeficiente de restitución, etc. A continuación se estudian los más relevantes.

4.3.3.1.1 Densidad

De una sustancia, se podría considerar diferentes tipos de densidades: absoluta, relativa, aparente o de compacto. Ahora, según se trate de partículas individuales o de conjunto de partículas será más apropiado utilizar una u otra.

- La densidad absoluta se tendrá en cuenta cuando se hable de partículas

individuales, y es la relación entre la masa de una partícula media y el volumen ocupado por ella. Será el dato a emplear en *EDEM* cuando se refiere a este parámetro.

- La densidad aparente de un polvo, granulado o conjunto de partículas, se determina como la relación que existe entre su masa total y el volumen ocupado por el conjunto (V_{ap}), que incluye los espacios que existen entre las partículas y las burbujas de aire que hayan incrustadas en estas. Este tipo de densidad se utiliza para determinar la capacidad del alimentador y de la matriz. Al existir tamaños diferentes, aparecerán distintos grados de empaquetamiento.
- La densidad del compacto es la masa de éste dividido entre el volumen total, incluidos los huecos. Cuanto mas cercana sea a la absoluta indica que mas grado de compactación se ha conseguido, lo que suele suponer comprimidos de mayor resistencia.

La influencia de la densidad en el desarrollo de las simulaciones de *EDEM* es un factor a tener en cuenta. Los ensayos se van a realizar a valor real del material. Por tanto los valores de densidad (absoluta) a utilizar en la mayoría de las pruebas son:

- Densidad sal: 2170 kg/m³
- Densidad acero: 7850 kg/m³

Según diferentes autores [Hanleya, K.J et al., 2012] [Sykut, J. et al. (2008)], las simulaciones cuasi-estáticas de compresión de partículas con aumento de la densidad hasta valores físicamente poco realistas, reduce considerablemente el tiempo necesario para ejecutar cada simulación. Según sostienen, cambios muy grandes en la densidad de las partículas solo tienen un efecto de ligeras perturbaciones en otros parámetros de simulación. Sin embargo, tras realizar varias pruebas con los mismos parámetros, pero aumentando la densidad se observa que, en el tipo de ensayos realizados en esta investigación, eso no es así. Probablemente si lo sea para el manejo de polvo no compactado, pero al aplicar la compresión los resultados no son los deseados, debido a las

particularidades de ésta. Para comprobarlo se realizan las siguientes pruebas:

- En primer lugar se aumenta solo el valor de la sal, siendo superior a la del acero, obteniéndose como resultado que desde el principio las partículas desaparecen o se incrustan dentro de la geometría de los punzones. Por tanto no es valido.
- Se aumenta hasta valores máximos ($1e+06 \text{ kg/m}^3$) ambas densidades obteniéndose el mismo resultado que antes, las partículas explotan, desaparecen.
- Se varían ambas densidades multiplicando sus valores reales por 10. El resultado es que, inicialmente, las partículas se forman dentro de la matriz, pero en el momento en que comienza la compresión desaparecen. El tiempo de ejecución es aproximadamente un 30 % inferior, pero para evitar ese colapso de las partículas se debe disminuir el valor del “*Fixed Time Step*”, fijado inicialmente en un 20%. Como consecuencia de disminuir dicho valor, el tiempo de proceso aumenta considerablemente, por lo que no compensa.
- Se aumenta solo la sal desde 2170 kg/m^3 hasta 7000 kg/m^3 , dejando el valor del acero como es. Se consigue completar el proceso de simulación en un tiempo aproximadamente un 30% inferior al inicial, sin embargo, el resultado es diferente. Se corrobora con otras pruebas con diferentes parámetros a los anteriores y variando solo la densidad, donde se vuelve a comprobar como los resultados varían, tal y como se puede observar en las gráficas de Fuerza-deformación de las figuras 4.15 y 4.16. La fuerza máxima a que es sometida la probeta aumenta de 1253,3 N con densidad de 2170 kg/cm^3 hasta 1520,88 N si aumenta a 7000 kg/cm^3 , la cual es una diferencia significativa.

En conclusión, los motivos por los que las comprobaciones realizadas no concuerdan con las investigaciones reseñadas pueden ser las siguientes:

- Pueden hacer referencia a otro software distinto al utilizado en este trabajo (no indica el software empleado), ya que cada programa tiene sus propias peculiaridades

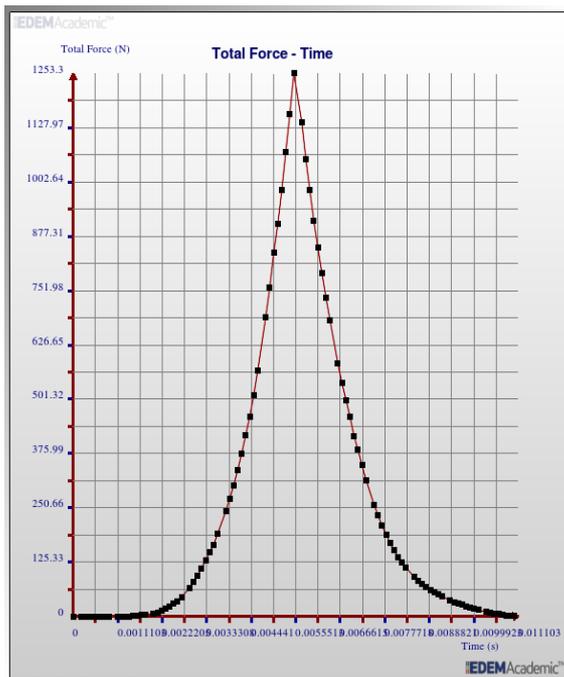


Figura 4.15: Densidad 2170 kg/m³

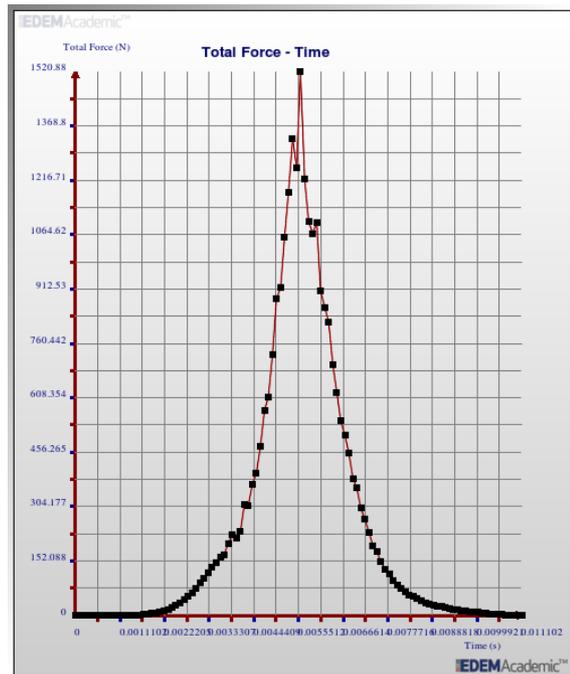


Figura 4.16: Densidad 7000 kg/m³

- Los parámetros u objetivos perseguidos por ellos no se ven afectados significativamente con el aumento de densidad, algo que si ocurre con el proceso de compactación y con el valor de la fuerza total, parámetro determinante en esta investigación.

Por tanto, dichas premisas no van a ser de aplicación en este trabajo, a pesar de que hubiera sido muy positivo por la reducción del tiempo de simulación.

Como contrapunto a los estudios anteriores, y ratificando la decisión tomada en esta investigación, otros autores defienden que la densidad relativa en el material real y en la muestra numérica tiene que ser igual a fin de producir resultados similares. [Obermayer et al, 2011] [Obermayr et al, 2013]

Otro matiz a tener en cuenta es la diferencia de densidades producida en distintas zonas del comprimido, ya que da lugar a una variación de las propiedades en cada región de una tableta.

La falta de homogeneidad en la densidad tiene al menos dos posibles orígenes:

1. La desviación de la geometría cilíndrica, que induce compactación diferencial

2. La fricción en la pared de la matriz.

La distribución de densidad en dos tabletas aparentemente idénticas (mismo peso, espesor, y material) son diferentes según las condiciones de mecanizado: sin lubricación y lubricadas, aunque las densidades medias de las dos pastillas son idénticas. Ver figura 4.17.

El comprimido no lubricado tiene una zona de alta densidad en la periferia, mientras que en el centro es menos densificado. Cuando es lubricado presenta un patrón opuesto. Es evidente que la lubricación de la matriz tiene un efecto significativo en la porosidad de los comprimidos. Por los problemas, ya comentados, que pueden ocasionar los lubricantes en los aditivos alimentarios, en este estudio se prescinde de ellos en la mayoría de los ensayos, aunque en algunos se simulará la adición de otro componente (lubricante) en diferentes proporciones .

Respecto a la densidad aparente y a la de compacto, no es posible conseguir los valores equivalentes al polvo no compactado y al comprimido reales. Ello es debido a que en la simulación se usan partículas que no se pueden romper y cuya deformación está limitada.

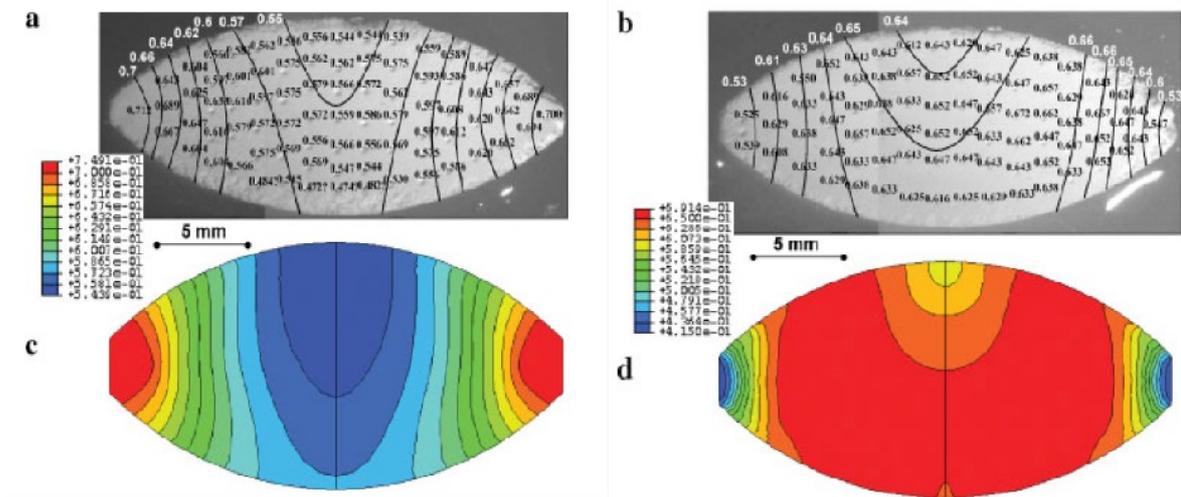


Figura 4.17: Distribución de densidades. (a) Mapa experimental para la compactación con matriz no lubricada, (b) mapa experimental para matriz lubricada, (c) modelo de predicción numérica con matriz no lubricada, y (d) modelo de predicción numérica con matriz no lubricada. Sinka et al. (2004)

Además, utilizando la forma esférica como simplificación geométrica y un tamaño algo

mayor del real, para acelerar el proceso de simulación, conseguir unas densidades similares a la de la sal común granulada o compactada es improbable. En la compresión en la prensa de laboratorio las partículas se recolocan, fracturan y vuelven a rellenar huecos conforme se van comprimiendo, lo que no es posible en las simulaciones.

Aun así, se ha simulado reducir la masa de sal en polvo hasta el volumen real del compacto, pero tras sufrir la deformación, al retirar el punzón, las partículas de nuevo se expanden hasta una densidad bastante mayor, o no compactan o explotan debido al exceso de tensión inferior.

Para aumentar mas la densidad se deberían emplear partículas mas pequeñas que rellenen los huecos y gran variedad de tamaños, y aún así tampoco será posible llegar a los mismos niveles. Para introducir una mejora se utilizará un rango de tamaños (*Random Size*) de 0,85 a 1,1 para proveer de diferentes partículas que consiguen un pequeño aumento de la densidad.

4.3.3.1.2 *Shear Modulus (Modulo de corte)*

El módulo de corte mide la resistencia de un material a la deformación transversal o de corte. Se calcula mediante la siguiente expresión:

$$G = \frac{\text{esfuerzo de corte}}{\text{deformación de corte}} = \frac{F/A}{\Delta x/h} \quad \text{Ecuación 4.1}$$

Al aumentar G hace que crezca la rigidez del elemento.

El módulo de corte, definido como *Shear Modulus* en el programa, es un factor determinante tanto en el resultado final como en el propio proceso de simulación. Es decisivo en la consecución correcta de la compactación del comprimido, o en su rotura, solo posible en un margen de valores determinado, que puede ser diferente para cada modelo, y que se estudiará exhaustivamente en el capítulo 5. La cantidad asignada es decisiva también en el tiempo de simulación, si aumenta ésta, el tiempo también. Por tanto es importante determinar con precisión el valor mas adecuado en cada caso.

A pesar de que haya autores que dicen que para granos de forma no esférica (como la sal) se pueden tomar valores de modulo de corte (G) desde 0,01G hasta 0,0001G sin que varíe sustancialmente el resultado (Chung and Ooi, 2007), en el caso de compresión confinada, con el objetivo de obtener cohesión, eso no es siempre posible. Hubiera sido muy positivo rebajar sustancialmente G para que se redujera el tiempo de proceso de forma importante, pero lamentablemente en este tipo de simulaciones se comprueba que no es posible una disminución de tal calibre.

4.3.3.1.3 Coeficiente de Poisson (Poisson ratio)

El coeficiente de *Poisson* es un parámetro característico de cada material que indica la relación entre las deformaciones relativas en sentido transversal que sufre el material y las deformaciones relativas en dirección de la fuerza aplicada sobre el mismo. Así, si se aplica una fuerza de tracción en dirección x se produce un alargamiento relativo ϵ_x en esa dirección y un acortamiento relativo ϵ_y y ϵ_z en las dos direcciones transversales, definiéndose el coeficiente de *Poisson* como:

$$\nu = \left| \frac{\epsilon_y}{\epsilon_x} \right| = \left| \frac{\epsilon_z}{\epsilon_x} \right| \quad \text{Ecuación 4.2}$$

El coeficiente de *Poisson* está comprendido entre 0 y 0.5, siendo su valor alrededor de 0.3 para gran parte de materiales, como el acero.

Los valores mas ampliamente aplicados en los ensayos van a ser:

- Acero: 0,3
- Sal: 0,252

Ambos son valores obtenidos de la bibliografía, y su variación no afecta mucho a los resultados.

4.3.3.1.4 Coeficiente de restitución

El coeficiente de restitución es una medida del grado de conservación de la energía cinética en un choque entre partículas. Es la velocidad relativa de alejamiento, dividido entre la

velocidad relativa de acercamiento de las partículas, según la fórmula

$$e = - \frac{v_{1f} - v_{2f}}{v_{1i} - v_{2i}} \quad \text{Ecuación 4.3}$$

siendo:

- e , coeficiente de restitución (adimensional)
- V_{1i} , velocidad inicial de la partícula 1 (m/s)
- V_{2i} , velocidad inicial de la partícula 2 (m/s)
- V_{1f} , velocidad final de la partícula 1 (m/s)
- V_{2f} , velocidad final de la partícula 2 (m/s)

Toma valores entre 0 y 1. El valor 1 se da en un choque perfectamente elástico, donde se conserva tanto el momento lineal como la energía cinética del sistema. El valor 0 se da en un choque perfectamente inelástico (o plástico) donde sólo se conserva el momento lineal, una porción de la energía cinética inicial de las partículas se "consume" durante el choque, convirtiéndose en energía de deformación plástica, energía sonora, calor, etcétera.

Para el modelo *Linear Spring*, se debe ser consciente de que el coeficiente de restitución, se utiliza aquí como un método de disipación de energía completamente diferente en comparación con el modelo de *Hertz-Mindlin*. El coeficiente de restitución aquí determina la fracción de la energía almacenada durante la carga respecto a la energía que puede ser recuperado en el momento de su descarga. Los valores más bajos de este parámetro proporcionan una mayor deformación residual en el material comprimido.

Puede determinarse usando técnicas de impacto por caída. Los parámetros que caracterizan los impactos de una manera cuantitativa son: coeficiente de restitución normal, coeficiente de restitución tangencial, factor de impulso y velocidad angular.

En el caso de partículas esféricas el coeficiente normal de restitución puede ser calculado

como la relación entre la velocidad final después del impacto y la velocidad inicial antes del impacto. Para partículas no esféricas, el impacto provoca una trayectoria más compleja que implica la rotación de las partículas y, por tanto, la descripción de dicho impacto es más complicada (Chung and Ooi, 2008). También, el coeficiente de restitución, en algunos casos, puede variar mucho con la velocidad de impacto y por lo tanto puede ser una función de las condiciones de funcionamiento.

Para describir un impacto colineal solo es necesario el coeficiente de restitución normal, mientras que para choques oblicuos también son necesarios los otros parámetros.

Y en el caso de comprimidos farmacéuticos, aplicable a alimentarios, como en este caso, también se demostró que cambiaba con las propiedades del material (módulo de elasticidad y fracción sólida) y las condiciones de colisión (tipo de material de sustrato y la velocidad de impacto) mediante el uso del test de impacto por caída (Bharadwaj et al., 2010)

Sin embargo, el valor del coeficiente de restitución generalmente se mantiene constante en las simulaciones DEM. Además, la validez de las mediciones del coeficiente de restitución se cumplen solo en partículas grandes y tabletas con colisiones contra una superficie amplia (partícula-geometría). La obtención del coeficiente de partícula-partícula para las partículas pequeñas todavía es un reto ya que es difícil de configurar un experimento, que lograría un impacto normal perfecto entre dos partículas pequeñas.

En los ensayos realizados se han utilizado valores normalmente fijos, conocidos por la literatura, en algunos modelos, como *Hertz-Mindlin with Bonding* (0,4 y 0,5 para acero y sal). Sin embargo, en otros modelos como Linear Cohesion se ha estudiado mas ampliamente su influencia, que salvo para cambios muy acusados, no es excesivamente importante.

4.3.3.1.5 Coeficiente de fricción estático

Es la relación entre la fuerza de rozamiento y la fuerza normal a la superficie, antes de que se inicie el movimiento relativo.

$$F_r = \mu \cdot N$$

Ecuación 4.4

siendo:

- F_r , fuerza de rozamiento (N)
- μ , coeficiente de fricción estático (adimensional)
- N , fuerza normal a la superficie de contacto (N)

Se puede calcular utilizando un tribómetro, o de manera mas sencilla con el *Shear Test*, utilizando una superficie plana con un peso conocido sobre la superficie del material a medir y tirar de aquella con un dinamómetro.

De todas formas, existen tablas de multitud de combinaciones de superficies que ya se han corroborado en laboratorio y cuyo uso es habitual para no tener que realizar los ensayos preceptivos.

Sin embargo, para ver su influencia en los resultados ha sido un parámetro que se ha ido modificando, sin adoptar un único valor. Su posible rango de aplicación en *EDEM* es de 0 a 100, que es totalmente irreal, pero sin embargo puede ser interesante para forzar algunos comportamientos en la simulación. Por ejemplo en *Hertz-Mindlin with Bonding*, alguna pastilla mejora su compactación aumentando el coeficiente de fricción de 0,5 a 2.

Los datos que se van a utilizar generalmente en este modelo son 0,3 a 0,5. En otros modelos se van a tomar entre 0,1 y 1.

Si el valor es muy alto el material fluye peor, y por tanto, el llenado de la matriz puede ser no homogéneo y posteriormente compactar peor.

Para reproducir el comportamiento debido al enclavamiento (*interlocking*) de partículas no esféricas en la realidad, se pueden simular partículas esféricas en el programa aumentándolo hasta valores no realistas.

Al aumentar el coeficiente de fricción entre partícula y acero a valores altos, se puede simular la adherencia de estas al utillaje, tal y como ocurre en la realidad con el ácido cítrico.

4.3.3.1.6 Coeficiente de fricción a la rodadura (CoRR)

La resistencia a la rodadura aparece cuando el cuerpo que rueda, o la superficie sobre la que rueda, o ambos a la vez, se deforman debido a la presión generada en los puntos de contacto.

El coeficiente de resistencia a la rodadura o *Coefficient of Rolling Resistance* está definido por la siguiente ecuación:

$$F = C_{rr} N \quad \text{Ecuación 4.5}$$

siendo:

- F, la fuerza de resistencia a la rodadura (N)
- C_{rr} , el coeficiente de fricción a la rodadura (adimensional)
- N, la fuerza normal a la superficie de contacto (N)

Existe otra definición para CoRR con dimensiones de longitud, pero no es la utilizada en este programa.

Diversos autores han realizado un estudio en profundidad sobre los posibles valores que pueden adoptarse en DEM para tabletas farmacéuticas u otros materiales (Ketterhagen et al., 2010)

Se puede considerar una forma esférica como si fuera irregular si se aplica coeficiente de fricción a la rodadura. Cuanto menos esférica mayor debe ser el coeficiente. Es un parámetro algo artificial introducido para facilitar el uso del *software* DEM, ya que facilita el diseño de las partículas, simplificando su forma a esférica y dando el valor adecuado al coeficiente para que reproduzca las circunstancias reales.

En la mayoría de los modelos de contactos analizados en esta investigación se van a utilizar valores bajos de este coeficiente, normalmente 0,01. En algunos ensayos se aumentará su valor para comprobar como afecta a los resultados. Si los valores son muy altos el llenado de la matriz va a ser peor y la compactación se dificulta.

Aunque las partículas de sal no son esféricas se han simplificado a esta forma para mejorar el tiempo de simulación. En teoría tienen forma de cristales tendiendo a cúbicos, o mezcla de ellos, y teniendo en cuenta el habitual desgaste de las aristas y vértices, y su fácil fractura en la compactación, es acertado hacer dicha aproximación, mas teniendo en cuenta los beneficios que reporta en el tiempo del proceso. Por tanto, no se va a aumentar, en la mayoría de los ensayos, este valor.

4.3.3.1.7 Tamaño de la partícula

A partir de la selección por tamaño de la sal, mediante un conjunto de cribas de diferente malla, se ha determinado la granulometría. El tamaño medio de partícula es de 0,65 mm. Sin embargo, para las simulaciones se va a elegir un tamaño de partícula esférica algo mayor, 1 mm de diámetro, que reduce considerablemente el número de partículas totales, y sobretodo el tiempo de simulación, ya que disminuye el número de interacciones y el coste computacional.

Para que el llenado del molde y la compactación mejoren se van a seleccionar la opción *Random Size* de 0,9 a 1,1 que genera tamaños comprendidos entre el 90% y el 110% del tamaño nominal. Con esta mezcla de partículas pequeñas y grandes se llenan mejor los huecos y por tanto se alcanzan mayores densidad aparente y de compacto.

También se van a realizar ensayos con otros tamaños, 0,3 y 0,6 mm de diámetro para comprobar que a partir de optimizar los parámetros para partículas de 1 mm se puede validar para tamaños menores, obteniéndose resultados equivalentes.

4.3.3.2 Parámetros específicos de la aplicación DEM

Un modelo de contacto describe como se comportan los elementos cuando entran en contacto uno con el otro. Se pueden aplicar diferentes modelos en la misma simulación, pero el elemento superior se aplica primero, luego el siguiente hacia abajo y así sucesivamente.

EDEM se suministra con varios modelos de contacto integrados, pero también se pueden agregar otros personalizados (Consultar el ANEXO B para un mayor conocimiento de la justificación teórica de cada uno de los modelos de contacto utilizado).

Son las variables específicas del programa de elementos discretos que se deben introducir

para generar el proceso, y que afectan de manera notable al resultado. Cada uno de los modelos de contacto depende de diferentes parámetros, unos específicos del modelo (ver apartado anterior) y otros comunes a todos ellos. Los más influyentes se describen a continuación. En primer lugar se encuentran los parámetros específicos de cada modelo de contacto.

4.3.3.2.1 Hertz-Mindlin (no slip) (sin deslizamiento)

Es el modelo de contacto por defecto.

Parámetros configurables:

- Ninguno.

4.3.3.2.2 Hertz-Mindlin with Bonding

Hertz-Mindlin with Bonding crea un enlace entre partículas. Puesto que este modelo incluye *Hertz-Mindlin*, se debe eliminar el modelo de contacto *Hertz-Mindlin (no slip)* predeterminado de la lista.

Permite las interacciones partícula-partícula y partícula-geometría. No permite crear un enlace entre las partículas y los elementos de geometría.

Parámetros configurables:

- Momento de formación de los enlaces (*Start Time*): Momento exacto en el cual se lleva a cabo el enlace entre partículas (Unidades: s).
- *Normal Stiffness* (Rigidez normal): la rigidez a la tracción o compresión a lo largo del eje principal de los enlaces (Unidades: N/m³).
- *Shear Stiffness* (Rigidez a cizallamiento): la rigidez al cizallamiento en el plano ortogonal al eje principal del enlace (Unidades: N/m³).
- *Critical Normal Stress* (Tensión normal crítica): la tensión normal máxima que el enlace puede soportar antes de fallar (Unidades: Pa).
- *Critical Shear Stress* (Tensión cortante crítica): La tensión tangencial máxima que el enlace puede soportar antes de fallar (Unidades: Pa).
- *Bonded Disk Radius* (Radio de disco de enlace): El radio de la unión cilíndrica

entre las partículas (Unidades: mm).

En la tabla 4.4 se muestra los rangos abarcados por los parámetros, sus unidades y cuales de estos serán estudiados en los ensayos.

INTERACCIÓN	PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	VALOR UTILIZADO
Particle to particle	Start time	0 – 1e+300	s	Variable
	Normal Stiffness per unit area	0 – 1e+300	N/m ³	A estudiar
	Shear Stiffness per unit area	0 – 1e+300	N/m ³	A estudiar
	Critical Normal Stress	0 – 1e+300	Pa	A estudiar
	Critical Shear Stress	0 – 1e+300	Pa	A estudiar
	Bonded Disk Radius	0 – 1e+303	mm	Variable

Tabla 4.4: Parámetros del modelo Hertz-Mindlin with Bonding

La rigidez y la tensión crítica representan al material a modelar. Un valor alto de rigidez producirá fuerzas y tensiones altas en los enlaces. Es importante aplicar un *Time Step* mas bajo de lo normal para poder capturar con precisión estas altas fuerzas y que no falle el proceso.

Cuando se alcanza el instante de formación de los enlaces todas las partículas en contacto se unen entre sí. Previamente a ese momento, las partículas interactúan entre sí basándose en el modelo de contacto de *Hertz–Mindlin*. Es posible reiniciar el proceso de unión, donde los enlaces existentes no se verán afectados, pero las partículas no adheridas pero en contacto, se unirán cada vez que se alcanza un nuevo tiempo de formación de enlaces.

4.3.3.2.3 Hertz-Mindlin with JKR Cohesion

Hertz-Mindlin with JKR (Johnson-Kendall-Roberts) Cohesión es un modelo de contacto que permite representar la naturaleza cohesiva de materiales finos y húmedos. Hay que eliminar el modelo de contacto *Hertz-Mindlin (no slip)* de la lista cuando se utilice este modelo.

Parámetros configurables:

- *Surface Energy* (Energía superficial): Energía necesaria para romper los enlaces de tipo intermolecular, lo que da lugar a una superficie. Existe una gran abundancia de

energía en la superficie de un material, si la comparamos con la que poseería si dicha superficie se encontrase inmersa dentro de la masa (Unidades: J/m^3) (Tabla 4.5)

INTERACCIÓN	PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	VALOR UTILIZADO
Particle to particle	Surface Energy	0 – 1e+300	J/m^3	A estudiar

Tabla 4.5: Parámetros del modelo Hertz-Mindlin with JKR

La sensibilidad de este parámetro ha sido investigada en profundidad en el capítulo siguiente.

4.3.3.2.4 Linear cohesión

Linear cohesion es un modelo de contacto de cohesión que modifica el modelo de *Hertz-Mindlin* predeterminado para la interacción entre partículas y partículas-geometría, mediante la adicción de una fuerza de cohesión normal.

Parámetros configurables:

- *Energy density* (Densidad de energía): Es la energía de deformación por unidad de volumen (Unidades: J/m^3). Ver tabla 4.6.

INTERACCIÓN	PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	VALOR UTILIZADO
Particle to particle	Energy density	0 – 1e+300	J/m^3	A estudiar

Tabla 4.6: Parámetros del modelo Linear Cohesion

Se debe seleccionar junto a otro modelo de fuerzas de contacto. En este caso se ha utilizado junto a *Linear Spring*.

No existen enlaces como en el modelo *Herzt-Mindlin with Bonding*.

4.3.3.2.5 Hysteretic Spring

El modelo de *Hysteretic Spring* permite comportamientos de deformación plástica que se

incluirán en las ecuaciones de la mecánica de contacto, dando lugar a deformación elástica-plástica. A diferencia de los modelos de *Hertz-Mindlin* y *Linear Spring*, que son modelos de contacto elástico, con el modelo *Hysteretic Spring* las partículas se comportan de una manera elástica hasta una tensión predefinida. Una vez que se supera esta tensión, las partículas se comportan como si experimentaran deformación plástica. El resultado es que se alcanzan grandes solapamientos sin que actúen fuerzas excesivas sobre ellos, por lo que representa un material compresible.

En este modelo, el coeficiente de restitución se utiliza como un método de disipación de energía completamente diferente en comparación con el modelo por defecto de *Hertz-Mindlin*. El coeficiente de restitución aquí determina la fracción de la energía almacenada durante la carga respecto a la energía que puede ser recuperado en el momento de su descarga. Los valores más bajos de este parámetro proporcionan una mayor deformación residual en el material comprimido.

Se debe quitar el modelo de contacto de *Hertz - Mindlin (no slip)*, por defecto, de la lista cuando se utilice este modelo.

Parámetros configurables:

- *Damping factor* (Factor de amortiguamiento): Este parámetro adimensional controla la cantidad de amortiguación dependiente de la velocidad. Sin esta amortiguación adicional, las pequeñas vibraciones de las partículas pueden persistir durante largo tiempo (Unidades: adimensional).

Si este parámetro es cero, suprime solo la amortiguación dependiente de la velocidad, sin afectar al mecanismo principal de pérdida de energía debido a la naturaleza del modelo elasto-plástico linealizado. El valor recomendado para este parámetro es cero cuando el modelo de compresión de los materiales sea "agresivo" y de poco valor distinto de cero para los regímenes de compresión de pequeñas tensiones

- *Stiffness factor* (Factor de Rigidez): Este parámetro adimensional se define como la relación entre la rigidez tangencial y la rigidez normal, y se utiliza en el cálculo de las fuerzas tangenciales en el contacto (Unidades: adimensional).

De acuerdo con la literatura , el valor típico de este parámetro está en el intervalo entre 0,7 y 1

- *Yield strength* (límite elástico): Es la tensión máxima que un material elastoplástico puede soportar sin sufrir deformaciones permanentes (Unidades: Pa).

EDEM ofrece un valor estimado razonable para este parámetro calculado a partir del *Shear Modulus* (módulo de corte) del material, aunque se puede usar cualquier otro valor que se considere adecuado

INTERACCIÓN	PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	VALOR UTILIZADO
Particle to particle	Damping factor	0 – 1e+308	---	1
	Stiffness factor	0 – 1e+308	---	0,7 - 1
	Yield strengths	0 – 1e+308	Pa	Lo da EDEM

Tabla 4.7: Parámetros del modelo *Hysteretic Spring*

4.3.3.2.6 ECM

Este modelo de contacto es de nueva creación, y no es uno de los que *EDEM* ofrece de forma ordinaria. Se ha creado por la Universidad de Edimburgo utilizando *EDEM Application Programming Interface (API)* para, por ejemplo, poder simular los enlaces entre partículas que aparecen, después de someterlas a compresión (Dem Solutions, 2014). Apareció a disposición de los usuarios de *EDEM* en la segunda mitad de 2014. No tiene ningún parámetro modificable directamente desde el programa. En caso de querer variar alguno, hay que editar un archivo de configuración en formato .txt.

Determinados materiales granulares, como el polvo fino, material orgánico, minerales, etc., son susceptibles de aumentar su cohesión bajo una deformación elasto-plástica. El modelo *Elasto-Plastic Cohesion Model (ECM)*, ha sido desarrollado por la Universidad de Edimburgo para dar respuesta a la necesidad de simular dichos materiales.

Es un modelo no lineal que incorpora la histéresis, la cohesión y las fuerzas de *Van der Waals* en las ecuaciones de la mecánica de contacto.

El modelo *ECM* se ha escrito en C ++ utilizando la Interfaz de programación de aplicaciones (API) que se puede adquirir como un módulo de *EDEM*. Los parámetros de

entrada del modelo se definen en un archivo .txt.

Los parámetros configurables del modelo son:

- *Constant pull-off force* (Constante de fuerza de tracción), f_0 : Se puede utilizar para incorporar fuerzas que pueden afectar al sistema, tales como fuerzas de tipo van der Waals o electrostática. La magnitud de esta fuerza no va a cambiar durante el tiempo de simulación. (Unidades: N).
- *Meso-contact Surface Energy* (Energía de superficie), f_{min} : Es el nivel de adhesión que se utiliza en el cálculo de la carga dependiente de la fuerza de adhesión en el modelo de contacto (Unidades: J/m²):
- *Contact Plasticity Ratio* (Ratio de Plasticidad de contacto): Es el nivel de plasticidad de contacto utilizado en el modelo, y que define la magnitud de la rigidez en descarga/recarga k_2 como una relación constante entre la rigidez inicial k_1 y la rigidez de descarga/recarga k_2 . Un valor de cero representa el contacto de partículas elásticas, mientras que un valor de 1 se refiere a contactos de partículas perfectamente plástico (Unidades: adimensional)
- *Power Value for k_1 and k_2 F-D relationship* (Potencia para la relación k_1 y k_2 F-D), n : Se utiliza para cambiar entre las relaciones de fuerza de solapamiento no lineal y lineal para el modelo de contacto.
- *Power value for adhesion branch*, (Valor de energía para la rama de adhesión), X : Define la intensidad de la disminución en la fuerza de adhesión después de alcanzar el máximo de la fuerza de tracción. Un valor de 1 da una curva lineal de separación más dúctil, mientras que una fuerte caída en la fuerza se da para valores mayores de $X=2$.
- *Tangential Stiffness multiplier* (Factor de Rigidez tangencial), K_{tm} : Permite que la rigidez tangencial utilizada en el modelo sea cambiada. La rigidez tangencial se define como un porcentaje de la rigidez de carga nominal, k_1 - un factor de 1 da una rigidez tangencial igual en magnitud a la rigidez de carga.

En las simulaciones se van a utilizar, principalmente, los valores adoptados en el tutorial del modelo, porque representan la compactación de partículas, que es lo que se pretende.

En los ensayos de rotura se utilizarán otros valores buscando una mayor rigidez.

4.3.3.3 Otros parámetros

4.3.3.3.1 Simulator grid (rejilla de simulación)

El objetivo principal en el cálculo con *EDEM* es la detección de contactos. Dividiendo el dominio en una rejilla de celdas, el simulador puede comprobar cada una de ellas y analizar sólo aquellas que contienen dos o más elementos, y por tanto, un posible contacto, reduciendo el tiempo de proceso. El tamaño ideal de una celda es el doble del radio de la partícula más pequeña que interviene en la simulación [DEM Solutions, 2014]

El valor del tamaño de celda deberá ser de aproximadamente 2 mm, ya que el radio de la partícula empleada ha sido, habitualmente, de 1 mm.

4.3.3.3.2 Time Step (intervalo de tiempo)

Este parámetro estipula la cantidad de tiempo considerada entre cada iteración del simulador. Una vez fijado, permanece constante durante todo el proceso. Cuanto menor sea su valor, más puntos de datos serán calculados, por lo que el resultado será más preciso. Sin embargo, el tiempo de simulación será más elevado, y por lo tanto, también el coste computacional.

Se puede expresar en forma de tiempo (*Rayleigh Time Step*) o en porcentaje de éste, siendo la última la forma preferida.

Valores adoptados en esta investigación:

El valor a adoptar dependerá del tipo de proceso a realizar y de las fuerzas internas que aparezcan entre las partículas, así como a sus velocidades. Para un valor de ratio de compresión bajo, que genera fuerzas internas pequeñas, se puede usar hasta un 40% *Rayleigh Time Step*. Sin embargo, si el ratio de compresión va aumentando, necesariamente el % *Rayleigh Time Step* debe ir disminuyendo hasta valores incluso inferiores al 5%, ya que si este valor es más alto del necesario, las partículas podrían tener un comportamiento errático debido a que *EDEM* no calculará los resultados intermedios y no se tendrá información de la simulación seguida. Cuando la diferencia entre el valor adecuado de % *Rayleigh Time Step* y el utilizado es grande, las partículas comienzan a estallar y desaparecen del dominio.

En las simulaciones realizadas se ha usado desde el 0,1% hasta el 40%. Se comienza a realizar los ensayos con valores altos y si no se ejecuta de forma correcta, se vuelve a simular con valores inferiores, hasta conseguir el máximo valor que permite un desarrollo perfecto, con el tiempo menor.

Hay parámetros, como *Shear Modulus*, que al modificarlos, cambian automáticamente el valor de *Time Step*. Cuando aumenta el primero, disminuye el segundo.

4.3.3.3 Simulation time (tiempo de simulación)

Es la cantidad de tiempo real de simulación. El tiempo de cálculo empleado por *EDEM* para hacer la simulación es prácticamente proporcional al tiempo del proceso real .

La mayoría de los procesos de compresión analizados solo duran unos segundos, sin embargo el tiempo real de cálculo va desde apenas una hora a semanas, dependiendo del número de partículas, de *Shear Modulus*, *Time Step*, etc.

4.3.3.4 Data save (guardado de datos)

Estipula cada cuánto tiempo se realizará el salvado de la información parcial obtenida durante la simulación. En este apartado se pueden distinguir los siguientes parámetros:

- *Target save interval* (intervalo de almacenamiento)

La simulación realiza los cálculos cada *time step* fijado, pero todos los resultados obtenidos en estos intervalos no son guardados ya que supondría ingentes volúmenes de datos y un aumento considerable del tiempo de simulación. Debido a que esta información parcial puede suponer una información interesante para ser analizada con posterioridad, se

dispone del *target save interval*, que indica cada cuánto tiempo se realizará un salvado

de la información utilizada en los cálculos. Se pueden establecer diferentes valores de tiempo de salvado en diferentes secciones del proceso de simulación

- *Selective save* (salvado selectivo)

Es posible que no interese realizar un salvado de toda la información disponible, por lo que existe la posibilidad de seleccionar y grabar sólo los parámetros que proporcionen la información que se necesite. De esta forma se disminuye tanto la cantidad de información

innecesaria guardada, como el tiempo de simulación requerido.

En la mayoría de los procesos se va a realizar un salvado de todos los parámetros para poder realizar posteriormente un análisis mas completo de los resultados.

- *Full data save every* (salvado completo de datos cada t)

Realiza un salvado completo cada x *target save interval* y parcial en el resto, lo que hace que el volumen de datos sea mas pequeño y el tiempo necesario menor. Para una duración total de simulación alta, si se realiza la grabación de datos cada poco tiempo el tamaño del archivo puede llegar a alcanzar valores de cientos de Gb.

Se va a utilizar en la mayoría de los ensayos un valor de *Target save interval* tal que aporte unos 1000 datos, buscando una alta precisión en los datos.

4.3.4 Diseño de experimentos (DOE)

El diseño de experimentos (DOE) es una técnica estadística basada en un método estructurado y organizado para determinar la relación entre los factores que afectan a un proceso y los resultados obtenidos, Se trata de organizar y diseñar una serie de experimentos tales que con el mínimo número de pruebas se consiga extraer información útil para obtener conclusiones que permitan optimizar la configuración de un proceso o producto. En cada experimento se cambia una o varias variables con el fin de observar los cambios que se producen en el resultado final.

Para llevarlo a *cabó*, primero se debe fijar un cronograma que defina la lista de pruebas a realizar. También se deben definir los objetivos, que tienen que ser claros y alcanzables.

Posteriormente se elegirán los factores a utilizar en el estudio, es decir, los parámetros que van a afectar de una manera directa o indirecta a la actividad. El siguiente paso es diseñar el plan de pruebas, que variará en función del número de parámetros considerados. Es aconsejable no descartar ningún posible experimento ya que algunos de ellos pueden estar relacionados entre sí y su interacción puede ofrecer un resultado destacable.

Terminadas las pruebas, los resultados obtenidos van a permitir dar un razonamiento lógico acerca de qué factores influyen más en los resultados y cómo se debe reconfigurar la actividad para alcanzar los objetivos marcados. Se pueden usar herramientas informáticas

que aporten un estudio mas detallado de los resultados.

En esta investigación, se ha utilizado el DOE para evaluar los parámetros que afectan al enlace de las partículas en la conformación de la pastilla (*bonding*), según diferentes modelos: *Hertz Mindlin with bonding*, *Hertz Mindlin with JKR*, *Linear Spring+Linear Cohesion* y *ECM*.

Dentro de la teoría de DOE existen diferentes modelos que nos sirven para llevar a cabo el estudio, el elegido en este caso es el conocido como “Cuadrado greco-latino” por su simplicidad y adecuación a este proceso. En la tabla 4.8 se comparan los principales métodos de Diseño de Experimentos.

Objetivos y tipos de DOE	Nº de factores	Nº de niveles	Concepto	Ventajas	Desventajas
Diseños de filtrado					
Diseño factorial completo	2 - 4	≥ 2	Se experimentan todas las combinaciones posibles. Nº experimentos = niveles factor	Cobertura total	Elevado número de experimentos
Diseño factorial fraccionado	4 - 15	2	Subconjunto del diseño factorial completo Nº experimentos = niveles(factor-n)	Solución compromiso con un número de experimentos menor	Algunas interacciones de primer orden pueden no ser observadas
Diseño Plackett-Burman	> 15	2	Identifica efectos de n-1 variables en n experimentos. Nº experimentos = 2(factor-p)	Mínimo número de experimentos necesarios	Las interacciones no se pueden observar. Solo aplicable con dos niveles
Diseño Taguchi	> 4	> 2			
Diseños de caracterización (diseños de superficie de respuesta)					
Diseño central compuesto (CCD)	2 - 4	5	Diseño factorial parcial para estimar la curvatura de efectos	Estima la curvatura de efectos, no solo la dirección. Elevada calidad de predicción	Nº de experimentos moderado. Requiere establecer valores fuera del rango de los factores en el factorial parcial.
Diseño central factorial (CCF)	2				
Diseño Box-Behnken	2- 4	3	Diseño central compuesto minimalista Nº experimentos = 3(factor-p)	Estima la curvatura de efectos. Requiere 3 niveles para cada factor.	Menor cobertura que el CCD. Pobre calidad de predicción

Tabla 4.8: Resumen de los métodos de diseño de experimentos

CAPÍTULO 5

RESULTADOS Y DISCUSIONES

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (*DISCRETE
ELEMENT METHOD*)”**

5 RESULTADOS Y DISCUSIONES

5.1 Introducción

En este capítulo se van a exponer los ensayos realizados con los diferentes modelos de contacto utilizados, para a continuación analizar y discutir sobre los resultados obtenidos.

Las primeras aproximaciones a EDEM® se han llevado a cabo con el modelo *Hertz-Mindlin with Bonding*, ya que, como su nombre indica, supone que es capaz de crear enlace entre las partículas. Se han realizado numerosos ensayos iniciales para ir poco a poco comprendiendo el funcionamiento del *software*, así como sus posibilidades respecto al objetivo planteado.

Sin embargo, los enlaces no siempre se creaban, o si lo hacían el resultado podía ser un comprimido de acabado muy defectuoso. Tras un estudio más sistemático de los parámetros y de sus efectos en los resultados se ha conseguido simular la fabricación de pastillas.

El método utilizado inicialmente ha sido el de ensayo-error, haciendo los cambios necesarios según los resultados, hasta llegar a obtener simulaciones bastante válidas. Sin embargo, era necesario seguir una metodología más científica, como el Diseño de Experimentos (DOE – *Design Of Experiments*). Para ello, gracias a los ensayos anteriores, se identificaron los parámetros más influyentes, que son los que se acabarían estudiando, y los valores que se podían adoptar para los menos decisivos.

Los resultados de las numerosas pruebas iniciales no se van a detallar en el documento, si no únicamente los ensayos llevados a cabo a partir de los conocimientos adquiridos en ellas, siendo estos últimos realizados ya de una manera científica y organizada.

Como, al fin y al cabo, uno de los objetivos es simular la realidad del proceso de fabricación y rotura de un comprimido de aditivo alimentario, la simulación por *software* debe ajustarse a los parámetros físicos acaecidos en el experimento real de laboratorio, o por lo menos obtener resultados equivalentes.

El primer parámetro comparable ha sido la velocidad de movimiento del punzón compresor, que se detalla a continuación (apartado 5.3).

El siguiente valor a comparar ha sido la fuerza total de compresión. Para ello, ya se ha partido de la velocidad obtenida como adecuada y se ha ido variando el parámetro más determinante, el modulo de corte, G (*Shear Modulus*) hasta obtener un dato de fuerza semejante al de los experimentos reales.

A partir de aquí se aplica el Diseño de Experimentos a los parámetros definitorios del modelo de contacto *Hertz-Mindlin with Bonding*.

Posteriormente, con la intención de encontrar mejores resultados de los conseguidos se ha ensayado con todos los modelos de contacto susceptibles de crear una cohesión permanente entre las partículas: *Hertz-Mindlin with JKR*, *Hysteretic + Linear Cohesion* y *ECM*.

Por último se valora cual de todos es el mejor método y se realizan algunas aplicaciones prácticas con él.

5.2 Ensayos reales vs simulaciones

Para intentar reproducir mediante una simulación vía software el proceso de compresión real, primero hay que comprender y evaluar este último, obteniendo resultados de carácter numérico que puedan ser comparables entre ambos procedimientos.

La utilización de una prensa industrial de fabricación de comprimidos no permite el análisis del proceso ni la obtención de parámetros igual que una máquina de laboratorio equipada con un sistema de adquisición de datos. En el proceso seguido para validar el método, en el cual se utilizará una máquina de ensayo triaxial adaptada, la velocidad máxima en el proceso de fabricación de la pastilla de forma manual es de 25 mm/min, y de forma programada de 10 mm/min. Aun así, debido al sistema de adquisición de datos y

célula de carga utilizados, la velocidad sigue siendo alta para el lapso de tiempo de toma de datos, que tiene como valor mínimo 6 segundos. Para poder obtener una dato de fuerza máxima fiable se ha tomado como adecuada una velocidad de 2 mm/min (según unidades de la maquina triaxial) o lo que es lo mismo 0,000033 m/s, (en unidades del SI utilizadas por el programa *EDEM*).

Antes de empezar con los ensayos de simulación se va a estudiar la correspondencia entre el proceso real y su simulación.

5.2.1 Proceso de compactación

El procedimiento, ya expuesto en el capítulo 1, consistiría de forma muy resumida en: llenado de la matriz con el polvo a comprimir, enrasado, compactación entre los punzones y expulsión del comprimido ya terminado. De las cuatro etapas, la que realmente presenta problemas en la simulación es la de compactación, y por tanto, en la que se va a centrar esta investigación.

Una vez realizada la compactación real en laboratorio y analizados los datos obtenidos, en la figura 5.1 se muestra el gráfico de la compresión de sal en polvo para la fabricación de una pastilla de diámetro 22 mm y altura 9 mm, de caras planas. El valor máximo de fuerza empleada ha sido de 44397 N. La forma de la curva es creciente y con aumento de pendiente continua, y bastante uniforme. Una vez alcanzado el valor máximo, al retroceder el punzón, la fuerza disminuye bastante más rápidamente de como ha aumentado.

La segunda gráfica, figura 5.2, es la correspondiente a la simulación mediante EDEM de la fabricación de la misma pastilla, mediante el modelo de contacto de Hertz-Mindlin with Bonding, obteniéndose un valor de fuerza máxima muy aproximado de 44656 N, que puede ser todavía más cercano modificando levemente algún parámetro, como G. Se han tenido que usar para esta simulación altos valores de Shear Modulus (G) de $7e+9$ y de bonding, y por tanto bajo Time Step y mucho tiempo de simulación (a pesar de que se utilizó el máximo valor asimilable al cuasiestático de la realidad). El valor de todos estos parámetros será justificado en apartados posteriores.

Ambas gráficas son muy parecidas, salvando las diferencias debidas a las distintas escalas utilizadas en los ejes x e y

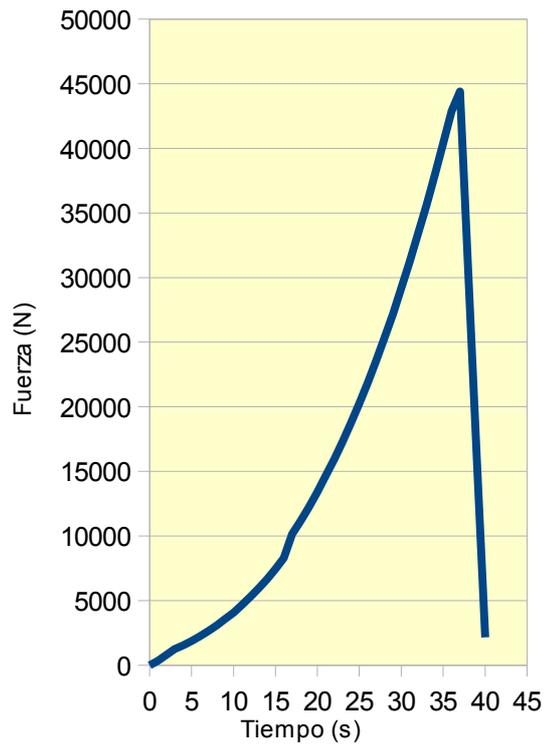


Figura 5.1: Compresión de sal en polvo

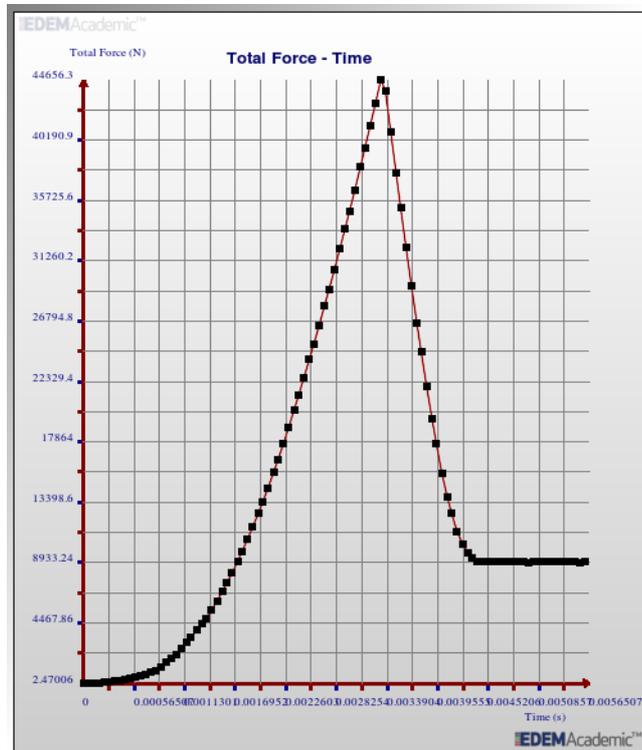


Figura 5.2: Simulación de compresión en EDEM

El resultado de dicha simulación es un comprimido como el mostrado en la figura 5.3. y que tiene una geometría y acabado idéntico a los obtenidos en la prensa (figura 5.4).

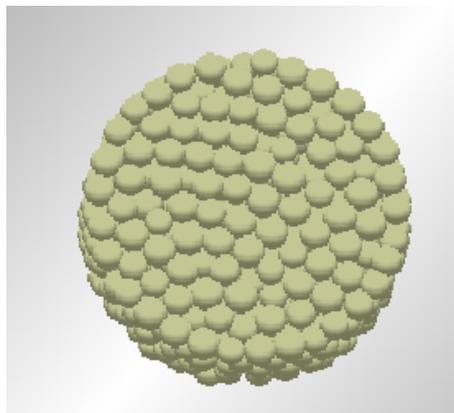


Figura 5.3: Comprimido en EDEM



Figura 5.4: Comprimidos de 22 mm de diámetro obtenidos en la prensa

Por lo tanto, se puede concluir que la simulación del proceso de compresión se ciñe perfectamente al proceso real, y que el objetivo buscado es obtener en la compresión virtual un valor de fuerza máxima similar a la real, aproximadamente **44.000 N**.

5.2.2 Proceso de rotura

Una vez fabricadas las pastillas por medio de la matriz y los punzones en la prensa del laboratorio, se procede a romperla para evaluar su resistencia, rigidez, cohesión. Se utiliza el método habitual de test de compresión diametral (*Diametral Test*)

Tanto en la prensa como en el software, la mayoría de los ensayos de rotura han tenido dos tipos de gráficas:

- Tipo 1: Fractura única. La tensión va aumentando hasta un máximo en el que, más o menos de repente, rompe. La fuerza entonces disminuye muy rápidamente ya que la pastilla apenas ofrece resistencia. Los trozos suelen caer sobre el plato fijo, dejando de hacer contacto con el plato móvil. En la prensa de laboratorio (figura 5.5) y en la simulación de DEM (figura 5.6) las curvas son similares, salvo las oscilaciones iniciales de asentamiento en la primera. Además los valores de fuerza máxima son parecidos, alrededor de 460-480 N. La diferencia respecto al rango temporal es debida a la diferente velocidad utilizada en cada caso, y que se justificará más adelante, y al diferente periodo de aproximación del punzón a la pastilla.

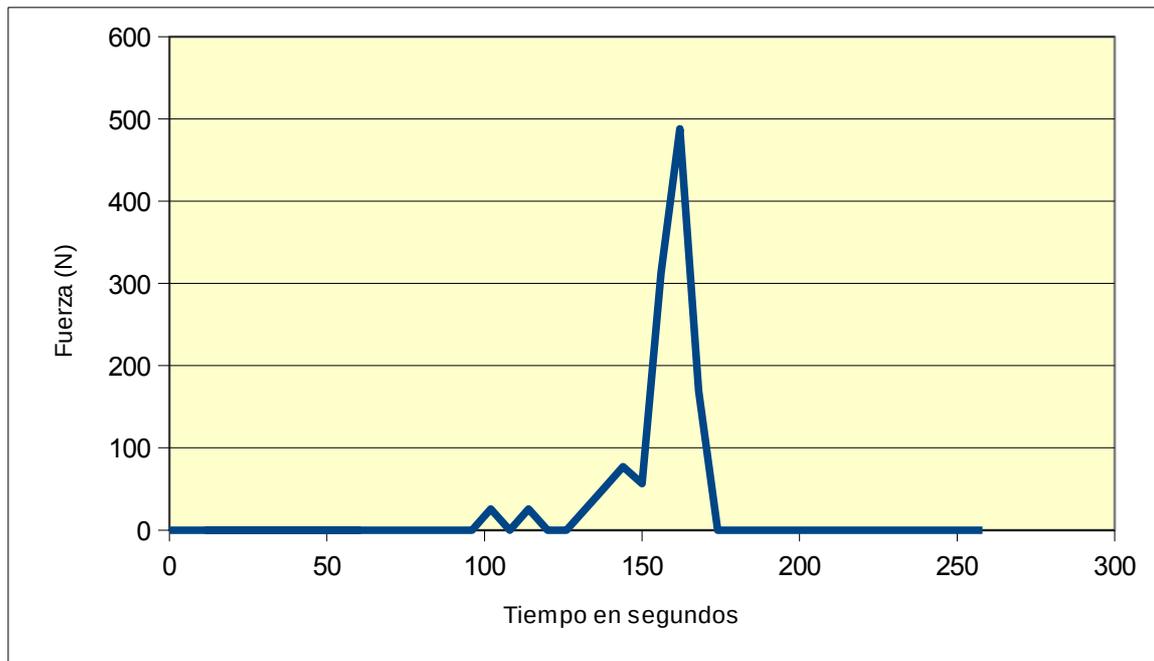


Figura 5.5: Gráfica de fuerza de rotura con prensa. Tipo 1

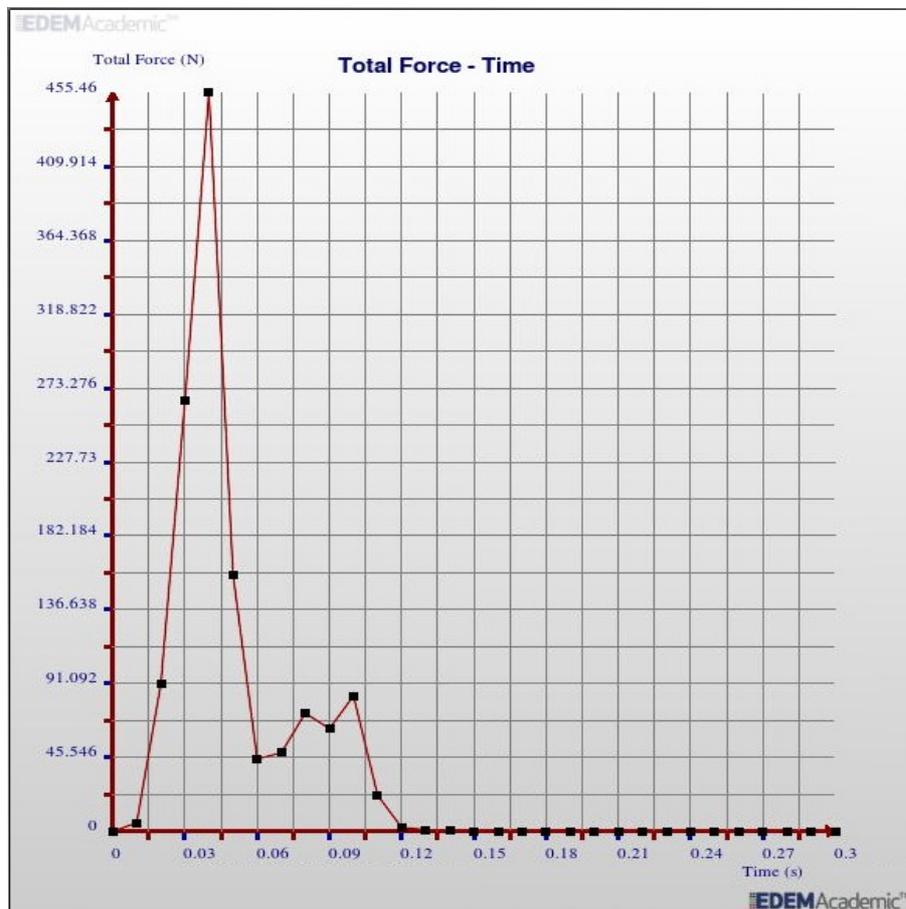


Figura 5.6: Gráfica de rotura con EDEM. Tipo 1

- Tipo 2: Fracturas sucesivas. Cuando la fractura no es frágil, se produce una primera falla, disminuyendo la fuerza hasta que de nuevo aumenta la resistencia que ofrece la pastilla y vuelve a crecer la fuerza hasta otro máximo relativo, donde ocurre la siguiente rotura parcial. Y así sucesivamente. En la prensa real suele ocurrir más el primer tipo si la pastilla está bien conformada. Si no es lo suficientemente frágil, o si los pedazos, aun estando separados, quedan atrapados entre los punzones, ocurre este segundo tipo (figura 5.7). La simulación equivalente en DEM se puede ver en la figura 5.8.

En el tipo 2 se obtiene en la rotura real en la prensa un valor aproximado de 450 a 500 N en la mayoría de las pruebas realizadas. Sin embargo eso no es tan habitual ni tan fácil en los ensayos virtuales.

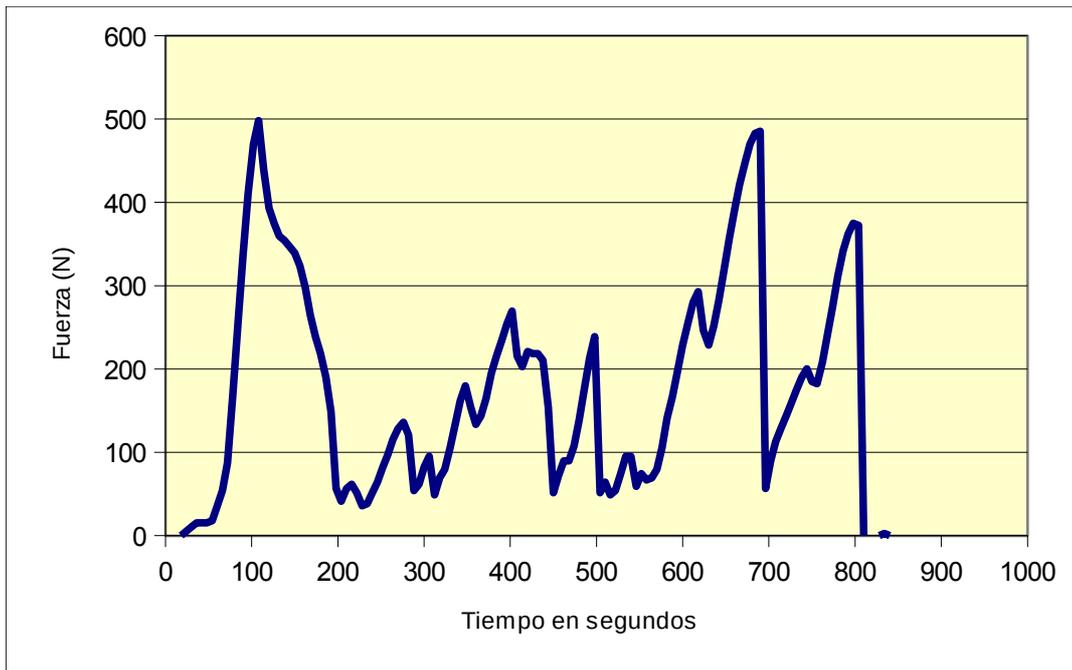


Figura 5.7: Gráfica de fuerza de rotura con prensa. Tipo 2

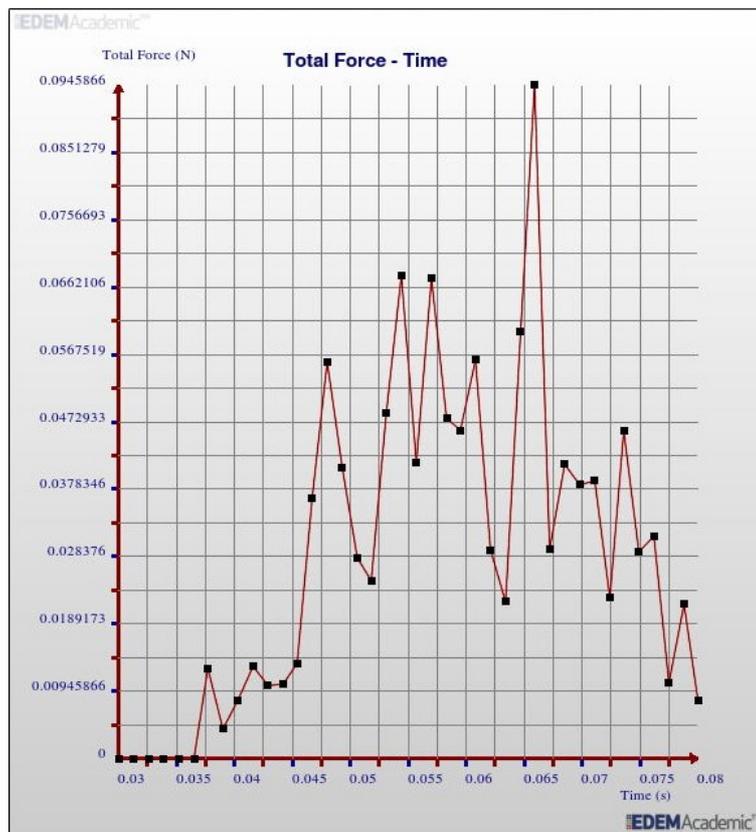


Figura 5.8: Gráfica de rotura con EDEM. Tipo 2

Como se comprobará más adelante, algunas simulaciones dan valores excesivamente altos con unos modelos de contacto, y sin embargo con otros modelos el resultado es muy bajo, como en el ejemplo de la figura 5.8.

Por tanto el valor de rotura buscado en las simulaciones será entre **450 y 500 N**.

El resultado físico de las pruebas reales (figura 5.9) y virtuales (figura 5.10) son muy similares en algunos de los ensayos, pero solo para determinados modelos de contacto y para los parámetros adecuados, como se verá en el estudio realizado en este capítulo.



Figura 5.9: Diametral Test. Prensa

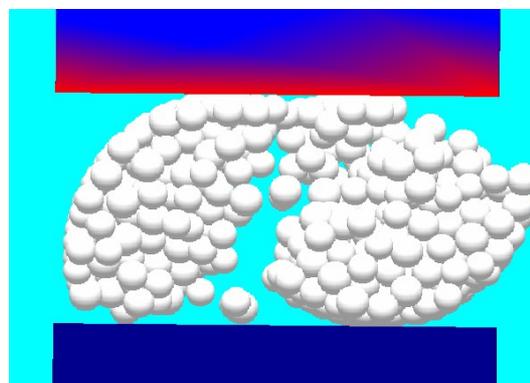


Figura 5.10: Diametral Test. EDEM

5.3 Cálculo de la velocidad máxima de la simulación

El proceso de simulación puede resultar largo y tedioso en el caso de ajustar el modelo a los parámetros reales, tanto de las dinámicas como de las sustancias utilizadas. La duración puede estar comprendida entre menos de una hora o varias semanas, lo cual puede convertir el proceso en algo práctico y eficiente o por el contrario, en inútil y de elevadísimo coste en tiempo y, por tanto, también económico.

Como se ha visto en el apartado anterior, la velocidad del proceso de compresión en la prensa es de 2mm/min. A dicha velocidad, la simulación de la fabricación de una pastilla tipo, de diámetro 22 mm, y utilizando parámetros adecuados para que compacte correctamente, tarda más de una semana en completar los cálculos, generando un conjunto de archivos de tamaño superior a 100 Gb. Como en la práctica esto no es lo más adecuado

para un proceso como este, será necesario buscar una velocidad de proceso mucho mayor, pero que no afecte al resultado de la simulación. Al ser la velocidad de compresión real muy lenta, se puede considerar cuasi-estática. El siguiente paso consiste en buscar la máxima velocidad de simulación equivalente a la cuasi-estática.

Para ello se irán realizando una serie de simulaciones, en las que, partiendo de una geometría básica y unos parámetros prefijados, resultado de ensayos previos, se va a ir variando solo la velocidad, aumentándola hasta que se observe un cambio significativo en los parámetros considerados claves: tensión vs deformación (*Stress-Strain*) y fuerza total máxima, fundamentalmente.

Posteriormente, para comprobarlo con mayor seguridad, se ha realizado el mismo proceso para diferentes valores de *Shear modulus* y para comprimido de diferente tamaño.

Se puede observar como el cambio más reseñable se produce a partir de un valor de velocidad igual a 0,4 m/s, en la mayoría de los casos.

A continuación se muestran las gráficas comparativas de la fuerza de compresión máxima aplicada por el punzón superior a las diferentes velocidades ensayadas (apartados 5.2.1 y 5.2.2). Después se analizarán las diferentes gráficas obtenidas por medio del *software Matlab®* para corroborar los resultados anteriores (apartado 5.2.3).

5.3.1 Variación de la fuerza máxima

El comprimido de diámetro 22 mm es el que se ha usado como referencia para la mayoría de los procesos, aunque también se han utilizado otros tamaños para contrastar los resultados con el de 22 mm de diámetro, como el de 13 mm y el de 17 mm de diámetro.

El objetivo, como se ha comentado, es adoptar una velocidad de desplazamiento de los punzones lo mayor posible, pero que no cambie los resultados obtenidos a la velocidad utilizada en la máquina del laboratorio. Se ha observado que la fuerza máxima, aplicada en el instante de máximo desplazamiento del punzón, es un buen parámetro para comprobar la validez de los resultados, siempre y cuando se mantenga constante. En el momento en que se produce una variación significativa de la fuerza máxima, se considera que se ha llegado a la velocidad máxima a la que se puede simular sin cometer un error inasumible. Hay que tener en cuenta que se admite un margen cercano al 10% de variación, ya que el valor a la

velocidad cuasi-estática en todos los casos es menor que el adoptado, pero el gran ahorro de tiempo de simulación obliga a adoptar dicha aproximación.

Primero se han realizado para pastillas de 22 mm de diámetro y tres valores diferentes de modulo de corte, G (*Shear Modulus*), para darle mayor validez a la simplificación, y ver si depende de este parámetro, que es uno de los más relevantes. Los valores ensayados han sido: $G = 1e+06$ Pa, $G = 1e+07$ Pa y $G = 1e+08$ Pa. Posteriormente se ha realizado para elementos de diámetro 13 mm y dos valores diferentes de módulo de corte.

5.3.1.1 Gráficas de fuerza máxima para $G= 1e+6$ Pa y diámetro 22 mm

Es el valor más bajo de G , lo que provoca que la velocidad de proceso sea más alta y el tiempo empleado en el cálculo haya sido menor. Se ha obtenido, para todos los ensayos, la gráfica correspondiente a la evolución a lo largo del tiempo, de la fuerza de compresión aplicada por el punzón superior a las partículas almacenadas dentro de la matriz. Un ejemplo de dichas gráficas, para la velocidad más baja ($v = 0,000033$ m/s) y para la que provoca el aumento significativo de valor respecto a las anteriores ($v = 0,05$ m/s), se observan en las figuras 5.11 y 5.12 respectivamente.

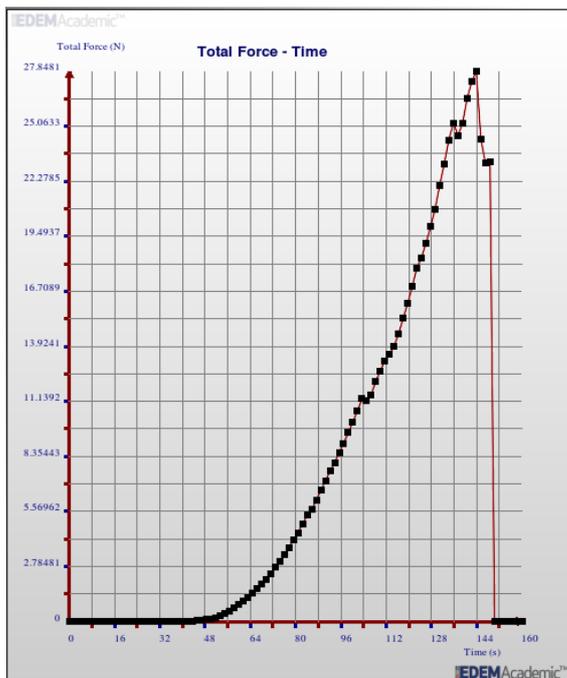


Figura 5.11: Fuerza-tiempo para $v=0,000033$ m/s

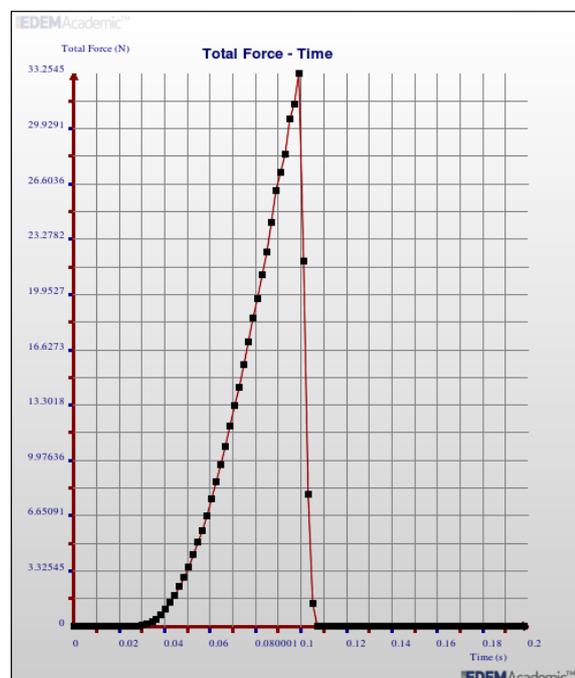


Figura 5.12: Fuerza-tiempo para $v=0,05$ m/s

Todos los valores máximos de fuerza se han llevado a una gráfica que permita comprobar visualmente donde se produce un aumento significativo de este parámetro (Figura 5.13).

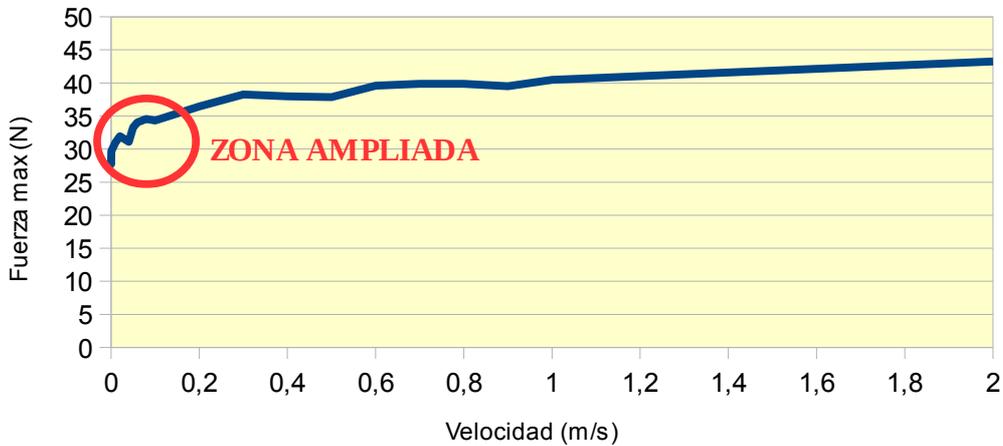


Figura 5.13: Valores máximos de fuerza de compresión ($G=1e+6 Pa$)

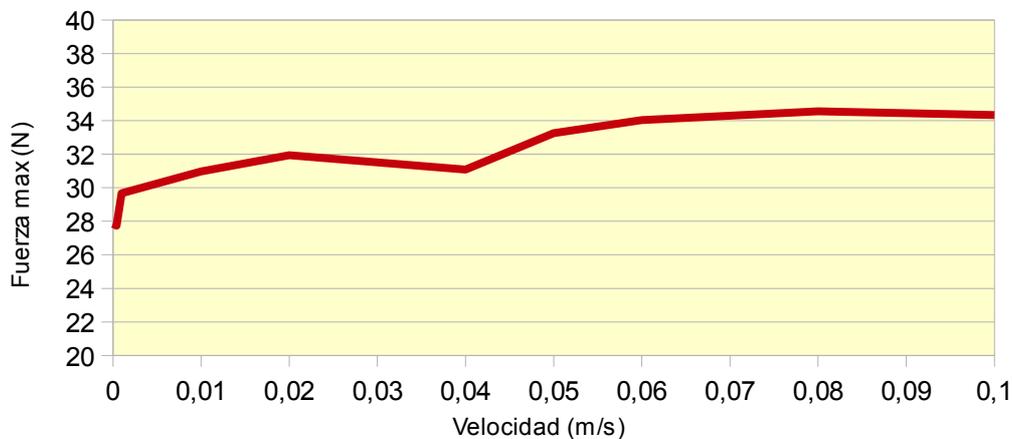


Figura 5.14: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+6 Pa$)

La curva tiene un carácter claramente creciente, por lo que queda patente que el aumento de la velocidad de proceso conlleva un aumento progresivo del parámetro tomado como referencia, la fuerza máxima. Dado que se han realizado las pruebas para un amplio rango de valores, comprendidos entre $v = 0,000033 m/s$ hasta $2 m/s$, ha sido necesario realizar una gráfica más detallada de los datos cercanos a $v = 0,04 m/s$, que es donde se produce el aumento apreciable de pendiente, como se puede comprobar en la figura 5.14.

5.3.1.2 Gráficas de fuerza máxima para $G= 1e+7$ Pa y diámetro 22 mm

Igualmente se realizan las gráficas correspondientes para los comprimidos de 22 mm de diámetro y para un valor de $G = 1e+7$. Los resultados se muestran en la figura 5.15 para el rango completo y para la zona en detalle en la figura 5.16.

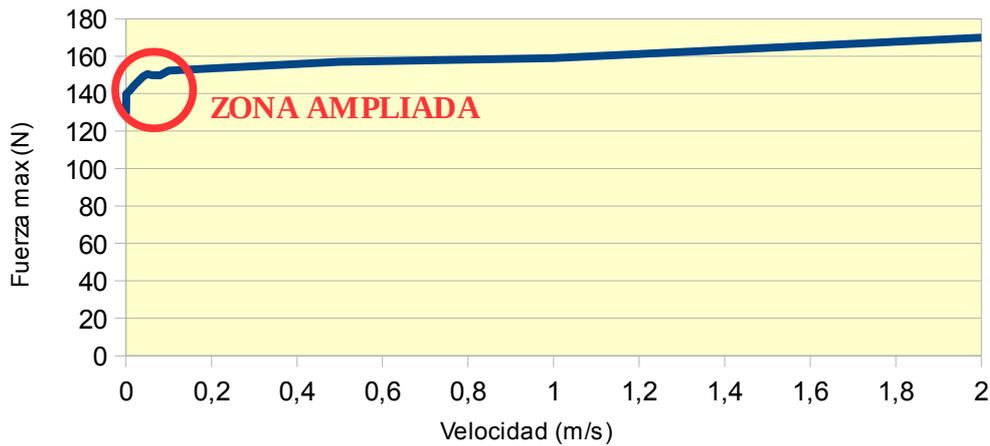


Figura 5.15: Valores máximos de fuerza de compresión ($G=1e+7$ Pa)

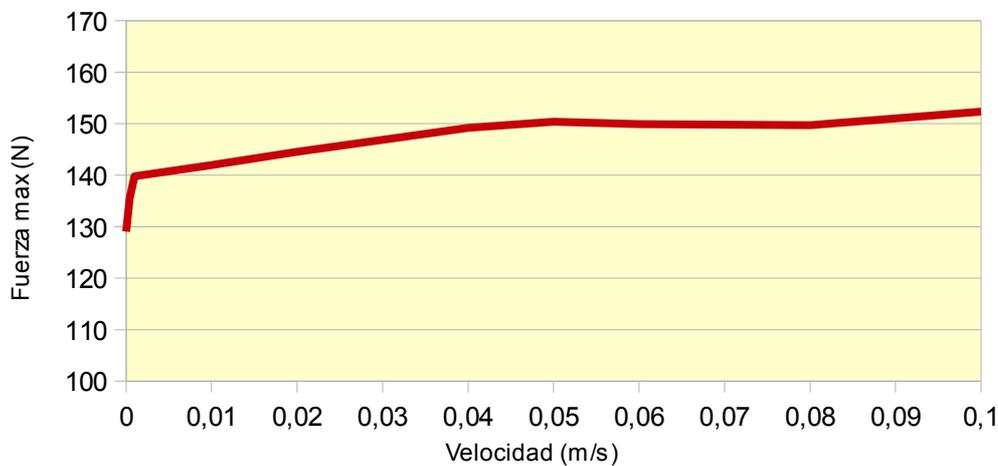


Figura 5.16: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+7$ Pa)

En este caso hay un aumento importante al principio, pero ya se ha comentado que es imprescindible asumir ese error para poder utilizar una velocidad de proceso más adecuada. Luego va aumentando paulatinamente sin producirse ningún cambio de pendiente brusco, salvo quizás para $v = 0,08$ m/s.

5.3.1.3 Gráficas de fuerza máxima para $G=1e+8$ Pa y diámetro 22 mm

$G = 1e+8$ Pa es el valor más alto de los ensayados y el más cercano a los valores utilizado en los ensayos para las partículas que simulan sal, por lo que su resultado es, si cabe, más importante que los anteriores. En la figura 5.17 se puede observar la gráfica resultante de los valores de fuerza máxima de las simulaciones realizadas para comprimidos de 22 mm de diámetro y $G = 1e+8$ Pa. De nuevo, se ha vuelto a ampliar la zona implicada en la figura 5.18, donde claramente se ve un cambio brusco de pendiente a $v=0,04$ m/s, que coincide con la realizada a $G=1e+6$ Pa.

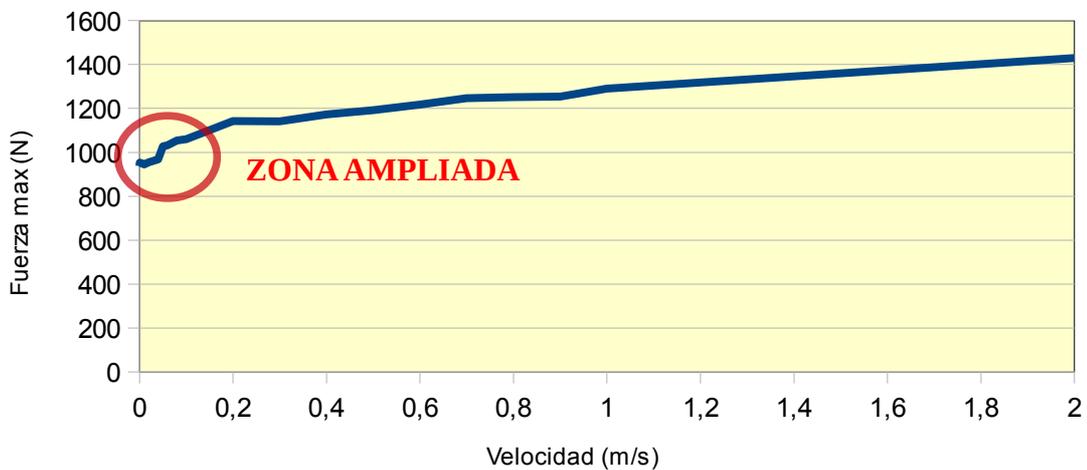


Figura 5.17: Valores máximos de fuerza de compresión ($G=1e+8$ Pa)

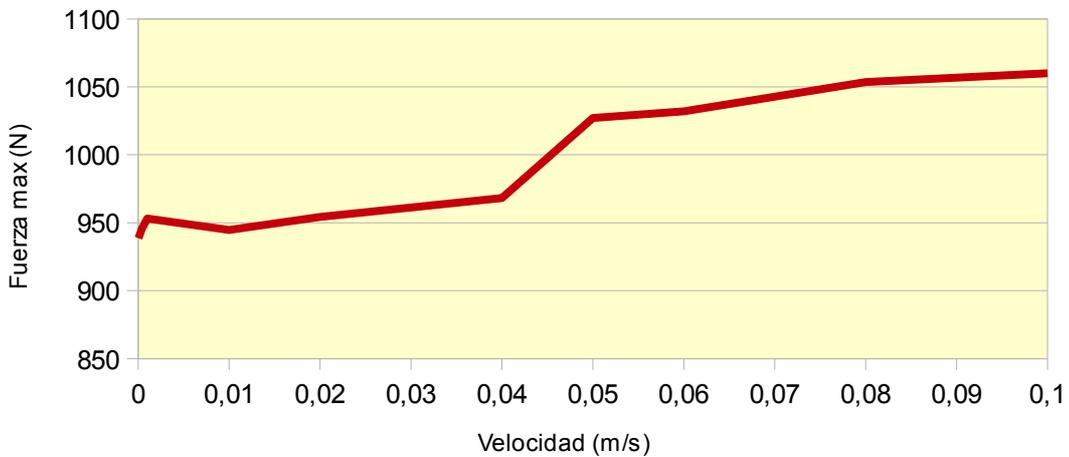


Figura 5.18: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+8$ Pa)

5.3.1.4 Gráficas de fuerza máxima para $G= 10e+6$ Pa y diámetro 13 mm

Para comprobar si la geometría de la pastilla influye en el resultado también se han realizado pruebas con especímenes de radio 13 mm y dos valores de G , detallado en los siguientes apartados. Los datos obtenidos hasta $v=2$ m/s se pueden ver en la figura 5.19, y con más detalle del área más significativa, en la figura 5.20. Analizando esta última se aprecia como a partir de $v=0,05$ m/s aumenta la pendiente de la curva, cercano a los datos observados para el comprimido de diámetro 22 mm.

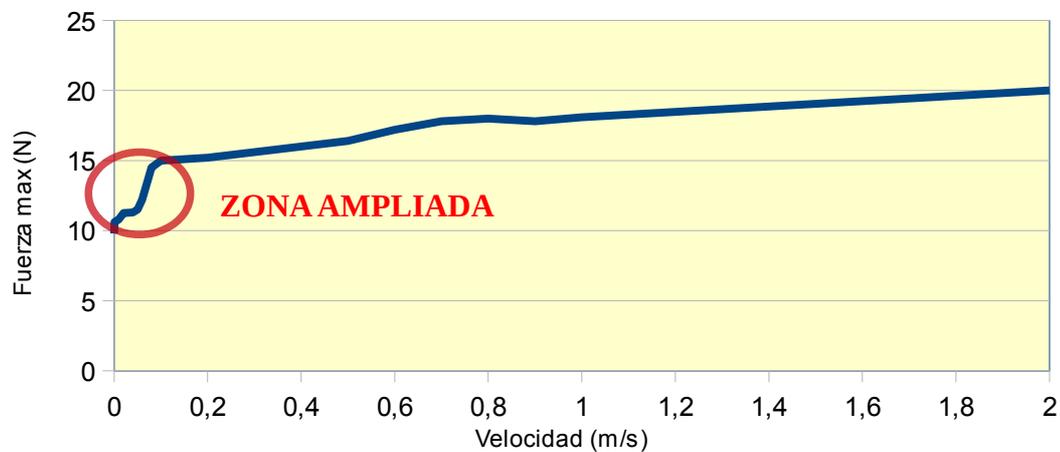


Figura 5.19: Valores máximos de fuerza de compresión ($G=1e+6$ Pa)

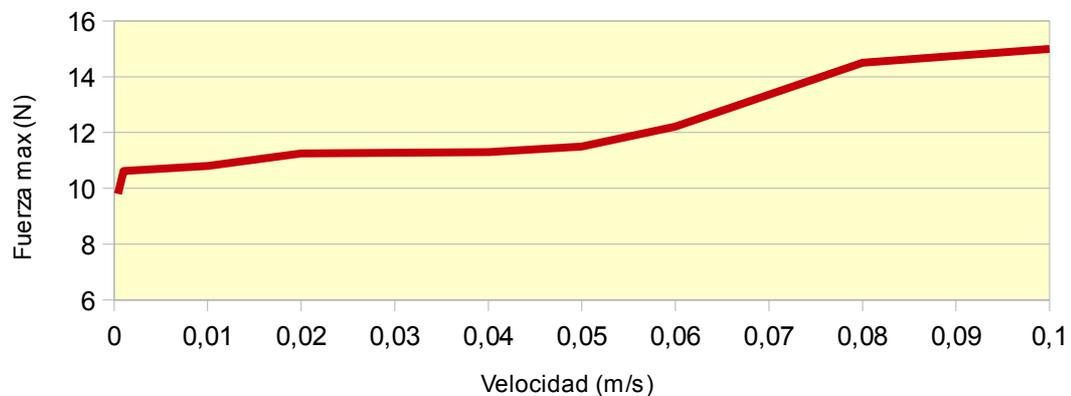


Figura 5.20: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+6$ Pa)

5.3.1.5 Gráficas de fuerza máxima para $G= 1e+8$ Pa y diámetro 13 mm

Como último paso se comprueba también para los comprimidos de 13 mm de diámetro y para un valor de $G = 1e+8$. En la figura 5.21 se expone la gráfica fuerza-velocidad resultante hasta $v = 2$ m/s

En la figura 5.22, donde aparece en detalle el primer tramo de la curva anterior, de nuevo se constata como el valor de cambio de pendiente significativo, es $v = 0,04$ m/s.

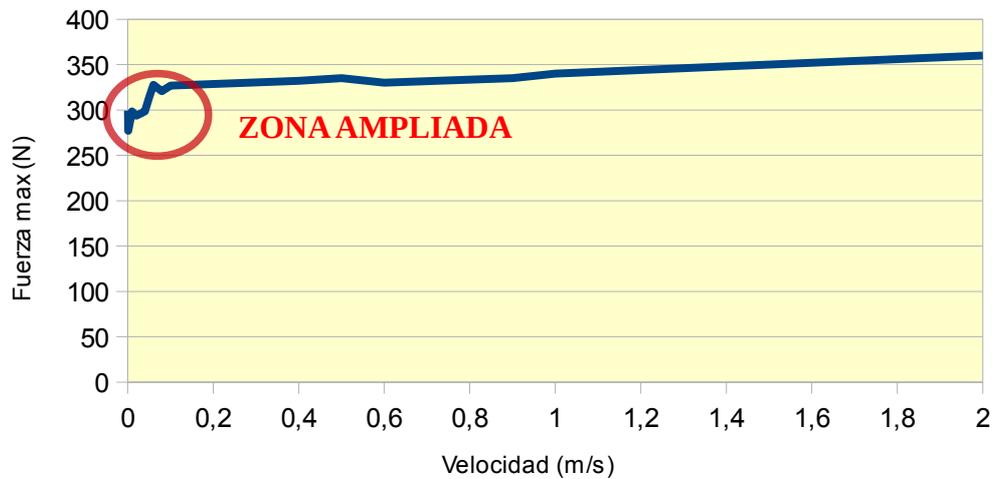


Figura 5.21: Valores máximos de fuerza de compresión ($G=1e+8$ Pa)

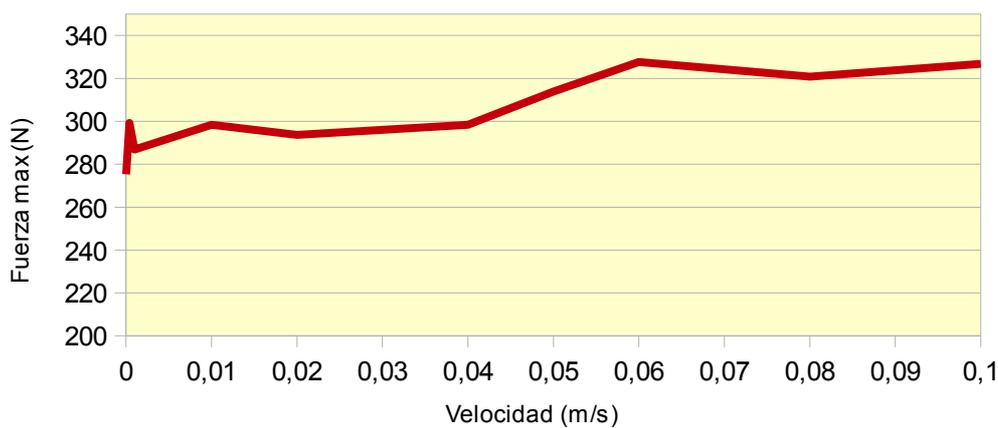


Figura 5.22: Valores máximos de fuerza de compresión en detalle ($G=1e+8$ Pa)

5.3.1.6 Comparativa

Los datos obtenidos en las gráficas anteriores no son totalmente homogéneos ni indiscutiblemente concluyentes, pero sí que permiten hacer una aproximación perfectamente válida, y más aún si se es conservador en la elección.

Se han ordenado las diferentes gráficas ampliadas en detalle, de arriba a abajo y creciente, siguiendo primero el criterio de radio y posteriormente el del valor del modulo de corte (G). Ver figura 5.23.

La primera de ellas, de color naranja, (diámetro 13 mm y $G=1e+6$) apunta hacia un valor cercano a $v = 0,05$ m/s, incluso se podría elegir uno superior sin cometer excesivo error, al igual que en la cuarta, de color azul. En esta última obviando el salto inicial, se podría considerar hasta un valor cercano a 0,1 m/s.

Sin embargo, el resto de curvas (roja, verde y magenta) tienen un cambio bastante apreciable para $v = 0,04$ m/s. Por tanto, lo más coherente es elegir los resultados más bajos para no aumentar el error cometido.

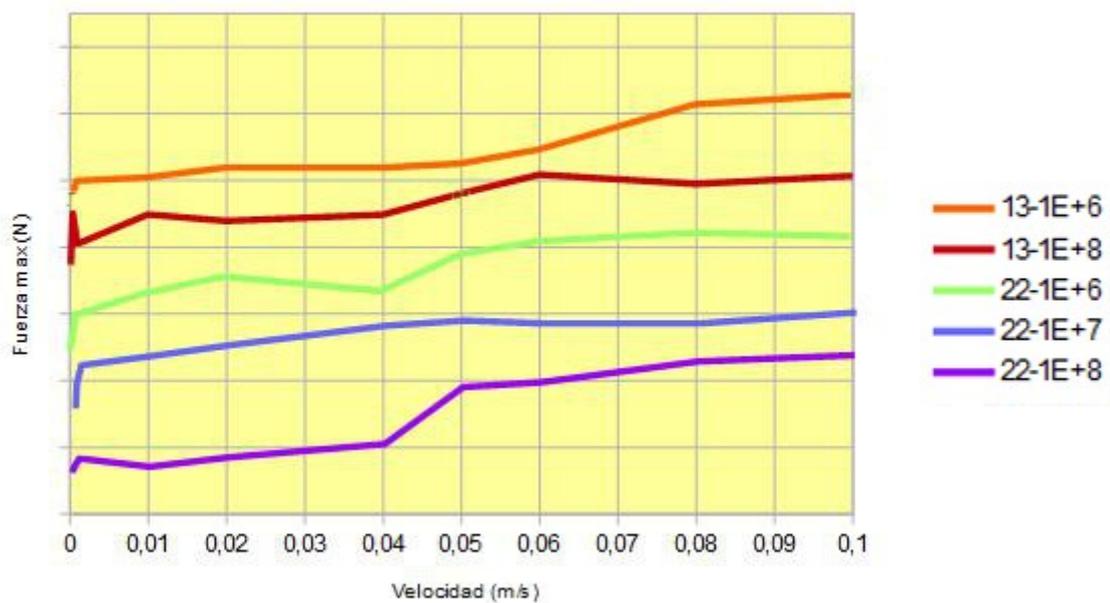


Figura 5.23: Comparativa entre todas las gráficas en detalle

El dato que se va a considerar a partir de este momento para la velocidad de simulación en el desplazamiento de los punzones es de $v = 0,04$ m/s. Eso no quita para que en aplicaciones puntuales, en las que solo se requiera la obtención gráfica del comprimido, sin tener en cuenta como le afectan en sus propiedades mecánicas los diferentes parámetros, entre ellos la velocidad, se adapten valores bastante superiores que permitan realizar simulaciones mucho más rápidas.

5.3.2 Gráficas tensión-deformación

Utilizando el *software Matlab*® se han obtenido las gráficas tensión–deformación (*Stress-Strain*) con las cuales se puede observar también donde se produce un cambio perceptible en su representación, utilizando diferentes velocidades de proceso.

Para ello ha sido necesario exportar los resultados de las simulaciones mediante las *queries* (consultas) adecuadas, que posteriormente han sido procesadas mediante un algoritmo creado *ex profeso*. También se adjunta la gráfica de tensión-tiempo (*compressive stress-time*), que visualiza la gran diferencia entre la velocidad real y la que se va a utilizar.

A pesar de que pueda parecer redundante, una vez realizadas las pruebas anteriores de cálculo de la fuerza máxima, se han querido confirmar los resultados dada la importancia que esta decisión tiene en la mayoría de la simulaciones realizadas en esta investigación.

En un primer momento, se realizaron para un valor de *Shear Modulus*, $G = 1e+08$ obteniéndose los mismos resultados que con las gráficas de fuerza realizadas con EDEM. Posteriormente también se comprobó para $G=1e+6$ Pa y $G=1e+7$ Pa y para otro tamaño diferente de compacto, de diámetro 13 mm. A continuación se analizan los datos obtenidos por este otro proceso, y se llega a conclusiones semejantes a las obtenidas en los apartados anteriores.

5.3.2.1 $G=1e+8$ Pa

La gráfica que explica como se desarrolla el proceso de compresión es la que relaciona la tensión con la deformación (*Compressive stress-axial strain*). En la figura 5.24 se nombra cada línea o área importante. La parte creciente de la curva (parte izquierda) representa la fase de compresión, y el área bajo ella sería el trabajo desarrollado para realizar dicha compresión. La parte decreciente (derecha) de la curva, representa la fase de

descompresión, y el área bajo ella corresponde a la energía recuperada durante esta fase. La diferencia entre ambos trabajos o energías, y que corresponde al área interior de la curva, representa la energía neta de compactación.

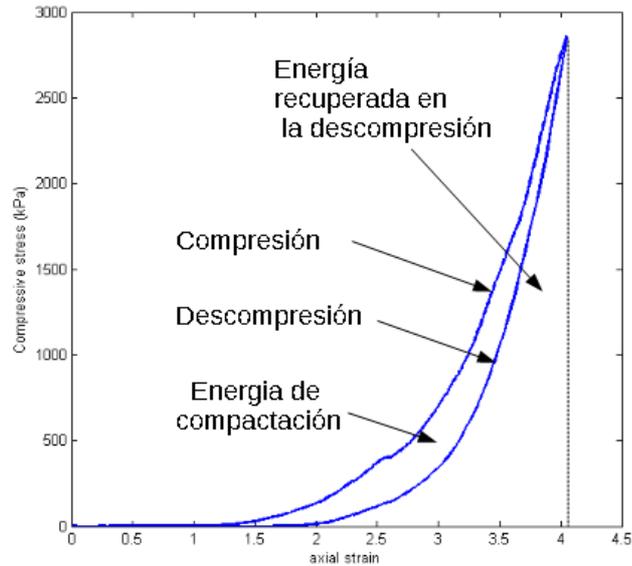


Figura 5.24: Gráfica de tensión-deformación

Se va a comparar el proceso de compresión (gráfica tensión-deformación) para diferentes velocidades. En la figura 5.25 se observa como a medida que aumenta la velocidad del proceso crece progresivamente el valor máximo de la curva. En este caso se ha realizado para todos los valores calculados desde la velocidad de la prensa triaxial, $v= 0,000033$ m/s hasta la máxima velocidad estudiada: $v= 2$ m/s. Claramente se comprueba como aquí también el salto más destacable ocurre alrededor de $v = 0,04$ m/s, tal y como se obtuvo por el proceso de la fuerza máxima total en el punzón superior, del apartado anterior.

Igualmente, se ve como al aumentar la velocidad, la deformación disminuye para un mismo valor de tensión (la curva se desplaza hacia la izquierda), lo que da a entender que cuando la compresión se realiza más lentamente, las partículas tienen tiempo de recolocarse y compactarse más que cuando el impacto es muy rápido y la energía la absorben las partículas sin llegar a recolocarse.

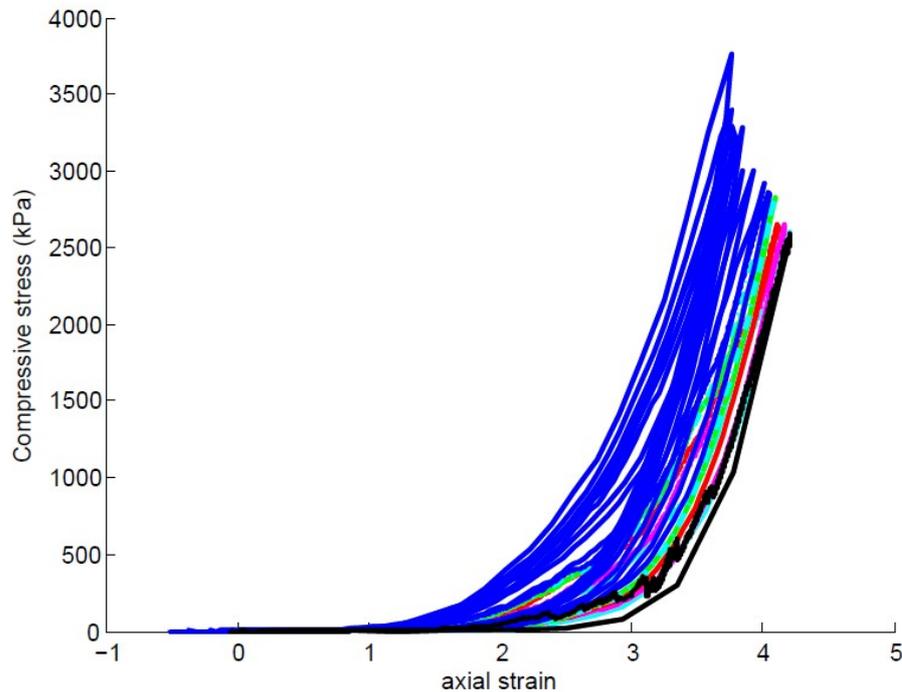


Figura 5.25: Gráfica tensión-deformación hasta $v=2$ m/s

En las siguientes gráficas solamente se mostrarán los valores más cercanos al punto característico, para una mayor claridad. En la figura 5.26 aparecen las curvas correspondientes a la variación de la deformación en función de la tensión aplicada (*Compressive stress-Axial strain*), tanto en la fase de compresión (curva creciente) como en la de descompresión (curva decreciente) correspondientes a unas velocidades de proceso desde 0,000033 m/s (velocidad real de la máquina de laboratorio) hasta $v = 0,08$ m/s. Se ha añadido la ampliación de la zona de valores máximas para que se pueda apreciar mejor el salto que ocurre entre los valores $v = 0,04$ m/s y $v = 0,05$ m/s.

La coincidencia con el método anterior (fuerza máxima de compresión) es lógica y necesaria, ya que al ser la sección de la pastilla constante en todos los procesos, fuerza y tensión son función de esta, y por tanto proporcionales. Pero se ha visto necesario, además, analizar el proceso completo de compactación y observar si existe algún cambio significativo en la pendiente o forma de las curvas a diferentes velocidades.

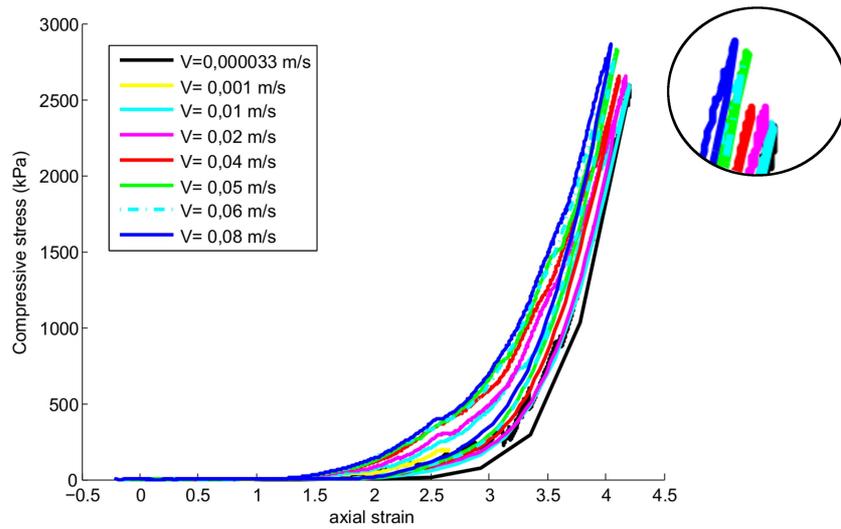


Figura 5.26: Gráfica tensión-deformación, con ampliación ($G=1e+8 Pa$)

Comparando todas las gráficas entre sí no se aprecian cambios significativos en la pendiente y en la forma de las curvas, sino únicamente en la posición de estas y en el valor máximo, tal y como ya se ha comentado.

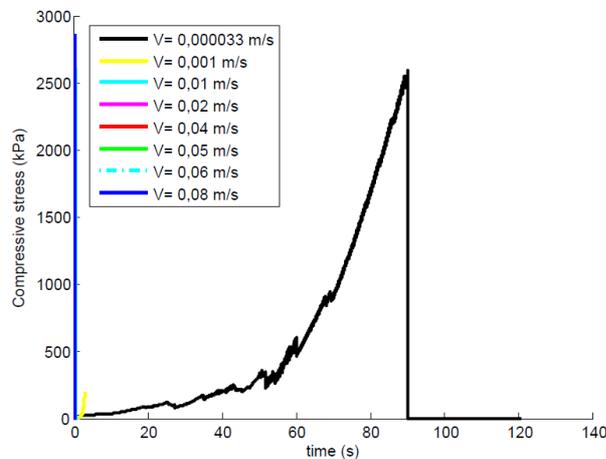


Figura 5.27: Gráfica tensión-tiempo ($G=1e+8 Pa$)

En la figura 5.27 se observa con claridad la gran diferencia entre el tiempo de proceso a velocidad real de la máquina de compresión del laboratorio (gráfica negra) y el resto de ensayos, cuyas curvas coinciden prácticamente con el eje de ordenadas, siendo un tiempo insignificante comparado con aquel.

5.3.2.2 $G=1e+7$

Se han realizado las mismas gráficas anteriores pero para valores de módulo de corte $G = 1+10e$, para así comprobar como, aún siendo el parámetro más influyente respecto a la fuerza y la tensión, no es determinante en cuanto a la velocidad de simulación elegida.

En la figura 5.28 se observa como el salto en el valor máximo no es tan claro como para $G=1e+8$, pero sigue siendo perfectamente válido considerar como adecuada una velocidad de $v = 0,04$ m/s, como se determinó con el método anterior.

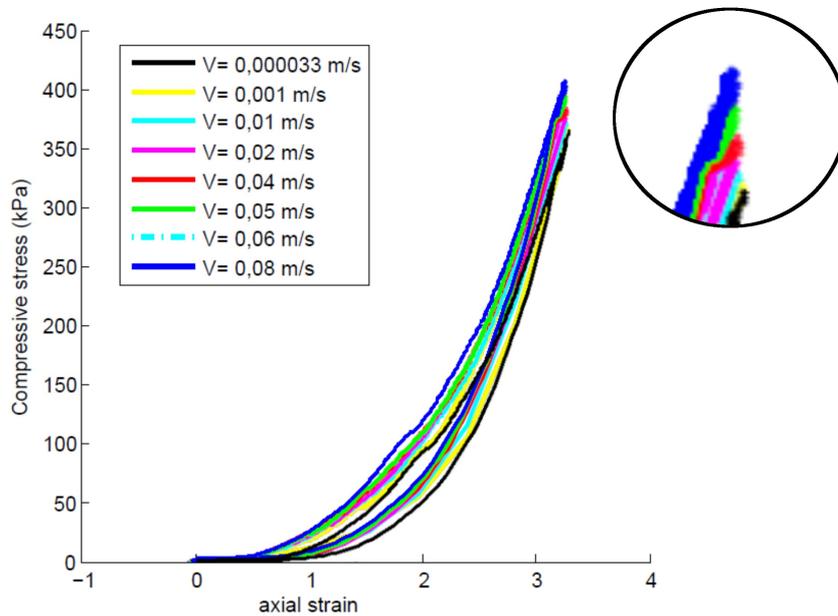


Figura 5.28: Gráfica tensión-deformación ($G=1e+7$ Pa)

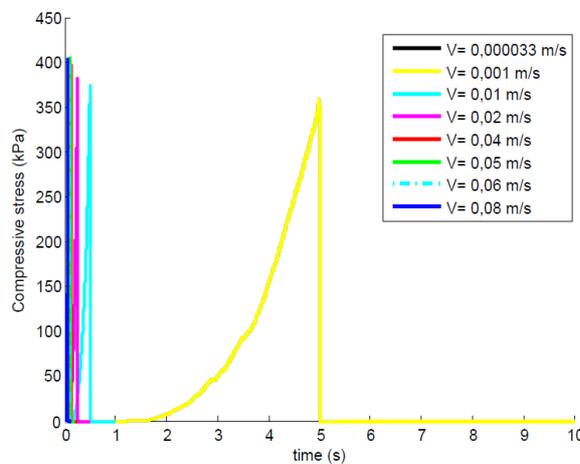


Figura 5.29: Gráfica tensión-tiempo ($G=1e+7$ Pa)

En la gráfica de la figura 5.29, que representa la tensión en función del tiempo, se ha eliminado el proceso de velocidad real, que supone un tiempo demasiado largo y no permitía comparar el tiempo de proceso de los otros ensayos. De esta manera se puede ver mejor la disminución del tiempo de proceso entre la curva amarilla, que es 30 veces más rápida que la real, y las otras.

5.3.2.3 $G=1e+6$

Un tercer valor de módulo de corte, $G = 1e+6$, se ha utilizado para terminar de validar el método. Este es el valor más bajo posible que se puede aplicar en EDEM. La evolución de las curvas tensión deformación (ver figura 5.30) es similar a las dadas para valores mayores de módulo de corte. No hay variaciones apreciables en la forma de las diferentes curvas, salvo para la velocidad más lenta, en la cual no presenta una curva continua y correcta. Sin embargo, en las siguientes curvas la forma queda mejor definida, y se observa como a partir de $v = 0,4$ m/s se produce un salto en el valor máximo de tensión.

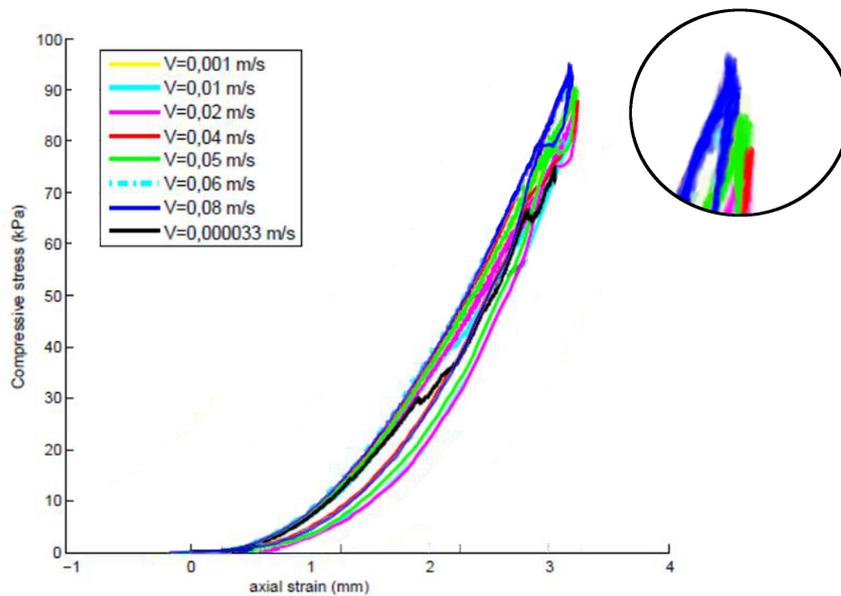


Figura 5.30: Gráfica tensión-deformación ($G=1e+6$ Pa)

En la figura 5.31 se muestra la evolución de la curva tensión-tiempo a las velocidades ensayadas, y cumple exactamente lo explicado en apartados anteriores

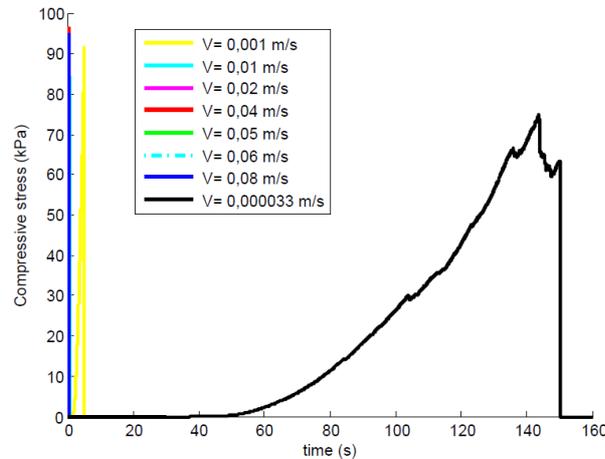


Figura 5.31: Gráfica tensión-tiempo ($G=1e+6$ Pa)

5.3.2.4 Diametro 13 mm

Por último se ha probado con diferente tamaño de pastilla para ver si afecta en la decisión adoptada en cuanto a la velocidad de simulación. El módulo de corte utilizado es $G = 1e+8$ Pa, por lo que habrá que compararlo con la figura 5.26, de igual G , pero de diámetro 22 mm.

Para evitar el largo proceso que supone simular a velocidad real, se ha comenzado con la siguiente velocidad, $v=0,001$ m/s, y el cambio significativo se produce en una zona parecida a los anteriores casos estudiados, cercano a $v = 0,04$ m/s, como así se observa en la figura 5.78.

En cuanto a la gráfica tensión-tiempo de la figura 5.33 se desarrollan igual que las realizadas para mayor tamaño de comprimido.

Como conclusión, se va a adoptar la velocidad de punzón $v = 0,04$ m/s en las simulaciones realizadas con EDEM, siendo conscientes de que se produce un pequeño error respecto a la velocidad real de proceso ($v = 0,000033$ m/s), pero que es insignificante teniendo en cuenta las ventajas en cuanto a la disminución de tiempo que se producen. Se podría haber elegido una velocidad mayor aceptando un error más alto, pero en la mayoría de los casos estudiados este valor parece el más apropiado. En determinadas pruebas de aproximación,

o de estudio inicial de determinados parámetros, se han utilizado velocidades más altas, pero una vez centrado el proceso se han vuelto a realizar las simulaciones necesarias a la velocidad adecuada.

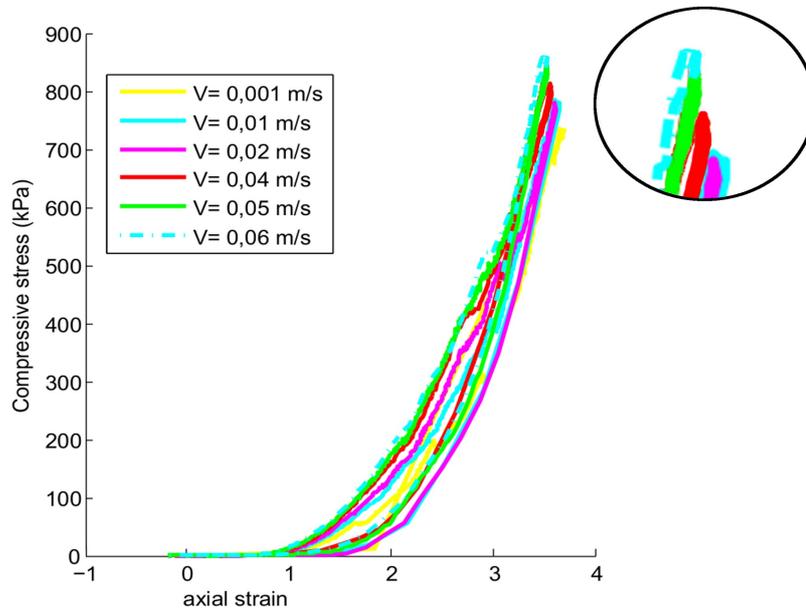


Figura 5.32: Gráfica tensión-deformación ($G=1e+8 Pa$) y diámetro 13 mm

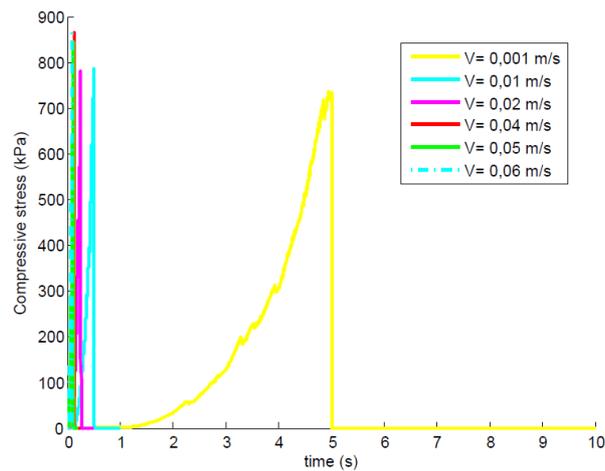


Figura 5.33: Gráfica tensión-tiempo ($G=1e+8 Pa$) y diámetro 13 mm

5.4 Estudio del módulo de corte (G, shear modulus)

Una vez estudiada la velocidad adecuada del punzón para las simulaciones, es conveniente calcular el valor de *Shear Modulus* que produce un valor de fuerza máxima de compresión en el punzón superior igual al que aplica la prensa de laboratorio al polvo de sal. De esta forma ya se han conseguido fijar dos parámetros decisivos: la velocidad de proceso y el módulo de corte, dando ambos como resultado un valor de fuerza máxima de compresión equivalente al que ocurre en el proceso de laboratorio, que es lo que se quiere reproducir. En el caso del modelo de contacto *Hertz-Mindlin with Bonding*, que ha sido el analizado con más detalle por ofrecer los mejores resultados globales, haber definido ya el valor de G, permite centrarse en la sensibilidad de los cuatro parámetros que lo definen. En el caso de los otros modelos, al tener menor número de variables que definir, se ha vuelto a considerar el módulo de corte en los ensayos estudiados mediante el Diseño de Experimentos, proporcionando así un estudio más exhaustivo.

Desde los primeros ensayos ha quedado patente que uno de los parámetros más influyentes en el resultado final de la simulación es el módulo de corte. A valores muy bajos ($1e+6$), no suele permitir una firme cohesión de las partículas (*Hertz-Mindlin with JKR* o *Hysteretic + Linear Cohesion*), o, directamente no crea enlaces (*Hertz-Mindlin with Bonding*), siendo además la fuerza necesaria para realizar la compresión muy baja. Conforme aumenta hasta valores cercanos al real (para la sal $G = 8,97$ GPa) la fuerza necesaria va creciendo considerablemente y la cohesión y los enlaces son más fuertes, obteniendo comprimidos de calidad. Si se sigue aumentando, los enlaces son más inestables hasta que las partículas empiezan a desaparecer de la simulación, no siendo capaces de permanecer unidas.

Como contrapartida, el aumento de este parámetro hace que disminuya *Rayleigh Time Step*, lo que origina un aumento sustancial del tiempo de proceso. A su vez, el aumento de G genera mayores tensiones internas, que precisa que los cálculos de las interacciones entre partículas se realicen más despacio, ya que si no colapsan y desaparecen o no se produce cohesión. Esto último obliga a ser más cuidadoso a la hora de seleccionar el valor de *Fixed Time Step* (porcentaje de *Rayleigh Time Step* aplicado), debiendo ir disminuyéndolo hasta que se pueda producir el enlace o cohesión. A veces es necesario tomarlo incluso inferior a

0,1%, cuando con menor módulo de corte se puede perfectamente simular al 20% de *Fixed Time Step*. La consecuencia de disminuir este parámetro es que el tiempo de proceso aumenta de forma importante. Por tanto, es aconsejable ir tanteando hasta encontrar el mayor valor posible que permita una formación adecuada del comprimido, en el menor tiempo de simulación. A velocidades bajas de movimiento del punzón y altos valores de G una elección adecuada puede significar el ahorro de días de proceso.

Existe la posibilidad de calcular el valor aproximado de *Rayleigh Time Step* utilizando el método aconsejado por EDEM, pero que no suele ser suficientemente preciso y exige hacer una iteración para obtener un valor óptimo.

Se han realizado ensayos abarcando un amplio rango de valores de módulo de corte hasta encontrar un valor de fuerza máxima de compresión igual al aplicado en las pruebas de laboratorio. El valor resultante ha sido $G = 7e+9$ Pa, bastante cercano al real de la sal: $8,97e+9$ Pa. Dicho dato se ha adoptado como fijo en el estudio sistemático del modelo *Hertz-Mindlin with bonding*, mediante el método de Diseño de Experimentos, obteniendo los resultados mostrados en el siguiente apartado. Entre todos ellos, el de mejor calidad ha sido el denominado CCCC1. Para estudiar como el módulo de corte afecta tanto al valor máximo de fuerza de compresión, como a la calidad de los enlaces, se va a repetir el mismo ensayo con todos los parámetros iguales que los utilizados en el caso de CCCC1, salvo el del módulo de corte que va a ir creciendo desde el mínimo posible, $G = 1e+6$ Pa hasta un máximo en el que ya no se producen enlaces, $G = 1e+13$ Pa.

Los valores de los parámetros utilizados en todos los ensayos de este apartado se detallan en la tabla 5.1.

Los diferentes ensayos realizados variando el valor de Shear modulus, se han denominado Shear 1, Shear 2, hasta Shear 14. En la tablas 5.2 y 5.3 aparecen los resultados de dichos ensayos.

PARAMETROS	SAL	ACERO
Poisson's Ratio	0,252	0,3
Shear Modulus	VARIABLE	8,10E+10
Density	2170	7850
Coefficient of restitution	0,3	0,4
Coefficient of Static Friction	0,5	0,5
Coefficient of Rolling Friction	0,01	0,01
Normal Stiffness per unit area	1,00E+12	
Shear Stiffness per unit area	1,00E+12	
Critical Normal Stress	1,00E+12	
Critical Shear Stress	1,00E+12	

Tabla 5.1: Valores comunes a todos los ensayos para el cálculo de G

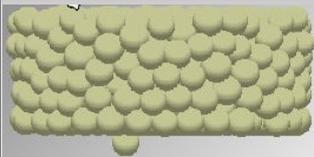
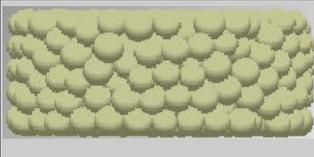
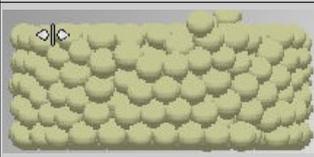
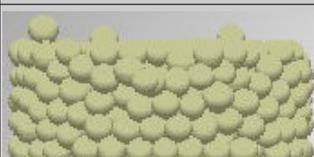
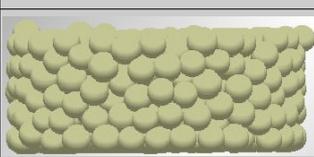
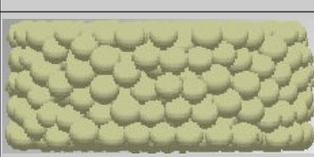
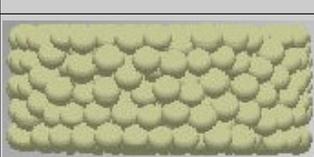
ENSAYO	SHEAR MODULUS	ENLACES INTACTOS	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
Shear 1	1e+6	1490	495	7,43 N		8
Shear 2	5e+6	1518	443	34,49 N		8
Shear 3	1e+7	1517	443	71,12 N		9
Shear 4	5e+7	1509	458	357 N		8
Shear 5	1e+8	1507	473	720,9 N		7
Shear 6	5e+8	1461	528	3566 N		8
Shear 7	1e+9	1440	573	6756 N		8
Shear 8	5e+9	1334	681	34190 N		8
Shear 9	7e+9	1323	725	44185 N		9

Tabla 5.2: Ensayos con diferentes valores de Shear modulus (Parte I)

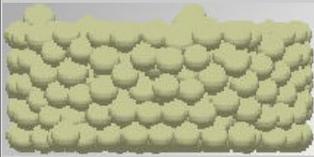
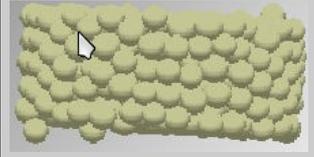
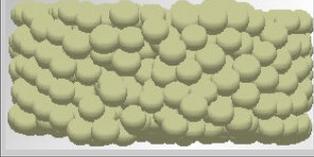
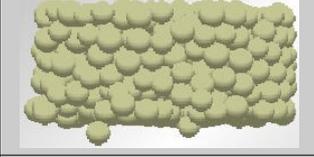
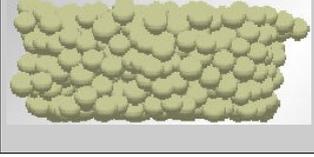
ENSAYO	SHEAR MODULUS	ENLACES INTACTOS	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
Shear 10	1e+10	1289	766	61222N		8
Shear 11	5e+10	1215	879	303957N		7
Shear 12	1e+11	1165	939	551289N		6
Shear 13	1e+12	978	1153	2757230 N		5
Shear 14	1e+13	908	1225	6436560 N		4

Tabla 5.3: Ensayos con diferentes valores de Shear modulus (Parte II)

Dado que el modelo utilizado en dichos ensayos ha sido *Herzt-Mindlin with Bonding*, el cual permite la creación de enlaces (*bonding*), en las columnas 3° y 4° se detallan los valores de los enlaces intactos y rotos, respectivamente. Se observa con claridad cómo desde el valor mínimo de G hasta 1e+8 Pa, el número de enlaces de cada tipo permanece prácticamente constante. Sin embargo, si sigue creciendo, los enlaces intactos empiezan a disminuir al mismo ritmo al que aumentan los rotos (Ver también figura 5.34).

En cuanto a la fuerza máxima, esta aumenta de forma continua conforme G crece. Gráficamente se muestra en la figura 5.35. Para el ensayo *Shear 9* se obtiene un valor de fuerza máxima de 44185 N, igual al que se emplea en la prensa de laboratorio para la fabricación real de los comprimidos.

Aunque con todos los valores de G se consigue que se creen enlaces y poder simular una pastilla, no todas salen perfectas. Algunas pierden alguna partícula o presentan una superficie algo irregular, como *Shear 1, 2, 4 o 5*. Otras salen casi perfectas como *Shear 3* o, sobretudo, *Shear 9*, aunque la primera tenga mayor número de enlaces intactos, pero no se forme a la fuerza precisa. Conforme G aumenta, el resultado va empeorando, hasta el máximo valor, *Shear 14*, que es manifiestamente el comprimido más irregular, debido a las grandes tensiones internas que se originan.

Para valores de *shear modulus* bajos se han tenido que adoptar valores de *Fixed Time Step* muy bajos, hasta el 0,1%, ya que si no, no se producía el enlace entre partículas.

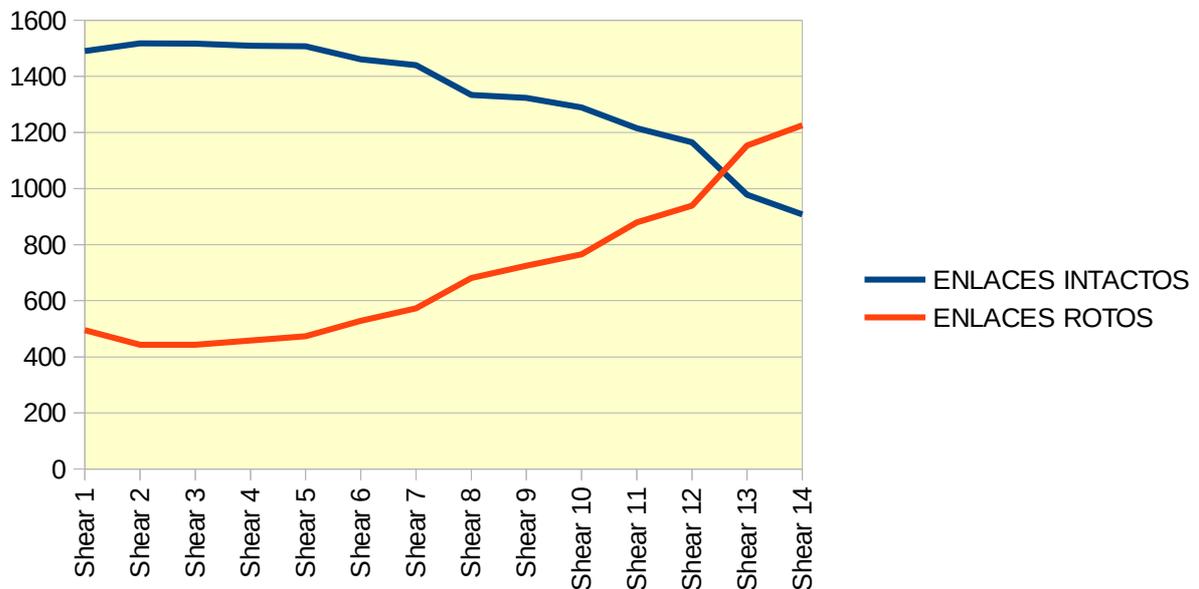


Figura 5.34: Evolución de los enlaces respecto a Shear Modulus

En la gráfica de la figura 5.35 se ha utilizado la escala logarítmica en el eje de ordenadas para representar el valor de la fuerza de una manera más apropiada, resultando una línea creciente de pendiente casi constante en todo el dominio, salvo al final en la que decae levemente. Vista la gráfica resulta sumamente sencillo encontrar el valor de G adecuado para una fuerza máxima de compresión determinada.

Por tanto, como conclusión, y para el modelo *Hertz-Mindlin with Bonding*, cuando el modulo de corte, G , crece, el número de enlaces rotos aumenta, al igual que la fuerza,

disminuyendo el número de enlaces intactos.

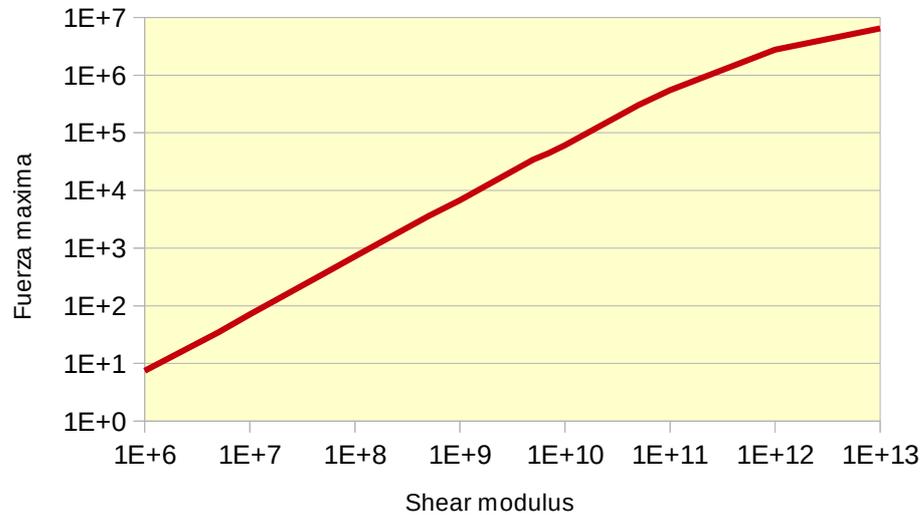


Figura 5.35: Evolución de la fuerza máxima respecto a Shear Modulus

5.5 Simulación de modelos para fabricación de comprimidos

El *software* EDEM dispone de una serie de modelos de contacto, pero solo algunos de ellos son capaces de crear cohesión entre las partículas, lo que permitiría la simulación de la fabricación de comprimidos a partir de polvo. En los siguientes apartados se va a experimentar con dichos modelos, que son los siguientes:

- Hertz-Mindlin with Bonding
- Hertz-Mindlin with JKR
- Hysteretic + Linear Cohesion
- ECM

Para cada uno de ellos se han definido los parámetros a estudiar mediante el método de Diseño de Experimentos, y se han fijado los valores más adecuados para el resto de parámetros. Para cada grupo de ensayos se va a mostrar una tabla donde se puede comparar una imagen del resultado final de la simulación y la valoración numérica que se le ha dado.

Como complemento a la fabricación de la pastilla, en el apartado 5.6 se realiza su posterior

rotura, mediante el test de compresión diametral, el cual aporta datos interesantes respecto a la calidad de la pastilla conformada, su resistencia a la rotura o su fragilidad.

El objetivo es reproducir como una secuencia continua el proceso de compresión y posterior rotura, y que los valores de referencia, como la fuerza, sean iguales que los que suceden en los ensayos reales con la prensa de laboratorio.

En un primer lugar se analiza el modelo *Hertz-Mindlin with Bonding*, que es el estudiado en mayor profundidad, por ser el que más se acercaba al objetivo previsto, y a continuación el resto de modelos.

5.5.1 *Hertz-Mindlin with Bonding*

Hertz-Mindlin with Bonding es el primer modelo de contacto con el que se ha trabajado en esta investigación. Ello es debido a que la única referencia aproximada al estudio de los comprimidos era un tutorial de *EDEM*, que utilizaba este modelo, en el que se fabricaba una viga formada por partículas compactadas, para posteriormente aplicarle una fuerza en un extremo que la deforma por flexión. Este ejemplo ha sido útil solo como punto de partida, y para comenzar a comprender el funcionamiento del programa, ya que las diferencias con el objetivo propuesto eran muchas.

Los primeros ensayos con este modelo se realizaron con la versión 2.3 de *EDEM*. Posteriormente aparecieron la 2.4 y 2.5 con las que se siguió investigando, pero las actualizaciones no afectan a los resultados de estos ensayos.

Inicialmente se han empleado como datos del material los que ofrece el programa:

- *Low Stiffness*: semejante al caucho
- *Medium Stiffness*: intermedio entre los otros dos
- *High Stiffness*: semejante al acero

Los resultados con estos valores no son aceptables, aunque es un primer paso, y es necesario replantearse un análisis exhaustivo desde el principio.

No es suficiente con poder simular la compactación de los comprimidos, además los parámetros elegidos como referencia deben ser capaces de relacionar los ensayos reales

con los virtuales. De esta forma la simulación puede llegar a tener la autonomía suficiente como para predecir la realidad.

Después de realizar numerosos ensayos, que han servido para conocer sus posibilidades, se ha pasado a analizar el resto de modelos susceptibles de crear cohesión o enlace. Tras comprobar que éste es el que mejores resultados globales ofrece, se ha vuelto a él para estudiarlo con detenimiento.

Con los ensayos preliminares se ha conseguido delimitar los datos más adecuados para cada parámetro, ya sea por iteración y experimentación u obteniéndolo de la literatura relacionada (ver capítulo 4). En la tabla 5.4 se han dispuesto los datos utilizados para cada parámetro de los materiales utilizados en las simulaciones. Es importante destacar el amplio rango de valores que admite el programa informático, y por tanto, la dificultad de acotar con facilidad los más adecuados. Muchos de estos valores llegan a ser irreales, como la densidad (hasta 1000000 Kg/m³), o los coeficientes de fricción (hasta 100). Esto sirve para poder forzar comportamientos diferentes en las simulaciones, que por otro camino lleguen a simular la realidad compensando las simplificaciones realizadas en otras variables, como la forma de la partícula.

PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	MATERIAL	VALOR
Poisson ratio	0 – 0,5	adimensional	ACERO	0,3
			SAL	0,25
Shear Modulus	1e+06 – 1e+14	Pa	ACERO	8,1E+10
			SAL	7E+9
Density	0 – 1e+06	Kg/m ³	ACERO	7850
			SAL	2170
Coeff. of restitution	0,0001-1	adimensional	ACERO-ACERO	0,94
			ACERO-SAL	0,4
			SAL-SAL	0,3
Coef. Static Friction	0-100	adimensional	ACERO-ACERO	0,74
			ACERO-SAL	0,5
			SAL-SAL	0,5
Coef. Rolling Friction	0-100	adimensional	ACERO-ACERO	0,001
			ACERO-SAL	0,01
			SAL-SAL	0,01

Tabla 5.4: Parámetros de los materiales utilizados en EDEM

Los materiales empleados son sal y acero, y para ellos se dispone en la última columna el valor utilizado en este modelo. La mayoría de ellos son reales, obtenidos de tablas de valores de literatura específica, y comprobando que son adecuados en los ensayos preliminares. Sin embargo, el valor de *Shear modulus* se ha elegido según las justificaciones realizadas en el apartado 5.4, y que es algo menor que su valor real.

En el capítulo 4 se ha explicado y justificado el valor asignado a los parámetros utilizados en cada modelo de contacto. Para *Hertz-Mindlin with Bonding* los valores elegidos aparecen en la tabla 5.5, y se van a aplicar en todas las pruebas realizadas con este modelo.

La interacción partícula-partícula queda definida en esta tabla, donde se indican qué parámetros van a ser objeto de estudio. Para la interacción partícula-geometría se ha utilizado la básica: *Hertz-Mindlin (no slip)*, que no tiene ningún parámetro configurable, para dejar el protagonismo a la interacción entre partículas, y poder analizarla con las mínimas interferencias del material.

INTERACCIÓN	PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	VALOR UTILIZA
Particle to particle	Start time	0 – 1e+300	s	Variable
	Normal Stiffness per unit area	0 – 1e+300	N/m ³	A estudiar
	Shear Stiffness per unit area	0 – 1e+300	N/m ³	A estudiar
	Critical Normal Stress	0 – 1e+300	Pa	A estudiar
	Critical Shear Stress	0 – 1e+300	Pa	A estudiar
	Bonded Disk Radius	0 – 1e+303	mm	1

Tabla 5.5: Parámetros del modelo Hertz-Mindlin wirh Bonding

Estos datos han dado lugar a los primeros ensayos realizados con el método de Diseño de Experimentos, denominado como *H-M Bonding DOE*, y que se desarrolla en el siguiente apartado. Posteriormente, y para abarcar todos los posibles valores de los parámetros del modelo se han realizado otras tandas de ensayos con otros rangos de valores diferentes.

5.5.1.1 H-M Bonding DOE

Respecto a las variables propias del modelo *Hertz-Mindlin with Bonding* para la interacción partícula-partícula que se van a analizar, son las que aparecen en la tabla 5.6.

Se pueden elegir infinitos valores, pero como eso es irrealizable, para este primer conjunto de ensayos se han elegido tres valores de cada uno: bajo, medio y alto. Una vez visto los resultados se puede afinar más.

PARÁMETRO	BAJO (-1)	MEDIO (0)	ALTO (+1)
NS: Normal Stiffness per unit area (N/m ³)	1E+08	1E+10	1E+12
SS: Shear Stiffness per unit area (N/m ³)	1E+08	1E+10	1E+12
CNS: Critical Normal Stress (Pa)	1E+06	1E+08	1E+10
CSS: Critical Shear Stress (Pa)	1E+06	1E+08	1E+10

Tabla 5.6: Niveles utilizados en el DOE para los parámetros a analizar (Rango 0)

Tal como se indica en el capítulo 4, se emplea el diseño en cuadrado greco-latino replicado (con mismas filas y columnas), con objeto de analizar el efecto de los parámetros seleccionados en la creación del comprimido. De este modo, en lugar de realizar los 81 experimentos (3^4) que requeriría un diseño factorial completo, se llevan a cabo $3^2 \times 2 = 18$ experimentos. En la tabla 5.7 se muestra la matriz de experimentos utilizada: en este caso, los parámetros *normal stiffness*, *shear stiffness*, *critical normal stress* y *critical shear stress* son asignados a filas, columnas, letras latinas y letras griegas, respectivamente.

La forma elegida para nombrar los ensayos es asignarle a cada parámetro la letra A para el valor más bajo, B para el medio y C para el alto, y siempre según el orden mostrado en la tabla 5.6 (en la tabla 5.8 se muestran las combinaciones de parámetros a ensayar). De esta forma, por ejemplo, el ensayo ACBC correspondería a:

- Normal Stiffness: A (bajo, para este rango 1e+8)
- Shear Stiffness: C (alto: 1e+12)
- Critical Normal Stress: B (medio: 1e+8)
- Critical Shear Stress: C (alto: 1e+10)

Núm.	Réplica	Filas	Columnas	Letras latinas	Letras griegas	Código del ensayo
1	1	-1	-1	+1	-1	AACA
2	1	-1	0	-1	0	ABAB
3	1	-1	+1	0	+1	ACBC
4	1	0	-1	-1	+1	BAAC
5	1	0	0	0	-1	BBBA
6	1	0	+1	+1	0	BCCB
7	1	+1	-1	0	0	CABB
8	1	+1	0	+1	+1	CBCC
9	1	+1	+1	-1	-1	CCAA
10	2	-1	-1	-1	-1	AAAA
11	2	-1	0	0	0	ABBB
12	2	-1	+1	+1	+1	ACCC
13	2	0	-1	0	+1	BABC
14	2	0	0	+1	-1	BBCA
15	2	0	+1	-1	0	BCAB
16	2	+1	-1	+1	0	CACB
17	2	+1	0	-1	+1	CBAC
18	2	+1	+1	0	-1	CCBA

Tabla 5.7: Matriz de experimentos para el diseño en cuadrado greco-latino replicado

ENSAYO	AACA	ABAB	ACBC	BAAC	BBBA	BCCB	CABB	CBCC	CCAA
Normal Stiffness	1E+08	1E+08	1E+08	1E+10	1E+10	1E+10	1E+12	1E+12	1E+12
Shear Stiffness	1E+08	1E+10	1E+12	1E+08	1E+10	1E+12	1E+08	1E+10	1E+12
Critical Normal Stress	1E+10	1E+06	1E+08	1E+06	1E+08	1E+10	1E+08	1E+10	1E+06
Critical Shear Stress	1E+06	1E+08	1E+10	1E+10	1E+06	1E+08	1E+08	1E+10	1E+06

ENSAYO	AAAA	ABBB	ACCC	BABC	BBCA	BCAB	CACB	CBAC	CCBA
Normal Stiffness	1E+08	1E+08	1E+08	1E+10	1E+10	1E+10	1E+12	1E+12	1E+12
Shear Stiffness	1E+08	1E+10	1E+12	1E+08	1E+10	1E+12	1E+08	1E+10	1E+12
Critical Normal Stress	1E+06	1E+08	1E+10	1E+08	1E+10	1E+06	1E+10	1E+06	1E+08
Critical Shear Stress	1E+06	1E+08	1E+10	1E+10	1E+06	1E+08	1E+08	1E+10	1E+06

Tabla 5.8: Ensayos con HM with Bonding (réplica 1 -arriba- y 2 -abajo-)

Los resultados obtenidos en las tablas 5.9 y 5.10 muestran variedad de soluciones, desde el peor posible (sin ningún enlace) como CBAC y CCBA, hasta CACB, de una calidad aceptable.

Los peores comprimidos se han obtenido para ensayos en los que *Critical Normal Stress* o *Critical Shear Stress* valen el valor bajo ($1e+6$) y *Normal* o *Shear Stiffness* son altos. Sin embargo, en el caso de AAAA donde *Critical Stress* es bajo la calidad de la pastilla no es mala porque el valor de *Stiffness* también es bajo, y a veces, es más importante la diferencia relativa entre ambos que su valor absoluto.

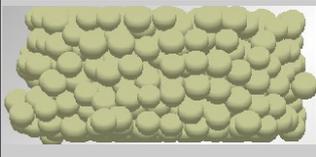
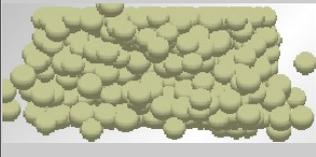
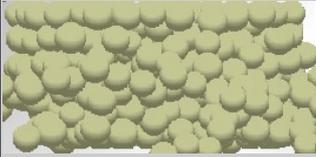
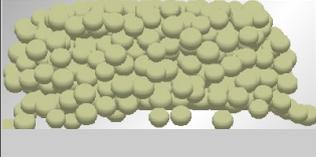
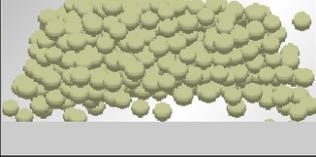
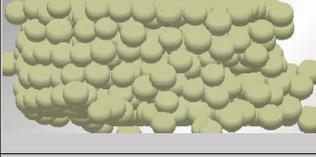
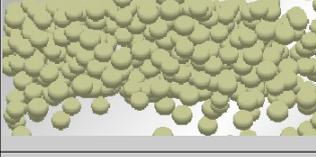
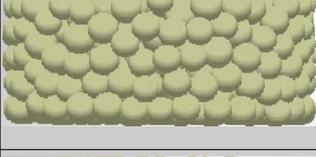
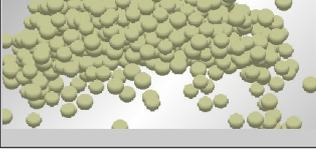
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTOS	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA	2025	860	1165	44095N		5
ABAB	2030	435	1595	45098N		4
ACBC	2023	438	1585	44914N		4
BAAC	2036	10	2026	44740N		1
BBBA	2024	1	2023	44359N		0
BCCB	2037	282	1755	44394N		3
CABB	2030	46	1984	45483N		1
CBCC	2022	1311	711	44536N		8
CCAA	2043	0	2043	44445N		0

Tabla 5.9: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (réplica 1)

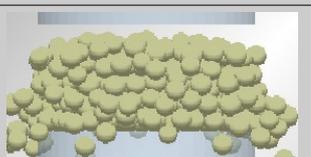
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTOS	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AAAA	2038	858	1180	44410N		5
ABBB	2052	465	1587	41136N		3
ACCC	2014	225	1789	42510N		2
BABC	2013	1134	879	42140N		6
BBCA	2056	6	2050	40588N		1
BCAB	2061	8	2053	41319N		1
CACB	2056	1348	708	41642N		7
CBAC	2060	0	2060	41370N		0
CCBA	2051	0	2051	40523N		0

Tabla 5.10: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (réplica 2)

El ensayo CBCC, que ha resultado ser el mejor, se puede observar en detalle en la figura 5.36

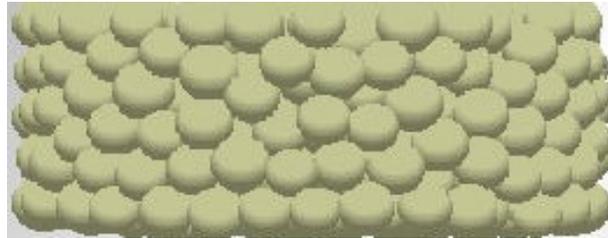


Figura 5.36: Detalle del ensayo CBCC (mejor resultado)

La tabla ANOVA para este diseño es la mostrada en la tabla 5.11.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F _{exp}	p-valor
Filas (NS)	10,33	2	10,50	1,59	0,262
Columnas (SS)	19,00	2	5,17	0,78	0,489
Letras latinas (CNS)	21,00	2	9,50	1,44	0,292
Letras griegas (CSS)	9,33	2	4,67	0,71	0,521
Réplica	0,06	1	0,06	0,01	0,093
Error	52,78	8	6,60		
TOTAL	112,50	17	6,62		

Tabla 5.11: Análisis de la varianza para los ensayos con HM with Bonding (Rango 0)

Realizando el contraste al 5% y comparando los valores de las F_{exp} con el valor de la F teórica ($F_{0,05;2;8} = 4,46$), se concluye que no se puede rechazar ninguna hipótesis de igualdad de efectos. Es decir, no son estadísticamente significativos los efectos de ninguno de los cuatro parámetros analizados.

Dado el amplio rango de valores que pueden tomar los parámetros analizados en este modelo, y puesto que no se observan efectos significativos claros en el DOE realizado, cabe plantearse si los niveles empleados en este experimento son los más adecuados. Por ello, en los siguientes apartados se analizan otros valores de los parámetros analizados, no

tanto para realizar un análisis de efectos, como para evaluar un orden de magnitud que ofrezca modelos más próximos a la realidad.

5.5.1.1.1 Fuerza de compresión

Por último, se muestra la gráfica de fuerzas máximas de compresión respecto al tiempo para este rango de valores (figura 5.37). Salvo el primer dato (AAAA) que sobrepasa los 44000 N, el resto de ensayos quedan comprendidos entre 42500 y 40500, aproximadamente, un poco por debajo del valor de referencia. Por tanto, queda de nuevo de manifiesto que la variación de los parámetros propios del modelo no afectan significativamente a la gráfica del proceso de compresión.

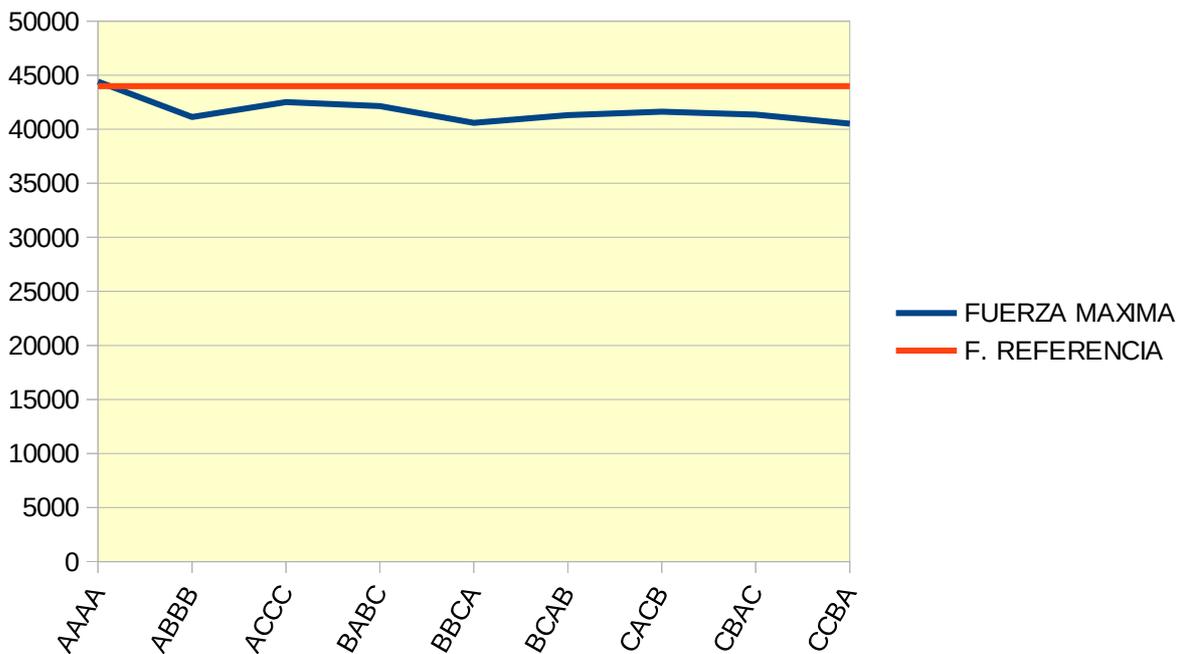


Figura 5.37: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 6)

5.5.1.2 H-M Bonding 1

Tras los resultados obtenidos en el apartado anterior, se modifica el rango de valores para los parámetros de *bonding*, tal como aparece en la tabla 5.12. En este caso, se han utilizado los rangos más altos para todos ellos.

PARÁMETRO	BAJO (A)	MEDIO (B)	ALTO (C)
Normal Stiffness per unit area (N/m ²)	1E+08	1E+10	1E+12
Shear Stiffness per unit area (N/m ²)	1E+08	1E+10	1E+12
Critical Normal Stress (Pa)	1E+08	1E+10	1E+12
Critical Shear Stress (Pa)	1E+08	1E+10	1E+12

Tabla 5.12: Niveles utilizados para los parámetros a analizar (Rango 1)

Los ensayos son denominados como en el primer conjunto de experimentos, pero añadiendo un número (1), el cual hace referencia a que es el primer rango seleccionado. Posteriormente se realizarán ensayos con la misma nomenclatura, pero distinto número, para diferentes rangos de valores para esos mismos parámetros. Ver tabla 5.13.

ENSAYO	AACA1	ABAB1	ACBC1	BAAC1	BBBA1	BCCB1	CABB1	CBCC1	CCAA1
Normal Stiffness per unit area	1E+08	1E+08	1E+08	1E+10	1E+10	1E+10	1E+12	1E+12	1E+12
Shear Stiffness per unit area	1E+08	1E+10	1E+12	1E+08	1E+10	1E+12	1E+08	1E+10	1E+12
Critical Normal Stress	1E+12	1E+08	1E+10	1E+08	1E+10	1E+12	1E+10	1E+12	1E+08
Critical Shear Stress	1E+08	1E+10	1E+12	1E+12	1E+08	1E+10	1E+10	1E+12	1E+08

Tabla 5.13: Parámetros ensayos H-M Bonding (Rango 1)

Para complementar los resultados de los ensayos seleccionados inicialmente, posteriormente a su análisis se han realizado otros ensayos, cuyos valores se observan en la tabla 5.14.

ENSAYO	AAAA1	BBBB1	CCCC1	DDCC1	DDDD1
Normal Stiffness per unit area	1E+08	1E+10	1E+12	1E+14	1E+14
Shear Stiffness per unit area	1E+08	1E+10	1E+12	1E+14	1E+14
Critical Normal Stress	1E+08	1E+10	1E+12	1E+12	1E+14
Critical Shear Stress	1E+08	1E+10	1E+12	1E+12	1E+14

Tabla 5.14: Parámetros ensayos complementarios H-M Bonding (Rango 1)

Los resultados de los ensayos se pueden ver en la tabla 5.15. y 5.16. Con los datos de *Bonding* (enlaces totales, enlaces intactos y enlaces rotos) además de la apariencia física de

la pastilla, se ha dado un valor numérico comprendido entre 0 y 10 (siendo 10 el mejor) al resultado de cada ensayo (columna “VALOR”). Este valor numérico asignado permite graduar la calidad del comprimido y, a pesar de tener una componente subjetiva, como es la apariencia física, resulta muy útil para comparar los ensayos entre sí y proponer otros nuevos que mejoren los anteriores.

En la tabla 5.15 se observa como se han obtenido comprimidos de calidad aceptable (valor: 7/10) como el CBCC1, y con 1320 enlaces intactos. En el polo opuesto está la prueba CABB1 con ningún enlace intacto, y que por tanto, no ha cohesionado, cuya valoración en cuanto a calidad es 0.

BAAC1 y BBBA1 se han calificado con una nota de 6, más por el número de enlaces intactos que por el acabado final, que sería deseable que fuera un poco mejor.

Los ensayos comentados se han completado con otros, mostrados en la tabla 5.16. El ensayo que ha ofrecido la mejor calidad es el CCCC1, y también el que conserva el mayor número de enlaces intactos. Aunque parecería claro que los mejores resultados se obtienen con valores altos de todos los parámetros, como en CCCC1, no es concluyente, ya que, por ejemplo, BCCB1, con mayores valores que BBBA1, sale peor que este. Lo que parece más claro es que valores extremos entre la rigidez normal y tangencial como en ACBC1 y CABB1, da los peores resultados.

Cuando se aumenta por encima de $1e+12$, las tensiones internas impiden los enlaces de las partículas, incluso a valores muy bajos de *Fixed Time Step* (0,1%), como ocurre en los ejemplos DDCC1 y DDDD1, que toman el valor de $D = 1e+14$.

Para completar el estudio se han realizado otros ensayos que se han considerado apropiados, vistos los resultados anteriores.

Como ya se ha comentado, el mejor resultado obtenido es CCCC1, valorado con 8 puntos. La calidad de la pastilla es muy buena estéticamente, pero hubiera sido perfecta con un mayor número de enlaces intactos. En la figura 5.38 se muestra una imagen ampliada de ella. La conformación ha sido muy buena, externamente solo se observan algunas zonas un poco menos compactas.

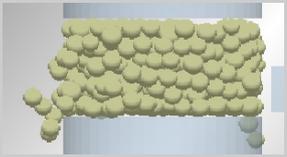
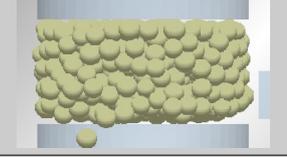
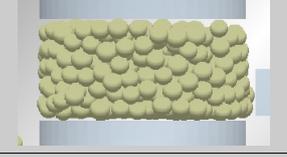
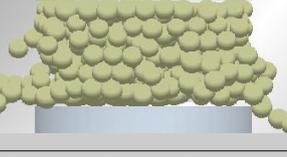
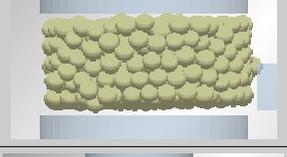
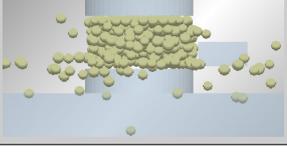
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTO	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA1	2030	857	1173	43478 N		4
ABAB1	2055	471	1584	43526 N		3
ACBC1	2006	220	1786	40140 N		1
BAAC1	2037	1115	922	43238 N		6
BBBA1	2050	1067	983	42275 N		6
BCCB1	2043	781	1262	40565 N		3
CABB1	1067	0	1067	47667 N		0
CBCC1	2030	1320	710	43641 N		7
CCAA1	2025	515	1510	41460 N		3

Tabla 5.15: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 1)

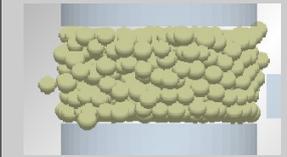
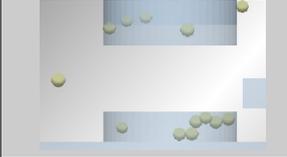
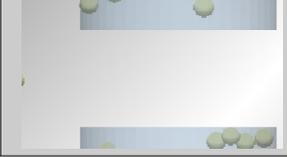
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTO	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AAAA1	2038	806	1232	44596 N		4
BBBB1	2037	989	1048	45251 N		5
CCCC1	2048	1323	725	43209 N		8
DDCC1	0	0	0	0 N		0
DDDD1	0	0	0	0 N		0

Tabla 5.16: Ensayos complementarios Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 1)

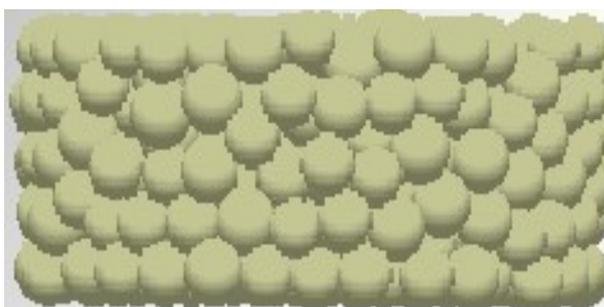


Figura 5.38: Detalle del ensayo CCCC1 (mejor resultado)

En la figura 5.39 se relaciona el número de enlaces intactos con la calidad del comprimido. Para poder comparar ambas curvas al mismo nivel se han utilizado dos ejes de ordenadas: el de la izquierda para la calidad del comprimido (entre 0 y 10) y el de la derecha para el

número de enlaces intactos (entre 0 y 1400). De esta manera se comprueba como ambas curvas prácticamente se siguen. Cuando el número de enlaces intactos baja, la calidad del comprimido también, y viceversa.

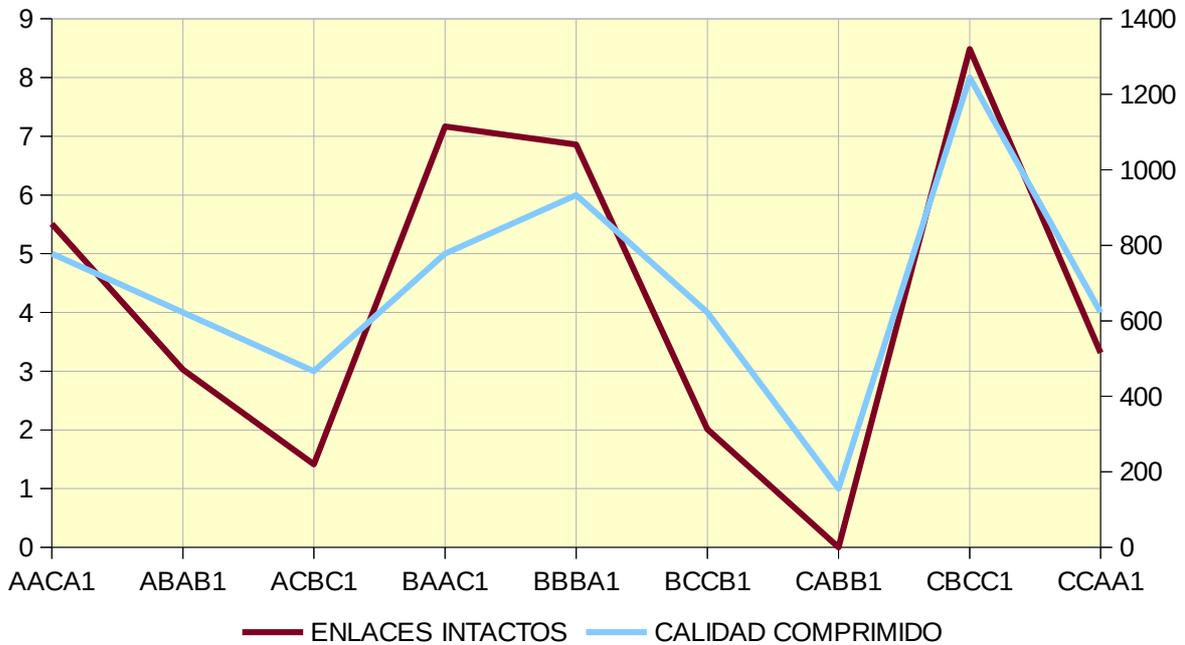


Figura 5.39: Relación entre el n° de enlaces intactos y la calidad del comprimido (Rango 1) - Gráfica 1

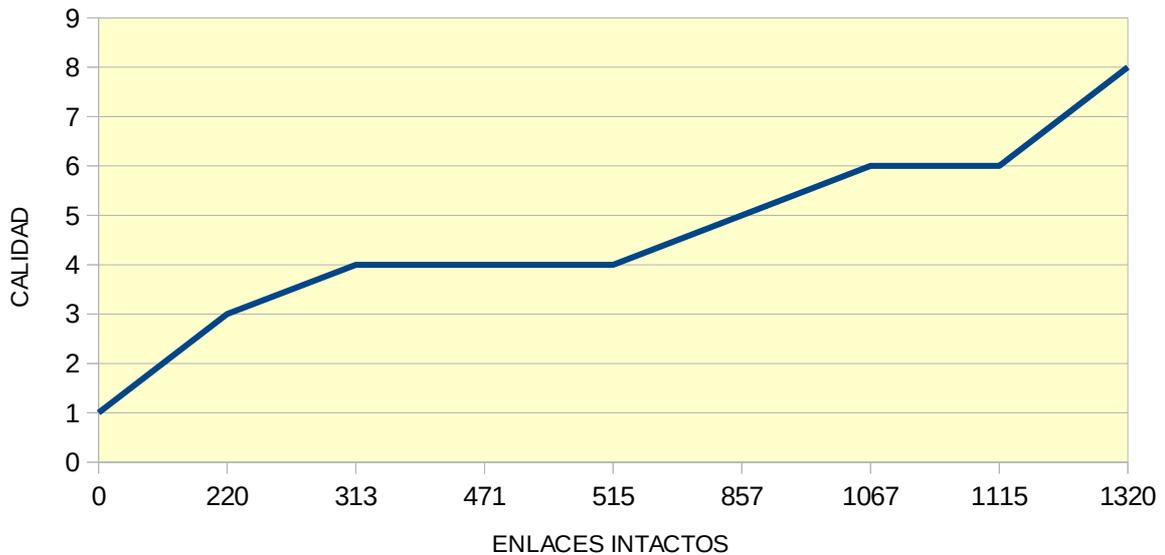


Figura 5.40: Relación entre el n° de enlaces intactos y la calidad del comprimido (Rango 1) – Gráfica 2

También se muestra la gráfica 5.40, donde se compara la evolución de la calidad de la pastilla obtenida (eje de ordenadas) en función del número de enlaces intactos (eje de abscisas). Con esta disposición de los datos se observa claramente como la curva tiene una tendencia creciente, aunque tenga algún estancamiento puntual. A mayor cantidad de enlaces intactos, la calidad del comprimido es superior.

5.5.1.2.1 Fuerza de compresión

Con anterioridad (apartado 5.4) se ha hecho un estudio de la influencia del módulo de corte en la fuerza de compresión y se ha llegado a la conclusión de que ambos factores son directamente proporcionales, conforme aumenta G , crece la fuerza (ver figura 5.35).

Sin embargo, la fuerza también puede depender de otras variables. Para comprobar si depende de los parámetros propios del modelo de contacto que se están estudiando, se ha obtenido el gráfico fuerza-tiempo para todos los ensayos realizados. Solo se va a mostrar para el caso de la pastilla de mejor calidad (ensayo CBCC1), figura 5.41. El dato de fuerza máxima es de 43641,1 N, muy cercano al empleado en la prensa de laboratorio, que es de 44000 N.

Se han obtenido gráficas de fuerza de todos los ensayos, que describen curvas equivalentes, y como sería muy repetitivo colocar todas, se ha creado una gráfica con los valores máximos de fuerza (N) que se ha aplicado en cada caso (ver figura 5.42). La variación no es grande, por lo que se puede considerar que la fuerza máxima no cambia, independientemente de los valores de los parámetros analizados. La posible divergencia entre cada ensayo es debida al azar en la disposición y reordenamiento de las partículas y al diferente momento en que se ha captado la señal de fuerza máxima al comienzo del lapso de tiempo correspondiente.

Hay que tener en cuenta que aunque se ha establecido un “*Target Save Internal*” muy bajo que suministra 1000 datos en cada prueba, en el momento de máxima presión el aumento de la fuerza es muy rápido y dependiendo del momento exacto de captación del valor este puede variar. También cabe recordar que la repetición de ensayos exactamente iguales, debido al azar en la secuencia de contactos, no desemboca en resultados idénticos, sino que pueden diferenciarse hasta en un 10% aproximadamente. Por tanto esas diferencias son totalmente asumibles.

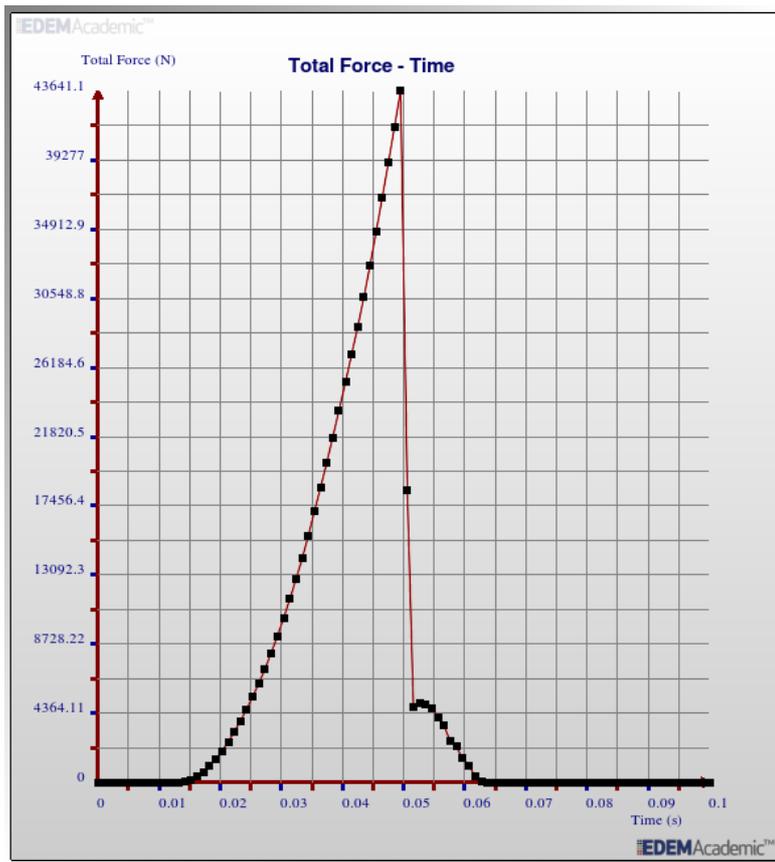


Figura 5.41: Ejemplo de proceso de compresión (Rango 1)

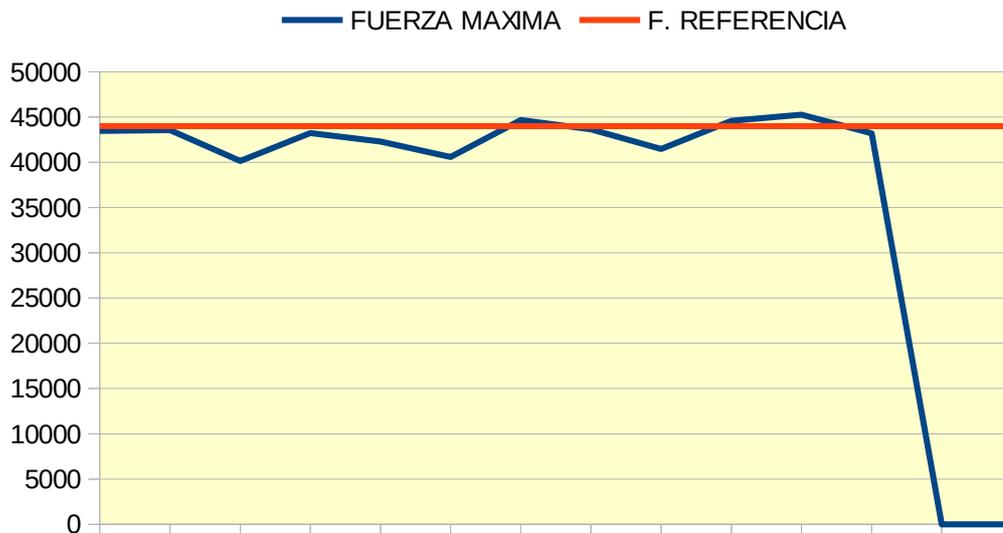


Figura 5.42: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 1)

5.5.1.3 H-M Bonding 2

Tras los ensayos realizados en el apartado anterior, se aplicó a los comprimidos obtenidos el Test de Compresión Diametral, para comprobar su resistencia y analizar como se produce la rotura. Los resultados no han sido los esperados, sino que el esfuerzo resultante para romper la pastilla en la simulación es mucho mayor que el necesario en la realidad. Una de las actuaciones que se pueden llevar a cabo para que la fuerza máxima de rotura disminuya es bajar los valores de *stiffness* y *stress*. Aunque en las pruebas iniciales los mejores resultados se obtenían con altos valores de *stiffnes* y *stress*, cercanos a $1e+12$, como se ha visto para el apartado anterior, también se ha considerado necesario analizar con más detenimiento otras franjas de valores de dichos parámetros, por si se pudiera encontrar mejores resultados. Se va a proceder en este y en próximos apartados a realizar ensayos en todos los rangos posibles de valores, y también combinando estos.

Al igual que para H-M Bonding 1, a los cuatro parámetros se les dan valores bajo, medio y alto (Tabla 5.17):

PARAMETRO	BAJO (A)	MEDIO (B)	ALTO (C)
Normal Stiffness	1E+03	5E+04	1E+06
Shear Stiffness	1E+03	5E+04	1E+06
Critical Normal Stress	1E+03	5E+04	1E+06
Critical Shear Stress	1E+03	5E+04	1E+06

Tabla 5.17: Posibles valores de los parámetros (Rango 2)

Los valores aplicados a las otras variables no han cambiado, son los ofrecidos en la siguiente tabla 5.18. Para más detalle ver tabla 5.4.

	SAL	ACERO
Poisson's Ratio	0,252	0,3
Shear Modulus	7,00E+09	8,10E+10
Density	2170	7850
Coefficient of restitution	0,3	0,4
Coefficient of Static Friction	0,5	0,5
Coefficient of Rolling Friction	0,01	0,01

Tabla 5.18: Valores comunes a todos los ensayos

Los ensayos a realizar son los mostrados en la tabla 5.19.

ENSAYO	AACA2	ABAB2	ACBC2	BAAC2	BBBA2	BCCB2	CABB2	CBCC2	CCAA2
Normal Stiffness per unit area	1E+03	1E+03	1E+03	5E+04	5E+04	5E+04	1E+06	1E+06	1E+06
Shear Stiffness per unit area	1E+03	5E+04	1E+06	1E+03	5E+04	1E+06	1E+03	5E+04	1E+06
Critical Normal Stress	1E+06	1E+03	5E+04	1E+03	5E+04	1E+06	5E+04	1E+06	1E+03
Critical Shear Stress	1E+03	5E+04	1E+06	1E+06	1E+03	5E+04	5E+04	1E+06	1E+03

Tabla 5.19: Parámetros ensayos H-M Bonding (Rango 2)

También se han realizado otros ensayos complementarios a los anteriores, buscando la obtención de mejores resultados (Tabla 5.20).

ENSAYO	CCCC2	CCDD2	DDDD2
Normal Stiffness per unit area	1E+06	1E+06	1E+08
Shear Stiffness per unit area	1E+06	1E+06	1E+08
Critical Normal Stress	1E+06	1E+08	1E+08
Critical Shear Stress	1E+06	1E+08	1E+08

Tabla 5.20: Parámetros ensayos complementarios H-M Bonding (Rango 2)

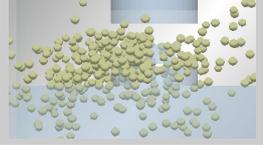
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTO	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA2	2034	5	2029	43950 N		0
ABAB2	2017	6	2011	43520 N		0
ACBC2	2029	119	1910	44528 N		1
BAAC2	2049	7	2042	43148 N		0
BBBA2	2023	28	1995	43173 N		0
BCCB2	2036	132	1904	43300 N		1
CABB2	1995	0	1995	44159 N		0
CBCC2	1998	7	1991	42772 N		0
CCAA2	2037	0	2037	43677 N		0

Tabla 5.21: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 2)

Los resultados obtenidos en los ensayos, y mostrados en la tabla 5.21, son muy malos. Apenas hay enlaces intactos y en ningún caso se consigue la formación de un comprimido.

En la tabla 5.22 se observan los resultados de los ensayos complementarios realizados, en los cuales se ha aumentado el valor de los parámetros, incluso dentro de los correspondientes al rango 1, para refrendar que por debajo de dichos valores ($G < 1e+8$ Pa) no se producen enlaces, como así ha sido.

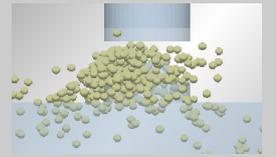
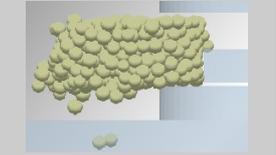
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTO	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
CCCC2	2038	181	1857	43866 N		1
CCDD2	2030	165	1865	44149 N		1
DDDD2	2039	830	1209	43606 N		4

Tabla 5.22: Ensayos complementarios Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 2)

Para que se observe con mayor claridad el resultado obtenido se muestra en la figura 5.43 el ensayo de mejor calidad, CCCC2, aunque ésta es casi nula.

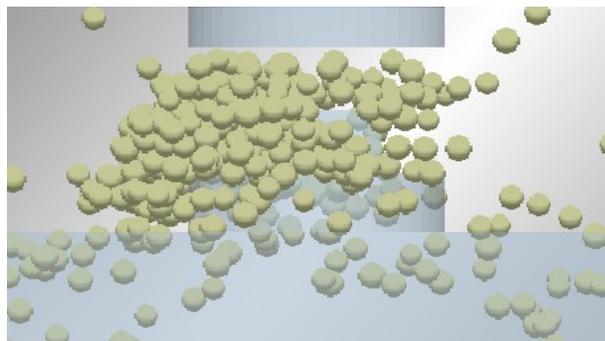


Figura 5.43: Detalle del ensayo CCCC2 (mejor resultado)

5.5.1.3.1 Fuerza de compresión

En esta segunda tanda de pruebas, la gráfica de fuerza del proceso de compresión para el caso de la pastilla de mejor calidad dentro del rango 2 (ensayo CCCC2) se muestra en la figura 5.44. No se ha seleccionado el ensayo DDDD2 porque corresponde a unos valores propios del rango 1 (equivaldría a AAAA1). Todas las demás gráficas cumplen el mismo patrón, por lo que no se muestran, y se ha creado una gráfica con los valores máximos de fuerza (N) que se ha aplicado en cada caso. La variación no es grande, menor que en los ensayos anteriores, por lo que se puede considerar que la fuerza máxima es casi constante, independientemente de los valores de los demás parámetros.

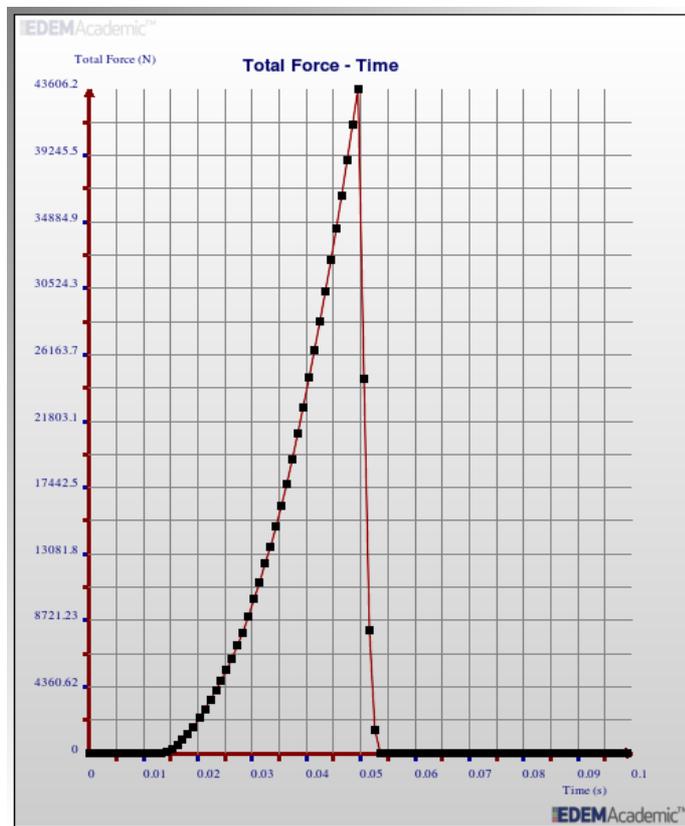


Figura 5.44: Ejemplo de proceso de compresión (Rango 2)

En la figura 5.45 se ve como la fuerza máxima de compresión de cada uno de los ensayos, a pesar de que no se haya conseguido ningún comprimido, es prácticamente constante y coincide con el valor de referencia de 44000 N.

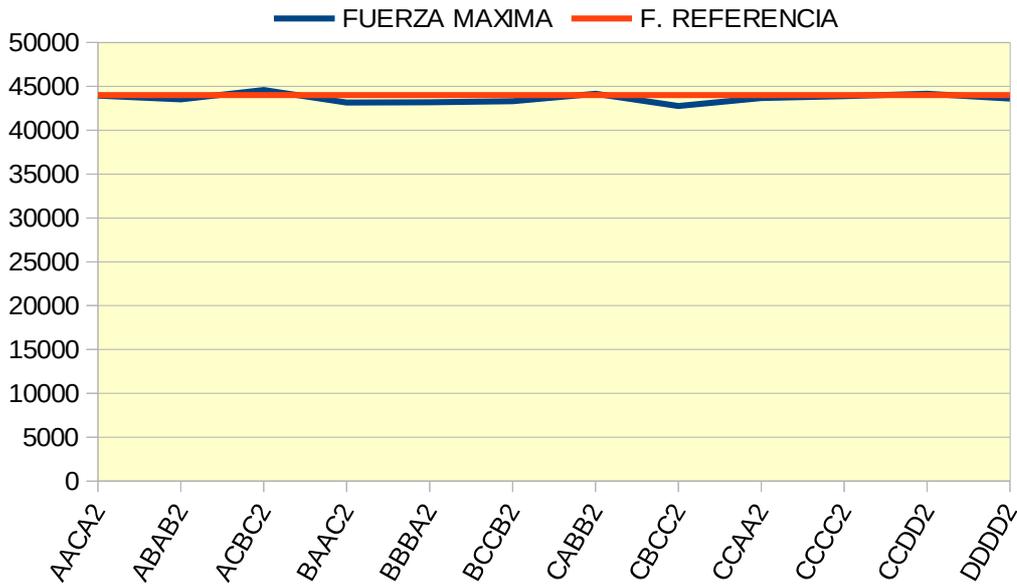


Figura 5.45: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 2)

5.5.1.4 H-M Bonding 3

Vistos los resultados de las dos tandas anteriores y sabiendo que el valor de *stiffness* y *stress* para el primer caso es demasiado elevado para obtener unos valores de diametral test adecuados, parece que los valores más adecuados son los cercanos a AAAA1 y DDDD2. Se intuye que lo que marca el resultado es que el valor de *Normal* y *Shear Stiffness* sea $1e+8$ aproximadamente o superior. Si se baja a $1e+6$ con diferentes valores de *stress*, empeora. En $1e+10$ todo vuelve a mejorar. Por tanto, ahora el rango elegido se centra en los valores cercanos a $1e+8$, pero con un intervalo menor que en los casos anteriores, para poder estudiarlos con más detalle.

Igualmente, selecciono cuatro parámetros y les doy valores bajo, medio y alto, lo que se va contemplar en la siguiente tabla 5.23:

PARAMETRO	BAJO (A)	MEDIO (B)	ALTO (C)
Normal Stiffness	1E+07	1E+08	1E+09
Shear Stiffness	1E+07	1E+08	1E+09
Critical Normal Stress	1E+07	1E+08	1E+09
Critical Shear Stress	1E+07	1E+08	1E+09

Tabla 5.23: Posibles valores de los parámetros (Rango 3)

Se fijan todos los parámetros menos los del bonding. La máxima velocidad cuasiestática sigue siendo: 0,04 mm/min, $G= 7e+9$ y el resto de valores se pueden ver en la tabla 5.24, o con más detalle en la tabla 5.4.

	SAL	ACERO
Poisson's Ratio	0,252	0,3
Shear Modulus	7,00E+09	8,10E+10
Density	2170	7850
Coefficient of restitution	0,3	0,4
Coefficient of Static Friction	0,5	0,5
Coefficient of Rolling Friction	0,01	0,01

Tabla 5.24: Valores comunes a todos los ensayos

Los ensayos a realizar son los mostrados en la tabla 5.25

ENSAYO	AACA3	ABAB3	ACBC3	BAAC3	BBBA3	BCCB3	CABB3	CBCC3	CCAA3
Normal Stiffness per unit area	1E+07	1E+07	1E+07	1E+08	1E+08	1E+08	1E+09	1E+09	1E+09
Shear Stiffness per unit area	1E+07	1E+08	1E+09	1E+07	1E+08	1E+09	1E+07	1E+08	1E+09
Critical Normal Stress	1E+09	1E+07	1E+08	1E+07	1E+08	1E+09	1E+08	1E+09	1E+07
Critical Shear Stress	1E+07	1E+08	1E+09	1E+09	1E+07	1E+08	1E+08	1E+09	1E+07

Tabla 5.25: Parámetros ensayos H-M Bonding (Rango 3)

También se han realizado otros ensayos complementarios a los anteriores, buscando la obtención de mejores resultados (Tabla 5.43).

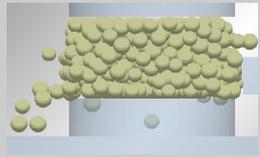
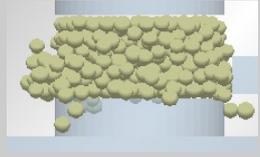
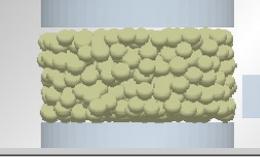
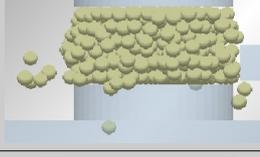
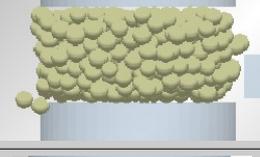
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTO	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA3	2054	613	1441	40635 N		5
ABAB3	2042	516	1526	41723 N		4
ACBC3	2031	375	1656	43147 N		3
BAAC3	2029	982	1047	40766 N		7
BBBA3	2043	823	1220	41963 N		5
BCCB3	2037	609	1428	40281 N		4
CABB3	2048	975	1073	41474 N		5
CBCC3	2045	1057	988	41045 N		8
CCAA3	2048	849	1199	43607 N		5

Tabla 5.26: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 3)

En las tabla 5.26 se han obtenido los resultados de los ensayos del rango 3. En este caso, los resultados son buenos. Para todos los ensayos los comprimidos se han conformado, en algunos caso (ACBC3) con poca consistencia, pero en otros (CBCC3) muy bien.

No se puede sacar una conclusión clara sobre como afectan los parámetros al resultado final, ya que los datos obtenidos no siguen ninguna directriz. Por ejemplo, se sigue manteniendo, al igual que en el rango 1, que para valores opuestos (A y C) entre rigidez (stiffness) normal y tangencial el comprimido es de mala calidad, como ocurre para el ensayo ACBC3, y en menor medida en CABB3. El ensayo BCCB3 tampoco ha dado una pastilla correcta, al igual que BCCB1, por lo que si parece que las relaciones relativas entre los parámetros dan resultados semejantes, aunque no es posible obtener una regla que permita predecir estos.

En la tabla 5.27 se pueden ver los resultados de los ensayos complementarios al rango 3 realizados. Se podía esperar que el ensayo CCCC3 diera mejor comprimido que el ensayo CBCC3, o por lo menos no peor. Sin embargo, no ha sido así. El ensayo se ha vuelto a repetir por si fuera un fallo de configuración, pero los resultados han seguido siendo los mismos.

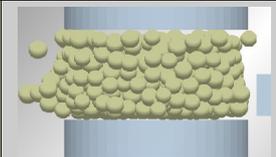
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTO	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AAAA3	2032	675	1357	43812 N		4
CCCC3	2051	903	1148	41456 N		5
DDDD3	2037	989	1048	45251 N		5

Tabla 5.27: Ensayos complementarios Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 3)

El ensayo que mejor comprimido ha dado es el CBCC3, con el mayor número de enlaces intactos, 1057, y el mejor acabado superficial. En la figura 5.46, se puede apreciar a una escala mayor. Aunque no es perfecto, ya que presenta algunas irregularidades en la geometría debido a que se ha expandido un poco durante la expulsión de la matriz, si que es suficientemente bueno.

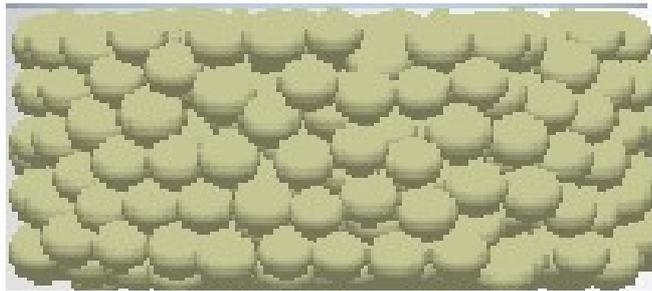


Figura 5.46: Detalle del ensayo CBCC3 (mejor resultado)

5.5.1.4.1 Fuerza de compresión

El mejor resultado es para el ensayo CBCC3 que además de la calidad superficial (no tiene partículas desprendidas), tiene los mejores valores de bonding. Su gráfica de fuerza máxima (figura 5.47) representa una curva típica del proceso de compresión, sin ningún punto discordante. El resto de gráficas de compresión de los otros ensayos siguen el mismo patrón que ésta, variando el valor máximo de manera poco significativa entre todas, lo cual es conveniente.

La gráfica 5.48 da las fuerzas máximas para los diferentes ensayos. El resultado es similar a las anteriores pruebas y permanece casi constante, aunque un poco más bajos que el valor de referencia que es 44000 N. Esto no es especialmente problemático debido a la aceptación de las posibles diferencias entre ensayos ya reseñadas.

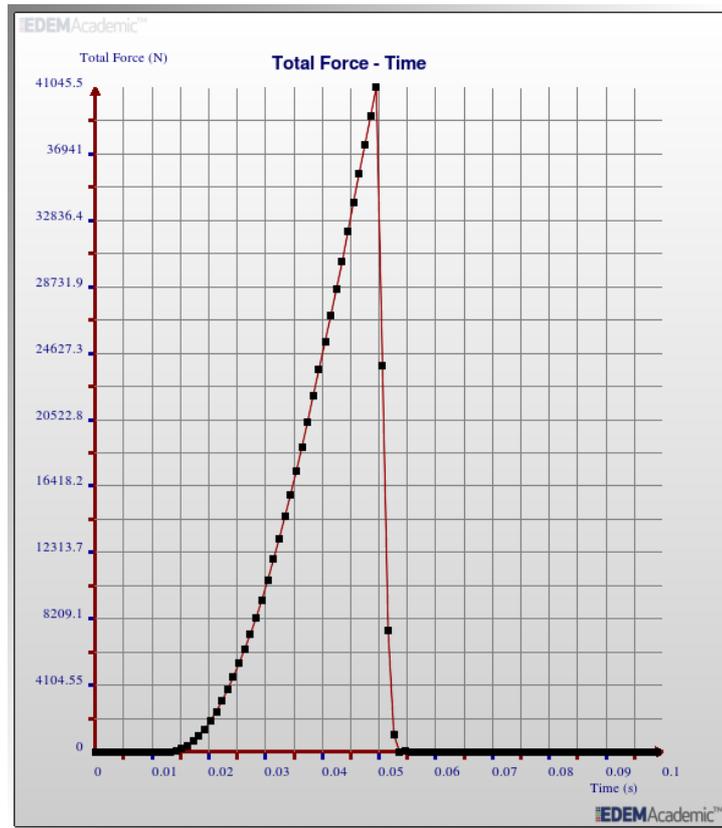


Figura 5.47: Ejemplo de proceso de compresión (Rango 3)

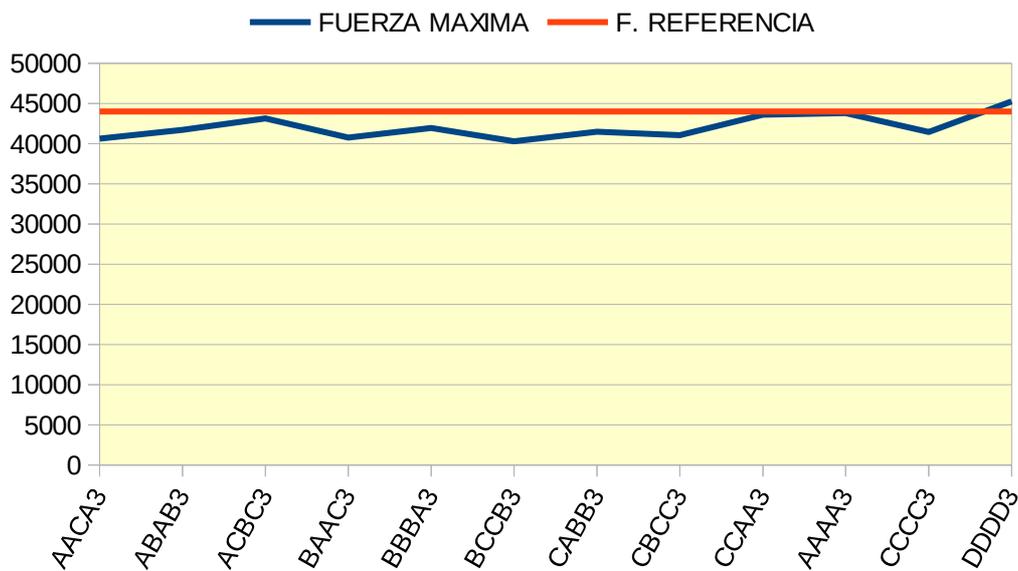


Figura 5.48: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 3)

5.5.1.5 H-M Bonding 4

Una vez abarcado todo el posible rango de valores, desde $1e+3$ hasta $1e+14$, pero adoptando los mismos tanto para *Stiffness* como para *Critical Stress*, en los siguientes apartados se van a combinar diferentes rangos para cada uno de ellos. En este caso se asocia *Normal Stiffness* y *Shear Stiffness* al tramo de valores altos ya ensayados, mientras que *Critical Normal Stress* y *Critical Shear Stress* se asocian a los valores más bajos. De esta manera se intenta cubrir todas las posibilidades (ver tabla 5.28)

PARAMETRO	BAJO (A)	MEDIO (B)	ALTO (C)
Normal Stiffness	1E+08	1E+10	1E+12
Shear Stiffness	1E+08	1E+10	1E+12
Critical Normal Stress	1E+03	5E+04	1E+06
Critical Shear Stress	1E+03	5E+04	1E+06

Tabla 5.28: Posibles valores de los parámetros (Rango 4)

En cuanto al resto de parámetros ya se ha comentado que se utilizan los mismos para todos los ensayos, y se pueden ver en la tabla 5.4

Los ensayos a realizar son los mostrados en la tabla 5.29

ENSAYO	AACA4	ABAB4	ACBC4	BAAC4	BBBA4	BCCB4	CABB4	CBCC4	CCAA4
Normal Stiffness	1E+08	1E+08	1E+08	1E+10	1E+10	1E+10	1E+12	1E+12	1E+12
Shear Stiffness	1E+08	1E+10	1E+12	1E+08	1E+10	1E+12	1E+08	1E+10	1E+12
Critical Normal Stress	1E+06	1E+03	5E+04	1E+03	5E+04	1E+06	5E+04	1E+06	1E+03
Critical Shear Stress	1E+03	5E+04	1E+06	1E+06	1E+03	5E+04	5E+04	1E+06	1E+03

Tabla 5.29: Ensayos con HM with Bonding (Rango 4)

Los resultados de dichos ensayos se pueden observar en la tabla 5.30. Queda muy claro que no son unos valores de parámetros acertados para la simulación de la fabricación de comprimidos, ya que ninguno de ellos ha resultado eficaz. Ninguno ha sido capaz de crear ni un solo enlace, por lo que al retirarse la matriz, las partículas se desmoronan y fluyen como si fueran esferas a granel, sin ningún tipo de cohesión.

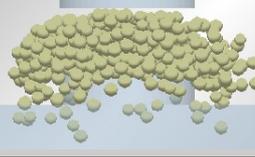
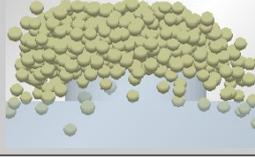
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTO	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA4	2039	0	2039	41688,7N		0
ABAB4	2035	0	2035	44881,3N		0
ACBC4	2055	0	2055	41635,2N		0
BAAC4	2062	0	2062	43434,2N		0
BBBA4	2052	0	2052	42374,1N		0
BCCB4	2034	0	2034	44450,1N		0
CABB4	2038	0	2038	44902,5N		0
CBCC4	2047	0	2047	43152,8N		0
CCAA4	2042	0	2042	43976,3N		0

Tabla 5.30: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (Rango 4)

Esto es debido a que, como queda demostrado aquí, no se pueden tomar valores muy diferentes entre *Stiffness* y *Critical Stress*. En este caso se han tomado los datos más extremos, pero, aunque se admitan diferencia entre ellos, no deben ser un margen tan amplio. En los próximos ensayos se van a seguir combinando diferentes datos, ya usados anteriormente, para ver como se comportan.

5.5.1.5.1 Fuerza de compresión

A pesar de que no compacten, el proceso de compresión se ha realizado igualmente, por lo que se puede obtener la gráfica de fuerza respecto al tiempo. Al ser todas muy semejantes entre si, no se va a volver a mostrar un ejemplo individual (se puede ver la figura 5.47 como referencia), pero si el valor máximo de cada ensayo, representado en al figura 5.49. Sigue obteniéndose valores cercanos al de referencia, con variaciones propias de la naturaleza del programa informático utilizado y de la aleatoriedad de las simulaciones, como se ha justificado en repetidas ocasiones.

Tampoco es necesario ver una imagen ampliada del resultado de ninguna simulación, ya que todas han sido infructuosas, y solo se puede observar un conjunto de partículas desbordándose por los bordes del punzón inferior.

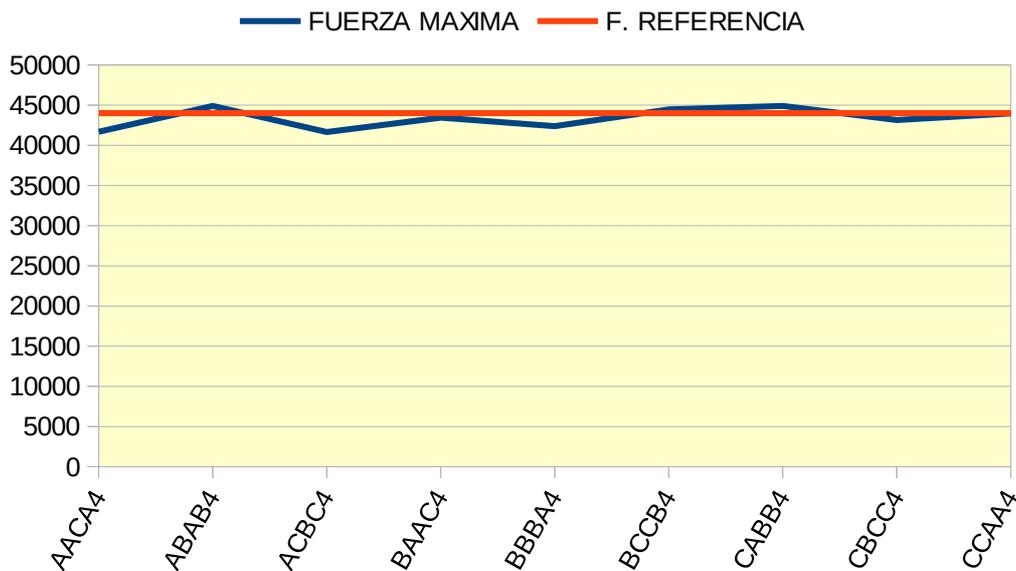


Figura 5.49: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 4)

5.5.1.6 H-M Bonding 5

En el presente apartado se van a combinar valores altos para *Stiffness* y medios para *Critical Stress*, tal y como se puede apreciar en la tabla 5.31.

PARAMETRO	BAJO (A)	MEDIO (B)	ALTO (C)
Normal Stiffness	1E+10	1E+11	1E+12
Shear Stiffness	1E+10	1E+11	1E+12
Critical Normal Stress	1E+07	1E+08	1E+09
Critical Shear Stress	1E+07	1E+08	1E+09

Tabla 5.31: Posibles valores de los parámetros (Rango 5)

En cuanto al resto de parámetros ya se ha comentado que se utilizan los mismos para todos los ensayos, y se pueden ver en la tabla 5.24.

Los ensayos a realizar son los mostrados en la tabla 5.32

ENSAYO	AACA5	ABAB5	ACBC5	BAAC5	BBBA5	BCCB5	CABB5	CBCC5	CCAA5
Normal Stiffness	1E+10	1E+10	1E+10	1E+11	1E+11	1E+11	1E+12	1E+12	1E+12
Shear Stiffness	1E+10	1E+11	1E+12	1E+10	1E+11	1E+12	1E+10	1E+11	1E+12
Critical Normal Stress	1E+09	1E+07	1E+08	1E+07	1E+08	1E+09	1E+08	1E+09	1E+07
Critical Shear Stress	1E+07	1E+08	1E+09	1E+09	1E+07	1E+08	1E+08	1E+09	1E+07

Tabla 5.32: Ensayos con HM with Bonding (Rango 5)

Los resultados obtenidos de los ensayos (tabla 5.33) son diversos. La mayoría no cohesionan, o lo hacen con poca intensidad (pocos enlaces intactos), sin embargo, una de las combinaciones resultantes tiene buena calidad (CBCC5), con un alto número de enlaces intactos (1307) y un buen acabado superficial. Aunque no sea excelente, si que es válido. Los valores de los parámetros de este ensayo son los más altos, siguiendo las directrices de los mejores resultados obtenidos con otras combinaciones, donde también CBCC1 o CBCC3 han sido las mejores soluciones. Tampoco se pueden sacar conclusiones claras sobre como son los resultados según la evolución de los parámetros.

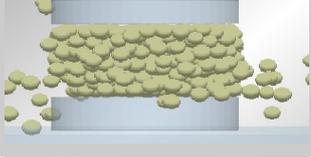
ENSAYO	ENLACES TOTALES	ENLACES INTACTO	ENLACES ROTOS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA5	2049	903	1146	39888,8N		4
ABAB5	2050	613	1437	43195,9N		3
ACBC5	2047	186	1861	40209,4N		2
BAAC5	2047	40	2007	46197,4N		1
BBBA5	2058	0	2058	41271N		0
BCCB5	2058	193	1865	40451N		2
CABB5	1642	1	1641	47262N		0
CBCC5	2055	1307	748	40580N		7
CCAA5	2061	0	2061	39856N		0

Tabla 5.33: Ensayos Hertz-Mindlin with Bonding (rango 5)

El mejor resultado, que es CBCC5 se muestra en la figura 5.50

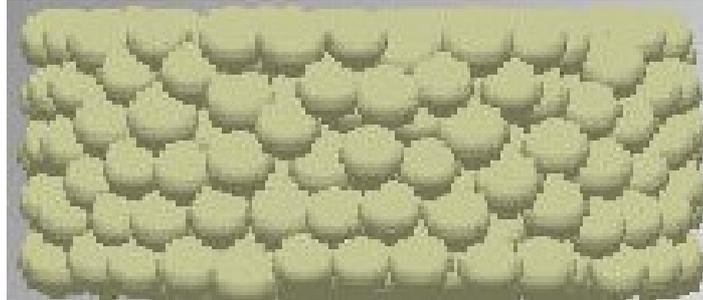


Figura 5.50: Detalle del ensayo CBCC5 (mejor resultado)

5.5.1.6.1 Fuerza de compresión

Para cada ensayo se ha realizado la gráfica de compresión que relaciona la fuerza en el punzón superior con el tiempo. El valor máximo, fuerza máxima de compresión, se muestra en la figura 5.51. En este rango de valores, aunque todos los datos se mantienen cercanos al valor de referencia, 44000 N, que es la fuerza máxima que se aplica en el proceso real de compresión en la máquina de laboratorio, si que muestran una mayor desviación que en todos los ensayos anteriores. A pesar de ello, el “error” máximo cometido oscila en torno al 10%, lo cual es asumible.

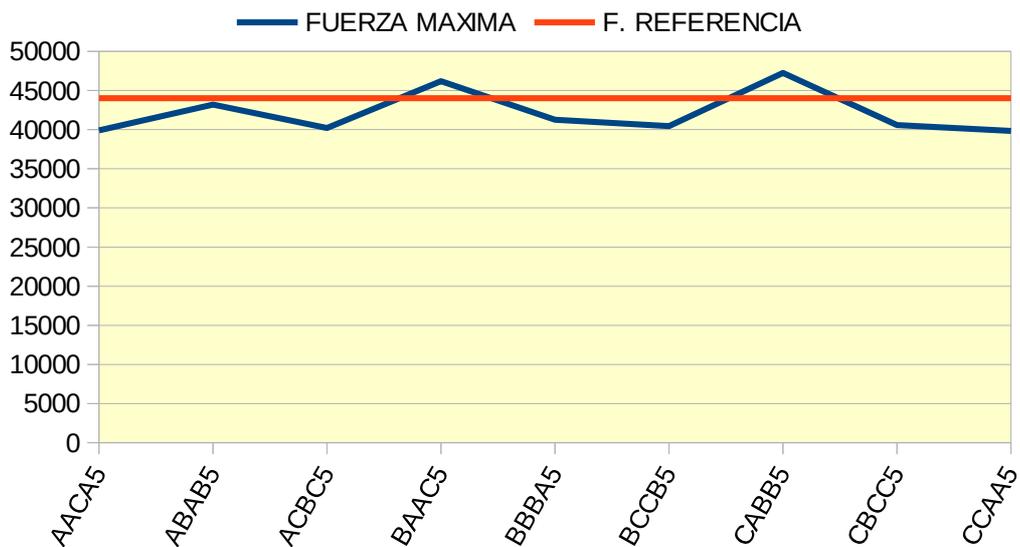


Figura 5.51: Gráfica de fuerzas máximas en los ensayos (Rango 5)

5.5.1.7 Conclusiones al modelo Hertz-Mindlin with Bonding

Después de analizar todos los ensayos realizados, para los diferentes rangos de datos, se puede llegar a las siguientes conclusiones:

- Este modelo ofrece resultados razonablemente buenos en cuanto a la compresión de comprimidos. Sin embargo, no es capaz de reproducir fielmente el valor de la fuerza de rotura, obteniéndose siempre valores excesivamente altos.
- En todos los ensayos se obtiene un valor de fuerza de compresión máxima muy parecida, en torno a 44000N, porque se ha configurado la velocidad y *Shear Modulus* para que así sea. Los parámetros propios del modelo prácticamente no afectan al valor de la fuerza.
- Los valores altos de *stiffnes* y *stress*, del orden de $1e+12$, dan buenos resultados, aunque con algunas combinaciones de valores medios también sale una pastilla aceptable. Por tanto no es una regla concluyente.
- Valores opuestos entre *Normal Stiffness* y *Shear Stiffnes* da los peores resultados
- No es posible obtener resultados válidos con valores de *stiffness* y *stress* superiores a $1e+13$ ni inferiores a $1e+7$. Ni tampoco con valores altos de uno, pero bajos de otro.
- El numero de enlaces intactos está directamente relacionado con la calidad del comprimido obtenido. A mayor número de enlaces intactos, mejor calidad.

5.5.2 *Hertz-Mindlin with JKR Cohesion*

Una vez realizados todos los ensayos necesarios con el modelo *Hertz-Mindlin with Bonding* se va a someter a estudio a los otros modelos que son capaces de crear cohesión.

El *Hertz-Mindlin with JKR* tiene el inconveniente de que con él no es posible capturar la historia de las fuerzas a que ha sido sometido el material para formar la pastilla. Esto va a ser un problema al aplicar posteriormente el test de compresión diametral para romper el comprimido.

En la simulación, en el momento justo en el que se aplica la cohesión, se ha visto que las

partículas se solapan y que la pastilla se concentra, ocupando menos volumen que con otros modelos. Por eso se ha aumentado el número de partículas para compensar la reducción de volumen. Se ha ido experimentando hasta llegar al número adecuado, 830 partículas, mayor que las necesarias para el método anterior.

En este modelo no hay enlaces (*bonding*), como si lo había en el anterior. Lo que se produce es una cohesión entre partículas, pero el *software* no facilita un dato sobre la calidad de dicha cohesión. Se puede obtener el número de contactos entre partículas, pero que exista contacto no garantiza que haya cohesión.

Solo un parámetro controla este modelo: Surface Energy, y exclusivamente para la interacción partícula-partícula. Para la interacción partícula-geometría no se puede configurar ninguna variable. En la tabla 5.34 se muestra el rango de valores que puede adoptar, y que como se puede observar, es amplísimo.

INTERACCION	PARAMETRO	RANGO	VALOR
Particle to Particle	SURFACE ENERGY	-1e+300 – 1e+300	A estudiar
Particle to Geometry	ninguno	-----	

Tabla 5.34: Parámetros del modelo Hertz-Mindlin with JKR Cohesion

Además, es necesario introducir los valores adecuados para los parámetros propios de los materiales utilizados, sal y acero (ver capítulo 4). En la tabla 5.35 aparecen éstos junto al rango posible y a los valores utilizados, o en su caso, que se van a estudiar. También hubiera sido deseable analizar el *Coefficient of Rolling Friction* junto a los otros parámetros seleccionados, pero había que restringirse a un máximo número de 4, por lo que se le ha aplicado un valor standard, y en caso de necesidad se harían ensayos complementarios.

Como para el modelo anterior se han seleccionado los cuatro parámetros de mayor sensibilidad, indicados como “A estudiar” en las tablas anteriores y se le han aplicado valores bajos, medios y altos, tal y como aparecen en la tabla 5.36.

PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	MATERIAL	VALOR
Poisson ratio	0 – 0,5	adimensional	ACERO	0,3
			SAL	0,25
Shear Modulus	1e+06 – 1e+14	Pa	ACERO	8,1E+10
			SAL	A estudiar
Density	0 – 1e+06	Kg/m ³	ACERO	7850
			SAL	2170
Coeff. of restitution	0,0001-1	adimensional	ACERO-ACERO	0,94
			ACERO-SAL	0,4
			SAL-SAL	A estudiar
Coef. Static Friction	0-100	adimensional	ACERO-ACERO	0,74
			ACERO-SAL	0,5
			SAL-SAL	A estudiar
Coef. Rolling Friction	0-100	adimensional	ACERO-ACERO	0,001
			ACERO-SAL	0,01
			SAL-SAL	0,01

Tabla 5.35: Parámetros de los materiales utilizados en EDEM

PARAMETRO	BAJO (A)	MEDIO (B)	ALTO (C)
SE: Surface Energy	10	1E+03	1E+06
SM: Shear Modulus	1E+06	4E+08	8E+10
CR: Coeff. Of Restitution	0,1	0,5	0,9
CF: Coeff. Static Friction	0,1	0,5	1

Tabla 5.36: Posibles valores de los parámetros analizados

Existe la posibilidad de calcular Surface Energy utilizando la siguiente ecuación

$$\text{Surface energy} = 2/3 \text{ Critical normal stress} * \text{Bonded disk radius}^2 / \text{radio} \quad \text{Ec. 5.1}$$

Sin embargo, los resultados obtenidos son excesivamente grandes y no han sido capaces de crear un comprimido, como se ha comprobado en los ensayos previos con este modelo. Por

tanto, se ha decidido analizarlo junto a los otros parámetros reseñados en la tabla 5.37. Para una mejor visualización se han coloreado las celdas de amarillo, naranja o rojo, según sean valores bajo, medio o alto respectivamente.

De nuevo, el efecto de los parámetros seleccionados en la creación del comprimido se analiza mediante un diseño en cuadrado greco-latino replicado. La matriz de experimentos es la misma que la empleada en el modelo anterior (ver tabla 5.7): en este caso, los parámetros *surface energy*, *shear modulus*, *coefficient of restitution* y *coefficient of static friction* son asignados a filas, columnas, letras latinas y letras griegas, respectivamente. En la tabla 5.37 se muestran las combinaciones de parámetros a ensayar.

ENSAYO	AACA	ABAB	ACBC	BAAC	BBBA	BCCB	CABB	CBCC	CCAA
Surface Energy	10	10	10	1E+3	1E+3	1E+3	1E+6	1E+6	1E+6
Shear Modulus	1E+6	4E+8	8E+10	1E+6	4E+8	8E+10	1E+6	4E+8	8E+10
Coeff. of restitution	0,9	0,1	0,5	0,1	0,5	0,9	0,5	0,9	0,1
Coef. Static Friction	0,1	0,5	1	1	0,1	0,5	0,5	1	0,1

ENSAYO	AAAA	ABBB	ACCC	BABC	BBCA	BCAB	CACB	CBAC	CCBA
Surface Energy	10	10	10	1E+3	1E+3	1E+3	1E+6	1E+6	1E+6
Shear Modulus	1E+6	4E+8	8E+10	1E+6	4E+8	8E+10	1E+6	4E+8	8E+10
Coeff. of restitution	0,1	0,5	0,9	0,5	0,9	0,1	0,9	0,1	0,5
Coef. Static Friction	0,1	0,5	1	1	0,1	0,5	0,5	1	0,1

Tabla 5.37: Ensayos con Hertz-Mindlin with JKR Cohesion (réplica 1 -arriba- y 2 -abajo-)

Se ha observado que para altos valores de *Surface Energy*, si se aplica el modelo al principio, la matriz no se llena bien, las partículas se separan de las paredes, o si se aplica una vez confinadas entre los punzones, las partículas se contraen todavía más. Para valores bajos, la pastilla se expande más o menos. Para comprobar esto se realizaron tres pruebas diferentes:

- Se aplica el modelo cuando están confinadas totalmente. Si la intención es solo obtener un comprimido bien conformado, es el mejor de los tres casos y no se expande. Fuerza: 3 N
- Se aplica el modelo en el instante 0, antes de crear las partículas. Sale peor y no llena bien la matriz. Se expande en la descompresión. Fuerza: 4,4 N.
- Se aplica el modelo cuando las partículas se han amontonado, pero justo antes

de la compresión máxima. Se llena y comprime bien, pero en la descompresión se expande. El resultado es el intermedio entre las anteriores, pero quizás el más real, por eso se ha utilizado este método en todos los ensayos. Fuerza: 3,61N,

Los resultados obtenidos de esta primera tanda de ensayos se pueden analizar en las tablas 5.38 y 5.39, donde se muestra la fuerza máxima empleada en el proceso de compresión por el punzón superior, una imagen del comprimido obtenido y la valoración que se le ha asignado según su calidad.

En la primera réplica, el mejor ensayo ha resultado ser BCCB, que produce un comprimido de muy buena calidad, seguido de ABAB. Sin embargo tres ensayos no han conseguido cohesionar las partículas, desapareciendo éstas. El resto han sido mediocres o malos.

En el ensayo CCAA se ve como la pastilla se ha concentrado, produciéndose un gran solapamiento de partículas, lo que da un mal acabado superficial.

El valor de la fuerza ha resultado ser muy dispar, desde valores muy bajos de pocas unidades, hasta valores muy grandes, como el de BCCB que da 481600 N, que es más de 10 veces superior al valor empleado en la prensa del laboratorio. Esto es debido a que se han utilizado diferentes valores de módulo de corte (*Shear Modulus*) y a mayor sea este, mayor es la fuerza resultante. Para respaldar esta aseveración se hizo el siguiente experimento con varios ensayos, que se reflejan en el siguiente ejemplo. Para *Shear Modulus* igual a $8e+10$ se ha obtenido una fuerza máxima de 142773 N, que es muy grande comparada con la de la prensa del laboratorio (44000 N). La relación entre los dos datos de fuerza es de 3,24 veces. Aplicando esta misma relación al *Shear Modulus* utilizado se obtiene un nuevo valor de $2,47e+10$. Tras realizar un nuevo ensayo con ese dato se obtiene una fuerza máxima de 47362 N, un poco mayor pero dentro de un margen razonable. Por lo tanto, la variación de *Shear Modulus* es prácticamente proporcional a la variación de la fuerza máxima.

En la segunda réplica, ABBB y BCAB han resultado ser los ensayos mejores, con unos comprimidos bien conformados, y cuyos valores de fuerza son opuestos, bajo para el primero (2485 N) y muy alto para el segundo (501355 N). Esto demuestra que para este modelo el valor de la fuerza no es determinante.

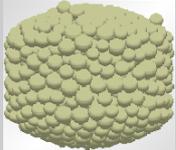
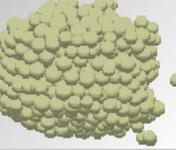
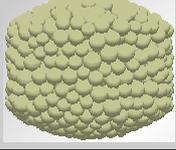
ENSAYO	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA	5,23 N		4
ABAB	917,25 N		7
ACBC	45435 N		3
BAAC	0 N		0
BBBA	3850 N		5
BCCB	481600 N		9
CABB	0 N		0
CBCC	0 N		0
CCAA	320999 N		4

Tabla 5.38: Ensayos Hertz-Mindlin with JKR cohesion (réplica 1)

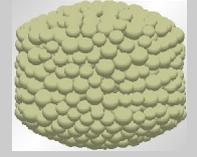
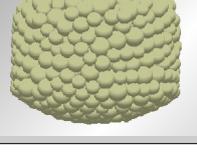
ENSAYO	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AAAA	3,37 N		4
ABBB	2485 N		8
ACCC	38899 N		2
BABC	0 N		0
BBCA	3976 N		5
BCAB	501355 N		8
CACB	0 N		0
CBAC	0 N		0
CCBA	460208 N		5

Tabla 5.39: Ensayos Hertz-Mindlin with JKR cohesion (réplica 2)

El mejor resultado obtenido ha sido el ensayo BCCB, que se muestra en la figura 5.52

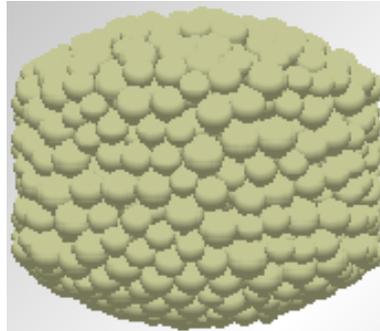


Figura 5.52: Detalle del ensayo BCCB (mejor resultado)

En cuanto a la relación entre la fuerza de compresión y la calidad de los comprimidos, se puede analizar en las figuras 5.53 (primera réplica) y 5.54 (segunda réplica). En general, se cumple que la calidad de la pastilla sigue un recorrido semejante al de la fuerza máxima de compresión. En los dos primeros ensayos, también es así, aunque no se pueda apreciar por el bajo valor que toma la fuerza.

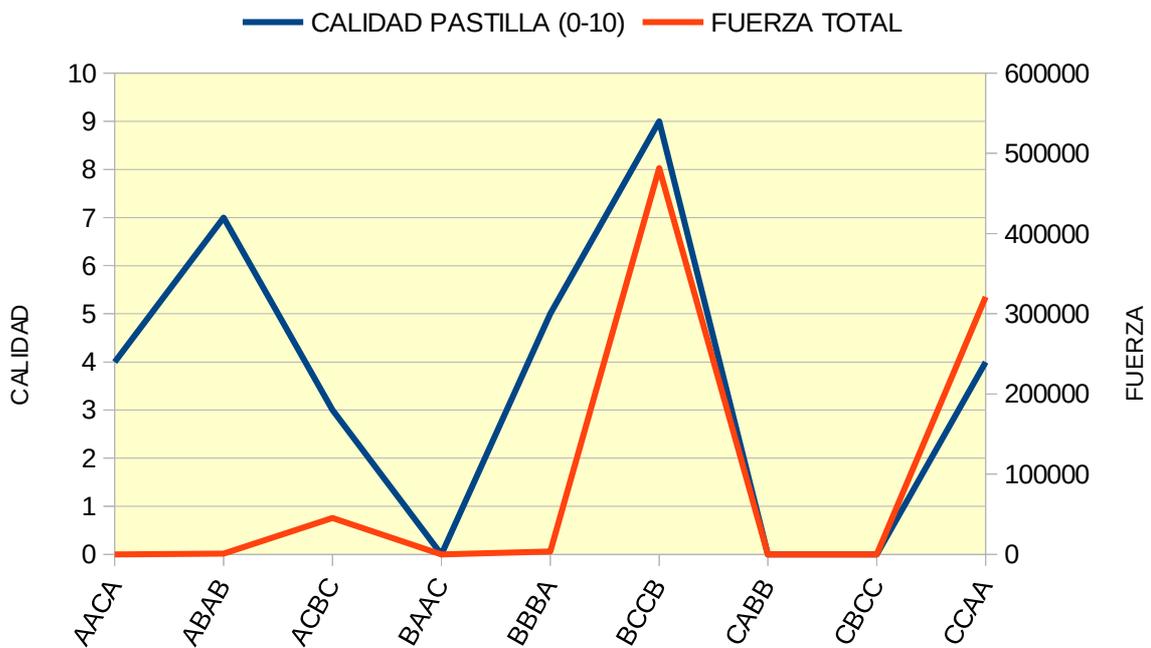


Figura 5.53: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (réplica 1)

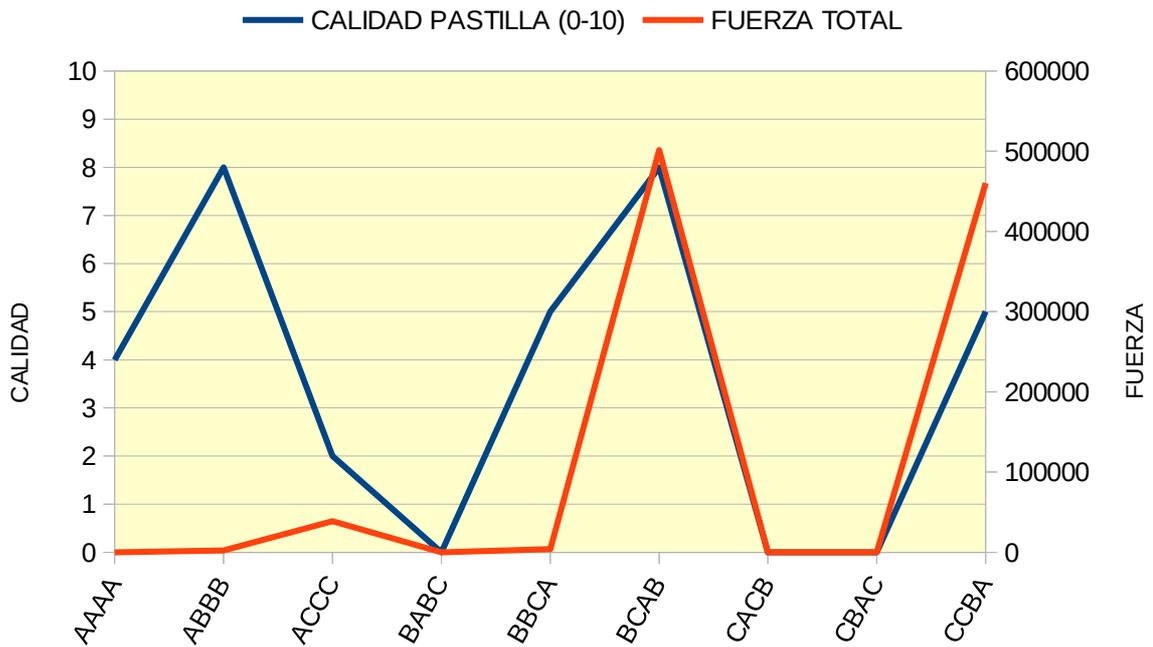


Figura 5.54: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (réplica 2)

En el análisis de la varianza para este diseño (tabla 5.40), realizando el contraste al 5%, se observa que no se pueden rechazar las hipótesis de igualdad de efectos de letras latinas (*coefficient of restitution*), y que se rechazan las hipótesis de igualdad de efectos de filas (*surface energy*), columnas (*shear modulus*) y legtras griegas (*coefficient of static friction*). Es decir, existen diferencias significativas en la calidad de la pastilla en función de la energía superficial, el módulo de corte y el coeficiente de fricción estática, pero no del coeficiente de restitución.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F _{exp}	p-valor
Filas (SE)	50,33	2	25,17	15,36	0,002
Columnas (SM)	44,33	2	22,17	13,53	0,003
Letras latinas (CR)	0,33	2	0,17	0,10	0,905
Letras griegas (CF)	73,00	2	36,50	22,27	0,001
Réplica	1,39	1	1,39	0,85	0,384
Error	13,11	8	1,64		
TOTAL	182,50	17	10,74		

Tabla 5.40: Análisis de la varianza para los ensayos con Hertz-Mindlin with JKR cohesion

Tras este primer análisis en el que se observa la existencia de efectos significativos entre algunos de los parámetros analizados y la calidad del comprimido, cabría plantearse un estudio más complejo, por ejemplo, mediante un diseño de superficie de respuesta, con el fin de estimar las interacciones entre los distintos parámetros del modelo, así como los efectos cuadráticos de cada uno de ellos. Sin embargo, se considera que este modelo no es tan adecuado como el anterior (*Hertz Mindlin with bonding*), por lo que no se abunda en la optimización del mismo.

5.5.2.1 Conclusiones al modelo Hertz-Mindlin with JKR Cohesion

Después del análisis de todos los ensayos anteriores se pueden llegar a las siguientes conclusiones respecto al parámetro específico del modelo, *Surface Energy*:

- Si se aumenta *Surface Energy*, se debe aumentar *Shear Modulus* para que cohesionen las partículas. Con valores bajo de uno y alto del otro, las partículas explotan o se comprimen en exceso.
- Manteniendo iguales el resto de parámetros, y para un ensayo concreto, cuando *Surface Energy* toma el valor 10 cohesionan bien, pero se expanden, a 100 cohesionan, pero se comprime, se concentra hacia el interior y para 1000 explota. Evidencia que este parámetro tiene una gran sensibilidad para el resultado final de la simulación.
- La variación de *Shear Modulus* es prácticamente proporcional a la variación de la fuerza máxima.
- Si aumenta *Surface Energy*, también aumenta la fuerza, pero menos que cuando crece *shear modulus*.
- Si solo aumenta coeficiente de restitución o coeficiente de fricción la fuerza aumenta, aunque ni proporcionalmente ni siguiendo unas reglas claras, ya que dependiendo de lo que valgan los otros valores aumenta de diferente manera.
- Si solo aumenta coeficiente de restitución la fuerza aumenta bastante, a veces más que si solo aumenta coeficiente de fricción. Sin embargo, otras veces no ocurre así, por lo que es difícil indicar una regla concisa.

A continuación se va a analizar como cambia la calidad de la pastilla con la modificación de los parámetros:

- El momento de aplicación del modelo (antes de crear las partículas, después, o justo antes de la compresión máxima) es determinante en el resultado. Los mejores resultados se obtienen cuando se aplica, justo antes de la compresión.
- Para valores bajos de *Surface Energy* y *Shear Modulus*, al aumentar los coeficientes de restitución y fricción simultáneamente mejoran la pastillas.
- Si solo aumenta el coeficiente de restitución, empeora en los valores bajos o altos de *Surface Energy* y *Shear Modulus*. En los valores intermedios, apenas tiene influencia.
- Si solo aumenta coeficiente de fricción, mejora la calidad.
- Lo más importante es aumentar *Surface Energy* y *Shear Modulus* conjuntamente. Cuando el primero es mucho mayor que el segundo, explota.
- Para valores bajos de *Surface Energy* solo compacta con valores bajos o medios de *Shear Modulus*, con altos explota.
- Para valores medios de *Surface Energy* y bajos de *Shear Modulus*, explota. Solo funciona para valores medios o altos, y mayor calidad de pastilla con los altos
- A valores altos de *Surface Energy* solo compacta con valores altos de *Shear Modulus*
- Si solo aumenta *Shear Modulus* la pastilla es mejor
- Las mejores pastillas salen con valores altos de *Shear Modulus* y medios o altos de los demás parámetros. Aunque para valores bajos y medios alguna también sale bien.
- A valores muy altos de *Surface Energy* y *Shear Modulus* las partículas se concentran, ocupan menos volumen que el del molde. Si aumenta el coeficiente de fricción, mejora ya que al aumentar la fricción entre partículas les cuesta más concentrarse.

5.5.3 Hysteretic Spring + Linear Cohesion

En este caso no se ha utilizado un solo modelo de contacto, sino la unión de dos diferentes: *Hysteretic Spring* y *Linear Cohesión*. Este último es el que facilita la cohesión entre partículas, y tampoco se producen enlaces como en *Hertz-Mindlin with Bonding*.

Con *Hysteretic Spring* las partículas se comportan elásticamente hasta una tensión predefinida, y a partir de ahí se comportan como si experimentaran deformación plástica. Se consiguen grandes solapamientos sin fuerzas excesivas sobre ellos, lo que representa un material compresible. Sin embargo no aporta cohesión, que se consigue al asociarlo al modelo de contacto *Linear Cohesión*, el cual añade una fuerza de cohesión que es proporcional a *Energy Density* y al área del contacto entre las partículas.

El único parámetro que controla el modelo *Linear Cohesión* es *Energy Density*, y se ha aplicado exclusivamente para la interacción partícula-partícula, junto a *Hysteretic Spring*. Como indica en la tabla, será el valor “a estudiar”. Para la interacción partícula-geometría solo se ha aplicado *Hysteretic Spring*, ya que no tiene sentido aplicar el otro. En la tabla 5.41 se muestran los parámetros que hay que configurar para ambos modelos, así como el rango de valores que puede adoptar, y el valor utilizado en las simulaciones.

INTERACCIÓN	MODELO	PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	VALOR
Particle to particle	Linear cohesion	Energy density	0–1e+300	J/m ³	A estudiar
	Hysteretic spring	Damping factor	0–1e+308	adimensional	1
		Stiffness factor	0–1e+308	adimensional	1
		Yield strenghts	0–1e+308	Pa	Lo da EDEM
Particle to geometry	Hysteretic spring	Dampinf factor Sal-Acero	0–1e+308	adimensional	1
		Stiffness factor Sal-Acero	0–1e+308	adimensional	1
		Yield strenghts Sal	0–1e+308	Pa	Lo da EDEM
		Yield strenghts Acero	0–1e+308	Pa	Lo da EDEM

Tabla 5.41: Parámetros modelos Linear Cohesion + Hysteretic Spring

Damping Factor suele adoptar como valor la unidad, mientras que *Stiffness Factor* oscila

entre 0,7 y 1. A pesar de que su posible rango de valores es inmenso (hasta $1e+308$), suelen tomarse los indicados, según la literatura. En cuanto a *Yield Strengths*, su valor lo facilita el programa. Como el análisis del modelo solo exige configurar un parámetro, los otros tres se eligen entre los propios del material (sal). El resto de valores corresponden con los ya utilizados en los otros modelos (tabla 5.42), y cuya elección se justifica con más detalle en el capítulo 4.

PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	MATERIAL	VALOR
Poisson ratio	0 – 0,5	adimensional	ACERO	0,3
			SAL	0,25
Shear Modulus	1e+06 – 1e+14	Pa	ACERO	8,1E+10
			SAL	A estudiar
Density	0 – 1e+06	Kg/m ³	ACERO	7850
			SAL	2170
Coeff. of restitution	0,0001-1	adimensional	ACERO-ACERO	0,94
			ACERO-SAL	0,4
			SAL-SAL	A estudiar
Coef. Static Friction	0-100	adimensional	ACERO-ACERO	0,74
			ACERO-SAL	0,5
			SAL-SAL	A estudiar
Coef. Rolling Friction	0-100	adimensional	ACERO-ACERO	0,001
			ACERO-SAL	0,01
			SAL-SAL	0,01

Tabla 5.42: Parámetros de los materiales utilizados en EDEM

Al igual que de todos los modelos, de éste también se han realizado numerosos ensayos que han permitido conocerlo mejor y poder elegir los valores más adecuados para los parámetros a estudiar. De nuevo se utiliza el método de Diseño de Experimentos para seleccionar las pruebas más adecuadas según los valores asignados en la tabla 5.43.

PARAMETRO	BAJO (A)	MEDIO (B)	ALTO (C)
ED: Energy density	1000	1E+05	1E+08
SM: Shear Modulus	1E+06	4E+08	8E+10
CR: Coeff. Of Restitution	0,1	0,5	0,9
CF: Coeff. Static Friction	0,1	0,6	2

Tabla 5.43: Posibles valores de los parámetros

Los ensayos a realizar se muestran en la tabla 5.44, coloreados según sean bajos, medios o altos.

ENSAYO	AACA	ABAB	ACBC	BAAC	BBBA	BCCB	CABB	CBCC	CCAA
Energy density	1000	1000	1000	1E+5	1E+5	1E+5	1E+8	1E+8	1E+8
Shear Modulus	1E+6	4E+8	8E+10	1E+6	4E+8	8E+10	1E+6	4E+8	8E+10
Coeff. of restitution	0,9	0,1	0,5	0,1	0,5	0,9	0,5	0,9	0,1
Coef. Static Friction	0,1	0,6	2	2	0,1	0,6	0,6	2	0,1

ENSAYO	AAAA	ABBB	ACCC	BABC	BBCA	BCAB	CACB	CBAC	CCBA
Energy density	1000	1000	1000	1E+5	1E+5	1E+5	1E+8	1E+8	1E+8
Shear Modulus	1E+6	4E+8	8E+10	1E+6	4E+8	8E+10	1E+6	4E+8	8E+10
Coeff. of restitution	0,1	0,5	0,9	0,5	0,9	0,1	0,9	0,1	0,5
Coef. Static Friction	0,1	0,6	2	2	0,1	0,6	0,6	2	0,1

Tabla 5.44: Ensayos con Hysteretic Spring + Linear Cohesion (réplica 1 -arriba- y 2 -abajo-)

En la primera réplica (tabla 5.45), solamente un ensayo, CCAA, ha resultado satisfactorio, con buen acabado, aunque con un valor de fuerza excesivo. Tres ensayos: BAAC, BBBA y BCCB también han cohesionado, aunque con peor calidad. Han sufrido demasiada deformación plástica y han quedado muy comprimidos, lo que ofrece un mal acabado superficial y geométrico. Los otros 5 ensayos no han sido capaces de cohesionar debido a que el valor de *Energy Density* era muy bajo, o las partículas han explotado debido a que era menor que el de *Shear Modulus*.

Los resultados de los ensayos correspondientes a la segunda réplica (tabla 5.46), muestran que el mejor de todos los comprimidos es CCBA, que al igual que CCAA del grupo anterior, presenta una fuerza máxima muy alta. Bajando *Shear Modulus* la fuerza disminuye. También ahora para el valor más bajo de *Energy Density* no se produce cohesión, y tampoco cuando es menor que *Shear Modulus*. Las otras tres simulaciones, aunque han propiciado la cohesión, la calidad no es suficiente. Los resultados y las conclusiones son semejantes a los de la tabla 5.45.

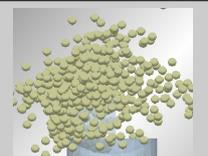
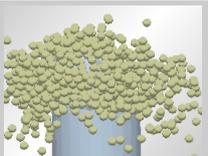
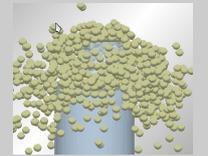
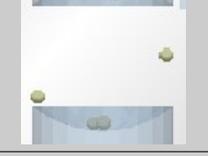
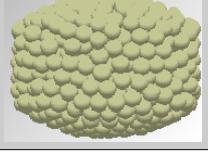
ENSAYO	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA	3,78 N		0
ABAB	3,94 N		0
ACBC	12,43 N		0
BAAC	5,18 N		4
BBBA	3,65 N		5
BCCB	4,06 N		4
CABB	0 N		0
CBCC	0 N		0
CCAA	197548 N		8

Tabla 5.45: Ensayos Hysteretic Spring + Linear Cohesion (réplica 1)

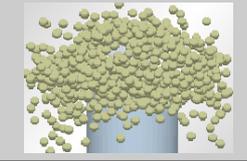
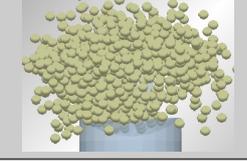
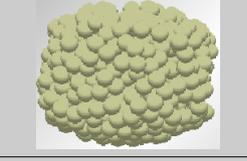
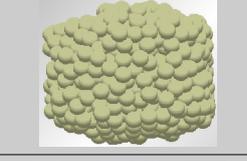
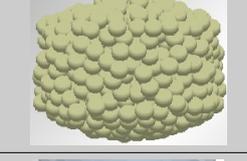
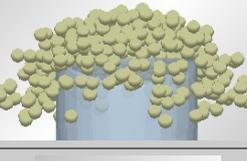
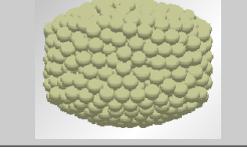
ENSAYO	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AAAA	1,77 N		0
ABBB	10,08 N		0
ACCC	12,21 N		0
BABC	5,41 N		4
BBCA	2,86 N		4
BCAB	5,19 N		5
CACB	0 N		0
CBAC	0 N		0
CCBA	205075 N		8

Tabla 5.46: Ensayos Hysteretic Spring + Linear Cohesion (réplica 2)

Los mejores resultados se han obtenido en los ensayos CCAA y CCBA, con una calidad bastante alta. En la figura 5.55 se muestra en detalle la pastilla correspondiente al ensayo CCAA.

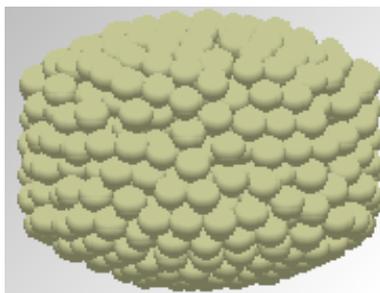


Figura 5.55: Detalle del ensayo CCAA (mejor resultado)

La relación entre la calidad de la pastilla y la fuerza máxima aplicada no sigue una relación tan clara como en modelos anteriores (figuras 5.56 y 5.57). Solo a altos valores de *Energy Density* siguen la misma tendencia. Esta relación podría ser mejor si no fuera por la necesaria correlación entre el aumento de *Shear Modulus* mientras crece *Energy Density*, que no permite la creación de enlaces en CACB y CBAC.

Como el ensayo CCAA sale muy bien, el mejor, pero la fuerza máxima obtenida es muy alta, mucho mayor que la aplicada en la prensa de laboratorio, se ha realizado otro ensayo con todos los parámetros iguales salvo *Shear Modulus*, que se ha reducido en la misma proporción que la relación entre la fuerza máxima de CCAA y la que se aplica en la prensa real. Esta relación es 4,49, que aplicado al valor de *Shear Modulus* en CCAA, se queda en $1,78e+10$ Pa. En este nuevo ensayo se obtiene una fuerza máxima de 187141 N, mientras que se esperaba un valor de aproximadamente 44000 N. Por tanto, no se cumple lo que se suponía, y que si ocurre en los dos modelos anteriores. Para *Hysteretic Spring + Linear Cohesion* la relación entre la fuerza máxima y *Shear Modulus* no es proporcional, ni sigue ninguna regla aparente.

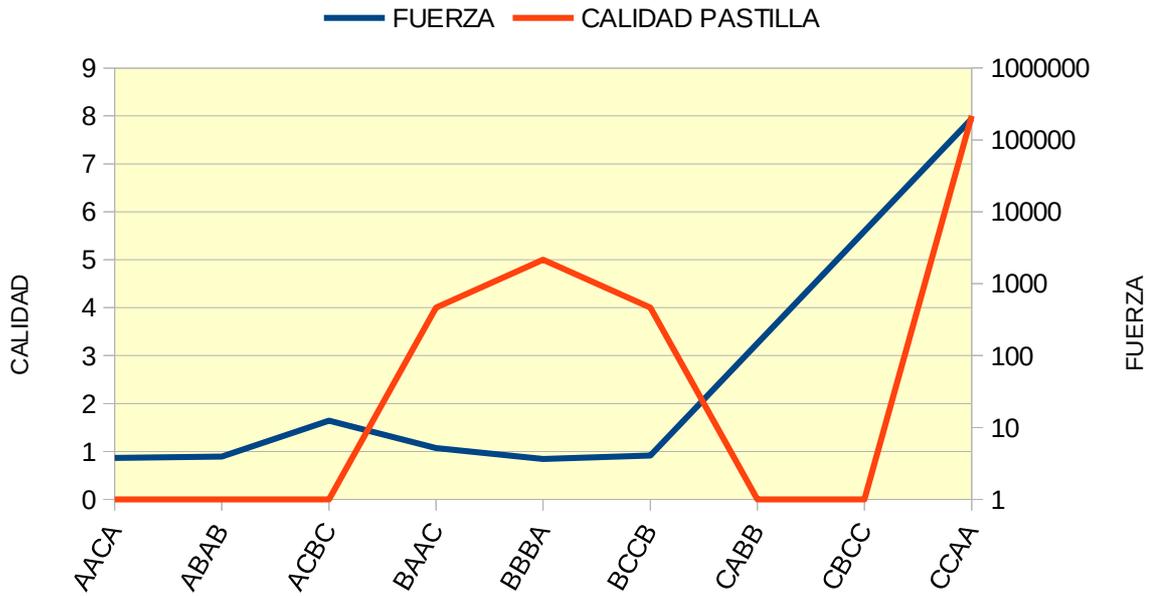


Figura 5.56: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (réplica 1)

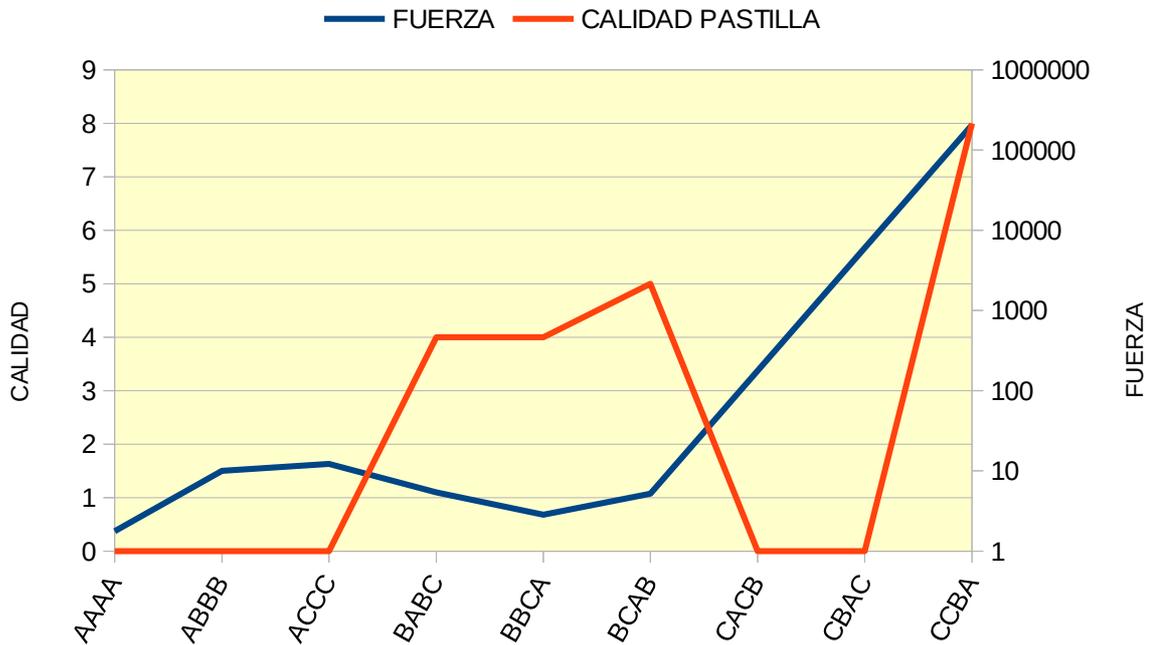


Figura 5.57: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (réplica 2)

En este caso, un análisis de la varianza (tabla 5.47), realizando el contraste al 5%, permite concluir que no se pueden rechazar las hipótesis de igualdad de efectos de letras latinas (*coefficient of restitution*), y que se rechazan las hipótesis de igualdad de efectos de filas

(*energy density*), columnas (*shear modulus*) y legras griegas (*coefficient of static friction*). Es decir, al igual que en el modelo anterior, existen diferencias significativas en la calidad de la pastilla en función de la densidad de energía, el módulo de corte y el coeficiente de fricción estática, pero no del coeficiente de restitución.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F _{exp}	p-valor
Filas (ED)	57,33	2	28,67	13,49	0,003
Columnas (SM)	30,33	2	15,17	7,14	0,017
Letras latinas (CR)	9,00	2	4,50	2,12	0,183
Letras griegas (CF)	30,33	2	15,17	7,14	0,017
Réplica	0,00	1	0,00	0,00	1,000
Error	17,00	8	2,13		
TOTAL	182,50	17	8,47		

Tabla 5.47: Análisis de la varianza para los ensayos con *Hysteretic Spring + Linear Cohesion*

A pesar de los efectos identificados entre algunos parámetros y la calidad del comprimido, en este modelo se generan pocas pastillas que compacten, por lo que tampoco se considera que sea adecuado para el modelado del proceso de fabricación de comprimido.

5.5.3.1 Conclusiones al modelo *Hysteretic Spring + Linear Cohesion*

Las conclusiones a que se puede llegar para el comportamiento de estos dos modelos combinados, en cuanto al parámetro configurable, que es *Energy Density*, son las siguientes:

- Para *Energy Density* igual a 1000 J/m³ no cohesiona
- Para *Energy Density* = 1e+05 cohesiona casi siempre, pero para coeficiente de fricción igual a 2 lo hace con baja calidad de la pastilla
- Para que exista cohesión, si aumenta *Shear Modulus*, debe aumentar *Energy Density*.
- Con los mismos valores de *Shear Modulus* y *Energy Density*, si aumenta coeficiente de fricción el resultado empeora.

En cuanto a la variación de la fuerza máxima de compresión, las conclusiones extraídas son:

- Según varía *Energy Density* no se puede sacar una conclusión clara en cuanto a la variación que provoca en la fuerza, ya que a veces no compacta y entonces no es comparable.
- Al aumentar *Coefficient of Friction* normalmente aumenta la fuerza, aunque en algunos casos disminuye, por lo que no es una norma inequívoca.
- Al aumentar *Coefficient of Restitution* normalmente aumenta la fuerza, pero en algunos casos, como para valores máximos de *Coefficient of Restitution* y de *Shear Modulus* disminuye porque se concentra la pastilla.
- Al aumentar Shear modulus aumenta mucho la fuerza, es el más influyente de todos.
- La variación de *Coefficient of Rolling Friction* apenas influye en el resultado

En cuanto a la calidad del comprimido según la variación de los parámetros se llega a las siguientes conclusiones:

- No hay suficientes ensayos que compacten para poder hacer un análisis exhaustivo y concluyente de como afectan los valores de los diferentes parámetros a la calidad del comprimido fabricado.
- El aumento de *Shear Modulus*, a veces, hace que deje de compactar, por la excesiva fuerza interior.
- En resumen: La mejor calidad aparece a valores bajos de *Coefficient of Restitution* y *Coefficient of Friction* y altos de los otros dos parámetros. El aumento de ambos coeficientes suele suponer un ligero empeoramiento de la calidad, ya que el llenado del molde es peor y requiere más esfuerzo para compactar, siendo el resultado más irregular.

5.5.4 ECM

ECM es el último modelo ensayado. No es un modelo convencional de EDEM, sino que ha sido expresamente creado para facilitar la compactación de partículas. Ha sido desarrollado por la Universidad de Edimburgo y puesto a disposición de los usuarios en el segundo semestre de 2014, cuando ya se estaban terminando los ensayos con el resto de modelos, por lo que ha habido que incorporarlo a la investigación. Este hecho ratifica la conveniencia de esta tesis, ya que dentro de DEM uno de los temas menos estudiados es la compactación de las partículas. El modelo se ha desarrollado utilizando API (*Application Programming Interface*), un módulo de extensión de EDEM que permite programar nuevos modelos.

Inicialmente se carga el modelo en el programa y no es necesario configurar ningún parámetro, ya que se supone que está optimizado para su cometido, y el resultado es muy bueno.

En este primer objetivo, que es la fabricación de comprimidos, no ha sido necesario modificar ningún parámetro del archivo de texto que los controla, ya que los resultados han sido prácticamente perfectos. Para el siguiente paso que es la rotura del comprimido si que se han modificado, como se verá más adelante.

Por tanto, en este apartado consideramos como que no hay ningún parámetro configurable propio del modelo de contacto. Respecto a los parámetros propios de los materiales, se definen en la tabla 5.48. En este caso, al no necesitar estudiar ninguna variable específica de ECM, se ha podido dedicar un parámetro más de los materiales, el coeficiente de fricción de rodadura (*Coefficient of Rolling Friction*).

Se va a elegir tres valores diferentes para cada variable, uno bajo (amarillo), otro medio (naranja) y por último, uno alto (rojo), como se muestra en la tabla 5.49. Para la selección de los valores se ha tenido tanto en cuenta los ensayos previos como la literatura. Los coeficientes se han elegido menores de 0,5, que es como mejor estaban funcionando. Respecto al *Shear Modulus*, como valor máximo se ha elegido el obtenido en el apartado 5.4, para ver si también es el mejor para este modelo.

PARAMETRO	RANGO	UNIDADES	MATERIAL	VALOR
Poisson ratio	0 – 0,5	adimensional	ACERO	0,3
			SAL	0,25
Shear Modulus	1e+06 – 1e+14	Pa	ACERO	8,1E+10
			SAL	A estudiar
Density	0 – 1e+06	Kg/m ³	ACERO	7850
			SAL	2170
Coeff. of restitution	0,0001-1	adimensional	ACERO-ACERO	0,94
			ACERO-SAL	0,4
			SAL-SAL	A estudiar
Coef. Static Friction	0-100	adimensional	ACERO-ACERO	0,74
			ACERO-SAL	0,5
			SAL-SAL	A estudiar
Coef. Rolling Friction	0-100	adimensional	ACERO-ACERO	0,001
			ACERO-SAL	0,01
			SAL-SAL	A estudiar

Tabla 5.48: Parámetros de los materiales utilizados en EDEM

PARAMETRO	BAJO (A)	MEDIO (B)	ALTO (C)
SM: Shear Modulus	1E+07	3E+08	7E+09
CR: Coeffic. of Restitution	0,1	0,3	0,5
CSF: Coeffic. Static Friction	0,1	0,3	0,5
CRF: Coeffic. Rolling Friction	0,01	0,1	0,5

Tabla 5.49: Posibles valores de los parámetros

Un diseño en cuadrado greco-latino replicado ha sido nuevamente empleado con este modelo, para tratar de identificar efectos de los parámetros analizados en la calidad del comprimido creado. La matriz de experimentos es la misma que la empleada en modelos anteriores (ver tabla 5.7): en este caso, los parámetros *shear modulus*, *coefficient of restitution* y *coefficient of static friction* y *coefficient of rolling friction* son asignados a filas, columnas, letras latinas y letras griegas, respectivamente. En la tabla 5.50 se muestran las combinaciones de parámetros a ensayar.

ENSAYO	AACA	ABAB	ACBC	BAAC	BBBA	BCCB	CABB	CBCC	CCAA
Shear Modulus	1E+7	1E+7	1E+7	3E+8	3E+8	3E+8	7E+9	7E+9	7E+9
Coeff. of restitution	0,1	0,3	0,5	0,1	0,3	0,5	0,1	0,3	0,5
Coef. Static Friction	0,5	0,1	0,3	0,1	0,3	0,5	0,3	0,5	0,1
Coef. Rolling Friction	0,01	0,1	0,5	0,5	0,01	0,1	0,1	0,5	0,01

ENSAYO	AAAA	ABBB	ACCC	BABC	BBCA	BCAB	CACB	CBAC	CCBA
Shear Modulus	1E+7	1E+7	1E+7	3E+8	3E+8	3E+8	7E+9	7E+9	7E+9
Coeff. of restitution	0,1	0,3	0,5	0,1	0,3	0,5	0,1	0,3	0,5
Coef. Static Friction	0,5	0,1	0,3	0,1	0,3	0,5	0,3	0,5	0,1
Coef. Rolling Friction	0,01	0,1	0,5	0,5	0,01	0,1	0,1	0,5	0,01

Tabla 5.50: Ensayos con ECM (réplica 1 -arriba- y 2 -abajo-)

Los comprimidos obtenidos en la primera réplica (tabla 5.51) son prácticamente perfectos, aunque se expanden un poco en la descompresión. Dos ensayos se han puntuado con 9 puntos, BAAC y CCAA, el resto con 8 puntos. O sea, todas prácticamente perfectas, y el que unas sean algo mejores que otras puede ser algo casual, debido al azar, y la diferencia con las demás es mínima. Por tanto, es el mejor modelo de contacto empleado hasta ahora, y queda demostrado que es específico para este objetivo. Como no hay otros parámetros que puedan servir de ayuda en la valoración cuantitativa de la calidad, como el número de enlaces, solo se ha podido hacer una calificación subjetiva basándose en el acabado final del comprimido. Para dar una puntuación lo más correcta posible se ha estudiado la forma y el acabado por toda la superficie, rotándolo en 3D, ya que de esta forma se observan todas las irregularidades que en una simple imagen de perfil, como las de las tablas 5.51 y 5.52, no se pueden ver. La fuerza no tiene nada que ver con la calidad del comprimido, como se puede observar en la figura 5.59.

Los resultados de las simulaciones realizadas en la segunda réplica se pueden analizar en la tabla 5.52. Los comprimidos de nuevo vuelven a ser casi perfectos. La puntuación obtenida según su calidad ha sido 7 puntos para ABBB, 9 puntos para CBAC y CCBA, y 8 puntos para el resto. Que unos tengan más puntuación que otros no es fácilmente explicable, ya que no parecen seguir unas normas claras y evidentes. Lo que si parece cierto que los mejores de las dos tandas de ensayos han sido con altos valores de *Shear Modulus*, algo también habitual en los otros modelos.

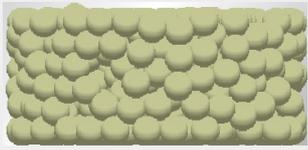
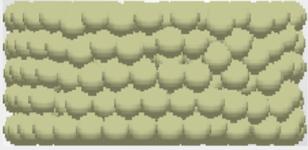
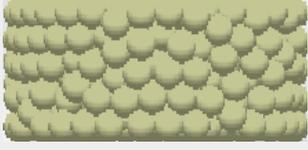
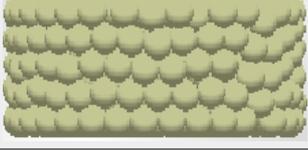
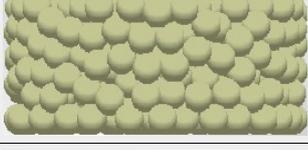
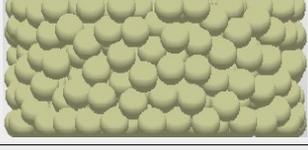
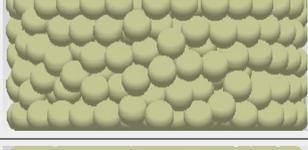
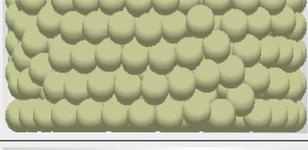
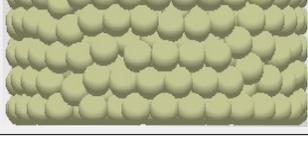
ENSAYO	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AACA	55,33 N		8
ABAB	17,37 N		8
ACBC	23,21 N		8
BAAC	287,6 N		9
BBBA	1158,57 N		8
BCCB	1420,94 N		8
CABB	11488,2 N		8
CBCC	7357,36 N		8
CCAA	11092,5 N		9

Tabla 5.51: Ensayos ECM (réplica 1)

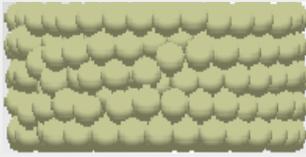
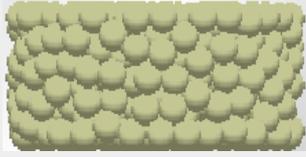
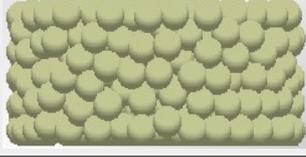
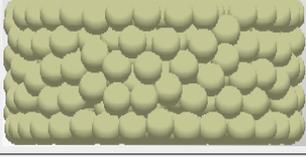
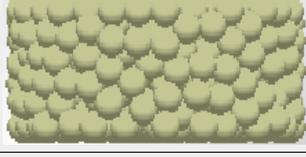
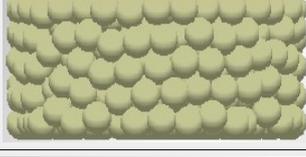
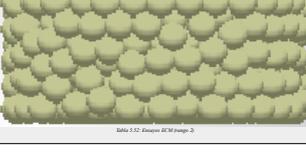
ENSAYO	FUERZA MAXIMA	IMAGEN	VALOR
AAAA	38,3 N		8
ABBB	77,19 N		7
ACCC	68,55 N		8
BABC	1131,97 N		8
BBCA	1981,27 N		8
BCAB	1159,82 N		8
CACB	6561 N		8
CBAC	6138 N		9
CCBA	31557 N		9

Tabla 5.53: Ensayos ECM (réplica 2)

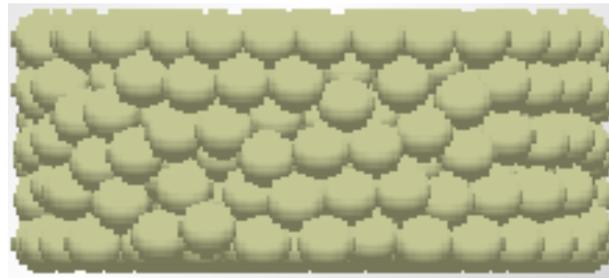


Figura 5.58: Detalle del ensayo CCBA (mejor resultado)

Para valores bajos de fuerza (debido a valores bajos de *Shear Modulus*) se obtienen comprimidos de muy buena calidad, idénticos a los obtenidos para altos valores de fuerza y *Shear Modulus*. La relación de la fuerza máxima de compresión y *Shear Modulus* viene dada por la línea azul de la gráfica 5.59. Los tres ensayos de la izquierda son valores bajos de *Shear Modulus*, y son los que menor valor de fuerza provocan, los tres centrales son valores medios y se obtiene una fuerza más alta, pero no igual para los tres. Y por último, los tres de la derecha dan valores de fuerza mayores, pero tampoco uniformes. Quiere decir que en este modelo, no solo *Shear Modulus* es responsable del valor de la fuerza de compresión, sino que otros parámetros son responsables de hacerla variar.

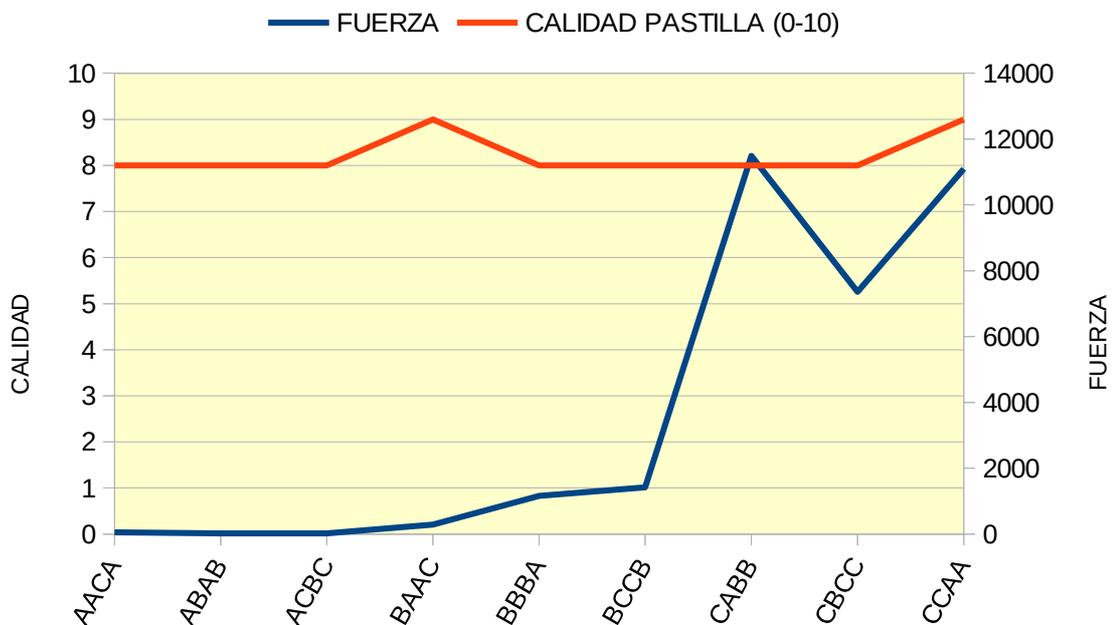


Figura 5.59: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (Rango 1)

La figura 5.60 relaciona la fuerza máxima de compresión en el punzón superior y la calidad de la pastilla obtenida. Como se puede apreciar no se puede deducir un valor a partir del otro. Ambas funciones están desligadas, ya que comprimidos de alta calidad se consiguen con cualquier valor de fuerza, y también con cualquier valor de *Shear Modulus*. La línea azul también puede representar la relación entre la fuerza y *Shear Modulus*, y como se ve, al aumentar este, aumenta aquella, pero no homogéneamente. Se obtienen diferentes valores de fuerza para el mismo de *Shear Modulus*.

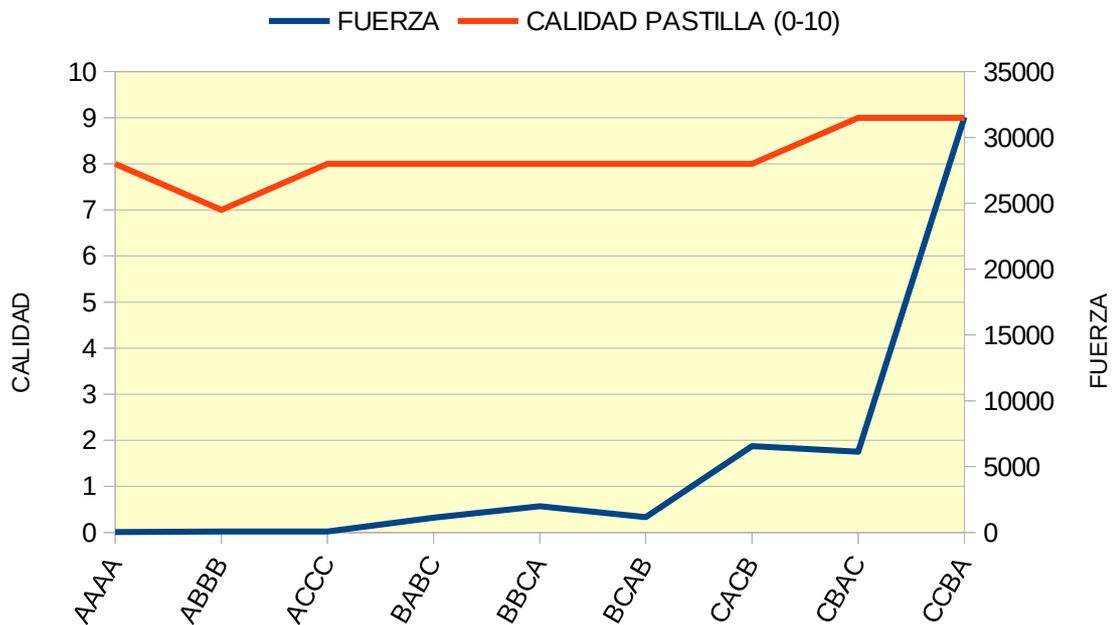


Figura 5.60: Relación entre la fuerza máxima y la calidad del comprimido (Rango 2)

La variación de la fuerza de compresión que ocurre en este modelo, respecto al tiempo (y casi se podría decir respecto a la deformación) se va a mostrar en la figura 5.61. Es correspondiente al primer ensayo: AACA, aunque todos los demás son semejantes. La curva es algo diferente a la mostrada en otros modelos. Se ve como inicialmente la fuerza aumenta más lentamente, para al poco tiempo ir creciendo la pendiente hasta el valor máximo. A partir de ahí, el punzón permanece un breve periodo de tiempo detenido, para permitir que la pastilla se estabilice. Durante ese tiempo la fuerza va disminuyendo lentamente, conforme el comprimido va aceptando la deformación plástica. En la descompresión, la disminución de fuerza ocurre más lentamente que en otros modelos, como *Hertz-Mindlin with Bonding*, que lo hace más bruscamente.

Como uno de los ensayos de mejor calidad, CCAA, cuya fuerza máxima es 11092 N, y que es inferior a los 44000 N correspondientes al valor de fuerza máxima aplicado en la prensa de laboratorio, se va a aumentar *Shear Modulus* hasta igualarlas. Tras varios ensayos se ha ido aumentando *Shear Modulus* hasta $3e+10$ Pa, lo que supone una fuerza máxima de 46000 N, muy cercana al objetivo.

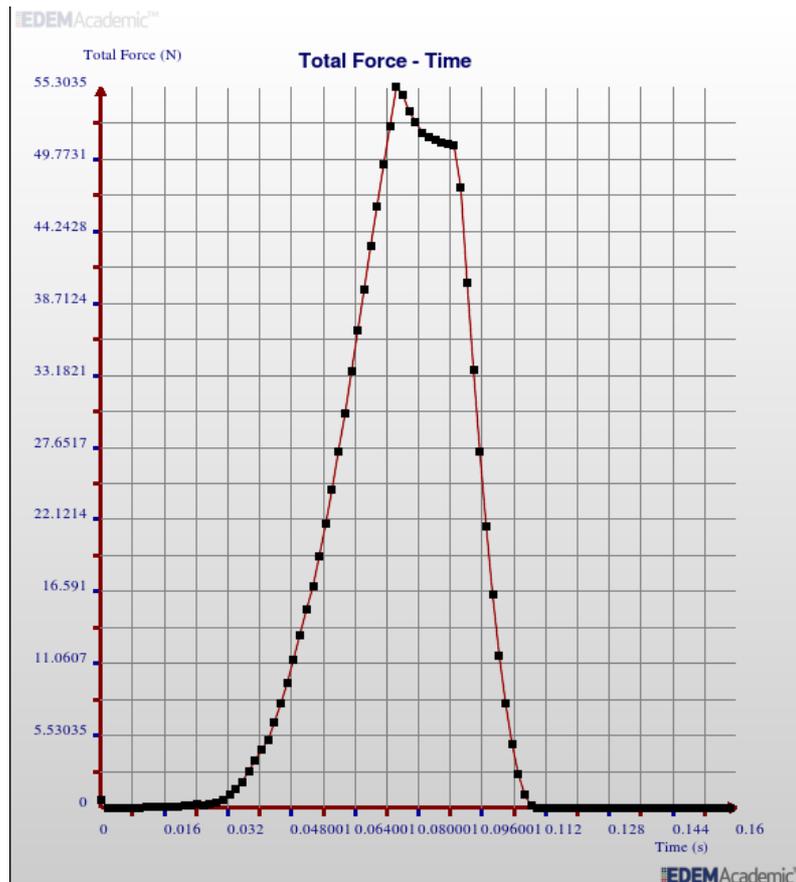


Figura 5.61: Proceso de compresión con ECM

Con el análisis de la varianza realizado en este caso (tabla 5.54), realizando el contraste al 5%, se puede concluir que no se pueden rechazar las hipótesis de igualdad de efectos de letras latinas (*coefficient of restitution*), y que se rechazan las hipótesis de igualdad de efectos de filas (*shear modulus*), columnas (*coefficient of static friction*) y legtras griegas (*coefficient of rolling friction*). Una vez más, se observa que los efectos del coeficiente de restitución no son estadísticamente significativos. En cambio, existen diferencias significativas en la calidad de la pastilla, en función del resto de parámetros analizados.

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	F _{exp}	p-valor
Filas (SM)	1,33	2	0,67	6,86	0,018
Columnas (CR)	0,33	2	0,17	1,71	0,240
Letras latinas (CSF)	1,00	2	0,50	5,14	0,037
Letras griegas (CRF)	1,00	2	0,50	5,14	0,037
Réplica	0,06	1	0,06	0,57	0,471
Error	0,78	8	0,10		
TOTAL	4,50	17	0,26		

Tabla 5.54: Análisis de la varianza para los ensayos con ECM

5.5.4.1 Conclusiones al modelo ECM

Las conclusiones a que se pueden llegar con este modelo son las siguientes:

- Es el mejor de todos para la simulación de la fabricación de comprimidos.
- El valor de la fuerza máxima aumenta cuando crece *Shear Modulus*, pero no es proporcional a esta.
- Los mejores comprimidos se crean con altos valores de *Shear Modulus*.
- El aumento del coeficiente de fricción suele llevar asociado un aumento en el valor de la fuerza. Aunque en algunos casos no ocurre así.
- Es imposible definir unas reglas definidas respecto al comportamiento del modelo con respecto a la variación de los parámetros, ya que es bastante irregular. A pesar de ello, la simulación de las pastillas es muy buena.

5.6 Simulación de modelos para rotura de comprimidos

Una vez realizados los ensayos para crear los comprimidos y ver que las fuerzas necesarias de compresión coinciden con las que se han utilizado en el laboratorio para fabricarlas con la prensa y la matricería, se va a proceder a realizar un ensayo de rotura en EDEM y comprobar si coincide con los datos de laboratorio.

Para poder obtener un método lo más completo y real posible es conveniente, que no solo la fabricación del comprimido sea correcta, sino que una vez realizada ésta, el comprimido simulado se rompa lo más parecido a como ocurre en la realidad.

El método elegido para valorar la resistencia de la pastilla y su comportamiento ante la rotura es el Test de Compresión Diametral (*Diametral Test*), utilizado habitualmente para dicho objetivo, y explicado en el capítulo 4.

Como es lógico, solo se podrá realizar a los ensayos en los que se haya conseguido un enlace entre partículas consistente. Se va a aplicar fundamentalmente a los ensayos que mejores comprimidos ha sido capaces de fabricar., para cada modelo de contacto.

5.6.1 Hertz-Mindlin with Bonding

En un primer momento, antes de aplicar el Método de Diseño de Experimentos, se realizaron aproximadamente un centenar de ensayos de simulación de rotura con las pastillas conseguidas inicialmente. Ya se pudo apreciar que los resultados no iban a ser tan buenos como se deseaba. Los problemas encontrados han sido los siguientes:

- Algunos comprimidos explotan en la compresión diametral, siendo necesario bajar mucho el valor de Fixed Time Step, y ni aún así se evita en muchos de ellos.
- Otros se aplastan de manera muy plástica, sin rotura, como si fueran de arcilla húmeda.
- Los mejores se rompen como era de esperar, pero inicialmente con un poco más de plasticidad de lo que ocurre en la realidad. Es necesario una deformación previa de entre 5 y 7 mm para que el comprimido rompa, y la mayoría de las veces, lo hace de forma brusca, saliendo despedidos los pedazos, cuando en la prensa de laboratorio apenas necesitan 1 ó 2 mm para empezar a agrietarse. Además la fuerza necesaria para la fractura es cercana o superior a la de fabricación, algo opuesto al caso real.

Posteriormente se ha aplicado el *Diametral Test* a los mejores resultados del Diseño de Experimentos, que son CCCC1 y CBCC3 con una puntuación de 8 sobre 10 y una calidad muy buena. Con esto se intenta reproducir todo el proceso de fabricación y rotura, de

manera continua, imitando el proceso de laboratorio. Como se comprobará a continuación, los resultados tampoco son adecuados, siendo incluso peores que los hechos en un principio, ya que ahora se parten de unos parámetros necesarios, que simulan perfectamente el proceso de compresión, pero se adaptan peor al de rotura.

A partir de una exportación de los datos de la pastilla ya creada (*Export – Simulation deck*) del ensayo CCCC1, se origina el archivo en el que se aplica la rotura. Se ha realizado de dos formas para comparar si hay diferencia entre ellas:

- Procedimiento 1: No se activa la casilla *Export Custom Properties*, por lo que no se aplican las características de enlace y demás, propias del archivo origen. Se ha llamado CCCC1 DT. Se aplica de nuevo el enlace de las partículas en el segundo 0. Se realiza la compresión y rompe después de una deformación de unos 5 mm. La gráfica de fuerza de compresión es la figura 5.62. Sale una fuerza de 42116 N. Muy alta, a pesar de no haber arrastrado los valores de CCCC1.
- Procedimiento 2: Se activa la casilla *Export Custom Properties* para que arrastre las propiedades de CCCC1. También es necesario aplicar *bonding* en el segundo 0, si no, se desintegra la pastilla. Se aplica *diametral test*, el resultado es una fuerza en el momento de la rotura de 42000 N. Muy alto, más de lo esperado, que son unos 500 N (figura 5.63).

En ambos gráficos la evolución de la fractura es semejante, aunque no exactamente igual. Ya se ha comentado en repetidas ocasiones que idénticos ensayos repetidos varias veces dan diferentes resultados, dentro de un margen, que puede ser la causa de las pequeñas diferencias entre ambos. Aparentemente sería igual usar un método u otro.

Finalmente se ha realizado el ensayo de rotura a continuación de la fabricación, en la misma secuencia y simulación (procedimiento 3). Esto sería realmente lo ideal, pero supone un mayor esfuerzo de crear las mismas geometrías y dinámicas en todos los ensayos. La fuerza máxima, que se puede apreciar en la figura 5.64, ahora es un poco mayor, 48000 N, siendo también algo diferente el desarrollo de la gráfica.

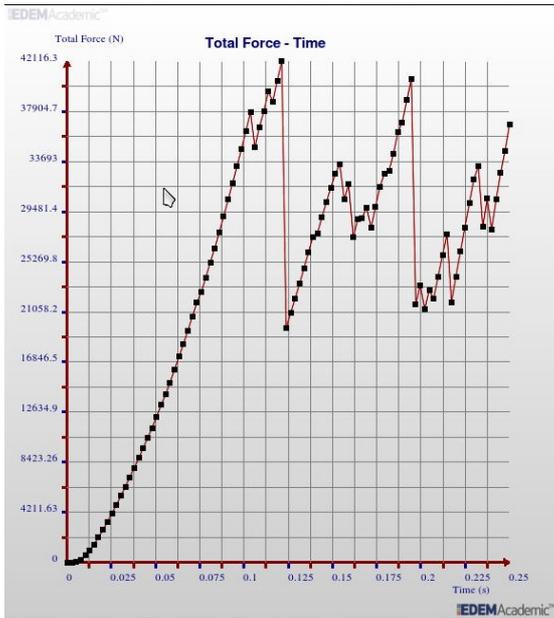


Figura 5.62: Gráfica de fuerza sin exportar las propiedades (Procedimiento 1)

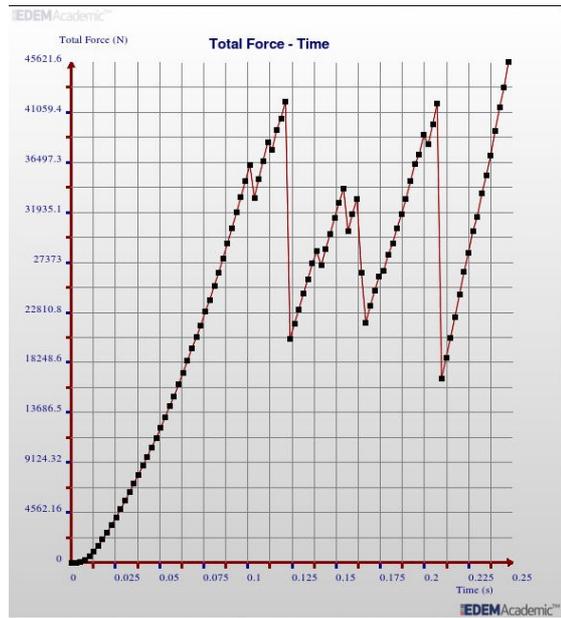


Figura 5.63: Gráfica de fuerza exportando las propiedades (Procedimiento 2)

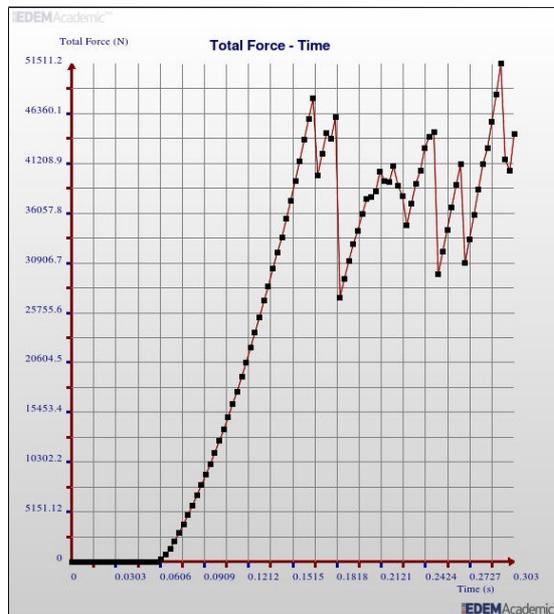


Figura 5.64: Gráfica de fuerza sin exportar el comprimido (Procedimiento 3)

El resultado de los tres ensayos se ve en la figura 5.65. Las tres pruebas no dan idénticos resultados, ni en las gráficas de fuerza de rotura, ni en las simulaciones. Los dos primeros

procedimientos son similares, aunque el primero (cuando no se exportan las propiedades del archivo origen) rompe un poco mejor, algo más frágil, pero no lo suficiente. El método tercero se diferencia de los otros dos en la fuerza necesaria para la rotura, que es un 15% mayor y en que la pastilla rompe más plástica, no formándose una grieta tan clara como en los otros dos.

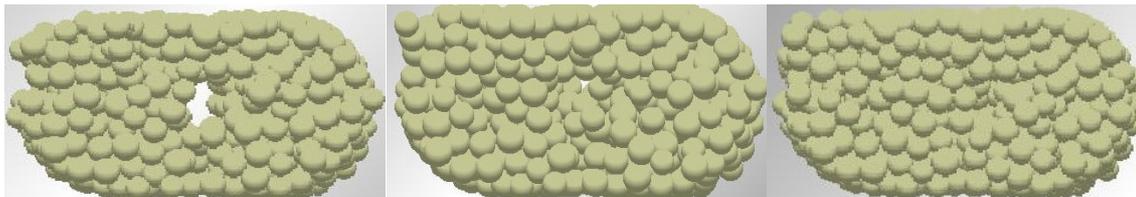


Figura 5.65: Procedimiento 1 (izqda.), procedimiento 2 (centro) y procedimiento 3 (dcha.)

Se ha realizado de nuevo los tres procedimientos para el ensayo CBCC, obteniéndolo a partir de una exportación desde CCCC1, realizando luego el *bonding* y cambiando los parámetros. Ocurre casi lo mismo, aunque la diferencia entre el procedimiento 3 con los otros dos es algo mayor. Lo más acertado sería realizar la aproximación al resultado buscado con el procedimiento 1 y luego realizar el ajuste final con el 3.

Lo destacable de estos ensayos es que la fuerza necesaria para la rotura de la pastilla es muy superior a la que se obtiene en la prensa de laboratorio. La compactación ha cumplido todos los requisitos exigidos en cuanto a fuerza, velocidad del proceso y calidad de la pastilla. Sin embargo, si se continúa con la rotura, los resultados reales y simulados ya no concuerdan. Para una pastilla a la que en la prensa real se le han aplicado 44000 N para su compactación, solo se han necesitado 450 N, aproximadamente, para su rotura. Sin embargo, en las simulaciones, una compactación a 44000 N exige una fuerza de rotura de más de 42000 – 48000 N, unas cien veces superior. Se han realizado numerosas comprobaciones para llegar a la conclusión de que el modelo de contacto *Herzt-Mindlin with Bonding* no es capaz de reproducir de manera fidedigna todo el proceso de una manera continua y con los mismos parámetros.

Por tanto ha sido necesario proceder de nuevo a calibrar los parámetros para obtener los resultados requeridos. Como se ha comprobado, el módulo de corte (*Shear Modulus*) tiene

la mayor sensibilidad en cuanto a la variación de la fuerza máxima en el proceso de compresión. Suponiendo que para la rotura ocurriera lo mismo, se va a ir disminuyendo progresivamente el valor del módulo de corte hasta obtener una fuerza de rotura del orden de 450 N, y luego se comprobará si la simulación concuerda con la prueba real.

Para ello se puede realizar un estudio mediante el diseño de experimentos, pero no es necesario, ya que como se ha visto para la compresión, no se adapta bien a este tipo de ensayos. Además, partiendo de las experiencias anteriores, se puede realizar por medio de unas pocas iteraciones.

A partir de las simulaciones del apartado 5.4, estudio de *Shear Modulus*, y mediante una exportación del comprimido, se les aplica un *Diametral Test*. De todos los ensayos realizados se muestra una selección de los más destacables en las tablas 5.55 y 5.56.

Algunos ensayos no son correctos, ya que la pastilla se introduce dentro de los platos de compresión, como en “Shear 2 DT-1”. Esto es debido a que los valores de *stiffness* y *critical stress* son muy altos, resultando una pastilla más resistente y rígida que el acero de los punzones. Se ha aumentado el *Shear Modulus* del acero hasta el valor máximo $1e+14$ Pa, pero no ha sido suficiente, por lo que hay que bajar los otros parámetros. Conforme más bajo sea *Shear Modulus* menor tienen que ser los otros valores para evitarlo.

Cuando todos los valores son bajos se obtiene una pastilla que apenas rompe, sufriendo una deformación principalmente plástica, como ocurre en “Shear 2 DT-4”.

Conforme aumenta la rigidez y la resistencia del comprimido la rotura es algo más frágil. Aparecen grietas y se va fracturando, pero no se separa en dos o varios trozos, como debería pasar. El resultado no es bueno, sin embargo, estas pruebas sirven para comprobar la variación de la fuerza de rotura según el resto de parámetros. Se observa que aumentando solo *Shear Modulus* la fuerza de rotura cambia muy poco, incluso disminuye en algún caso. Los parámetros verdaderamente sensibles son los de *Stiffness* y *Critical Stress*, que hacen que la fuerza aumente considerablemente. Si sigue creciendo la pastilla vuelve a meterse dentro de los punzones.

Para simplificar, se han cambiado los cuatro valores de *Stiffness* y *Critical Stress* simultáneamente, ya que el objetivo era ver como afectaban en general.

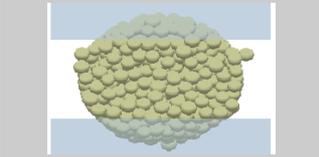
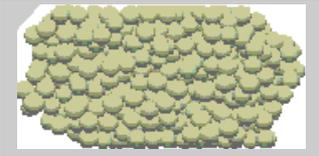
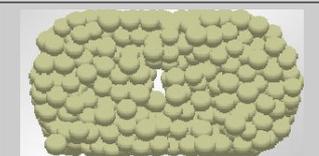
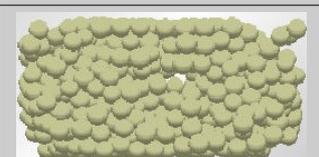
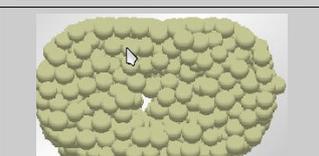
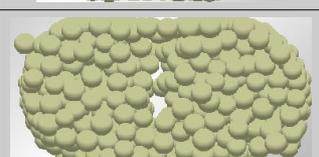
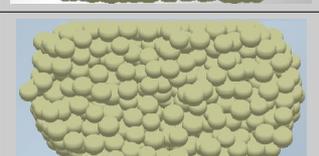
ENSAYO	SHEAR MODULUS	STIFFNESS	STRESS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN
Shear 2 DT-1	5e+6	1e+10	1e+10	---	
Shear 2 DT-4	5e+6	1e+8	1e+8	15,93 N	
Shear 2 DT-5	5e+6	1e+9	1e+9	92 N	
Shear 3 DT	1e+7	1e+9	1e+9	87 N	
Shear 4 DT-1	5e+7	1e+9	1e+9	63 N	
Shear 4 DT-2	5e+7	1e+10	1e+10	687 N	
Shear 5 DT-2	1e+8	1e+10	1e+10	868 N	
Shear 5 DT-3	1e+8	1e+9	1e+9	325 N	
Shear 5 DT-4	1e+8	1e+10	1e+10	631 N	

Tabla 5.55: Influencia de Shear Modulus en la fuerza de rotura I

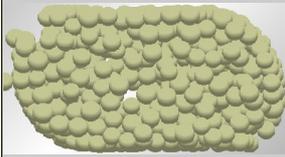
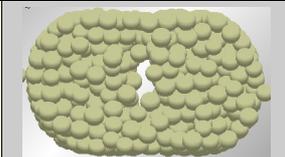
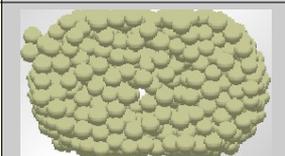
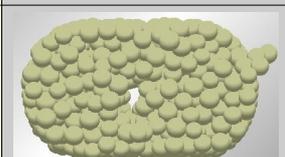
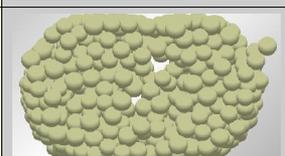
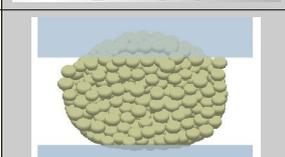
ENSAYO	SHEAR MODULUS	STIFFNESS	STRESS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN
Shear 6 DT-1	5e+8	1e+10	1e+10	818 N	
Shear 6 DT-2	5e+8	5e+10	5e+10	3260 N	
Shear 6 DT-3	5e+8	1e+11	1e+11	8045 N	
Shear 7 DT-1	1e+9	1e+11	1e+11	6175 N	
Shear 7 DT-3	1e+9	1e+12	1e+12	51599 N	
Shear 9 DT-1	7e+9	1e+12	1e+12	52556 N	
Shear 9 DT-2	7e+9	1e+13	1e+13	---	

Tabla 5.56: Influencia de Shear Modulus en la fuerza de rotura II

También se han hecho pruebas a velocidades del punzón de $v=0,04$ m/s y a $v=0,5$. Se necesita más fuerza para romperla a mayor velocidad, manteniendo el resto de parámetros iguales.

Posteriormente se han realizado suficientes ensayos de rotura para ver como se comportan cambiando determinados parámetros. En las tablas 5.57 y 5.58 se muestra una selección.

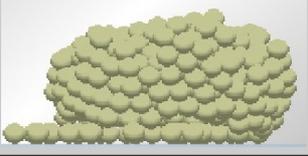
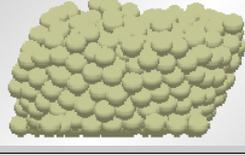
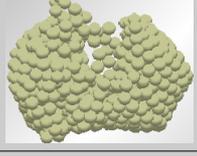
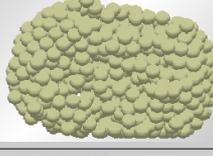
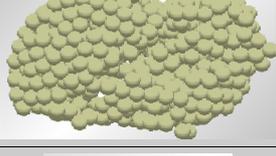
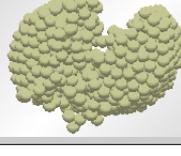
ENSAYO	NORMAL STIFFNESS SHEAR STL.	NORMAL STRESS SHEAR ST.	BONDED DISK RADIUS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN
Rotura 1	1E+7 1E+7	1E+7 1E+7	1,2 mm	3,18 N Shear=1E+8	
Rotura 2	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	1,2 mm	498 N Shear=1E+8	
Rotura 3	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	1,2 mm	460 N Shear=1E+10	
Rotura 4	5E+10 1E+9	1E+7 1E+7	1,2 mm	79 N Shear=1E+8	
Rotura 5	1E+11 1E+10	1E+7 1E+7	1,2 mm	240 N	
Rotura 6	1E+10 1E+10	1E+9 1E+9	1,2 mm	455 N	
Rotura 7	1E+10 1E+10	1E+10 1E+10	1,2 mm	460 N	
Rotura 8	1E+10 1E+10	1E+12 1E+12	1,2 mm	447 N	
Rotura 9	1E+10 1E+10	1E+12 1E+8	1,2 mm	455 N	

Tabla 5.57: Selección de ensayos de rotura I

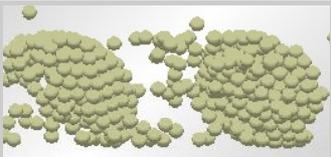
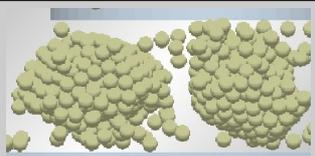
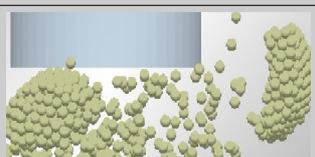
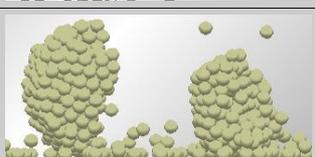
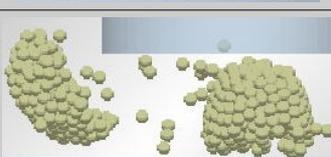
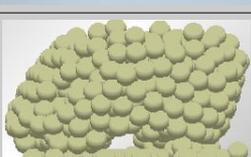
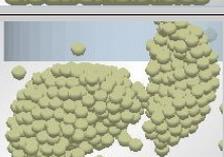
ENSAYO	NORMAL STIFFNESS SHEAR STL.	NORMAL STRESS SHEAR ST.	BONDED DISK RADIUS	FUERZA MAXIMA	IMAGEN
Rotura 10	1E+10 1E+10	1E+8 1E+12	1,2 mm	459 N	
Rotura 11	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	1 mm	360 N	
Rotura 12	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	0,5 mm	109 N	
Rotura 13	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	0,7 mm	197 N	
Rotura 14	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	2 mm	1485 N	
Rotura 15	3e+10 3e+10	1E+7 1E+7	0,7 mm	504 N	
Rotura 16	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	1,2	432 N Friction0,1	
Rotura 17	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	1,2	397 N Friction 1	
Rotura 18	1E+10 1E+10	1E+7 1E+7	1,2	591 N Restitut. 1	

Tabla 5.58: Selección de ensayos de rotura II

Se han seleccionado una serie de ensayos en los que se muestra que ocurre conforme se cambian los valores de determinados parámetros. Las celdas en las cuales se han realizado modificaciones con respecto al anterior ensayo vienen rellenas en color azul claro.

Cada ensayo va a ser comentado a continuación:

- **Rotura 1:** Se ha comenzado con el ensayo 1, en el cual los valores de *Stiffness* y *Critical Stress* son bajos. El resultado es una pastilla que no rompe, sino que sufre una deformación elasto-plástica, y para la que se requiere una fuerza muy baja: 3,18 N.
- **Rotura 2:** Si se aumentan ambos valores de rigidez (*Stiffness*) hasta $1e+10$ N/m³ la fuerza aumenta considerablemente, cercana a los valores obtenidos en los ensayos de compresión diametral, entre 450 y 500 N. Además al aumentar la rigidez la pastilla rompe a partir de una grieta que se genera tras una breve deformación por compresión, y que va evolucionando hasta partirse en dos trozos totalmente separados. Por tanto esta pastilla podría simular bastante fielmente lo que ocurre en la realidad.
- **Rotura 3:** Se aumenta el valor de *Shear Modulus*, y al contrario que en los ensayos de compactación, la fuerza no aumenta, sino que incluso disminuye un poco. Como ya se ha explicado apenas afecta en la fuerza máxima de rotura. La fractura sigue siendo correcta.
- **Rotura 4:** Con valores diferentes de *Normal Stiffness* y *Shear Stiffness*, el comprimido ya no se parte, sino que las partículas que entran en contacto con los punzones van despegándose del núcleo del comprimido y se va desintegrando poco a poco, debido a que la rigidez es diferente en ambos planos.
- **Rotura 5:** Vuelven a aumentar ambas rigideces, pero siguen siendo distintas y ocurre lo mismo, aunque la fuerza necesaria es mayor que en la anterior. Para que se comporten con rigidez, pero que rompan, ambos valores deben ser iguales.
- **Rotura 6:** Partiendo de “Rotura 2”, se aumenta *Critical Stress* hasta $1e+9$ y se observa que el valor de fuerza máxima de rotura es prácticamente la misma, pero al aumentar la resistencia de la pastilla ya no se comporta tan frágil, y no rompe en

dos partes, ya que quedan unidas, como si fuera de goma dura.

- **Rotura 7:** Sigue aumentando igual que antes y ocurre lo mismo, aunque rompe un poco menos, por ser más resistente. La fuerza tampoco ha variado.
- **Rotura 8:** Ambos valores de *Critical Stress* vuelven a crecer igual y vuelve a mantenerse la misma fuerza máxima, rompiendo parecido al anterior
- **Rotura 9:** Manteniendo el valor máximo de *Critical Normal stress*, y disminuyendo bastante el de *Critical Shear stress*. El resultado es que la fuerza máxima de rotura sigue siendo la misma, pero rompe más frágilmente, aunque no llegan a separarse totalmente.
- **Rotura 10:** Intercambio los valores, siendo ahora menor *Critical Normal Stress* que *Critical Shear Stress*. La fuerza de rotura sigue siendo la misma, y rompe prácticamente igual, por lo que no afecta que ambos valores sean diferentes. Con tal de que uno de los dos sea bajo, rompe.
- **Rotura 11:** Tomando de nuevo los datos del ensayo “Rotura 2”, se va a disminuir el valor de *Bonded Disk Radius*, y como era de esperar, la fuerza máxima disminuye, porque al ser menor este parámetro también lo es la fuerza entre las partículas. Sin embargo la rotura es similar.
- **Rotura 12:** Vuelve a decrecer *Bonded Disk Radius* y la fuerza sigue disminuyendo. La rotura es correcta.
- **Rotura 13:** Ahora se toma un valor intermedio, y la fuerza también queda entre ambos valores anteriores. De nuevo se obtiene una fractura adecuada. Además se ha aumentado el valor del coeficiente de fricción estática entre los platos y la pastilla (acero-sal) y los trozos no salen despedidos, sino que se quedan donde rompen. En los ensayos anteriores los pedazos desprendidos en la rotura salían expulsados a gran velocidad ya que la fricción era baja.
- **Rotura 14:** Por último, se prueba a aumentar considerablemente el valor de *Bonded Disk Radius*, al doble del tamaño de la partícula y el valor de fuerza máxima también crece significativamente.

- **Rotura 15:** Tomando como referencia la prueba “Rotura 13”, se aumenta el valor de rigidez normal y tangencial con la intención de que la rotura sea más frágil todavía. En la mayoría de las simulaciones es preciso que la tableta se comprima unos mm antes de romper, más que lo que ocurre en la realidad, y aumentando la rigidez se busca que dicho desplazamiento inicial disminuya. El resultado es una pastilla demasiado rígida en la que solo se desprenden las partículas en contacto con los platos y que son sometidas aun a alta presión por ellos. Sin embargo, si se disminuye el valor de *Fixed Time Step* se consigue que el comprimido rompa perfectamente
- **Rotura 16:** Partiendo del ensayo “Rotura 2” se ha disminuido el coeficiente de fricción estático desde 0,5 hasta 0,1. El resultado es una rotura prácticamente igual, pero con una fuerza máxima un poco menor, aunque no mucho.
- **Rotura 17:** De nuevo, partiendo del ensayo “Rotura 2” se ha aumentando el coeficiente de fricción estático desde 0,5 hasta 1. Ahora no se produce una fractura clara, sino que como ha ocurrido en otros ensayos, las partículas en contacto con los platos de compresión se desintegran. La fuerza también es menor, pero en caso de que hubiera habido fractura sería mayor.
- **Rotura 18:** También se han hecho ensayos cambiando el coeficiente de restitución y la diferencia en cuanto a la fuerza máxima de rotura no era muy significativa. Pero para valores bajos, 0,1, las partículas se disgregan y desaparecen, no se parte. Para valores altos, como 1, la fuerza aumenta algo y al pastilla rompe bien.

La gráfica del ensayo “Rotura 2”, que da un resultado adecuado, se puede ver en la figura 5.66. Muestra una curva creciente de manera bastante uniforme hasta un máximo, a partir del cual disminuye rápidamente sin ningún punto discordante.

También es interesante mostrar una imagen ampliada del momento en le que se produce la fractura, siendo esta bastante parecida a la prueba de laboratorio, aunque más violenta. (Figura 5.67).

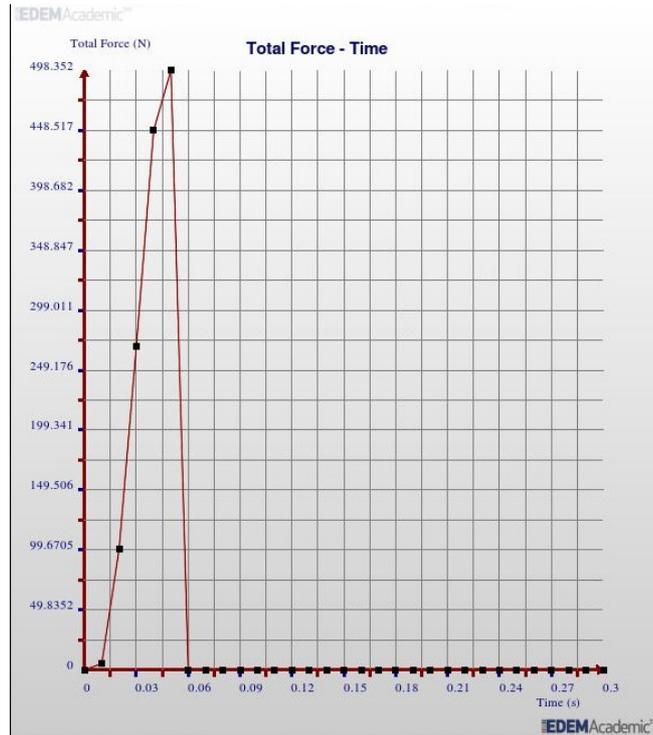


Figura 5.66: Fuerza de rotura ensayo "Rotura 2"

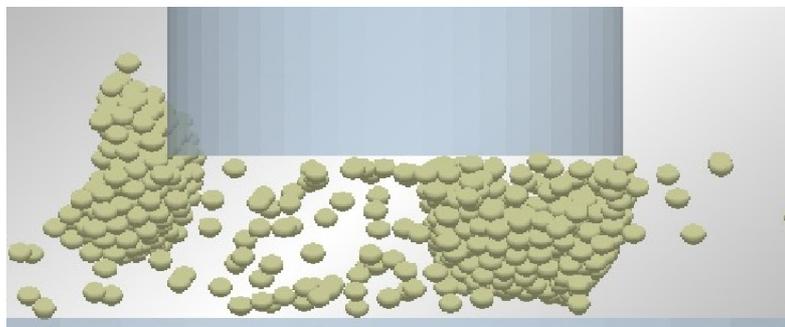


Figura 5.67: Momento de la fractura. Ensayo "Rotura 2"

5.6.1.1 Conclusiones al modelo *Hertz-Mindlin with Bonding*

Una vez analizados todos los ensayos de rotura para el modelo de contacto Hertz-Mindlin with Bonding se pueden llegar a las siguientes conclusiones:

- Si se emplean los parámetros que ofrecen un comportamiento que se asemeja a las pruebas reales para la compactación, en la simulación de la rotura el resultado es

muy distinto al deseado.

- El modulo de corte (*Shear Modulus*) es muy poco influyente en el valor de la fuerza máxima de rotura, al contrario que en la fuerza máxima de compactación.
- Los parámetros verdaderamente sensibles son los de *Stiffness* y *Critical Stress*, que hacen que la fuerza aumente considerablemente, así como conseguir una fractura más o menos frágil o solo deformación plástica.
- Con valores diferentes de *Normal Stiffness* y *Shear Stiffness*, el resultado empeora
- Con ambos valores de *Critical Stress* diferentes el resultado no cambia independientemente de cual sea el mayor. Cuando son iguales, si son bajos, la rotura es más frágil que si aumentan.
- Si el valor de *Bonded Disk Radius* aumenta también lo hace la fuerza de rotura
- Es necesario un valor medio de coeficiente de fricción estático entre los punzones y la pastilla para evitar que esta salga despedida.
- Al aumentar el coeficiente de fricción estático la fuerza máxima aumenta, aunque no excesivamente. Si el valor es muy alto la fractura empeora.

5.6.2 Hertz-Mindlin with JKR Cohesion

Con este modelo también se han intentado reproducir las condiciones reales de rotura del comprimido, pero los resultados han sido bastante peores que con el anterior.

En todos los ensayos realizados con diferentes parámetros no se han conseguido roturas válidas. Solamente se obtienen deformaciones bastante altas, con muy poco esfuerzo. En el mejor de los casos la pastilla rompe por algunos planos, pero no llega a separarse claramente.

De todos los ensayos realizados se ha seleccionado el de mejor resultado para la compactación, con un acabado muy bueno y una fuerza máxima de 45000 N, igual que en los ensayos de laboratorio (figura 5.68). Sin embargo, si se le aplica el test de compresión diametral (figura 5.69), el resultado es una pastilla demasiado blanda y plástica, que se aplasta sin dificultad con solo algunas zonas de fractura. El valor de la fuerza máxima es

muy bajo, 6,68 N como se puede apreciar en la gráfica de la figura 5.70. La fuerza va aumentando progresivamente hasta un valor máximo donde se produce una fractura interna en el comprimido, disminuyendo considerablemente la fuerza, para posteriormente al volver a comprimir de nuevo, aumentar hasta el siguiente punto de fractura.

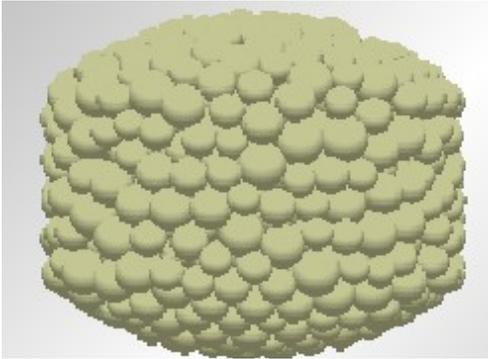


Figura 5.68: Comprimido HM with JKR

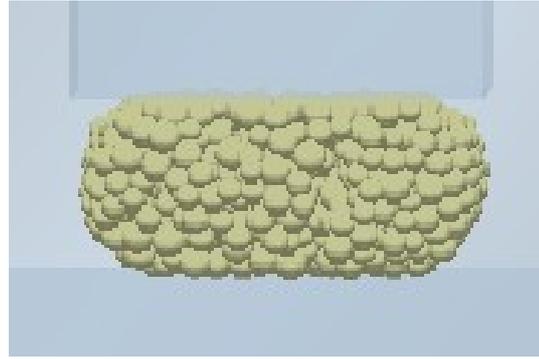


Figura 5.69: Test diametral

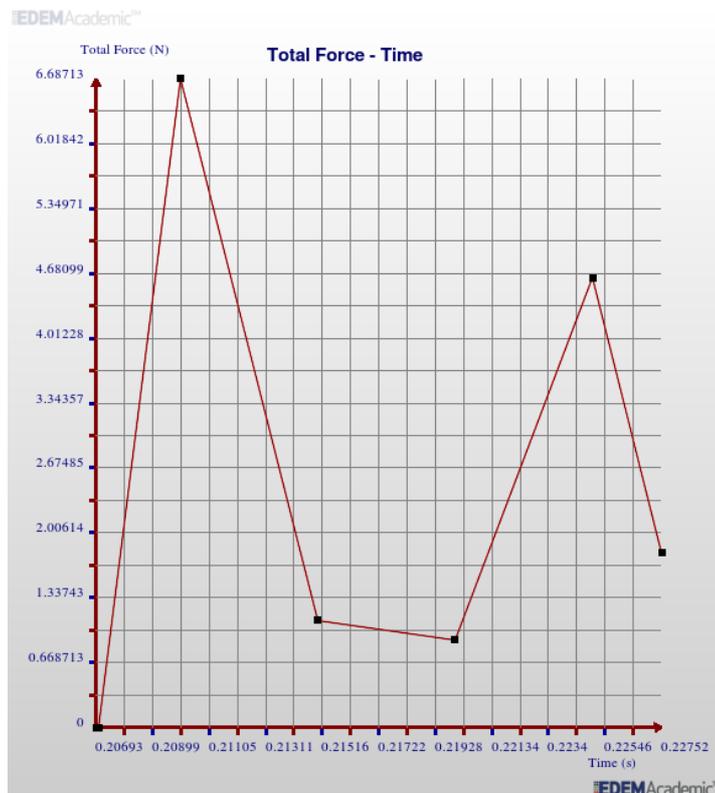


Figura 5.70: Gráfica de fuerza de rotura-tiempo

5.6.2.1 Conclusiones al modelo Hertz-Mindlin with JKR Cohesion

No es un buen modelo para reproducir la fractura. Los resultados siempre son deformaciones demasiado plásticas, y con valores muy bajos de fuerza de rotura. Algunas veces se llegan a producir fracturas internas, pero sin que se parta el comprimido.

5.6.3 Hysteretic Spring + Linear Cohesion

Los resultados con este modelo tampoco son buenos. Aunque la compactación presenta ciertas dificultades para elegir los valores adecuados, si que se han conseguido comprimidos de calidad, pero con valores de fuerza máxima de compresión un tanto dispares. En cuanto a la rotura por medio del test de compresión diametral, los mejores comprimidos obtenidos no rompen, sino que se aplastan como si fueran arcilla húmeda. Se produce una deformación muy plástica y con un valor de fuerza de rotura muy baja, mucho menor que la necesaria.

Partiendo del ensayo CCAA, que es el mejor de todos los realizados, se le ha aplicado un test de compresión diametral, pero la resistencia de la pastilla es tanta, que se introduce dentro de los platos de compresión. Se ha subido el valor de módulo de corte del acero y se ha bajado un poco el de la sal, y aún así sigue introduciéndose dentro, como se observa en la figura 5.71, incluso a valores de *Fixed Time Step* muy bajos, menores de 1%. La fuerza de compresión para la fabricación es muy alta (197548 N) y esto parece que dificulta la compresión.

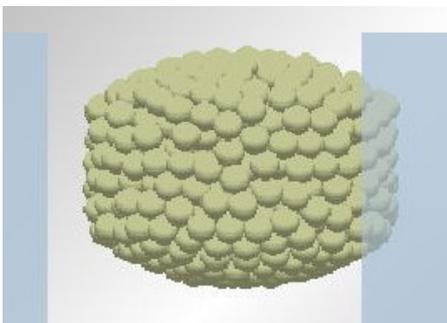


Figura 5.71: Ensayo CCAA. Diametral Test

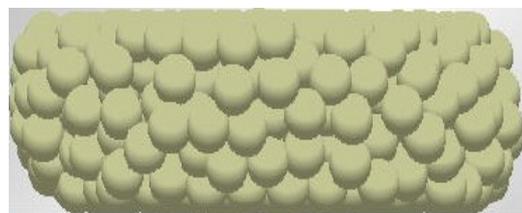


Figura 5.72: Ensayo BBBA. Diametral Test

En este modelo solo se han conseguido compactar, con cierta calidad, con fuerzas muy bajas (inferiores a 10 N) o muy altas (del orden de 200000 N y superiores). Se ha vuelto a realizar el test de compresión diametral a otra pastilla, el ensayo BBBA, cuya fuerza de compactación ha sido muy baja (3,65 N). El resultado de este test se ve en la figura 5.72.

Se produce una deformación muy plástica y constante, sin incrementos bruscos de fuerza, como se observa en la gráfica de la figura 5.73, hasta un valor máximo de 9,82 N, a partir del cual el plato se retira y la fuerza disminuye más bruscamente.

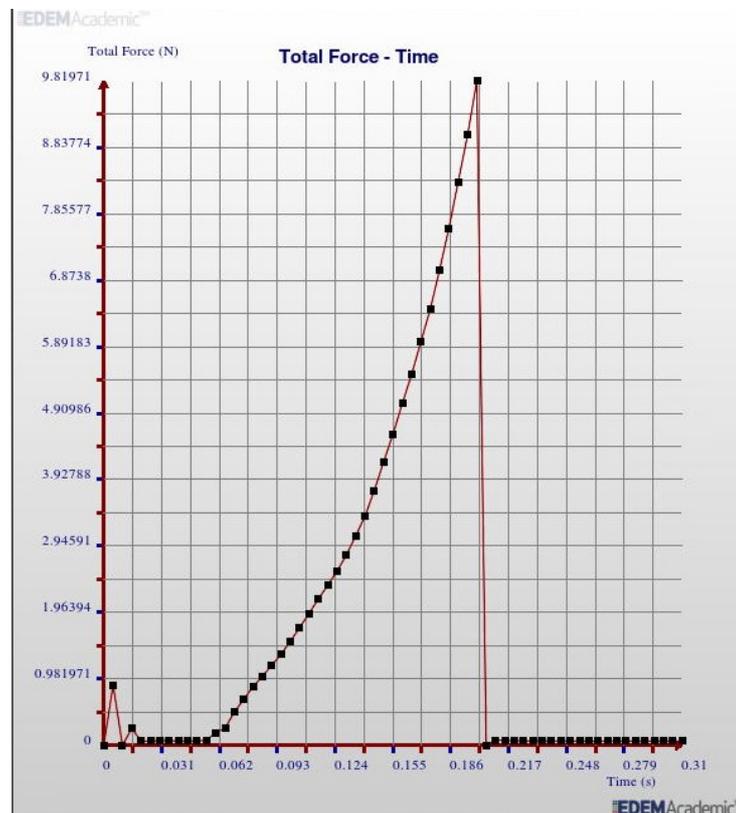


Figura 5.73: Ensayo BBBA. Gráfica fuerza-tiempo

5.6.3.1 Conclusiones al modelo Hysteretic Spring + Linear Cohesion

La conclusión para esta combinación de modelos es que no es nada adecuada para simular la rotura del comprimido. Existen dos soluciones opuestas: o no es capaz de comprimirse, o resulta excesivamente plástico, y con valores de fuerza muy bajos.

5.6.4 ECM

Este modelo de contacto ha demostrado ser el más adecuado para la compactación de las pastillas, ofreciendo unos resultados en la simulación prácticamente perfectos. Debido a ello se han realizado numerosos ensayos de compresión diametral con la intención de obtener el objetivo perseguido. Sin embargo, la rotura de estos comprimidos no es la adecuada, ya que se produce una deformación demasiado plástica.

Por ejemplo, aplicando dicho test a la prueba CCAA3 (modificación de CCAA para obtener una fuerza máxima de 45000 N), que presenta una pastilla perfecta, resulta una deformación muy plástica, con algunas zonas de rotura, pero sin disgregarse en trozos, como se puede ver en la figura 5.74.

Se comprime como si fuera arcilla húmeda. Es muy plástico y poco frágil. Los contactos totales entre partículas son al principio de 1241 y al final de 1087. No hay mucha diferencia pero quiere decir que los contactos se han ido rompiendo, aunque aparezcan otros nuevos. Por lo que la pastilla se ha fracturado algo, pero no rompe frágil.

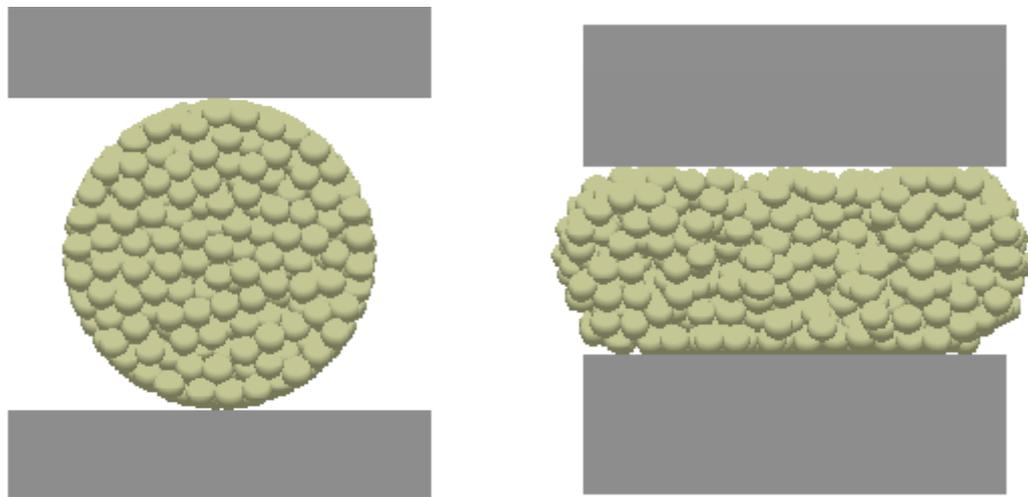


Figura 5.74: Ensayo CCAA3. Diametral Test. Inicio (izqda.) y final (dcha.)

La gráfica de este ensayo es la que aparece en la figura 5.75. Se producen continuas fracturas internas, pero todas con una aplicación de fuerza extremadamente baja, siendo la mayor 0,1 N. Hay que tener en cuenta que dicho comprimido ha necesitado 46000 N para compactarse, por lo que la fuerza para la rotura es mínima, además se buscaba obtener

entre 450 y 500 N, como en la realidad.

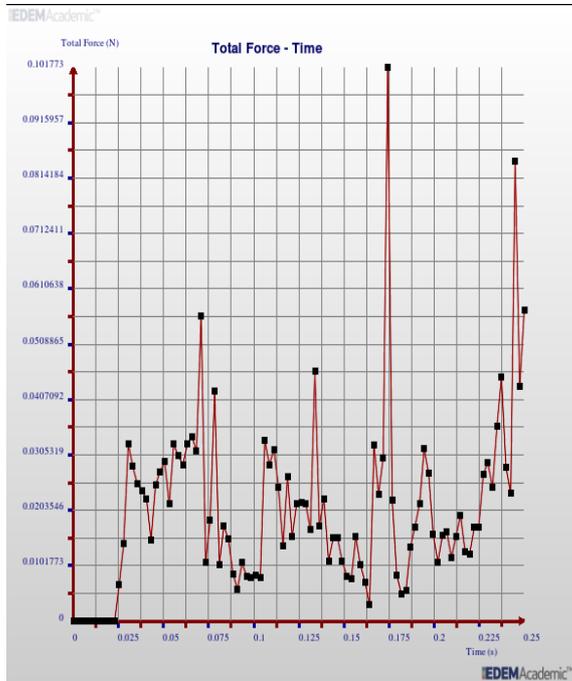


Figura 5.75: Gráfica Diametral Test CCAA3

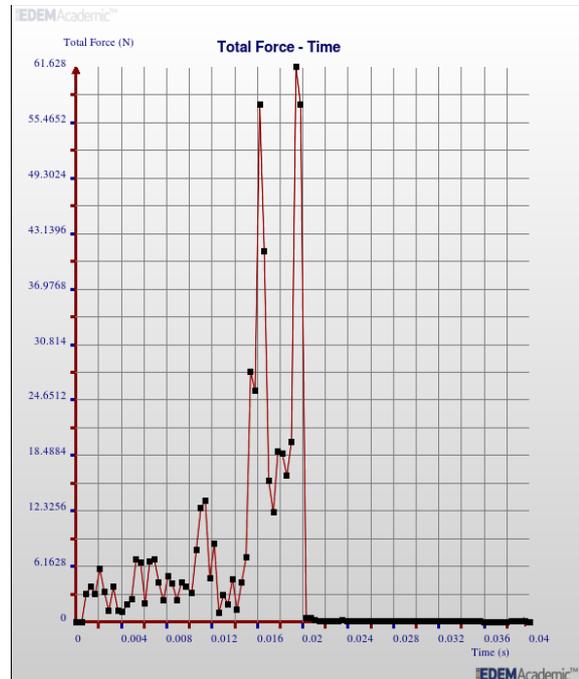


Figura 5.76: Gráfica Diametral Test CBCC

Entre todos los ensayos de fractura realizados el mejor ha sido para CBCC (figura 5.76), que presenta una curva de compresión más adecuada y la mayor fuerza de rotura que se ha obtenido, 62,63 N. La gráfica tiene unos primeros instantes de asentamiento, con fuerza oscilante, para seguidamente crecer de manera continua hasta un máximo donde se produce una fractura. A continuación desciende la fuerza hasta que vuelve la pastilla a ofrecer resistencia, hasta un nuevo máximo donde se supone que se vuelve a fracturar.

Visto que con la configuración básica de este modelo no se pueden conseguir roturas frágiles, se va a actuar sobre el archivo de texto que controla los parámetros (empleando *API - Application Programming Interface*) para aumentar la rigidez lo máximo posible. Para ello se aplicarán los siguientes valores al ensayo CCAA3:

- *Constant pull-off forces*, $f_0 = 0$ N.
- *Tangential stiffness multiplier* = 1
- *Power value for adhesion branch*, $X = 25$

Al cambiar los parámetros ha aumentado un poco la fuerza respecto al ensayo de referencia, CCAA2, con los valores anteriores de dichos parámetros. Ha pasado de 48000 N a 52647 N. Se espera que de esta forma sea más frágil, pero no ha sido así, sino casi lo contrario. En las figuras 5.77 y 1 se pueden observar la pastilla después de aplicarle el test de compresión diametral y el gráfico de fuerza-tiempo respectivamente.

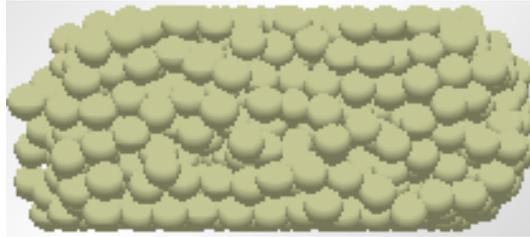


Figura 5.77: CCAA3. Diametral Test

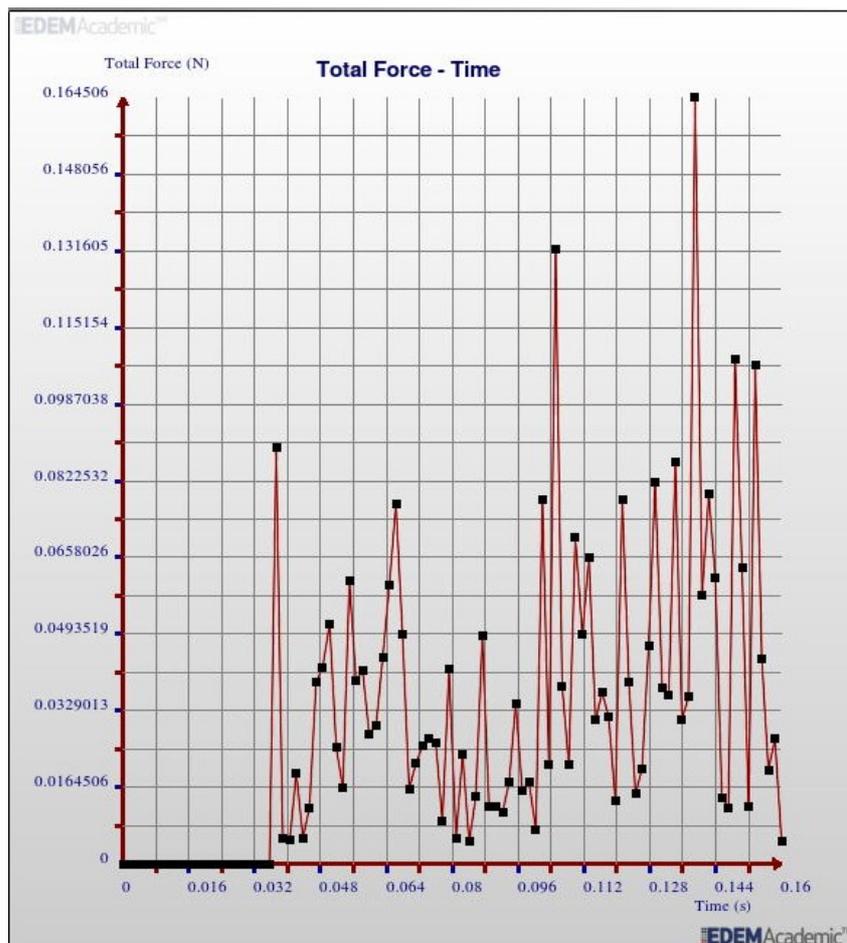


Figura 5.78: CCAA3. Grafica fuerza de rotura-tiempo

El resultado ha sido una gráfica con muchas oscilaciones, debido a las continuas fracturas y asentamientos que se van produciendo. Aún así el valor de fuerza máxima, 0,16 N, es extremadamente bajo, más incluso que en lo ensayos anteriores.

Visto que esta solución tampoco satisface los objetivos perseguidos se va a intentar una última alternativa. Se realiza la compactación de la pastilla con el modelo ECM, que da los mejores resultados, y posteriormente se exporta sin las propiedades (sin *custom properties*) para aplicarle el test de compresión diametral. En el instante inicial se cambia el modelo de contacto *ECM* por *Hertz-Mindlin with Bonding* y se aplican los valores de los parámetros de los comprimidos que mejores resultados han dado en la rotura.

Se han realizado diversos ensayos y se ha hecho una selección de ellos que se muestra a continuación:

- ECM-HM1: Se aplica el test diametral a un *Export Simulation Deck* del ensayo ECM CCAA3, el último reseñado. Se configura con las propiedades de HM Bonding de “Rotura 2”, cuya fractura es bastante buena. Se obtiene rotura plástica y una fuerza de fractura de 22,9 N. Sale peor de lo previsto porque se desprenden partículas al aplicar el *bonding*, a pesar de realizarlo a bajo *Fixed Time Step*. Rompe menos frágil y con menos violencia, por lo que los pedazos no salen disparados. Si que llega a romperse en varios trozos, pero no tan frágiles como se deseaba. (Figura 5.79). Esta vez la gráfica describe una trayectoria creciente constante, salvo ciertas perturbaciones, para una vez alcanzado el máximo, donde se produce la fractura, ceder. (Figura 5.80)

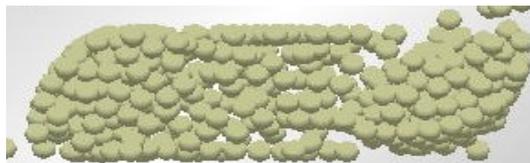


Figura 5.79: ECM-HM1. Diametral Test

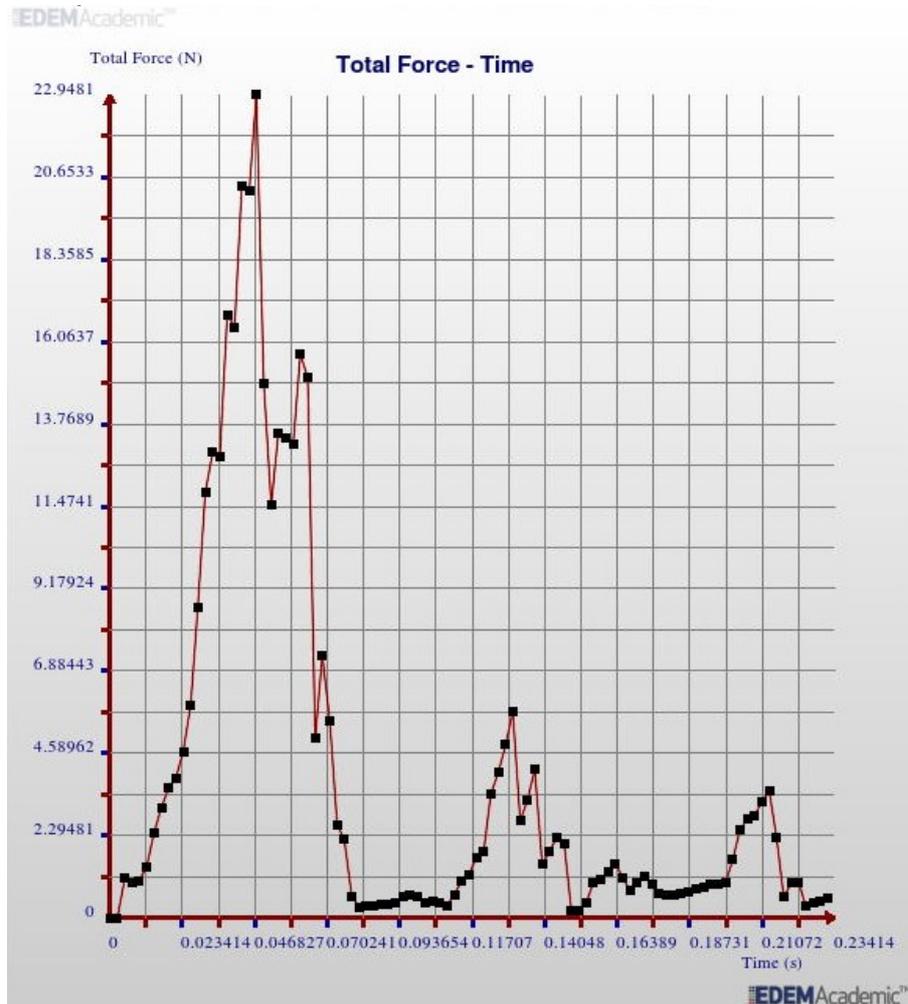


Figura 5.80: ECM-HM1. Diagrama fuerza de rotura-tiempo

- ECM-HM2. Ahora se empieza partiendo de ECM CCAA2 que ha necesitado una fuerza de 48000 N y que ha salido perfecta, y que utiliza los parámetros standard del modelo ECM. Se vuelve a hacer una exportación de la pastilla sin las propiedades y se aplican los valores de HM bonding CCCC1, que salía también muy bien y con 45000 N. El resultado no es bueno. La compresión resulta ser demasiado plástica, y aunque hay zonas de rotura, no llegan a partir el comprimido (figura 5.81). Sin embargo, en la gráfica (figura 5.1) se aprecia como el valor de la fuerza de rotura es de 1865,1 N, mucho mayor que en las pruebas anteriores, pero mucho menor que en CCCC1.

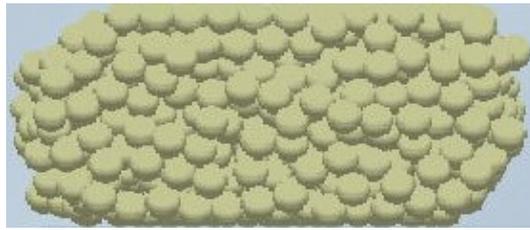


Figura 5.81: ECM-HM2. Diametral Test

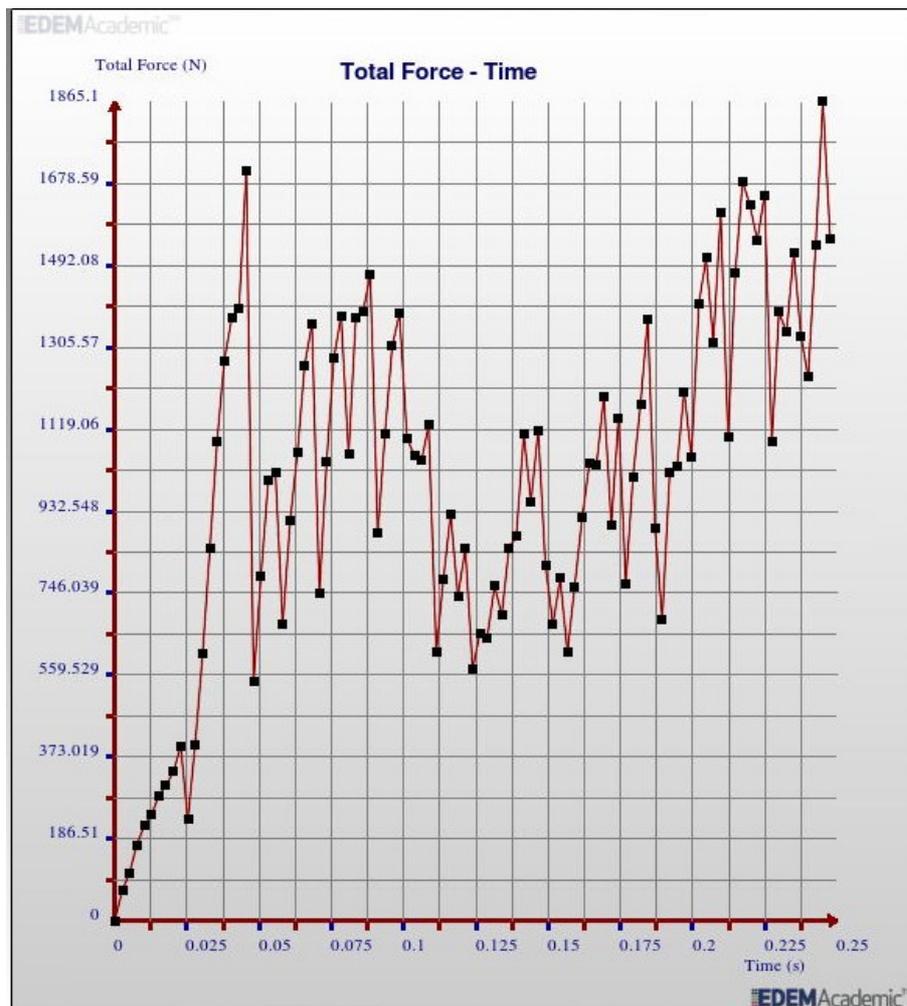


Figura 5.82: ECM-HM2. Diagrama fuerza de rotura-tiempo

- ECM-HM3. De nuevo, a partir de ECM CCAA2 se exporta la pastilla sin propiedades. Se configura con los valores de HM bonding “Rotura 15”, que rompe bien y frágil. Esta vez el resultado, en cuanto a la fractura es bastante bueno, como

se puede ver en la figura 5.83. Se produce una rotura en dos trozos principales acompañados de partículas sueltas. Lo mejor de este ensayo es que la fractura se ha producido después de muy poca deformación del comprimido, aproximadamente 1,5 mm, tal y como ocurre en la realidad en los ensayos de laboratorio. Sin embargo, la fuerza de rotura vuelve a ser pequeña, 26 N (figura 5.84)

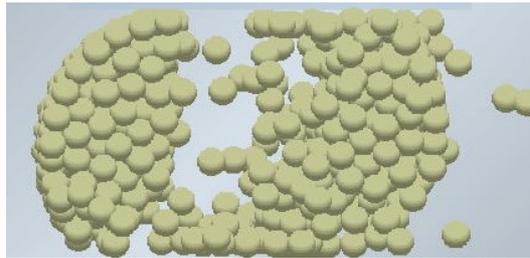


Figura 5.83: ECM-HM2. Diametral Test

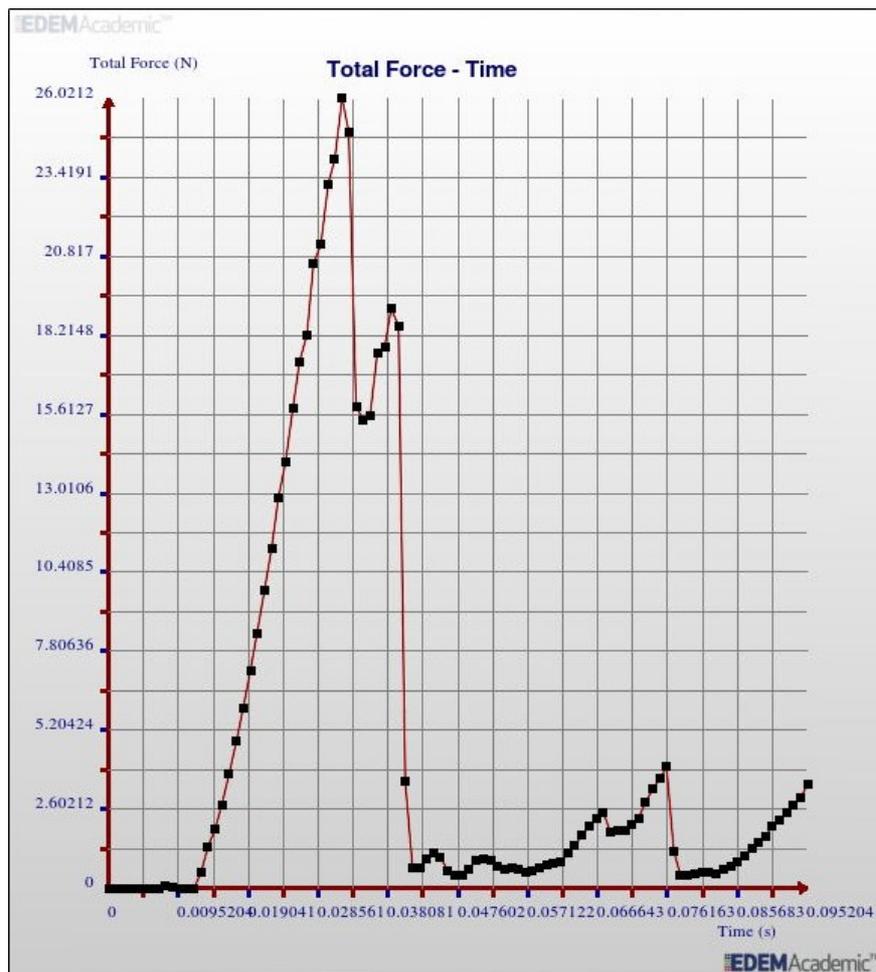


Figura 5.84: ECM-HM3. Diagrama fuerza de rotura-tiempo

5.6.4.1 Conclusiones al modelo ECM

Las conclusiones a las que se puede llegar para este modelo son las siguientes:

- El modelo es capaz de reproducir adecuadamente los niveles de tensión y deformación para compresión confinada (compactación de la pastilla). Sin embargo, para compresión sin confinamiento (diametral test) la tensión es más baja de lo necesario y la deformación del material es demasiado plástica. Aun así, la fuerza de rotura en el diametral test con el modelo de contacto *ECM* se acerca más a la realidad que con *Hertz-Mindlin with Bonding*, aunque no lo suficiente.
- Cambiando los parámetros propios del modelo hacia lo que supondría una pastilla lo más frágil posible, tampoco se consiguen resultados adecuados.
- Si se combinan ECM (el mejor modelo para compactación) con Hertz-Mindlin with Bonding (el mejor modelo para rotura) los resultados son mejores, sobretodo en cuanto a la deformación y rotura del comprimido, no tanto en cuanto al valor de la fuerza de rotura.

5.7 Validación

5.7.1 Introducción

La verificación y validación de modelos computacionales son de gran importancia. El término verificación describe el proceso de comprobar que las soluciones numéricas son una solución precisa al modelo, realizando la implementación computacional de las ecuaciones matemáticas. El término validación describe el proceso por el que la precisión de las predicciones de un modelo se comparan con los datos experimentales. Ha sido ampliamente discutido en la literatura a través de Diseño de Elementos Finitos, sin embargo, la verificación y validación de modelos DEM no ha sido tan desarrollada y los procedimientos no están tan bien definidos. Esto es principalmente debido a la dificultad para obtener los datos experimentales con los que comparar. La extensión y los métodos de verificación y validación utilizados por los investigadores varían ampliamente, y frecuentemente no se describen completamente en la bibliografía.

A continuación se va a exponer los resultados obtenidos para comprimidos de diferentes

tamaños en las pruebas experimentales, y cómo su simulación aporta resultados compatibles con los anteriores.

Una vez realizados los ensayos necesarios con la pastilla de 22 mm de diámetro se van a aplicar los mejores resultados obtenidos a otras de diferente diámetro y forma. Se compararán los resultados reales y virtuales de los nuevos tamaños, y si coinciden, las simulaciones podrían extenderse a cualquier medida o geometría, dentro de unos límites. Pero es imprescindible prevenir que no todas las formas y tamaños son aplicables. Es necesario que la proporción entre el tamaño de la partícula y del comprimido se mantengan dentro de un rango, para evitar que la partícula sea excesivamente grande en comparación al tamaño de la pastilla. Igualmente, geometrías excesivamente complicadas o con cavidades relativamente pequeñas respecto al tamaño de la partícula, puede que no ofrezcan los resultados esperados.

Se han realizado pastillas de 3 tamaños diferentes: 13, 17 y 22 mm de diámetro. Para que las pruebas sean comparables, se calcula el número de partículas necesarias para cada tamaño, que sean equivalentes a las de referencia de 22 mm de diámetro.

- Diámetro 22 mm plano: 500 partículas
- Diámetro 17 mm plano: 316 partículas
- Diámetro 13,5 mm plano: 175 partículas

Los parámetros empleados para configurar la pastilla del ensayo CCCC1 con el modelo de contacto *Herzt-Mindlin with Bonding*, son los que se van a aplicar a los comprimidos de diferentes diámetros. Se utiliza dicho ensayo porque es el que mejor resultado ha dado para este modelo, el cual es el mejor para reproducir la posterior rotura del compacto.

La velocidad de desplazamiento también será la misma, $v = 0,04$ m/s.

5.7.2 Comprimido de diámetro 17 mm plano

Una vez realizados los ensayos en laboratorio para este tipo de punzón y obtener los resultados de fuerza máxima de compresión y la curva fuerza-desplazamiento, serán comparados con las simulaciones en EDEM equivalentes. Para realizar estas, previamente se han debido diseñar las nuevas geometrías de los punzones y definir sus dinámicas. En la

figura 5.85 se puede ver el resultado de dicha simulación, un comprimido de buena calidad.

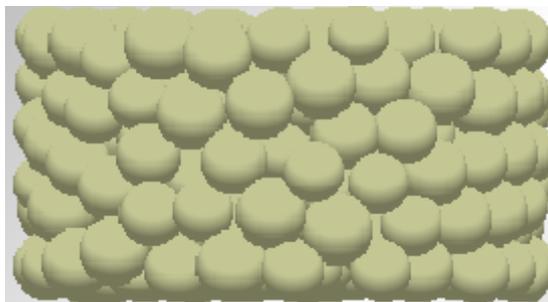


Figura 5.85: Comprimido de diámetro 17 mm

La fuerza necesaria para realizar la compresión aparece en la gráfica de la figura 5.86. La forma de la curva es la correcta, semejante a la de referencia, salvo en un punto intermedio donde se observa una recolocación de las partículas, lo que ocurre a veces en las simulaciones. El valor máximo de fuerza es 26.887 N, menor que los 44.000 N de referencia de la pastilla de 22 mm de diámetro. Esto es lógico ya que el área de la superficie donde se aplica la fuerza es menor, y la presión debe ser la misma para que los comprimidos se compacten igual, y por tanto, tengan la misma resistencia. La relación de áreas, fuerzas y presiones para ambos tamaños son:

- Área pastilla 22 mm de diámetro: 380 mm²
- Área pastilla 17 mm de diámetro: 226 mm²
- Fuerza máxima pastilla 22 mm de diámetro: 44.000 N
- Fuerza máxima esperada pastilla 17 mm de diámetro: 26.168 N
- Fuerza máxima obtenida pastilla 17 mm de diámetro: 26.887 N
- Presión esperada: 115,8 N/mm²
- Presión obtenida: 118,9 N/mm²

El resultado obtenido es muy poco mayor que el esperado, aproximadamente un 2,7%. Teniendo en cuenta que, a veces, la repetibilidad del ensayo genera errores de casi el 10%, esta diferencia es poco significativa, por lo que el resultado es muy adecuado.

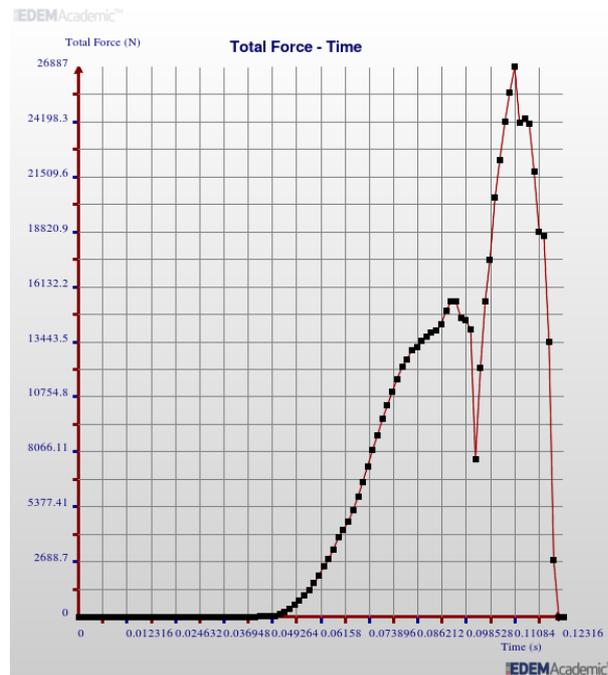


Figura 5.86: Gráfico fuerza-tiempo para el comprimido de 17 mm de diámetro (compresión)

5.7.2.1 Test de compresión diametral

En cuanto a la rotura del compacto, se aplica la configuración del ensayo “Rotura 2” del modelo *Herzt-Mindlin with Bonding*. La rotura ha sido frágil, generándose un par de trozos grandes y otros más pequeños junto a partículas sueltas. El resultado es correcto, como se puede ver en la figura 5.87.

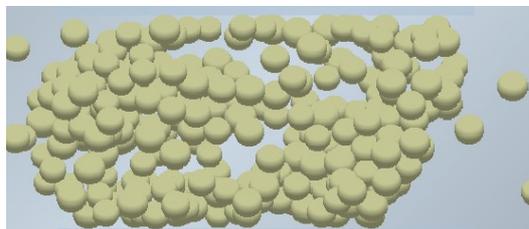


Figura 5.87: Test de compresión diametral. Diámetro 17 mm

En cuanto al valor máximo de fuerza de rotura no es idéntica a la de la pastilla de 22 mm de diámetro. Se obtiene un valor de 468,53 N, algo menor que los 500 N,

aproximadamente, de la pastilla de diámetro 22 mm, debido a la menor sección total que se debe fracturar. En las pruebas de laboratorio, los resultados del test de compresión diametral han estado comprendidos entre 350 N y 400 N, algo mas bajos que los obtenidos en la simulación. Esta diferencia no es exagerada, teniendo en cuenta que este tipo de ensayo ha sido difícil de simular y que los resultados siempre presentan cierta variabilidad debido a la aleatoriedad del proceso, que le afecta primero en la compresión, y posteriormente en la rotura.

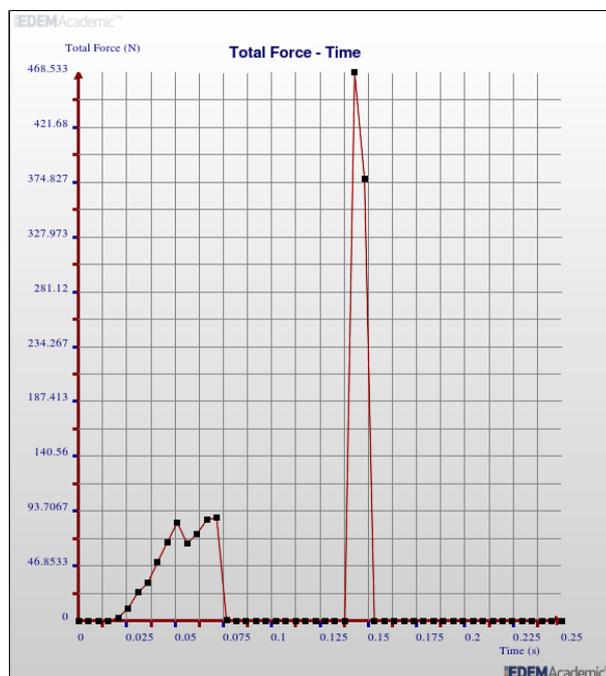


Figura 5.88: Gráfico fuerza-tiempo para el comprimido de 13 mm de diámetro (rotura)

5.7.3 Comprimido de diámetro 13 mm plano

Se han llevado a cabo los ensayos en laboratorio con este tipo de punzón para obtener los valores de fuerza máxima de compresión y la curva fuerza-desplazamiento, que serán comparados con las simulaciones equivalentes. Se han diseñado las nuevas geometrías de los punzones y definidas sus dinámicas. En la figura 5.89 se puede ver el resultado de dicha simulación, un comprimido de buen calidad.

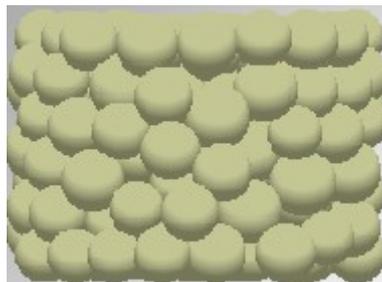


Figura 5.89: Comprimido de diámetro 13 mm

La fuerza necesaria para realizar la compresión aparece en la gráfica de la figura 5.90. La forma de la curva es la correcta, semejante a la de referencia. El valor máximo de fuerza es 17.715 N, menor que los 44.000 N de referencia de la pastilla de 22 mm de diámetro. Esto es lógico ya que el área de la superficie donde se aplica la fuerza es menor, y la presión debe ser la misma para que los comprimidos se compacten igual, y por tanto, tengan la misma resistencia. Los valores para ambos tamaños son:

- Área pastilla 22 mm de diámetro: 380 mm²
- Área pastilla 13 mm de diámetro: 133 mm²
- Fuerza máxima pastilla 22 mm de diámetro: 44.000 N
- Fuerza máxima esperada pastilla 13 mm de diámetro: 15.400 N
- Fuerza máxima obtenida pastilla 13 mm de diámetro: 17.715 N
- Presión esperada: 115,8 N/mm²
- Presión obtenida: 133 N/mm²

El resultado obtenido es un poco mayor de lo esperado, aproximadamente un 15%. Teniendo en cuenta que, a veces, la repetibilidad del ensayo genera errores de casi el 10%, esta diferencia no puede ser solo atribuible a esto. Hay que tener en cuenta que la disminución de tamaño de la pastilla no puede ser ilimitada si no disminuye a la vez el tamaño de la partícula. En este caso la partícula se ha mantenido constante y por eso se obtiene dicha diferencia, un poco mayor de lo pretendido. A pesar de todo el método parece ser consistente.

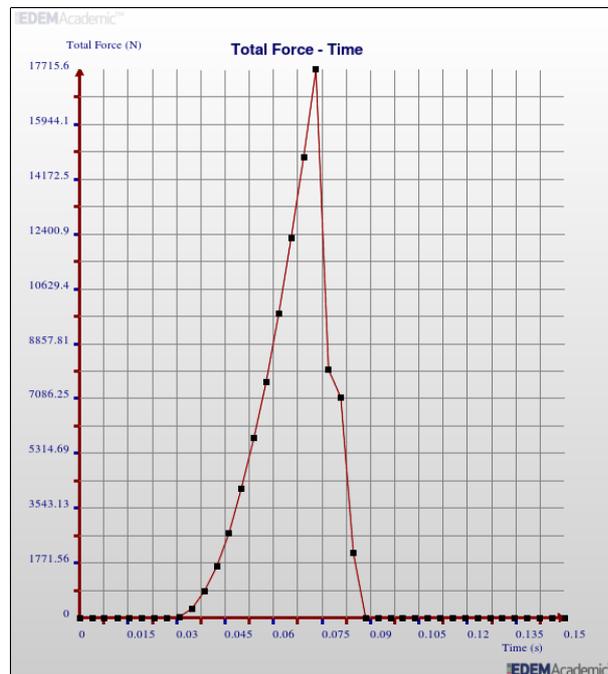


Figura 5.90: Gráfico fuerza-tiempo para el comprimido de 13 mm de diámetro (compresión)

5.7.3.1 Test de compresión diametral

En cuanto a la rotura del compacto, se aplica la configuración del ensayo “Rotura 2” del modelo *Herzt- Mindlin with Bonding*. La rotura ha sido frágil, generándose un par de trozos grandes y algo de escombros, como debía ser. Ver figura 5.91.

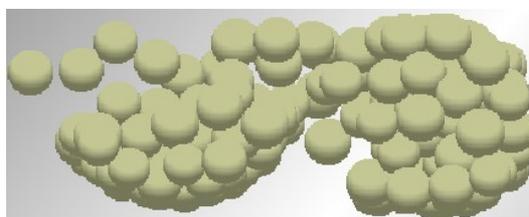


Figura 5.91: Test de compresión diametral. Diámetro 13 mm

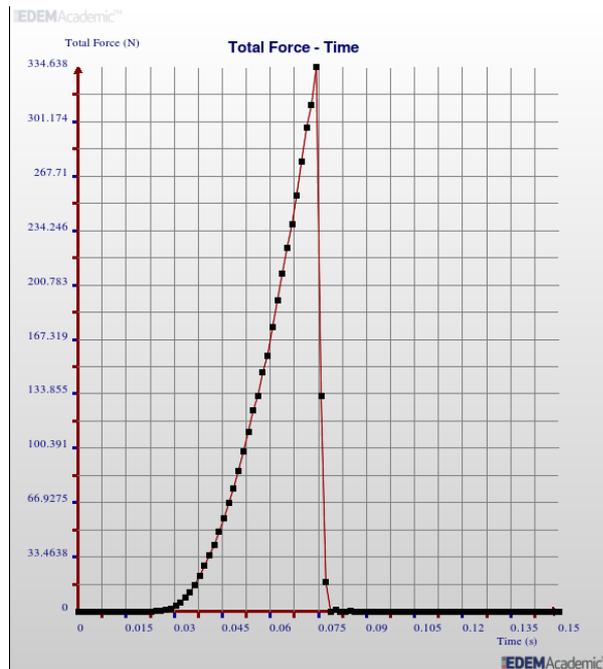


Figura 5.92: Gráfico fuerza-tiempo para el comprimido de 13 mm de diámetro (rotura)

En cuanto al valor máximo de fuerza de rotura (ver figura 5.92) se obtiene un valor de 334,6 N, algo menor que los 500 N de la pastilla de diámetro 22 mm, debido a la menor sección total que se debe fracturar. Aún así, dicho valor debía ser algo menor, según los datos obtenidos en el laboratorio, que oscilan entre 300 y 350 N, pero es una diferencia asumible.

5.7.4 Conclusiones

Los resultados referidos al proceso de compresión obtenidos en el laboratorio son muy semejantes a los obtenidos virtualmente en las simulaciones con EDEM. Esto quiere decir que la validación del proceso de compresión estaría justificada.

En cuanto al proceso de rotura, los resultados aun siendo buenos, no han alcanzado la perfección del proceso de compactación. No es de extrañar, ya que en la realización de los ensayos de rotura para identificar el valor más adecuado de cada parámetro ya se han tenido dificultades. Por tanto, aunque la relación realidad-simulación no es perfecta, si que se obtienen resultados dentro de un rango aceptable en la mayoría de las ocasiones, y siendo consciente del posible error asumido, que podría superar en algunos casos el 10%.

5.8 EJEMPLOS DE APLICACIÓN

Después de haber analizado todos los modelos de contacto, así como los parámetros adecuados, para la simulación de la fabricación de comprimidos de aditivos, se van a estudiar algunos ejemplos que pueden servir de aplicación práctica y que pueden dar una idea de las inmensas posibilidades de este método.

5.8.1 Calculo radio optimo punzones

La mayoría de los ensayos se han realizado con pastillas de caras planas o semiesféricas de altura de casquete de 4 mm Solamente se disponían de punzones con dichas geometrías, pero si se quiere hacer un estudio del comportamiento de los comprimidos con punzones de diferente altura de casquete no sería necesario fabricarlos, es mucho más sencillo simularlos, y vistos los resultados, mecanizarlo si es preciso.

Partiendo de las características del ensayo CCCC1, del modelo de contacto *Hertz-Mindlin with Bonding*, se ha realizado la simulación de la fabricación de comprimidos que van aumentando de mm en mm la altura del casquete, desde 0 (plano) hasta 10 (esférico).

Para que los ensayos sean comparables se han diseñado todos los comprimidos con un volumen de 5 cm³, y por tanto también el mismo peso. El resultado de dichos ensayos aparece en las tablas 5.59 y 5.60.

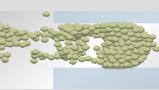
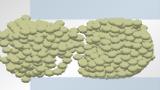
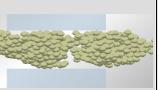
	RADIO 0	RADIO 1	RADIO 2	RADIO 3	RADIO 4	RADIO 5
ENLACES TOTALES	2628	2624	2691	2686	2704	2714
ENLACES INTACTOS	2564	2521	2628	2602	2643	2641
ENLACES ROTOS	64	103	63	84	61	73
FUERZA COMPRESION	36779,5	40341,2	37561,6	40695,3	35698,5	38894,4
COMPRIMIDO						
TEST DIAMETRAL						
FUERZA DIAM. TEST	256230	280867	367904	379696	329385	292278

Tabla 5.59: Comprimidos de altura de casquete esférico de 0 a 5 mm

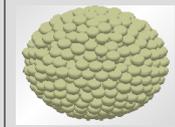
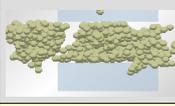
	RADIO 6	RADIO 7	RADIO 8	RADIO 9	RADIO 10
ENLACES TOTALES	2714	2711	2731	2710	2686
ENLACES INTACTOS	2623	2625	2682	2646	2613
ENLACES ROTOS	91	86	49	64	73
FUERZA MÁXIMA	36284,4	35425,3	38975,6	36403,7	39666
COMPRESIONADO					
TEST DIAMETRAL					
FUERZA DIA. TEST	246439	306888	387580	355572	306735

Tabla 5.60: Comprimidos de altura de casquete esférico de 6 a 10 mm

La compactación del polvo para obtener una pastilla sale muy bien en todos los ensayos de diferentes geometrías. La calidad es muy buena y el número de enlaces intactos es muy alto, aproximadamente 2600, con una cantidad de enlaces rotos inferior al 4%.

En cuanto a la fuerza máxima de compresión todos los ensayos oscilan entre 35000 y 40000 N, sin seguir ninguna regla que explique esa variación, sino que están distribuidos de forma aleatoria. Por lo tanto se deduce que dicha variación es debida a la aleatoriedad y al error propio del software, aunque se esperaba que fuera algo más pequeña. Que la fuerza sea algo menor que los 44000 N obtenidos habitualmente en los ensayos realizados con este modelo se debe a que al rediseñar todas las geometrías a un volumen de 5 cm³ se han utilizado un número de partículas un poco menor, y eso se traduce en una fuerza máxima de compactación menor.

En lo que respecta a los ensayos de compresión diametral, se han realizado inmediatamente después de la compactación, en el mismo archivo de simulación, sin realizar ninguna exportación. Los resultados han sido un poco más dispares de lo deseado, y como ya ocurriera anteriormente en el estudio de rotura para este modelo, mucho mayores, del orden de 8 a 10 veces mayores que la fuerza necesaria para compactarlos, lo cual no tiene sentido.

La rotura tampoco es homogénea, aunque casi todos rompen con poca plasticidad y suficientemente frágiles.

Por tanto la fabricación si que es más generalizable y extrapolable a diferentes formatos y tamaños , no así la rotura, en la que hay que tener ciertas reservas. Aunque para obtener soluciones más adecuadas se debería realizar el ensayo de compresión diametral con los datos de parámetros ajustados a dicho proceso, calculados con anterioridad.

Una vez fabricados también se puede estudiar su comportamiento en cuanto a diferentes aplicaciones u operaciones que van a sufrir en su vida útil, como la expulsión de la matriz, el transporte, caídas, friabilidad, etc

Por ejemplo, la pastilla 10 queda atascada en la expulsión y rompe por la presión del empujador, como se puede observar en la secuencia de imágenes de la figura 5.93.

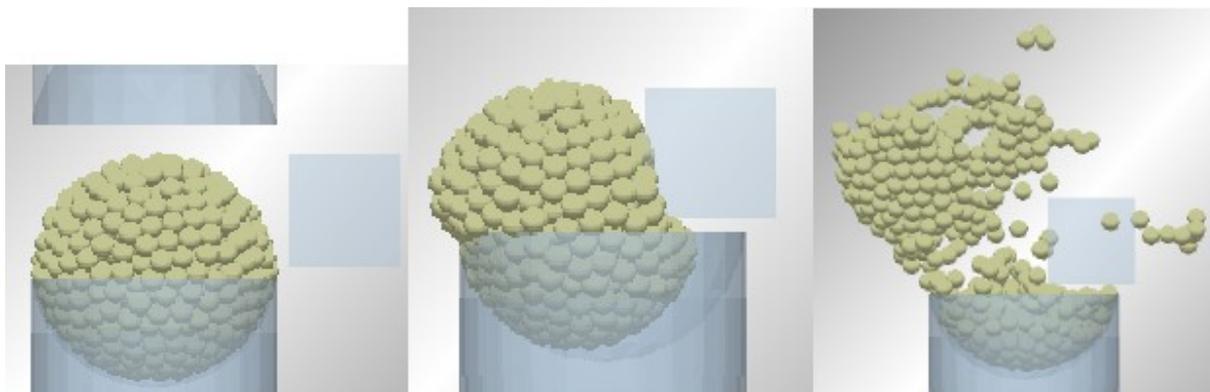


Figura 5.93: Expulsión de la pastilla radio 10

5.8.2 Agitación del comprimido

Los comprimidos, una vez fabricados, pueden sufrir diferentes impactos, ya sea en el transporte, en la manipulación, en la dosificación, etc. Para observar la facilidad para desmenuzarse o friabilidad ante las perturbaciones que sufra, se han realizado ensayos de agitación dentro de un recipiente cerrado. En la figura 5.94 se puede observar el resultado de la agitación de una pastilla dentro de un recipiente cerrado

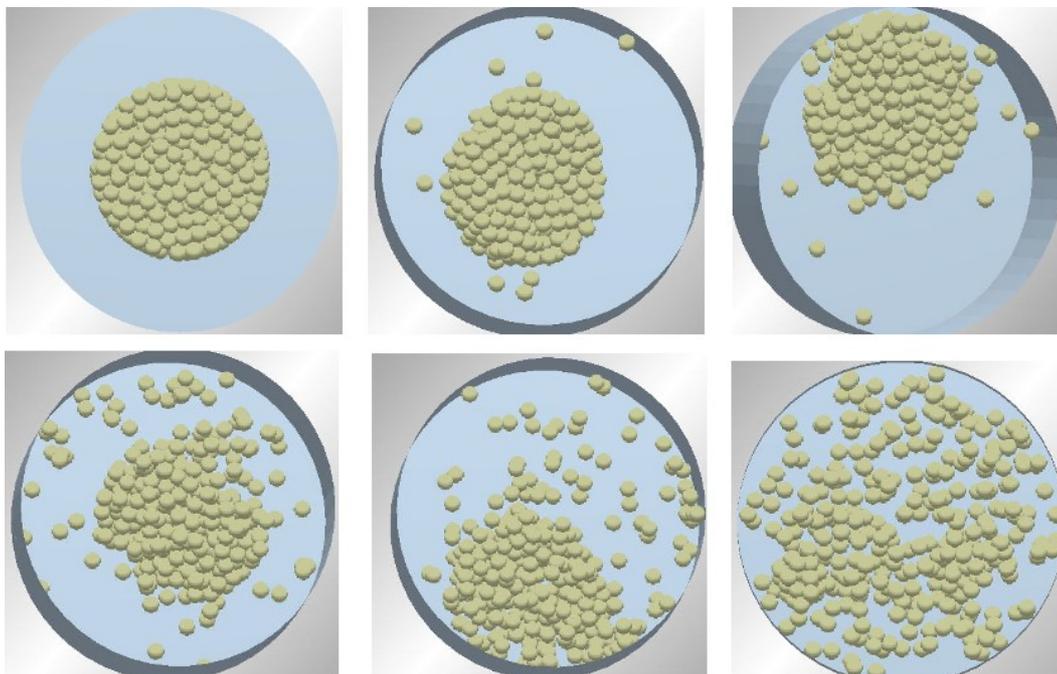


Figura 5.94: Friabilidad. Secuencia de agitación de un comprimido

Igualmente se podría simular la trituración o agitación dentro de un molino incorporando en el interior las geometrías necesarias.

5.8.3 Varios componentes

Toda la investigación se ha llevado a cabo estudiando un único componente, que simula la sal común o cloruro sódico. Sin embargo, se pueden realizar ensayos mezclando diversos componentes y obteniendo resultados sobre la interacción entre ellos o con las geometrías.

Un problema común en determinadas mezclas de aditivos, como sal y ácido cítrico, es que este último se adhiere a las paredes de la matricería, dificultando enormemente su fabricación. Es posible simular diferentes componentes con diferentes propiedades que intenten reproducir dicho comportamiento, lo que facilitaría el diseño de utillaje, así como la selección adecuada de proporciones. En esta investigación no se ha desarrollado a fondo esta posibilidad pero se han sentado las bases para culminarla.

Se han hecho ensayos con dos materias primas diferentes, que simulan sal y ácido cítrico,

el compuesto principal de uno de los aditivos más usados para el pimiento del piquillo y otras conservas vegetales. En la figura 5.95 se puede observar un comprimido simulando una composición del 15% de ácido cítrico (azul) y 85% de sal (verde), y en la figura 5.96 la mezcla 2 consiste en un 50% de ácido cítrico (azul) y 50% de sal (verde).

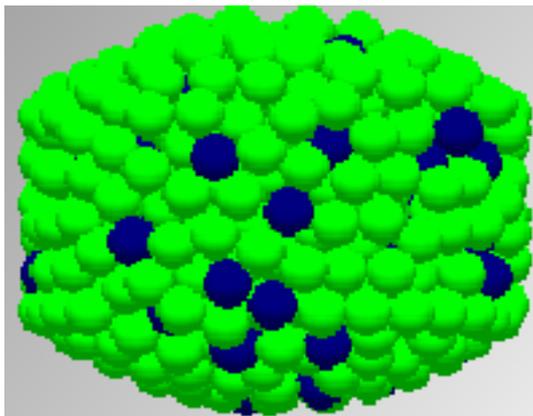


Figura 5.95: Mezcla 1: 15% de ácido cítrico

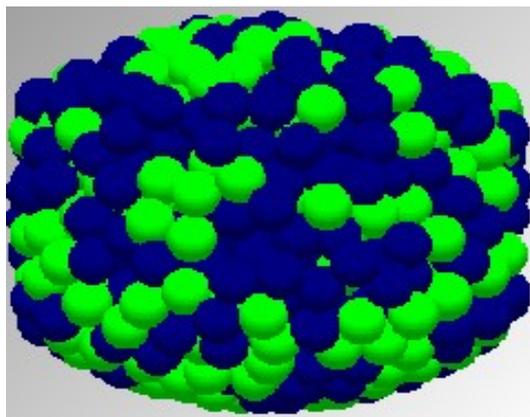


Figura 5.96: Mezcla 2: 50 % de ácido cítrico

El resultado es bastante bueno, con una distribución y mezcla correctas de ambos componentes.

5.8.4 Diferentes tamaños de partículas

La mayoría de los ensayos se han realizado con partículas de 1 mm de radio, pero también se han hecho comprobaciones para constatar que para diferentes tamaños el comportamiento es el mismo o muy parecido.

En las pruebas se ha configurado el tamaño de partícula mediante la opción *factory size-random* de 0,9 a 1,1 mm. De esta forma se crean partículas de diferentes tamaños que rellenan mejor los huecos, aumentando la densidad aparente y proporcionando una mejor compactación.

Además, se han creado pastillas con un valor nominal de radio de 0,65 mm y de 0,3 mm. Esto supone un aumento enorme del número de partículas, y por tanto de interacciones, de cálculos y de tiempo de proceso.

Para crear comprimidos con partículas de diámetro menor, si se quiere mantener el mismo volumen del compacto, es necesario aumentar el peso del componente, ya que disminuye la porosidad al rellenarse mejor los huecos. Como en la fabricación real el volumen de polvo viene por llenado de matriz y raseado, si se introduce polvo o gránulos más finos, es necesario meter más peso de material o corregir la posición del punzón inferior para que, disminuyendo el volumen de la cavidad, el peso del componente sea el mismo. En la dosificación de aditivos es prioritario el peso sobre el volumen, por lo que lo más correcto sería hacer las simulaciones para la misma masa de materia prima, corrigiendo el desplazamiento del punzón para que compacte bien con una densidad aparente menor.

En la figura 5.97 se muestra una pastilla monocomponente creada a partir de 5865 partículas de diámetro 0,6 mm, mientras para las de diámetro 1 mm se han utilizado entre 724 y 830 partículas. También se puede ver en la figura 5.98 una pastilla bicomponente realizada con partículas de 0,6 mm de diámetro, concretamente 3682 de un componente, que podría ser sal (63%) y 2183 de otro, por ejemplo ácido cítrico (37%).

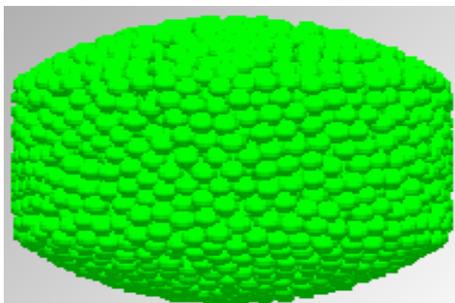


Figura 5.97: Partículas 0,6 mm de diámetro. (Monocomponente)

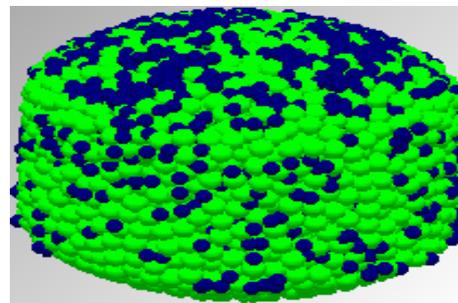
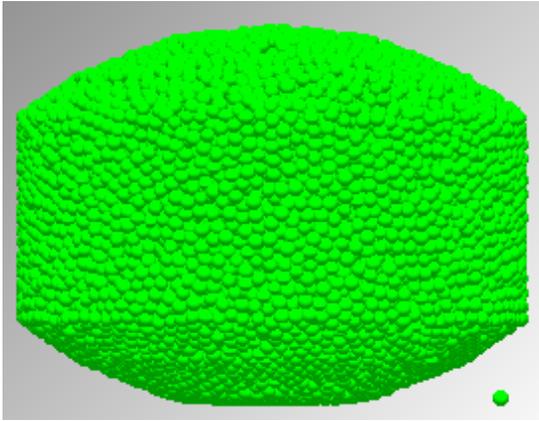


Figura 5.98: Partículas de 0,6 mm de diámetro. (Bicomponente)

Igualmente se han realizado ensayos con partículas menores, de 0,3 mm de diámetro (Figuras 5.100 y 5.99). El aumento del número de unidades es considerable, y el crecimiento del tiempo de proceso es casi inasumible. Se han realizado las pruebas necesarias para comprobar que el aumento de tamaño utilizado es perfectamente válido y los resultados son semejantes a los ensayos realizados con partículas a tamaño real (aproximadamente 0,6 mm de diámetro)



*Figura 5.100: Partículas de 3 mm de diámetro.
Vista en alzado*

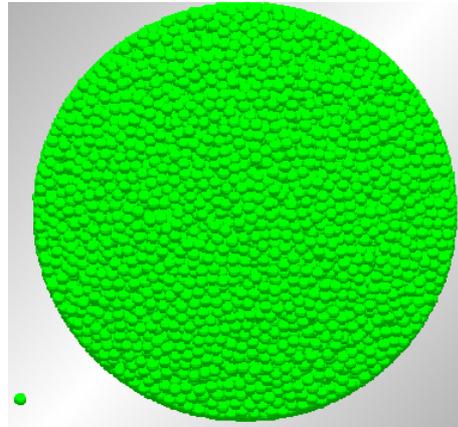


Figura 5.99: Partículas de 3 mm de diámetro. Vista en planta

Si se aplica el test de compresión diametral al comprimido anterior el resultado es una rotura frágil, del tipo que se han conseguido con las pastillas de partículas de 1mm de radio, como se puede apreciar en la figura 5.105.

5.8.5 Test de compresión axial

Aunque el test de compresión diametral es el más efectivo para aplicar a los compactos, hay veces que también se usa el “Test de compresión axial”, que sirve para comprobar la resistencia de la pastilla al aplastamiento, pues esta va a ser la forma habitual de reposo, y como soportará normalmente las cargas.

Se ha sometido a este test a la pastilla de la figura 5.97, y su rotura ha sido correcta. En la figura 5.101 aparece el compacto en vista de enlaces, sin visualizar las partículas. Los enlaces intactos están coloreados de verde y los enlaces rotos de rojo. Se aprecia como la gran mayoría están intactos. Una vez aplicado el test, se puede ver como en la figura 5.102 aparece una línea central, bifurcada en la parte superior, que indican la formación de grietas por donde está rompiendo el comprimido.

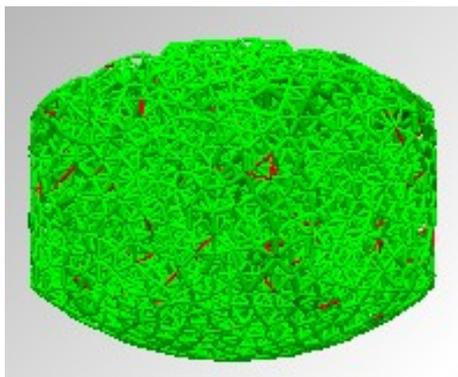


Figura 5.101: Comprimido antes del test de compresión axial

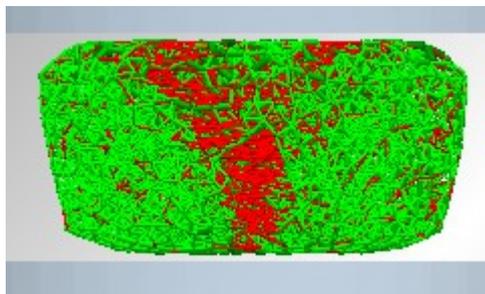


Figura 5.102: Después del test de compresión axial

5.8.6 Test de penetración

Para determinar la resistencia de las tabletas farmacéuticas de poco espesor, un ensayo alternativo al Test de compresión diametral es el ensayo de penetración. Consiste en colocar la pastilla en un molde que la envuelva perfectamente por los laterales y por la base, salvo un orificio central. La parte superior está abierta, y por ese lado se le aplicara presión con un punzón hasta que la atraviese. El resultado de aplicar este ensayo se puede ver en la figura 5.103. Se observa como, además del orificio central realizado por el punzón, aparecen un aserie de grietas radiales debido a las tensiones producidas.



Figura 5.103: Test de penetración de una pastilla (García, 2010)

Se ha realizado el mismo ensayo en EDEM, para un comprimido de 22 mm de diámetro y conformado con partículas esféricas de 1 mm de diámetro conformado mediante el modelo de contacto *Hertz-Mindlin with Bonding*. En la figura 5.104 se puede observar una vista de la pastilla donde se aprecia claramente el agujero creado por el punzón. En la figura derecha se ha visualizado los enlaces intactos (verde) y los enlaces rotos (rojo). En éste último se aprecia claramente como aparecen ciertas zonas de fractura radiales en color rojo, debido a la gran tensión provocada por el punzón. La correspondencia con el test real (figura 5.103) es muy buena.

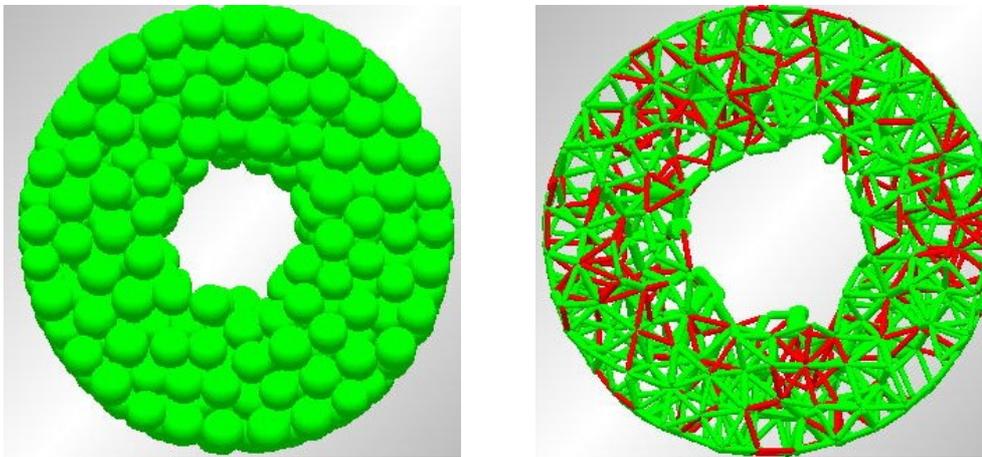


Figura 5.104: Test de penetración con EDEM. Vista de partículas (Izda.) y vista de enlaces (dcha)

5.8.7 Impacto

También se puede comprobar como se comporta el comprimido ante una caída desde altura, o cuando impacta contra una superficie. En este comportamiento es importante el coeficiente de restitución, que hará que rebote más o menos, y la rigidez. Cuando la rigidez sea alta la pastilla perderá partículas o romperá, sin embargo, cuando su valor sea bajo sufrirá una deformación plástica. En la figura 5.105 se muestra una secuencia del impacto de una pastilla contra un objeto cortante. En el momento del impacto el comprimido sufre una pequeña deformación por flexión, que posteriormente recupera (no se comporta plásticamente) y debido a la cual pierde cierto número de partículas. El comportamiento descrito es equivalente al ocurrido en un impacto real.

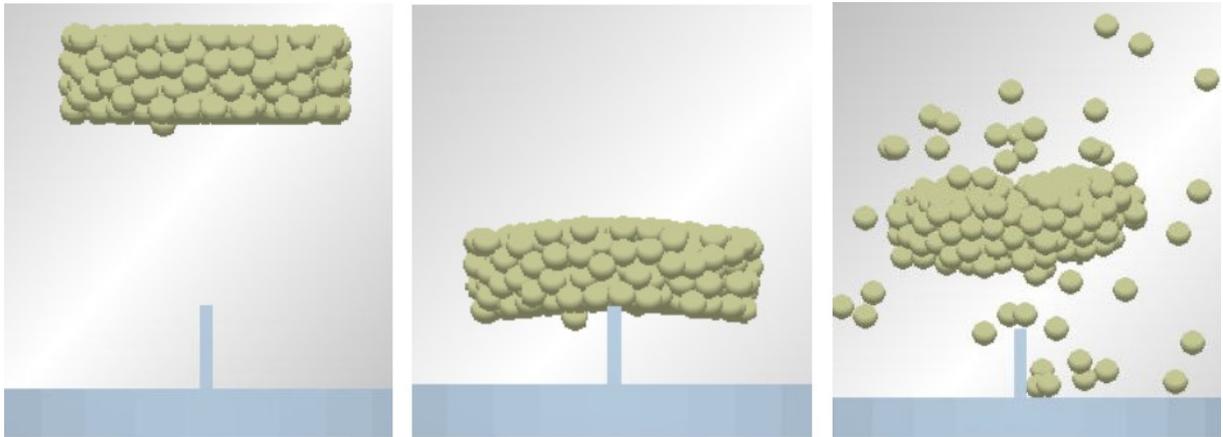


Figura 5.105: Secuencia de impacto de una pastilla a velocidad media

Si el impacto se produce desde más altura, o a más velocidad, la consecuencia es que la pastilla rompe en varios trozos y se produce más cantidad de partículas sueltas y pequeños trozos (escombros), como se puede observar en la figura 5.106.

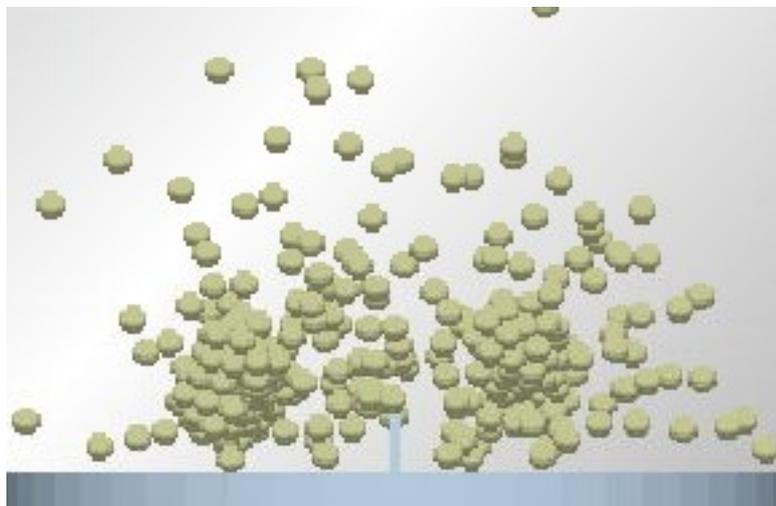


Figura 5.106: Impacto de un comprimido a velocidad alta

5.8.8 Otras aplicaciones

Las aplicaciones anteriores solo son un pequeño ejemplo del interminable catálogo de posibles aplicaciones que se pueden simular utilizando este software. Según las necesidades del sector industrial o del proceso en concreto, se debería ser capaz de encontrar la simulación adecuada que reproduzca, con mayor o menor correspondencia, el suceso real. Será necesario realizar las comprobaciones oportunas para poder equiparar los resultados reales a los virtuales, pero dicha posibilidad abre un inmenso campo de simulaciones virtuales de gran interés para la industria.

CAPÍTULO 6

CONCLUSIONES

Y LINEAS FUTURAS

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (*DISCRETE
ELEMENT METHOD*)”**

6 CONCLUSIONES Y LINEAS FUTURAS

Este capítulo muestra las conclusiones generales a las que se han llegado en el desarrollo de esta investigación, así como las líneas futuras de estudio propuestas.

6.1 Conclusiones generales

Las conclusiones generales que se van a exponer a continuación han sido deducidas de los resultados desarrollados y analizados en el capítulo 5, donde, después de cada modelo de contacto, y tanto para el proceso de compactación como para el de rotura, se han mostrado las conclusiones específicas de cada uno de los diferentes casos tratados. Por tanto, en este apartado se detallarán unas conclusiones más generales, y en la mayoría de los casos, comunes a todos ellos.

Las conclusiones en cuanto al proceso de compresión, son las siguientes:

- *ECM (Edinburgh Elasto-Plastic Contact Model)* es el mejor de todos los modelos de contacto analizados para la simulación de la fabricación de comprimidos. Hay que tener en cuenta que es un modelo desarrollado expresamente para, entre otras particularidades, poder simular la compactación de las partículas. Y en segundo lugar, hay que destacar que está desarrollado a partir del módulo *EDEM Application Programming Interface (API)*, complementario al paquete base, por lo que tiene muchas posibilidades de ser readaptado a requerimientos más concretos (en estos momentos sigue en desarrollo). El modelo es capaz de reproducir adecuadamente los niveles de tensión y deformación para compresión confinada (compactación de la pastilla). Sin embargo, para compresión sin confinamiento (diametral test) la tensión es más baja de lo necesario y la deformación del material es demasiado plástica. Aun así, la fuerza de rotura en el diametral test con el

modelo de contacto *ECM* se acerca más a la realidad que con *Hertz-Mindlin with Bonding*, aunque no lo suficiente. En definitiva, *ECM* ha demostrado ser mucho mejor que el resto de modelos en cuanto a la compresión, pero con marcadas limitaciones respecto a la fractura.

- La compactación no es un proceso de fácil aplicación. Muchos de los ensayos acaban o no compactando, o no convergiendo a ninguna solución. El control del tiempo de simulación es primordial para evitar plazos de proceso demasiado grandes, por lo que el valor de *Timestep* debe ser el adecuado, ya que si es más alto del mínimo, el programa no es capaz de detectar la colisión entre las partículas, y estas desaparecen o explotan. Si *Timestep* es muy bajo, la simulación se puede demorar en exceso.
- En todos los modelos de contacto la variación la fuerza máxima durante la compresión está directamente relacionado con la variación del módulo de corte (*Shear Modulus*), cuando uno aumenta, el otro también.
- Los mejores comprimidos se crean con altos valores de *Shear Modulus*.
- Normalmente, si aumenta el coeficiente de restitución y/o coeficiente de fricción, la fuerza aumenta, aunque ni proporcionalmente ni siguiendo unas reglas claras, ya que dependiendo de lo que valgan los otros valores evoluciona de diferente manera.
- *Hertz-Mindlin with JKR Cohesion* es válido para conseguir la compactación por compresión de las partículas, obteniéndose comprimidos de buena calidad, aunque más bien ocurre para valores de fuerza máxima de compactación bastante más bajos o altos que la requerida (la obtenida en las pruebas de laboratorio).
- La combinación de modelos *Hysteretic Spring + Linear Cohesion* también puede simular la fabricación del comprimido, aunque los resultados son significativamente peores que en los otros modelos, obteniéndose solamente compactos de calidad para valores excesivamente altos de fuerza máxima.

Las conclusiones a las que se ha llegado en lo referente al proceso de rotura mediante el Test de compresión diametral, son las siguientes:

- *Hertz-Mindlin with Bonding* es el modelo que mejores resultados ofrece en las simulaciones de rotura del comprimido. Sin embargo, no es capaz de reproducir fielmente el valor de la fuerza de rotura, obteniéndose siempre valores excesivamente altos. Para reproducir la fuerza de rotura se deben asignar otros valores a los parámetros muy diferentes a los utilizados para la fabricación, por lo que no es un proceso continuo, comparándolo con los valores y resultados obtenidos en la realidad.
- En todos los modelos de contacto la variación de la fuerza máxima en función de la variación del módulo de corte (*Shear Modulus*), en el proceso de fractura, no es tan influyente como en el caso de la compactación.
- Los parámetros verdaderamente sensibles, para el modelo *Hertz-Mindlin with Bonding*, son los de *Stiffness* y *Critical Stress*, que hacen que la fuerza aumente considerablemente, y producen una fractura más o menos frágil o solo deformación plástica, dependiendo de su valor.
- *Hertz-Mindlin with JKR Cohesion* no es un buen modelo para reproducir la fractura. Los resultados siempre son deformaciones demasiado plásticas, y con valores muy bajos de fuerza de rotura. Algunas veces se llegan a producir fallas internas, pero sin que se fraccione el comprimido.
- La combinación de modelos *Hysteretic Spring + Linear Cohesion* no es nada adecuada para simular la rotura del comprimido. Existen dos soluciones opuestas: o no es capaz de deformarse, o resulta excesivamente plástico, y con valores de fuerza muy bajos.
- Si se combinan *ECM* (el mejor modelo para compactación) con *Hertz-Mindlin with Bonding* (el mejor modelo para rotura) los resultados son mejores, sobretodo en cuanto a la deformación y rotura del comprimido, no tanto en cuanto al valor de la fuerza de rotura.

Como conclusión definitiva a las anteriores, se puede decir que:

- La metodología más adecuada para obtener las mejores respuestas consiste en fabricar el comprimido mediante el modelo *ECM* (utilizando los parámetros más

adecuados). Posteriormente, exportando el resultado anterior y configurando los parámetros con los valores precisos, aplicar el modelo de contacto *Hertz-Mindlin with Bonding* para simular el ensayo de rotura.

En cuanto a la determinación de los parámetros óptimos de los distintos modelos de compresión, es una tarea compleja debido a diversos factores. Tanto el elevado número de parámetros existente, como el amplio rango de variación de los mismos, dificulta la determinación de valores, no ya óptimos, sino mínimamente adecuados. Sin contar con las interacciones que pueden existir entre ellos y el elevado tiempo de simulación necesario para cada experimento. En una primera aproximación, en este tesis se analizan los diferentes parámetros existentes, tanto los específicos del material, como los de cada modelo utilizado. De este primer análisis, se identifican los parámetros que parecen tener un mayor impacto en la respuesta del modelo y que, por tanto, requieren un estudio más profundo. Aunque se plantea un diseño de experimentos sencillo (reducido número de simulaciones) con el que poder evaluar los principales efectos de los parámetros analizados en la fabricación del comprimido, se comprueba que, en algunos casos, no existen diferencias significativas en la respuesta del modelo. A pesar de ello, y de las limitaciones del estudio realizado, se han identificado los parámetros más importantes, ofreciendo un conjunto de pautas a tener en cuenta a la hora de enfrentarse a este tipo de modelos de compresión. Finalmente, cabe destacar, que durante la conclusión de este trabajo ha aparecido una base de datos genérica de materiales (*Generic EDEM Material Model Database, GEMM*) desarrollada por *DEM Solutions* (disponible en su *web* en 2015). Tras una evaluación inicial, esta base de datos no se considera válida para procesos de compresión y fractura, sino que más bien parece encaminada hacia los ensayos de flujo de partículas, los más habituales.

6.2 Líneas futuras

Al término de esta investigación siguen quedando cuestiones por aclarar y más opciones en las que avanzar. Las dudas resueltas abren un nuevo abanico de posibilidades ante futuras líneas de estudio. El método DEM todavía no está maduro en muchos campos, como el de la compresión o la selección de los parámetros. Diferentes investigaciones van convergiendo en nuevos resultados y posibilidades, pero el camino por recorrer todavía es

incierto.

En la línea de trabajo abierta en esta tesis, parece del más alto interés continuar trabajando con modelo ECM, dado que es el que mejor comportamiento tiene en la fabricación de comprimidos. Además, es un modelo con un gran potencial, ya que está siendo desarrollado en la actualidad (por ejemplo, en la consecución de la fractura frágil).

Como trabajo futuro, también se plantea la mejora del proceso de calibración de los parámetros de estos modelos en dos áreas principales:

- Por un lado, el uso de otras variables cuantitativas para determinar la calidad de los comprimidos. En la presente tesis, la calidad de las pastillas obtenidas ha sido graduada mediante la valoración cualitativa del acabado final y la cuantitativa del número de enlaces intactos, pero solo para el modelo *Hertz-Mindlin with Bonding*, no siendo esto posible para el resto de modelos por no generar enlaces como tal. De este modo, se propone buscar otras variables cuantitativas que permitan comparar la calidad de los comprimidos. Por ejemplo, podría emplearse la deformación plástica remanente después de la compresión o de la rotura.
- Por otro, el empleo análisis más sofisticados que los realizados en la presente tesis, para optimizar los distintos parámetros del modelo DEM. Así, por ejemplo, el uso de métodos de superficie de respuesta, podrían ser útiles para estimar las interacciones entre los diferentes parámetros de DEM, así como los efectos cuadráticos de cada variable independiente. De este modo, se espera obtener una mejor predicción de las respuestas macroscópicas del material usadas para calibrar los parámetros (fuerza máxima durante la compresión y la fractura, deformación plástica, etc.).

Otras líneas de investigación interesante podrían ser el estudio detallado de mezclas con adherencia en los punzones, como la que aparece en los procesos reales cuando se emplea ácido cítrico, así como la integración del fenómeno de segregación producida en el alimentador y en el llenado de la matriz a las simulaciones de compactación de las partículas y posterior evaluación de la resistencia mediante el método de compresión diametral.

CAPITULO 7

REFERENCIAS

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (DISCRETE
ELEMENT METHOD)”**

7 REFERENCIAS

BIBLIOGRAFÍA

- Adams y McKeown, 1996, Adams M.j. y McKeown R.,. Powder Technology, 88 155
- Alba, 2004, Alba Elias, F.,Aplicación del QFD para el diseño de sistema automático de dosificación seca de aditivos especiales en la industria alimentaria. Universidad de La Rioja
- ASTM, 2009, Varios,Standard test method for measuring rolling friction characteristics of a spherical shape on a flat horizontal plane. American Society for Testing and Material
- Bardet & Proubet, 1989, Bardet, J.P. y Proubet, J.,Aplications of micromechanics to incremetnallynonlinear constitutive equations for granular media. Powders & Grains. Biars &Gounes
- Bardet & Proubet, 1991, Bardet, J. P. y J. Proubet.,An adaptative relaxation technique for the statics of granular materials. Computers and structures, Vol.39, No. 3 221-229
- Bardet, 1994, Bardet, J.P.,A viscoelastic model for the dynamic behavior of saturated proelasticsoils. Proceeding of the eighth international conference on computer methods andadvances in geomechanics
- Barr, 1981, Barr, A.H.,Superquadrics and angle-preserving transformations. IEEE ComputerGraphics and Animation, Vol. 1 11-23
- Beare y Bowden, 1938, Beare, W.G., Bowden, F.P.,Physical properties of surfaces, I. Kinetic friction. Philosopy Trans. R. Society of London, A. 234, p. 329-354
- Beer and Johnston, 1976, Beer, F.P., Johnston, E.R.,Vector mechanics for engineers: Static and Dinamic. McGraw-Hill
- Bharadwaj et al., 2010, R. Bharadwaj, C. Smith y B.C. Hancock,The coefficient of restitution of some pharmaceutical tablets/compacts. International Journal of

Pharmaceutics

- Bolhuis et al., 1975, Bolhuis, G.K.; Lerk, C.F.; Zijlstra, H.T.; De Boer, A.H., Film formation by magnesium stearate during mixing and its effect on tableting. *Pharm. Weekbl.*, 110 317-325
- Brilliantov y Pöschel, 1998, Brilliantov, N.V., Pöschel, T., Rolling friction of a viscous sphere on a hard plane. *Europhys. Lett.*, N° 42, p. 511-516
- Briscoe y Rough, 1998, Briscoe, B.J. y Rough S.L., The effects of wall friction in powder compaction. *Colloids and surfaces. Physicochemical and Engineering Aspects*, 137 103-116
- Bruch, 1967, Bruch, C.A., Problems in die pressing submicron size alumina powder. *Ceramic Age*, 83 44-53
- Chandler et al., 2008, Chandler H.W., Sands C.M., Song J.H., Withers P.J., McDonald S.A., A plasticity model for powder compaction processes incorporating particle deformation and rearrangement. *International Journal of Solids and Structures*. 45 2056–2076
- Chung y Ooi, 2007, Y. C. Chung & J. Y. Ooi, Influence of Discrete Element Model parameter on bulk behavior of a granular solid under confined compression. *Particulate Science and Technology: An International Journal*, 26:1 83-96
- Chung y Ooi, 2008, Y.-C. Chung, J.Y. Ooi, A study of influence of gravity on bulk behaviour of particulate solid. *Particuology* 6 467-474
- Chung, (2006), Chung, Y. C., Discrete element modelling and experimental validation of a granular solid subject to different loading conditions. University of Edinburgh 49-51
- Cleary & Prakash, 2004, Cleary, P. W., & Prakash, M., Discrete-element modelling and smooth particle hydrodynamics and discrete element modelling: Potential in the environmental sciences. *Philosophical Transactions A*, 362 2003-2030
- Cleary & Sawley, 2002, Cleary, P. W. y Sawley, M. L., DEM modelling of industrial granular flows: 3D case studies and the effect of particle shape on hopper discharge. *Applied Mathematical Modeling*, 26 89-111
- Cleary, 1998, Cleary, P. W., Discrete element modelling of industrial granular flow applications. *TASK Quarterly: Scientific Bulletin*, 2 385-416
- Cleary, 2000, Cleary, P. W., DEM simulation of industrial particle flows: Case studies of dragline excavators, mixing in tumblers and centrifugal mills. *Powder Technology*, 109 83-104
- Cooper y Eaton, 1962, Cooper, A.R. y Eaton L.E., Compaction behaviour of several ceramics powders. *Journal of American Ceramic Society*, 45 97-101
- Cundall & Strack, 1979, Cundall, P. A. y Strack, O. D. L., A discrete numerical model for granular assemblies. *Géotechnique*, Volume 29, Issue 1

- Cundall & Strack, 1983, Cundall, P. A. y Strack, O. D. L., Modelling of microscopic mechanisms in granular material. *Mechanism of Granular Materials: New models and Constitutive Relations* 137-149
- Cundall, 1988a, Cundall, P.A., Computer simulations of dense sphere assemblies. *Micromechanics of granular materials* 113-123
- Cundall, 1988b, Cundall, P.A., Formulation of a three-dimensional distinct element model - Part I. A scheme to detect and represent contact in a system composed of many polyhedral blocks. *International journal of rock mechanics* 107-116
- Cunningham et al, 2004-1, Cunningham, J.C.; Sinka, I.C. y Zavaliangos, A. , Analysis of Tablet Compaction. I. Characterization of mechanical behavior of powder and powder/tooling friction . www.interscience.wiley.com
- Davies, 2007, Davies P.N., The determination of the mechanical strength of tablets of different shapes. *Research Paper. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics.* 67 268-276
- DEM Solutions, 2014, DEM Solutions, Elasto-Plastic Contact Model. <http://www.dem-solutions.com/resources/tutorials/tablet-press-model-tutorial/>
- DEM Solutions, 2014.1, DEM Solutions, Elasto-Plastic Contact Model. <http://www.dem-solutions.com/resources/tutorials/tablet-press-model-tutorial/>
- Dem Solutions, 2015, DEM Solutions, Generic EDEM Material Model (GEMM) Database. <http://www.dem-solutions.com/gemm/>
- Estrada et al., 2008, Estrada, N., Taboada, A., Radjaï, F., Shear Strength and force transmission in granular media with rolling resistance. *Physical Rev. E*, N° 78
- FAO, 1981, Food and Agriculture Organization of the United Nations, Norma general del codex para el etiquetado de aditivos alimentarios que se venden como tales.
- FAO, 1992, Food and Agriculture Organization of the United Nations, Comisión del Codex Alimentarius, Manual de Procedimiento.
- Favier et al., 1999, J.F. Favier, M.H. Abbaspour-Fard, M. Kremmer, A.O. Raji, Shape representation of axisymmetrical, non-spherical particles in discrete element simulation using multi-element model particles. *Engineering Computations*, Vol. 16 467-480
- Fell y Newton, 1970, Fell, J.T. y Newton, J.M., Determination of Tablet Strength by the Diametral-Compression Test. *Journal of Pharmaceutical Science*, 59(5) 688-691
- Foerster et al., 1994, Foerster, S.F., Louge, M.Y., Chang, H., Allia, K., Measurement of the collision properties of small spheres. *Physical Fluids*, N° 6, p. 1108-1115
- Gaboussi y Barbosa, 1990, Gaboussi, J. y Barbosa, R., Three-dimensional discrete element method for granular materials. *International Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics*, vol. 14 451-472

- Galen et al., 2005, Galen S., Zavaliangos A., Strength anisotropy in cold compacted ductile and brittle powders. *Acta Materialia*. 53 4801-4815
- García, 2010, García, Pablo, Avances en aglomeración y compactación de partículas. Universidad de Santiago de Compostela
- García, P., 2010, García, P., Avances en aglomeración y compactación de partículas. Departamento de Ingeniería Química. Universidad de Santiago de Compostela
- Gethin et al., 2001, Gethin, D.T., Ransing, R.S., Lewins, R.W., Dutko, M., Crook, A.J.L., Numerical comparison of a deformable discrete element model and an equivalent continuum analysis for the compaction of ductile porous materials. *Computers and Structures* No.79 1287-1294
- Gorham y Kharaz, 2000, Gorham, D.A., Kharaz, A.H., The measurement of particle rebound characteristics. *Powder Technology*, N° 12, p. 193-202
- Grossmann et al., 2004, Grossmann L., Tomas J. y Csöke B., Compressibility and flow properties of a cohesive limestone powder in a medium pressure range. *Granular Matter*. 6 103-109
- Hancock et al., 2009, Hancock, B.C., Mojica, N., St. John-Green, K., Elliot, J.A., Bharadwaj, R., An investigation into the kinetic (sliding) friction of some tablet and capsules. *International Journal of Pharmaceutics*
- Hanleya, K.J et al., 2012, Hanleya, K.J.; O'Sullivan, C.; Byrnea, E.P.; Cronina, K., Discrete element modelling of the quasi-static uniaxial compression of individual infant formula agglomerates. *Particuology*, 10 523– 531
- Hart et al., 1988, Hart, R., Cundall, P. A. y Lemos, J., Formulation of a three-dimensional distinct element model - Part II. Mechanical calculations for motion and interaction of a system composed of many polyhedral blocks. *International Journal of Rock Mechanics*, Vol. 25 No. 3 117-125
- Heckel, 1961, Heckel, R.V., Density-pressure relationship in powder compaction. *Trans. Metall. Soc. AIME* 221 1001-1008
- Hocking, 1989, Hocking, G., The DEM for analysis of fragmentation of discontinua. 1st Conference on the Discrete Elemental Method, Golden, CO
- Hogue, 1998, Hogue, C., Shape representation and contact detection for discrete element simulations of arbitrary geometries. *Engineering computations*, Vol. 15, No. 3 374,390
- Ibañez et al., 2003, Ibañez, F. C., Torre, P. e Irigoyen A., Aditivos alimentarios. Universidad de Navarra
- Irache, 2010. Irache, J.M.. Ier Congreso Nacional de Agroalimentación. . .
- Ishibashi & Cheu, 1988, Ishibashi, I. y Cheu, Y.C., Dinámic shear moduli and their relationship to fabric of granular material in this volume.. *Géotechnique*, Volume 38 33 –37

- Iwashita y Oda, 1998, Iwashita, K. y Oda, M., Rolling resistance at contacts in simulation of shear band development by DEM. *Journal of Engineer Mechanic*, N° 124, p. 285-292
- Jhonstone, 2010, Jhonstone, M. C., Calibration of DEM models for granular materials using bulk physical test.
- Ji et al., 2009, Ji, S.Y., Hanes, D.M., Shen, H.H., Comparisons of physical experiment and discrete element simulations of sheared granular materials in a annular shear cell. *Mechanical Materials*, N° 41, p. 764-776
- Johansson, 1986, Johansson, M.E., The effect of scaling-up of the mixing process on the lubricating effect of powdered and granular magnesium stearate. *Acta Pharmaceutica Thecnologica*, 32 (1) 39-42
- Johnstone, 2010, Johnstone, M.W., Calibration of DEM models for granular materials using bulk physical test. Phd thesis
- Kasá P. et al. (2009), asá P. et al, Study of the compaction behaviour and compressibility of binary mixtures of some pharmaceutical excipients during direct compression. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, Vol.48, (4) 859-863
- Kawakita y Lüdge, 1971, Kawakita, K y Lüdge H.G., Some considerations on powder compression equations. *Powder Technology*, 4 61-68
- Ketterhagen et al., 2010, W. R. Ketterhagen, R. Bharadwaj y B. C. Hancock , The coefficient of rolling resistance (CoRR) of some pharmaceutical tablets. *International Journal of Pharmaceutics*
- Ketterhagen, 2007, Ketterhagen, W.R., Curtis, J.S., Wasgren, C.R., Kong, A., Narayan, P.J., Hancock, B.C., Granular segregation in discharging cylindrical hoppers: a discrete element and experimental study. *Chemical Engineer Science*, 2007, N° 62, p.6423-6439
- Ketterhageny et al., 2009, Ketterhagen, W. R. Ende M. T., Hancock, B. C., Process modeling in the pharmaceutical industry using the discrete element method. *Journal of Pharmaceutical Science*, N° 98, p. 442-270
- Kodam, 2009, Kodam, M., Bharadwaj, R. Curtis, J., Hancock, B., Wassgren, C., Force model considerations for glued-sphere discrete element methos simulations. *Chemical Engineer Science*, N° 64, p. 3466-3475
- Kruggel-Emden et al., 2007, Kruggel-Emden, H., Simsek, E., Rickelt, S. Wirtz, S. Scherer, V., Review and extension of normal force models for the discrete element method. *Powder Technology*. N° 171, p. 157-173
- Kudrolli et al., 1997, Kudrolli, A., Wolpert, M., Gollub, J.P., Cluster formation due to collisions in granular material. *Physical Review Letters*
- Lin & Ng, 1995, Lin, X. and Ng, T.T., Short communication, contact detection algorithms

- for three dimensional ellipsoid in discrete element modelling. *International Journal for Numerical Methods in Geomechanics*, Vol.19 653-659
- Lin et al, 1997, Lin, X. y Ng, T.T., A three -dimensional discrete element model using arrays of ellipsoids. *Geotechnique*, Vol. 47, No. 2 319-329
- Lowenthal, 1972, Lowenthal, W., Disintegration of tablets. *J. Pharm. Sci.*, 61 1695-1711
- Mateo-Ortiz, 2014, Mateo-Ortiz, D., Muzzio, F.J. y Méndez, R.a , Particle size segregation promoted by powder flow in confined space: The die filling process case. *Powder Technology*, volume 262 215-222
- Mellado, 2011, Mellado, J., Método de los elementos discretos.
- Mindlin & Deresiewicz, 1963, Mindlin, R.D. y Deresiewicz, Elastic spheres in contact under varying oblique forces. *J. Appl. Mech.*, 75 327 - 344
- Mohammed et al., 2005, Mohammed H., Briscoe B.J. Pitt K.G., The interrelationship between the compaction behaviour and the mechanical strength of pure pharmaceutical tablet. *Chemical Engineering Science*. 60, 3941-3947
- Mosig, 2014, Mosig, J., Kleinebudde, P., Evaluation of lubrication methods: How to generate a comparable lubrication for dry granules and powder material for tableting processes. *Powder Technology*, volume 266 156-166
- Munjiza et al., 1995, Munjiza, A., Owen, D.R. and Bicanic, N., A combined finite-discrete element method intransient dynamics of fracturing solids. *Engineering Computations*, Vol. 12 No. 2 145-174
- Muro, 2007, Muro, J., Aplicación del QFD al diseño de nuevo sistema de compresión de aditivos alimentarios. Universidad de La Rioja
- Myers, 2009, Myers, R.H., Montgomery, D.C. and Anderson-Cook, C.M., Response surface methodology: process and product optimization using designed experiments. Wiley
- Ng y Dobry, 1994, Ng, T.T. y Dobry, R., Numerical simulations of monotonic and cyclic loading of granular soil. *Journal of Geotechnical Engineering*, Vol. 120 No. 2 388-403
- Ning et al., 1997, Ning, Z., Boerefijn, R., Ghadiri, M. and Thornton, C., Distinct element simulation of impact breakage of lactose agglomerates. *Advanced Powder Technology*, Vol. 8 No. 1 15-37
- O'Sullivan, 2011, O'Sullivan, C., Particulate Discrete Element Modelling. A Geomechanics perspective. Spon Press
- Obermayer et al, 2011, Obermayer, M.; Dressler, K.; Vrettos, C. y Eberhard, P., Prediction of draft forces in cohesionless soil with the discrete element method. *Terramechanics*, 48 347-358
- Obermayr et al, 2013, Obermayr, M.; Dressler, K.; Vrettos, C. y Eberhard, P. , A bonded-

- particle model for cemented sand. *Computers and Geotechnics*, 49 299–313
- Oda et al., 1983, Oda, M., Konishi, J. and Nemat-Nasser, S., Experimental micromechanical evaluation of the strength of granular materials: effect of particle rolling. Jenkins, J.T. and Satake, M.(Eds), *Mechanics of Granular Materials* 21-30
- Otero, 2000, Otero, A., Formas de dosificación. Mezclas y comprimidos. Curso sobre aditivos y su aplicación en la industria alimentaria.
- P.E., 2008. Parlamento Europeo. Reglamento (CE) n o 1331/2008 del Parlamento Europeo y del Consejo, de 16 de diciembre de 2008 , por el que se establece un procedimiento de autorización común para los aditivos, las enzimas y los aromas alimentarios. . .
- Plackett y Burman, 1946, Plackett, R. L. y Burman, J. P., The design of optimum multifactorial experientens. *Biometrika* 33 305
- Poquillon et al., 2002, Poquillon D. et al., Cold compaction of iron powders. Relations between powder morphology and mechanical properties. *Powder Technology*, 126 65-84
- Ritschel, 2002, Ritschel, W.A.; Bauer-Brandl, A., Die Tablette.. Ritschel, W.A., Editor, Editio Cantor Verlag, Aulendorf, Germany
- Roberts y Rowe, 1987, Roberts, R.J. y Rowe, R.C. ,The compaction of pharmaceutical and other model materials – A pragmatic approach. *Chemical Engineering Science*. 42 (4) 903-911
- Rodriguez-Ortiz, 1974. Rodriguez-Ortiz, J. M.. Estudio del comportamiento de medios granulares heterogéneos mediante modelos discontinuos analógicos y matemáticos. . .
- Rumpf, 1962, Rumpf, H., The strength of granules and agglomerates.. W.A. Knepper, Inter-science Publishers. New York.
- Sakaguchi et al., 1994, Sakaguchi, E., Kawakami, S. and Tobita, F., Simulation of flowing phenomena of grains by DEM. *AGENG'94*, Paper No. 94-G-025
- Sandoval et al., 2004, Sandoval, A., Rodriguez, E. y Ayala, A., Encapsulación de aditivos para la industria de alimentos. *Ingeniería y Competitividad*
- Schrank-Junghaeni, H et al., 1984, Schrank-Junghaeni, H; Bier H.P., et al., The measurement of die wall forces to determine the minimum concentration of lubricant needed for tablet formulations. *Acta Pharmaceutica Technologica*, 30 (3) 224-234
- Selvadurai y Sepehr, 1999, Selvadurai, A. P. S. y Sepehr, K., Two-dimensional discrete element simulation of ice-structure interaction. *International Journal of Solids and Structures*
- Simon y Guigon, 2003 , Simon, O. y Guigon, P. , Correlation between powder-packing

- properties and roll press compact heterogeneity . Powder Technology, 130 257-264
- Sinka, 2004, Sinka, I.C.; Cunningham, J.C. y Zavaliangos, A., Analysis of tablet compaction. II. Finite Element Analysis of density distributions in convex tablets . www.interscience.wiley.com
- Sun, 2015, Sun, C.C. ,Dependence of ejection force on tableting speed-A compaction simulation study. Powder Technology, volume 279 123-126
- Sykut, J. et al. (2008) , Sykut, J., Molenda, M., & Horabik, J. ,DEM simulation of the packing structure and wall load in a 2-dimensional silo. Granular Matter, 10(4) 273–278
- Tabor, 1955, Tabor, D, The mechanism of rolling friction II. The elastic range. Proc. R. Soc. Londres. N° 229, p. 198-220
- Taylor & Preece, 1992, Taylor, L.M. and Preece, D.S., Simulation of blasting induced rock motion using sphericelement method. Engineering Computations, Vol. 9 No. 2, 243-252
- Thing et al, 1993, Thing, J.M., Khawaja, M., Meachum, L. y Rowell, J.D., An ellipse based discrete element model for granular materials. Int. Journal for Numerical and Analytical methods in geomechanics, Vol. 17 603-623
- Thornton & Kafui, 1997, Thornton, C. and Kafui, K.D., Numerical simulations of granular flow in hoppers and silos. 2nd Israel Conference for Conveying and Handling of Particulate Solids, Jerusalem
- Ting et al., 1993, Ting, J.M., Khwaja, M., Meachum L. and Rowell, J.D., An ellipse based discrete element model for granular materials. Int. Journal for Numerical and Analytical Methods in Geomechanics, Vol. 17 603-623
- Ting et al., 1995, Ting, J.M., Meachum, L. and Rowell, J.D., Effect of particle shape on the strength and deformation mechanisms of ellipse-shaped granular assemblages. Engineering Computations, Vol. 12 99-108
- Tomlinson, 1929, Tomlinson, G.A., A molecular theory of friction. Philosophy Magazine
- Trent y Margolin, 1992, Trent, B.C. y Margolin, L.G., A numerical laboratory for granular solids. Engineering computations, Vol 9 191-197
- Universidad de La Rioja, 2010, Universidad de La Rioja, Dispositivo para compresión de aditivos alimentarios en polvo. Inventores: Ordieres, J.B.; Alba, F.; Muro, J. y otros. Int. Cl: B30B 11/14; G01F 11/04; G01F 11/10; A23P 1/02, Patente de invención con examen previo, 2.326.511, 2010-02-15
- Walker, 1923, Walker E.E., The properties of powders. Part VI: The compressibility of powders. Trans. Faraday Soc. 73-82
- Walton, 1983, Walton, O.R., Particle - dynamics calculations of shear floors. Mechanics of granular materials: New models and constitutive relations 323-338

- Wang et al., Wang, J; Wen H. y Desai D., Lubrication in tablet formulations. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 75 1-15
- Wang et al., 2012, Wang, J; Wen H. y Desai D., Lubrication in tablet formulations. *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 75 1-15
- Williams & Pentland, 1989, Williams, J.R. and Pentland, A.P., Superquadrics and modal dynamics for discrete elements in concurrent design. 1st US Conference on the Discrete Element Method, Golden, CO.
- Williams & O'Conner, 1995, Williams, J.R. and O'Conner, R., A linear complexity intersection algorithm for DEM simulations of arbitrary geometries. *Engineering Computations*, Vol. 12 185-201
- Williams, 2005, Williams, J.A., *Engineering tribology*. Cambridge University Press, New York
- Williams et al, 1989, Williams, J.R. y Pentland, A. P., Superquadrics and modal dynamics for discrete elements in concurrent design. 1st US Conference on the Discrete Element Method, Golden, CO.
- Xu y Yu, 1997, Xu, B. H. y Yu, A. B., Numerical simulation of the gas-solid flow in a fluidized bed by combining discrete particle method with computational fluid dynamics. *Chemical Engineering Science*, Vol. 52, No. 16 2758-2809
- Yoon, 2007, Yoon, J., Application of experimental design and optimization to PFC model calibration in uniaxial compression simulation. *International Journal of Rock Mechanics and Mining Sciences*. Vol. 44 871-889
- Zavaliangos, 2003, Zavaliangos A., A numerical study of the development of tensile principal stresses during die compaction. *Particulate Science and Technology*, 21 105-115
- Zhou et al., 2002, Zhou, Y.C., Xu, B.H., Yu, A.B., Zulli, P., An experimental and numerical study of the angle of repose of coarse spheres. *Powder Technology*, N° 125, p. 45-54
- Zhu et al., 1996, Zhu, Y., Shukla, A. and Sadd, M.H., Effect of microstructural fabric on dynamic load transfer in two dimensional assemblies of elliptical particles. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Vol. 44 No. 8 1283-1303

ANEXO A

COMPRESION CON PRENSA EXCENTRICA

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (DISCRETE
ELEMENT METHOD)”**

COMPRESION CON PRENSA EXCENTRICA

A continuación se muestran los ensayos realizados con la prensa excéntrica de marca Bonals, modelo BF-352. Las sustancias utilizadas han sido sal y ácido cítrico en proporciones variables, y estearato de magnesio como lubricante.

Para la realización de todos los ensayos se utilizarán los datos de la tabla A.1, para un comprimido estandar de 9 gramos de peso y 22 mm de diámetro.

Peso de la muestra	250 gr.
Volumen del comprimido	4,77 cm ³
Peso del comprimido	9 gr.
Volumen de la matriz	9 cm ³
Material de los punzones y matrices	Acero F522 templado y revenido
Velocidad de compresión	32 ciclos/min
Producción	1920 comprimidos/h

Tabla A.1: Valores utilizados. en el proceso de compresión

Inicialmente se han realizado ensayos solo con sal hasta obtener un resultado correcto. El resultado es el ENSAYO 0 que se toma como referencia para los posteriores.

En las siguientes tablas se pueden observar los ensayos mas representativos de los realizados, en los cuales se han ido variando composición o parámetros, tal y como se indica en cada tabla.

ANEXO A

ENSAYO N°	0		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	NINGUNO		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	100	0	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	1	0	0.22 “
POSICION PALANCA PRENSA	6	POSICION ACTIVADOR SENSOR	0
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	ESFERICO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	20	100
DEFECTOS	NINGUNO	
OBSERVACIONES	ESTA ES LA PRUEBA “0” DE REFERENCIA	

ENSAYO N°	1		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	1	0	0.22 “
POSICION PALANCA PRENSA	6	POSICION ACTIVADOR SENSOR	0
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	ESFERICO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	5	25
DEFECTOS	SE ROMPE EN LA BASE INFERIOR	
OBSERVACIONES	CON EL UTILLAJE Y LA MAQUINA LIMPIOS SALEN BIEN. LA DENSIDAD ES BUENA PERO AL QUEDARSE ADHERIDO EL ACIDO CITRICO A LA CAVIDAD DEL PUNZON SUPERIOR, ROMPE AL SER EXPULSADO	

ENSAYO N°	2		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	MAQUINA Y UTILLAJE OXIDADOS. POSICIÓN PALANCA		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	1	0	0.22 “
POSICION PALANCA PRENSA	5	POSICION ACTIVADOR SENSOR	0
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	ESFERICO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
0	0	0
DEFECTOS	NO SALEN, SE ATASCA LA PRENSA	
OBSERVACIONES	ESTA SIN LIMPIAR Y OXIDADA DEL ULTIMO DIA Y SE ATASCA. NO SALEN LAS PASTILLAS O SE ROMPEN	

ENSAYO N°	3		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	MAQUINA Y UTILLAJE LIMPIOS. POSICIÓN PALANCA		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	1	0	0.22 “
POSICION PALANCA PRENSA	4	POSICION ACTIVADOR SENSOR	0
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	ESFERICO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	4	20
DEFECTOS	POCA COMPACIDAD	
OBSERVACIONES	PRIMERO HAGO PRUEBA EN VACIO, VA BIEN. LUEGO ALIMENTO Y SALEN PASTILLAS PERO POCO COMPACTAS, SE ROMPEN AL APRETARLAS CON LOS DEDOS O AL EMPUJARLAS EL CARRO	

ANEXO A

ENSAYO N°	4		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	PROGRAMA AUTOMATA. TIEMPO DE ACTIVACION.		
COMPOSICION	COMPOSICION		
	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	100	0	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	4	POSICION ACTIVADOR SENSOR	0
TIPO DE LEVA	TIPO DE	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL	PUNZON	INFERIOR	ESFERICO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	20	100
DEFECTOS	NINGUNO	
OBSERVACIONES	CAMBIO Y DEPURO EL PROGRAMA DEL AUTOMATA. AUMENTO EL TIEMPO DE ACTIVACION. HAGO LA PRUEBA CON SAL PARA QUE SIRVA DE REFERENCIA Y VA PERFECTO	

ENSAYO N°	5		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	4	POSICION ACTIVADOR SENSOR	0
TIPO DE LEVA	TIPO DE	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL	PUNZON	INFERIOR	ESFERICO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	6	30
DEFECTOS	BAJA COMPACIDAD ROMPEN AL EMPUJARLAS EL CARRO	
OBSERVACIONES	SALE LA PASTILLA ENTERA PERO SE ROMPE AL EMPUJARLA EL CARRO PORQUE SE QUEDA PEGADA A LA CAVIDAD DEL PUNZON INFERIOR	

ENSAYO N°	6		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	POSICION ACTIVADOR DEL SENSOR. COMPOSICION		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	4	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	ESFERICO
RESULTADOS			
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN	
20	7	35	
DEFECTOS	SE AGRIETAN. UNAS SE PARTEN Y OTRAS NO		
OBSERVACIONES	ADELANTO LA APERTURA DE LA MATRIZ 2°, ABRIENDOSE AL FINAL DE LA COMPRESION. POCA COMPACIDAD. AUNQUE SALEN BIEN SE AGRIETAN Y LA MAYORIA SE ROMPEN DESPUES AL MANIPULARLAS.		

ENSAYO N°	7		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	80	20	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	4	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	ESFERICO
RESULTADOS			
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN	
20	6	30	
DEFECTOS	SE AGRIETAN. UNAS SE PARTEN Y OTRAS NO		
OBSERVACIONES	MEZCLO EL POLVO A MANO, PESADO EN BASCULA DE PRECISION. SALE MAL, CON POCA COMPACIDAD. SE ROMPEN		

ENSAYO N°		8	
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR		POSICION ACTIVADOR DEL SENSOR (-4°)	
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	100	0	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	5	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-4°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	ESFERICO
RESULTADOS			
N° DE COMPRIMIDOS		N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20		20	100
DEFECTOS	PERFECTAS, MUY COMPACTAS		
OBSERVACIONES	SALEN BIEN, PERO AUNQUE ADELANTE LA APERTURA SE BLOQUEA Y NO SE ABRE HASTA QUE NO EMPUJA EL PUNZON INFERIOR. SOLUCIONO EL PROBLEMA (ROZABA LA GUIA)		

ENSAYO N°		9	
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR		PUNZONES. POSICION	
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	100	0	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	3,5	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-3
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
ORIGINAL		INFERIOR	PLANO
RESULTADOS			
N° DE COMPRIMIDOS		N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20		18	90
DEFECTOS	BIEN		
OBSERVACIONES	AL CAMBIAR LOS PUNZONES POR UNOS PLANOS HAY QUE REDEFINIR LA POSICION DE LA PALANCA. SALEN BIEN LAS PASTILLAS		

ENSAYO N°		10	
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION. POSICION PALANCA		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	2,5	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-3°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
ORIGINAL		INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	0	0
DEFECTOS	ROMPEN TODAS	
OBSERVACIONES	NO COMPACTA. ROMPEN POR VARIOS SITIOS. HAY QUE AJUSTAR DE NUEVO PARA LOS PUNZONES PLANOS. AUNQUE NO SE PEGA, COMPACTA MENOS QUE LOS ESFERICOS	

ENSAYO N°		11	
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION. POSICION PALANCA. PUNZON SUPERIOR. POSICION ACTIVADOR SENSOR		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	100	0	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	4	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	20	100
DEFECTOS	NINGUNO. PERFECTO	
OBSERVACIONES	UN PUNZON DE CADA. SALEN BIEN, COMPACTAS Y BUEN ACABADO	

ANEXO A

ENSAYO N°		12	
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION. POSICION ACTIVADOR SENSOR		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	4	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-4°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
ORIGINAL		INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	2	10
DEFECTOS	ROMPEN VERTICALMENTE	
OBSERVACIONES	ROMPEN POR LA LINEA DE APERTURA DE LA MATRIZ. A MAS PRESION SALEN BIEN, PERO SE ATASCA LA MAQUINA. A MENOS PRESION SE DESMORONAN.	

ENSAYO N°		13	
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	NUEVA LEVA DE DOBLE ACCION. PUNZONES SUPERIOR ESFERICOS REFORMADOS		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	100	0	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	8	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	ESFERICO
RESULTADOS			
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN	
20	20	100	
DEFECTOS	NINGUNO. PERFECTO		
OBSERVACIONES	SALEN BIEN PERO DE NUEVO HAY QUE AJUSTAR PARAMETROS YA QUE SE HA ACORTADO LA LONGITUD DEL PUNZON SUPERIOR		

ENSAYO N°	14		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	8	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	ESFERICO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	ESFERICO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	2	10
DEFECTOS	ROMPEN	
OBSERVACIONES	AL PONER DE NUEVO LOS PUNZONES ESFERICOS SE VUELVE A PEGAR EN LA CAVIDAD DEL PUNZON INFERIOR. AL EMPUJARLAS EL CARRO SALEN DESPEDIDAS Y SE DESPRENDE LA PARTE INFERIOR, QUE QUEDA PEGADA AL PUNZON. LA COMPACIDAD ES MEJOR. SI NO SE PEGARAN SERÍAN BUENAS	

ENSAYO N°	15		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	PUNZON SUPERIOR PLANO. PALANCA		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	0	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	ESFERICO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	4	20
DEFECTOS	SE PEGAN EN LA PARTE INFERIOR Y ROMPEN	
OBSERVACIONES	CAMBIO PUNZON SUP. POR UNO PLANO. SE COMPRIME BIEN PERO QUEDA AL AC. CITRICO PEGADO AL PUNZON INF. Y ROMPE AL SER EXPULSADO. LA MAQUINA NO SE ATASCA. PONER PUNZON INF PLANO	

ANEXO A

ENSAYO N°	16		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	PUNZON INFERIOR PLANO		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	0	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
16	16	100
DEFECTOS	DESGASTE LATERAL POR LA EXPULSION	
OBSERVACIONES	PONGO LOS DOS PUNZONES PLANOS. SALE BIEN, SE PEGA UN POCO EN LAS PAREDES DE LA MATRIZ Y SE DESGASTA AL SALIR, PERO LAS PASTILLAS SON COMPACTAS Y CASI VALIDAS. HE PUESTO UNA LAMINA DE ESPUMA EN EL CARRO PARA LA EXPULSION Y ES PEOR,	

ENSAYO N°	17		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	QUITO ESPONJA DE CARRO DE EXPULSION		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 “
POSICION PALANCA PRENSA	0	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
20	20	100
DEFECTOS	DESGASTE LATERAL POR LA EXPULSION	
OBSERVACIONES	AL QUITAR LA ESPONJA NO SALE VOLANDO LA PIEZA Y SE QUEDA MAS ENTERA. MEJOR ASI	

ENSAYO N°	18		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	POSICION PALANCA		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 "
POSICION PALANCA PRENSA	1,5	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
16	15	90
DEFECTOS	1 SE PARTE	
OBSERVACIONES	LIMPIO LA MAQUINA. SE ATASCA EL PUNZON INFERIOR 2 VECES, PERO VUELVE A SU SITIO A TIEMPO PARA EL LLENADO	

ENSAYO N°	19		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	80	20	0
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.45 "
POSICION PALANCA PRENSA	1,5	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	PLANO
RESULTADOS			
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN	
16	15	90	
DEFECTOS	SE ROMPE UNA Y OTRAS CASI		
OBSERVACIONES	SE ATASCA VARIAS VECES EL PUNZON INFERIOR, PERO LAS PASTILLAS LAS HACE BIEN. HAY QUE AUMENTAR EL TIEMPO DE APERTURA DE LA MATRIZ A VER SI SE DESBLOQUEA EL PUNZON INF		

ANEXO A

ENSAYO N°		20		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR		TIEMPO DE DESACTIVACION. COMPOSICION. POSICION		
COMPOSICION		SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
		75	25	0
PROGRAMA AUTOMATA		N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
		2	0	0.55 “
POSICION PALANCA PRENSA		2	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA		TIPO DE	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		PUNZON	INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
16	16	100
DEFECTOS	UN POCO DE DESGASTE LATERAL POR LA EXPULSION	
OBSERVACIONES	LAS PASTILLAS SALEN BIEN, PERO SE SIGUE ATASCANDO EL PUNZON INFERIOR, QUIZA HAYA QUE COLOCAR UN MUELLE MAS POTENTE	

ENSAYO N°		21		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR		COMPOSICION. TIEMPO DESACTIVACION		
COMPOSICION		SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
		70	30	0
PROGRAMA AUTOMATA		N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
		2	0	0.60 “
POSICION PALANCA PRENSA		2	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA		TIPO DE	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		PUNZON	INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
16	16	100
DEFECTOS	DESGASTE LATERAL POR LA EXPULSION	
OBSERVACIONES	LAS PASTILLAS SALEN BIEN, SE SIGUE ATASCANDO EL PUNZON. LA MAQUINA SE RALENTIZA, PERO NO SE ATASCA	

ENSAYO N°	22		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	ESTEARATO DE MAGNESIO		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	69,5	29,7	0,8
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.60 “
POSICION PALANCA PRENSA	2	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	PLANO
RESULTADOS			
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN	
16	16	100	
DEFECTOS	PERFECTAS		
OBSERVACIONES	LA MAQUINA NO SE ATASCA Y LAS PASTILLAS SALEN BIEN. PROBAR CON MENOS ESTEARATO		

ENSAYO N°	23		
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION.		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	70	29,6	0,4
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.60 “
POSICION PALANCA PRENSA	2	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	PLANO
RESULTADOS			
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN	
29	29	100	
DEFECTOS	MUY POCO DESGASTE LATERAL POR LA EXPULSION		
OBSERVACIONES	LAS PASTILLAS SALEN BIEN, SE SIGUE ATASCANDO EL PUNZON, UNAS 3 VECES. BIEN PERO PEOR QUE CON 0,8 % DE ESTEARATO		

ANEXO A

ENSAYO N°		24	
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	COMPOSICION		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	79,6	20	0,4
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.60 “
POSICION PALANCA PRENSA	2	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
16	16	100
DEFECTOS	UN POCO DE DESGASTE LATERAL POR LA EXPULSION	
OBSERVACIONES	LIMPIO MATRIZ Y PUNZONES. SALEN BIEN PERO CASI SE PARA LA MAQUINA. BAJAR POSICION PALANCA. EL PUNZON INF. SE PARA UNA VEZ	

ENSAYO N°		25	
CAMBIOS RESPECTO ENSAYO ANTERIOR	POSICION. 500 gr. DE MEZCLA		
COMPOSICION	SAL	AC. CITRICO	ESTEARATO Mg
	79,6	20	0,4
PROGRAMA AUTOMATA	N° PROGRAMA	T. ACTIVACION	T. DESACTIVACION
	2	0	0.60 “
POSICION PALANCA PRENSA	2	POSICION ACTIVADOR SENSOR	-2°
TIPO DE LEVA	TIPO DE PUNZON	SUPERIOR	PLANO
NUEVA DOBLE AC.		INFERIOR	PLANO

RESULTADOS		
N° DE COMPRIMIDOS	N° DE COMPRIMIDOS BIEN	% COMPRIMIDOS BIEN
50	50	100
DEFECTOS	UN POCO DE DESGASTE LATERAL POR LA EXPULSION	
OBSERVACIONES	LAS PASTILLAS SALEN BIEN, NO SE ATASCA EL PUNZONDESPUES DE 500 gr. DE ADITIVO	

También se han realizado una serie de pruebas con igual composición (70% sal, 30% ácido cítrico, 0% estearato), variando progresivamente la posición de la palanca de altura del punzón superior hasta el bloqueo de la maquina. Se ha valorado el acabado para decidir que posición es la más adecuada. Ver tabla A.2

POSICION	Nº PASTILLAS	% BIEN	ASPECTO (1 A 10)
0,5	3	100	5
1	6	100	6
1,5	4	100	7
2	5	100	8
2,5	8	100	8-9
3	3	100	8
3,5	7	100	8
4	BLOQUEO	0	0

Tabla A.2: Resultados según la posición de la palanca

Se han realizado ensayos con únicamente sal, como prueba patrón, y en la posición 2 el resultado es perfecto.

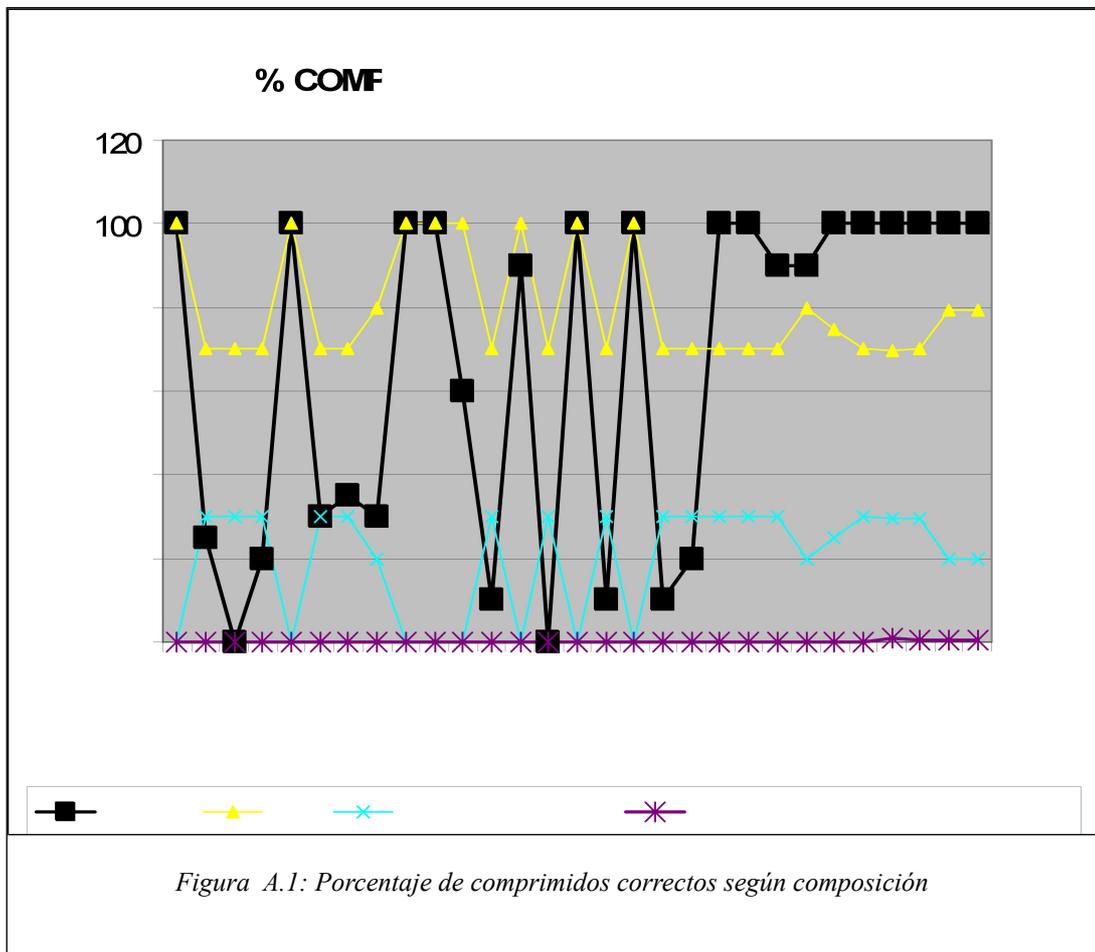
Se ha ensayado con un mayor número de pastillas en las posiciones que mejor resultado ofrecen en aspecto y en funcionamiento de la máquina (Tabla A.3)

POSICION	Nº PASTILLAS	% BIEN	ASPECTO (1 A 10)
1,5	12	100	7
2	15	100	8

Tabla A.3: Mejores resultados

Se considera la posición más adecuada la **2**.

En la figura A.1 se compara el porcentaje de comprimidos bien conformados con el porcentaje de cada componente en la mezcla: sal, ácido cítrico y estearato de magnesio.



En la figura A.2 se compara el porcentaje de comprimidos bien conformados con los siguientes parámetros:

- Posición palanca (los datos se han multiplicado por 10 para adaptarlo al gráfico)
- Punzón inferior: Posición baja para punzón esférico y posición alta para punzón plano
- Punzón superior: Posición baja para punzón esférico y posición alta para punzón plano
- Leva: Posición baja para leva original, posición alta para nueva leva

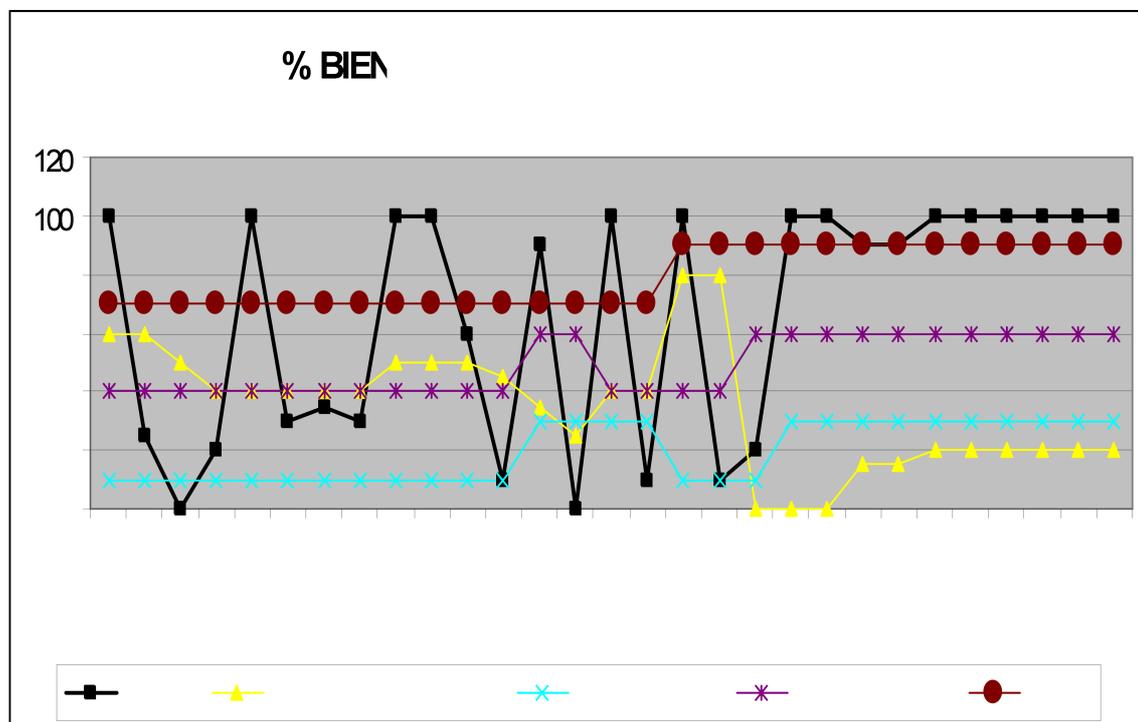


Figura A.2: % comprimidos correctos según parámetros máquina

En la realización de los ensayos muchos comprimidos se conformaban perfectamente. Sin embargo otros presentaban diversos defectos que se detallan a continuación:

- Rotura o baja compacidad
- Grietas transversales o perimetrales
- Adherencia a los punzones y matrices
- Mal acabado superficial, con falta de material en algunas zonas

ANEXO B

MODELOS DE CONTACTO

EDEM

**“MODELIZADO Y OPTIMIZACIÓN DE ADITIVOS
ALIMENTARIOS MEDIANTE DEM (DISCRETE
ELEMENT METHOD)”**

EDEM – MODELOS DE CONTACTO

Un modelo de contacto describe como se comportan los elementos cuando entran en contacto con otros.

A continuación se detallarán los diferentes modelos de contacto utilizados. Esta información se extrae del documento “*EDEM 2.6 - Theory Reference Guide*”, disponible para los usuarios del *software EDEM*.

B.1 HERTZ-MINDLIN (No Slip)

Es el modelo por defecto usado en EDEM debido a su preciso y eficiente cálculo de fuerzas. La componente normal de la fuerza está basada en la teoría de contacto Hertziana (Hertz, 1882). La fuerza tangencial se basa en el trabajo de Mindlin-Deresiewicz (Mindlin, 1949) (Mindlin y Deresiewicz, 1953). Tanto la fuerza normal como tangencial tienen componente de amortiguamiento, estando el coeficiente de amortiguamiento relacionado con el coeficiente de restitución (Tsuji, Tanaka e Ishida, 1992). La fuerza de fricción sigue la ley del modelo de fricción de Coulomb, como aplicaron Cundall y Strack, 1979.

La fuerza de fricción de rodadura se implementa como un par independiente de dirección constante (Sakaguchi, Ozaki e Igarashi, 1993).

La fuerza normal, F_n , es función del solapamiento normal δ_n (normal overlap), y viene dado por

$$F_n = \frac{4}{3} E' \sqrt{R'} \delta_n^{\frac{3}{2}}$$

donde el módulo de *Young* equivalente y el radio equivalente están definidos por

$$\frac{1}{E'} = \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} + \frac{(1-\nu_j^2)}{E_j}$$

$$\frac{1}{R'} = \frac{(1)}{R_i} + \frac{(1)}{R_j}$$

siendo, para cada esfera en contacto:

- E_i, E_j : Módulo de *Young*
- ν_i, ν_j : Coeficiente de *Poisson*
- R_i, R_j : Radio de la esfera

También aparece una fuerza de amortiguamiento, F_n^d dada por

$$F_n^d = -2\sqrt{\frac{5}{6}}\beta\sqrt{S_n m' v_n^{\overline{rel}}}$$

siendo:

- $m' = \left(\frac{1}{m_1} + \frac{1}{m_i}\right)^{-1}$, la masa equivalente
- $v_n^{\overline{rel}}$ la componente normal de la velocidad relativa
- $\beta = \frac{\ln e}{\sqrt{\ln^2 e + \pi^2}}$
- $S_n = 2E'\sqrt{R'\delta_n}$ rigidez normal
- e : Coeficiente de restitución

La fuerza tangencial, F_t , depende del solapamiento tangencial δ_t , y de la rigidez tangencial S_t .

$$F_t = -S_t \delta_t$$

$$S_t = 8 G' \sqrt{R' \delta_n}$$

Siendo G' el Modulo de corte equivalente. El amortiguamiento tangencial viene dado por:

$$F_t^d = -2 \sqrt{\frac{5}{6}} \beta \sqrt{S_t m' v_t^{rel}}$$

siendo v_n^{rel} la velocidad relativa tangencial. La fuerza tangencial está limitada por la fricción de Coulomb $\mu_s F_n$ donde μ_s es el coeficiente estático de fricción.

Para simulaciones donde la fricción de rodadura es importante, sería equivalente a aplicar un par en las superficies de contacto

$$\tau_i = -\mu_r F_n R_i \omega_i$$

siendo:

- μ_r : Coeficiente de fricción de rodadura
- R_i : Distancia del punto de contacto al centro de masas
- ω_i : vector unitario de velocidad angular del objeto en el punto de contacto

B.2 HERTZ-MINDLIN WITH BONDING

El modelo de contacto Hertz-Mindlin with Bonding se puede usar para unir partículas con un enlace adhesivo de tamaño finito. Este enlace puede resistir movimiento normal y

tangencial hasta un valor máximo de tensión tangencial y normal, donde el enlace se rompe. Después las partículas interactúan como esferas rígidas. Este modelo está basado en los trabajos de Potyondy y Cundall, 2004. Es particularmente útil en simulaciones de hormigón o de estructuras rocosas.

Las partículas se adhesionan en el tiempo de formación de enlaces t_{bond} . Antes de ese momento las partículas interactúan según el modelo de contacto estándar Hertz-Mindlin. Después del enlace las fuerzas ($F_{n,t}$) y pares ($T_{n,t}$) en la partícula se les da valor cero y van aumentando cada tramo de tiempo (*timestep*) según:

$$\delta F_n = -v_n S_n A \delta t$$

$$\delta F_t = -v_t S_t A \delta t$$

$$\delta M_n = -\omega_n S_t J \delta t$$

$$\delta M_t = -\omega_t S_n \frac{J}{2} \delta t$$

donde:

$$A = \pi R_b^2$$

$$J = \frac{1}{2} \pi R_b^4$$

donde,

- R_b : Radio del “adhesivo”
- $S_{n,t}$: Rigidez normal y tangencial, respectivamente
- δt : Intervalo de tiempo (*Timestep*)
- $v_{n,t}$: Velocidad normal y tangencial de la partícula
- $\omega_{n,t}$: Velocidad angular normal y tangencial

El enlace se romperá cuando la tensión normal y tangencial supere el valor predefinido:

$$\sigma_{max} < \frac{-F_n}{A} + \frac{2M_t}{J} R_B$$

$$\tau_{max} < \frac{-F_t}{A} + \frac{M_n}{J} R_B$$

Estas fuerzas y pares de enlace se superponen a las fuerzas estándar *Hertz-Mindlin*.

Dado que los enlaces en este modelo pueden actuar cuando las partículas no están físicamente en contacto, el radio de contacto debe ser mayor que el radio real de las esferas. Este modelo solo puede ser utilizado entre partículas.

B.3 HERTZ- MINDLIN WITH JKR COHESION

Hertz- Mindlin with JKR (Johnson-Kendall-Roberts) cohesión es un modelo de contacto con cohesión que representa la influencia de las fuerzas de *Van der Waals* dentro de la zona de contacto y permite al usuario modelizar un sistema de fuertes enlaces, como polvo seco o materiales húmedos. La implementación de la fuerza de contacto elástica normal en la teoría de Johnson, Kendal y Roberts, 1971.

Hertz-Mindlin with JKR cohesión usa los mismos procesos de cálculo que el modelo *Hertz-Mindlin (no Slip)* para los siguientes tipos de fuerza:

- Fuerza elástica tangencial
- Fuerza normal de disipación
- Fuerza tangencial de disipación

La fuerza normal de JKR depende del solapamiento δ y del parámetro de interacción, energía de superficie γ de la siguiente forma:

$$F_{JKR} = -4\sqrt{\pi\gamma E'} a^{\frac{3}{2}} + \frac{4E'}{3R'} a^3$$

$$\delta = \frac{a^2}{R'} - \sqrt{\frac{4\pi\gamma a}{E'}}$$

E' es el Módulo de *Young* equivalente y R' es el radio equivalente definidos en el modelo de contacto *Hertz-Mindlin (no slip)*.

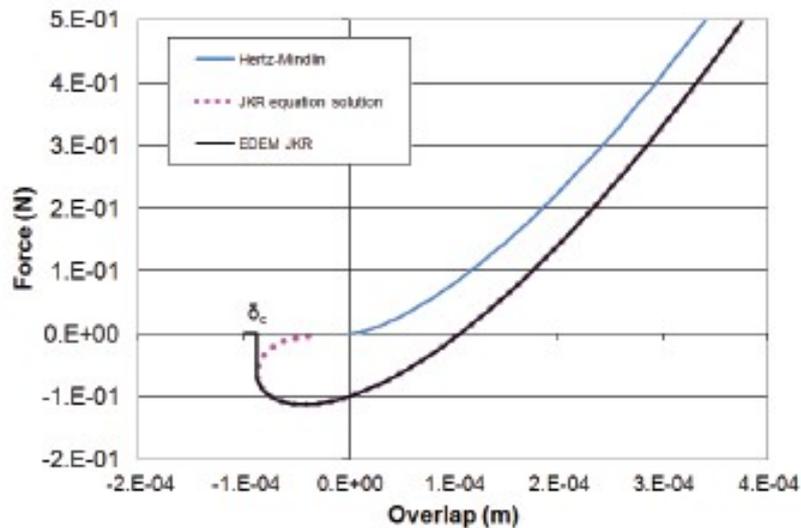


Figura B.1: Fuerza normal en función del solapamiento normal

En la figura B.1 los resultados del modelo *Hertz-Mindlin with JKR Cohesión* se comparan con los de *Hertz-Mindlin (no slip)*. El solapamiento negativo es la distancia entre dos partículas separadas.

La fuerza normal *EDEM JKR* sigue la misma solución que las ecuaciones de las fases de carga y descarga. La figura muestra la típica gráfica de la fuerza normal JKR en función del solapamiento normal.

Para $\gamma=0$, la fuerza se convierte en la fuerza normal *Hertz-Mindlin*.

$$F_{Hertz} = \frac{4}{3} E' \sqrt{R'} \delta^{\frac{3}{2}}$$

Este modelo produce fuerzas de cohesión entre partículas incluso si estas no están en contacto. La máxima distancia entre partículas para que se mantenga la fuerza de enlace viene dada por:

$$\delta_c = -\sqrt{\frac{4\pi\gamma a_c}{E'} + \frac{a_c^2}{R'}}$$

$$a_c = \left[\frac{9\pi\gamma R^2}{2E'} \left(\frac{3}{4} - \frac{1}{\sqrt{2}} \right) \right]^{\frac{1}{3}}$$

Para $\delta > \delta_c$ el modelo da fuerza cero. El máximo valor de fuerza de cohesión se produce cuando las partículas no están en contacto físico y la separación entre ellas es menor que δ_c . El valor de la fuerza máxima de cohesión viene dado por:

$$F_{pullout} = -\frac{3}{2} \pi \gamma R'$$

El cálculo de la fuerza de fricción es diferente al del modelo de contacto Hertz-Mindlin (no slip) en el cual depende de la componente repulsiva positiva de la fuerza normal JKR . Por tanto, este modelo produce mayores fuerzas de fricción cuando la componente de cohesión de la fuerza de contacto es mayor. La importancia y ventajas de esta corrección del modelo de fuerzas de fricción en presencia de intensas fuerzas cohesivas fue estudiado por : Baran et al., 2009, Gilabert, Roux y Castellanos, 2007.

Aunque este modelo se diseñó para partículas finas y secas, puede también usarse con materiales húmedos. La fuerza necesaria para separar dos partículas depende de la tensión superficial del líquido γ_s y el ángulo de contacto θ

$$F_{pullout} = 2\pi\gamma_s \cos(\theta) \sqrt{R_i R_j}$$

Equiparando las fuerzas superiores a la máxima fuerza JKR $F_{pullout} = -\frac{3}{2}\pi\gamma R'$ permite la estimación del parámetro de energía de superficie si el tamaño de la partícula de EDEM no está escalada.

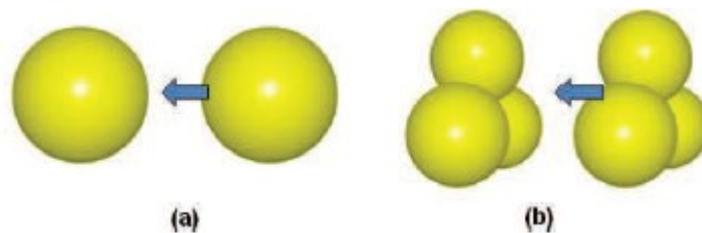


Figura B.2: Los dos tipos de contactos simulados.

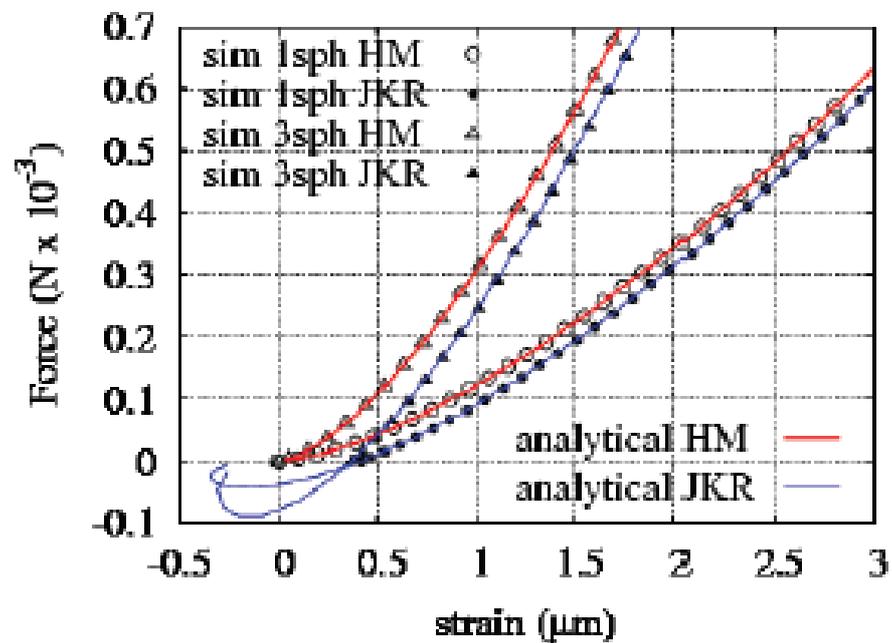


Figura B.3: Relación fuerza-deformación en la compresión de dos partículas. Fuente: Baran et al., 2009

En las figura B.3 los círculos representan la simulación de partículas conformadas por una única esfera, mientras que los triángulos representan partículas formadas por 3 esferas (ver figura B.2). Se ha comparado el modelo de contacto *Hertz-Mindlin* (símbolos huecos) con el modelo de contacto *JKR* (símbolos rellenos)

El valor de deformación nulo corresponde al estado cuando dos partículas justo se tocan, con solapamiento cero. Los resultados de la simulación siguen las ecuaciones *JKR* exactamente. El incremento de la componente atractiva de la fuerza normal para partículas de tres esferas es debido al triple número de contactos generando fuerzas de contacto.

B.4 LINEAR COHESION

Es una modificación del modelo *Hertz-Mindlin* al que se le ha añadido una fuerza normal de cohesión, la cual toma la siguiente forma:

$$F = kA$$

donde A es el área de contacto y k es la densidad de energía de cohesión. Las unidades son Jm^{-3} . Esta fuerza se añade a la fuerza normal *Hertz-Mindlin*.

En este modelo no se añade una fuerza tangencial, sin embargo la magnitud de la fuerza normal no cohesiva se incrementa mas allá de *Hertz-Mindlin*, y por lo tanto, un fuerza de fricción mayor puede ser soportada antes del deslizamiento.

B.5 HYSTERIC SPRING

El modelo de contacto *Hysteric Spring* permite un comportamiento de deformación plástica que es incluido en las ecuaciones de contacto mecánico, lo que produce partículas comportándose de manera elástica hasta una tensión predeterminada. Una vez que ha sido

superada dicha tensión, las partículas se comportan como si estuvieran sometidas a deformación plástica. El resultado es que se consiguen grandes solapamientos sin que actúe una fuerza excesiva sobre ellos, por lo que se comporta como un material compresible. El cálculo de la fuerza normal *Hysteretic Spring* está basada en la teoría de Walton-Braun, 1986.

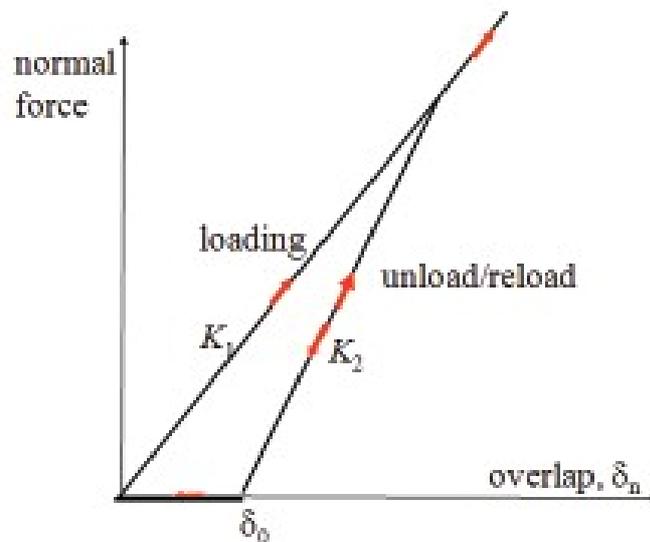


Figura B.4: Fuerza normal en función del solapamiento

La gráfica B.4 muestra, esquemáticamente, la relación entre la fuerza normal *Hysteretic Spring* y el desplazamiento. Nótese que la fuerza de descarga llega a cero antes de que el desplazamiento recupere el punto inicial de contacto. La cantidad δ_0 representa el solapamiento residual que permanece debido a la deformación plástica (por ejemplo, aplastamiento) en la región de contacto. La situación exacta de cada punto de contacto antiguo no es recordado y cada partícula se comporta como una nueva esfera no deformada una vez separada. Consecuentemente en los contactos se volverá a aplicar un nuevo proceso de carga de pendiente K_1 . Cualquier cambio en la carga antes de la separación sigue la pendiente K_2 hasta alcanzar la curva original de carga de pendiente K_1 , a partir de ahí se sigue esta pendiente mas baja hasta el momento de la descarga.

La fuerza normal F_n está dada por:

$$F_n = - \left\{ \begin{array}{lll} K_1 \delta_1 & \text{carga} & (K_1 \delta_n < K_2 (\delta_n - \delta_0)) \\ K_2 (\delta_n - \delta_0) & \text{descarga o recarga} & (\delta_n > \delta_0) \\ 0 & \text{descarga} & (\delta_n \leq \delta_0) \end{array} \right\}$$

donde K_1 y K_2 son la rigidez de carga y descarga respectivamente, δ_n es el solapamiento normal y δ_0 es el solapamiento residual. La rigidez de carga, K_1 , está relacionada con el límite elástico de cada material participante en el contacto, Y_1 e Y_2 , como se muestra a continuación (Walton O., 2006)

$$K_1 = 5 R' \min(Y_1, Y_2)$$

donde R' es el radio equivalente de las dos partículas participantes en el contacto.

La siguiente expresión para el valor del coeficiente de restitución permite la determinación de K_2 a partir de K_1 (Walton O., 2006)

$$e = \sqrt{\frac{K_1}{K_2}}$$

El solapamiento residual es actualizado cada intervalo de tiempo (*timestep*) según la siguiente regla:

$$\delta_0 = \left\{ \begin{array}{lll} \delta_n \left(1 - \frac{K_1}{K_2}\right) & \text{carga} & (K_1 \delta_n < K_2 (\delta_n - \delta_0)) \\ \delta_0 & \text{descarga o recarga} & (\delta_n > \delta_0) \\ \delta_n & \text{descarga} & (\delta_n \leq \delta_0) \end{array} \right\}$$

El principal mecanismo de disipación de energía es debido a la diferencia de rigidez de resorte entre las fases de carga y descarga. La necesidad de un mecanismo de disipación dependiente de una velocidad adicional para suprimir posibles oscilaciones de baja amplitud no amortiguadas fue sugerido por (Walton O., 2006). En el modelo de *EDEM Hysteretic Spring* se implementa de forma similar a fuerza de amortiguamiento normal de Linear Spring escalado por el parámetro sin dimensiones “*Damping Factor*”, b_n , como:

$$F_n^d = -b_n \sqrt{\frac{4m'k}{1 + \left(\frac{\pi}{\ln e}\right)^2}} v_n^{\vec{rel}}$$

Siendo k igual a K_1 o K_2 . El resto de variables y factores están explicados en la sección correspondiente del modelo de contacto *Linear Spring*.

Desde que el modelo *Hysteretic Spring* para fuerza normal puede considerarse como una extensión del modelo *Linear Spring* de fuerzas normales tiene sentido usar componente tangencial del modelo *Linear Spring* para fuerzas tangenciales. En particular, la mayoría de las formas generales de la fuerza tangencial elástica de *Linear Spring* es usada en el modelo *Hysteretic Spring* en el cual la fuerza depende del factor de rigidez, γ_t , definido por el usuario, como se muestra a continuación:

$$F_t = -\min(\gamma_t K_t \delta_t + F_t^d, \mu F_n)$$

A diferencia de la componente normal, la fuerza de amortiguamiento tangencial no es función del factor de amortiguamiento:

$$F_t^d = -\sqrt{\frac{4m'\gamma_t k}{1 + \left(\frac{\pi}{\ln e}\right)^2}} v_n^{\vec{rel}}$$

El valor por defecto para el límite elástico se estima a partir del modulo de *Young* E y el radio de la partícula R según la ecuación aportada por (Walton O., 2006). En primer lugar, el valor por defecto se calcula a partir de:

$$Y = \frac{4}{15} \frac{E}{\sqrt{R}} \frac{1}{70}$$

Si el valor es menor que 100 Pa se sustituye por el resultado de $0,003 \cdot E$.

B.6 LINEAR SPRING

El modelo de fuerza de contacto de resorte lineal amortiguado está basado en el trabajo de Cundall y Strack (Cundall y Strack, 1979). Un resorte lineal con rigidez k va en paralelo con un amortiguador con coeficiente c . La magnitud de la fuerza normal entre las dos partículas, F_n , es:

$$F_n = k \delta + c \dot{\delta}$$

donde:

- k : Rigidez lineal del muelle
- c : Coeficiente de amortiguamiento
- δ : Solapamiento
- $\dot{\delta}$: Velocidad de solapamientos

En la dirección tangencial se puede aplicar una fuerza semejante.

La rigidez del muelle y el coeficiente de amortiguamiento son los parámetros en este modelo y es una práctica común estimar la rigidez del muelle y posteriormente calcular el coeficiente de amortiguamiento basándose en dicha rigidez. El intervalo de tiempo de

simulación se calcula según la rigidez del muelle.

La constante del muelle y el coeficiente del amortiguamiento se pueden calcular basándose en una combinación de propiedades del material y restricciones cinemáticas. Un método común consiste en aplicar la máxima energía de deformación en la ecuación del contacto existente, E_{\max} :

$$k = \frac{16}{15} R'^{\frac{1}{2}} E' \left(\frac{15 m' V^2}{16 R'^{\frac{1}{2}} E'} \right)^{\frac{1}{5}}$$

donde:

- m' : Masa equivalente
- R' : Radio equivalente
- E' : Módulo de Young equivalente
- V : Velocidad de impacto típica

Para dos partículas esféricas idénticas con masas de $7,63 \text{ e-}03 \text{ kg}$, radio de 9 mm y módulo de *Young* de $2,6\text{e}+08$, chocando a una velocidad de 3 m/s , $k \approx 2\text{e}+05 \text{ N/m}$.

La velocidad de impacto, en una simulación con *EDEM*, puede tomarse como una velocidad característica en la simulación. Se puede considerar esta velocidad como la velocidad máxima en la simulación, por ejemplo, para una operación de mezcla con el mezclador funcionando a $\Omega \text{ rad/s}$, la velocidad característica es equivalente a $r \cdot \Omega \text{ m/s}$, donde r es el radio del mezclador. El coeficiente de amortiguamiento está relacionado con el coeficiente de restitución mediante:

$$c = \sqrt{\frac{4 m' k}{1 + \left(\frac{\pi}{\ln e}\right)^2}}$$

donde e es el coeficiente de restitución. Nótese que e permanece constante con la velocidad

de impacto (suponiendo que otros parámetros del modelo son constantes).

La rigidez tangencial es normalmente estimada como un porcentaje de la rigidez normal de resorte (Cundall y Strack, 1979). *EDEM* supone la rigidez tangencial igual a la rigidez normal.

El coeficiente de amortiguamiento se calcula usando la rigidez tangencial en la siguiente ecuación. La fuerza tangencial se calcula así:

$$F_T = \min\left(k_t + c_t \dot{\delta}, \mu F_n\right)$$

donde k_t y c_t son los coeficientes de resorte tangencial y de amortiguamiento tangencial, siendo μ el coeficiente de fricción.

El intervalo de tiempo de simulación (*Timestep*) es normalmente un pequeño porcentaje de la duración del contacto entre partículas. La duración del contacto para un modelo de resorte lineal (Linear Spring) se obtiene usando la rigidez normal:

$$t_{\text{contacto}} = \frac{\pi}{\sqrt{\frac{k}{m'} \left(\frac{\beta^2}{1+\beta^2} \right)}}$$

donde $\beta = \frac{\pi}{\ln e}$, siendo e el coeficiente de restitución.

Para $e = 0,5$ se obtiene un tiempo de contacto de 0,00043 segundos. El intervalo de tiempo de simulación debe ser menor que este valor para una mejor integración del estado de las partículas. Se recomienda tomar un valor de 5-10% del tiempo de contacto para unos resultados mas precisos. Los detalles del modelo de contacto de partículas blandas es relativamente poco importante debido a que una aproximación de un parámetro agrupado sin precisión en los detalles de la fuerza de contacto (por ejemplo el coeficiente de restitución) es suficiente para describir la dinámica de la colisión.

Nótese que se puede incrementar el intervalo de tiempo y entonces fijar una rigidez que no permita un solapamiento excesivo. De todas formas, desde que la rigidez y el intervalo de tiempo no están basados en leyes físicas, la precisión de los resultados no está garantizada: se debería obtener una similitud cualitativa pero no cuantitativa. Se recomienda calcular la rigidez basándose en las propiedades del material y fijar el intervalo de tiempo, *timestep*, en *EDEM*.

No hay un consenso general en cual es el mejor modelo de contacto. El modelo *Linear Spring* es más simple que *Hertz-Mindlin* debido a que se necesita un gasto computacional menor. De todas las maneras, en ambos modelos la fuerza de contacto es discontinua en el primer y último punto de contacto, y la energía de disipación es baja en sistemas con velocidades relativamente pequeñas.

Para la misma rigidez, se obtiene una mayor fuerza para un mismo intervalo de tiempo en un modelo *Hertz-Mindlin* en comparación con el modelo *Linear Spring*. Por lo tanto, se puede usar un mayor intervalo de tiempo con el modelo de contacto *Linear Spring*.

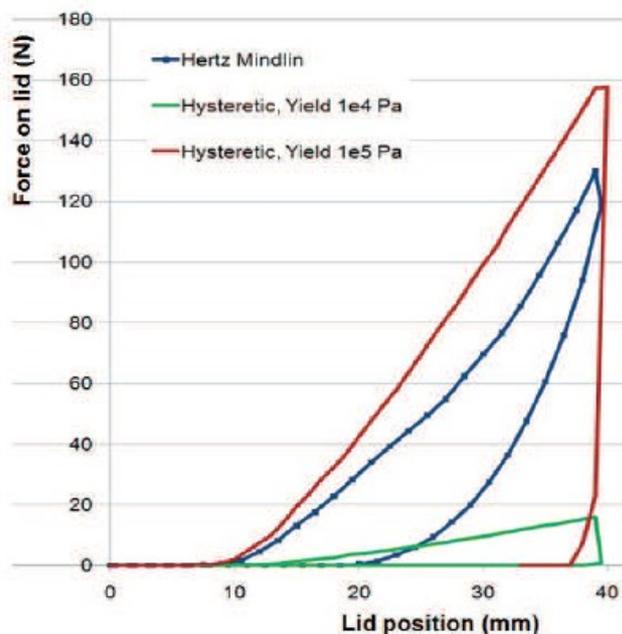


Figura B.5: Comparación entre Hertz-Mindlin e Hysteretic Spring

En la figura B.5 se compara el resultado de comprimir con un punzón un conjunto de

partículas dentro de una matriz cilíndrica con los modelos *Hertz-Mindlin* e *Hysteretic Spring*. El modelo *Hysteretic Spring* muestra una caída instantánea hacia cero del valor de la fuerza, al comienzo de la descompresión debida a la deformación plástica.