

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

SIP-14

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de México, D.F. siendo las 11:00 horas del día 22 del mes de enero del 2008 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de CICATA-IPN para examinar la tesis de titulada:

"Concepción de un reactor de mecanofusión para fabricar partículas metálicas recubiertas de cerámico"

Presentada por el alumno:

BRIONES	RODRIGUEZ	CESAR WULFRA	NO					
Apellido paterno	matemo	nombre(s)						
		Con registro: A	0	5	0	1	7	8

aspirante de:

Maestría en Ciencias de Tecnología Avanzada con enfoque en Innovación Tecnológica

Después de intercambiar opiniones los miembros de la Comisión manifestaron SU APROBACION DE LA TESIS, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

LA COMISIÓN REVISORA

Director de tesis Dr. Ricardo CUENCA ALVAREZ lutin maigigh Dr Enrique MARTINEZ FRANCO Dr. Miguel Ángel AGUILAR FRUTIS Dr. José GUZMAN MENDOZA Dr. Geonel ROGRIGUEZ GATTORNO EL PRESIDENTE DEL COLEGIO

Dr. José Antonio Irán DÍAZ GÓNGORA



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESION DE DERECHOS

En la Ciudad de <u>México</u> el día <u>17</u> del mes <u>Enero</u> del año <u>2008</u>, el (la) que suscribe <u>César Wulfrano Briones Rodríguez</u> alumno (a) del Programa de <u>Maestría en Tecnología Avanzada</u> con número de registro <u>A050178</u>, adscrito a <u>CICATA Legaria</u>, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección de <u>Ricardo Cuenca Álvarez</u> y cede los derechos del trabajo intitulado <u>Concepción de un reactor de mecanofusión para fabricar</u> <u>partículas metálicas recubiertas con cerámico</u>, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección <u>scarbriov1@hotmail.com</u>. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

César Wulfrano Briones Rodríguez

RESUMEN

En este trabajo de tesis se efectuó el diseño y concepción de un reactor de tipo MecanofusiónTM para recubrir partículas metálicas con cerámica. Se realizaron pruebas considerando los siguientes parámetros: velocidad de giro de la cámara, entrefierro de las piezas interiores del reactor respecto de la pared de la cámara de procesamiento, cantidad de polvo metálico y cerámico, espesor del recubrimiento y tiempo de proceso del material. Alternadamente se llevaron a cabo pruebas de los polvos originales y después de cada ciclo para cualificar las características de cada proceso bajo respectivos parámetros; las pruebas realizadas fueron de fluidez en el polvo, considerando el ángulo de reposo y el tiempo, morfología de las partículas mediante MEB (microscopía electrónica de barrido) y análisis de EDS para cada muestra. Se determinó que los factores que influyen directamente en las propiedades de los polvos compuestos son: el tiempo de proceso, velocidad de la cámara, relación de peso entre partículas huésped y secundarias, entrefierro y forma de las partículas.

ABSTRACT

In this thesis work one took place the design and conception of a reactor of MechanofusionTM type to cover metallic particles with ceramics. Tests were made considering the following parameters: speed of turn of the camera, gap of the inner pieces of the reactor respect to the wall of the processing camera, amount of metallic and ceramic dust, thickness of the covering and time of process of the material. At the same time tests of original dusts were carried out and after each cycle to describe the characteristics of each process under respective parameters; the made tests were of fluidity in the dust, considering the angle of rest and the time, morphology of particles by means of MEB (electronic microscopy of sweeping) and analysis of EDS for each sample. One determined that the factors that influence directly in the properties of compound dusts are: the time of process, speed of the camera, relation of weight between secondary particles guest and, gap and forms of particles.



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

Centro De Investigación E Innovación Tecnológica CIITEC-IPN

"Concepción de un reactor de mecanofusión para fabricar partículas metálicas recubiertas con cerámico"

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS

PRESENTA:

ING. CÉSAR W. BRIONES RODRIGUEZ

MÉXICO, D.F. Octubre 2007

CONTENIDO

I. Introducción

II. Justificación

CAPÍTULO

PÁGINA

1		ANTECEDENTES	
	1.1	Históricos	1
	1.1.1	Recubrimiento de partículas en vía húmeda	3
	1.1.2	Recubrimiento de partículas en vía seca	3
	1.2	Aplicaciones	4
	1.3	Dispositivos de recubrimiento de partículas en vía seca	5
	1.3.1	Mecanofusión	5
	1.3.2	Dispositivo de recubrimiento de partículas asistido	
		magnéticamente (Magnetically assisted impaction coating, MAIC)	6
	1.3.3	Hybridizer	7
	1.3.4	Theta Composer	8
	1.3.5	Dispositivo de recubrimiento de lecho de partículas fluidizado	
		(rotating fluidized bed coater, RFBC)	8
2		DESARROLLO EXPERIMENTAL	
	2.1	Diseño de experimentos	10
	2.2	Técnicas de análisis	14
3		DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DEL REACTOR DE	
		MECANOFUSIÓN	
	3.1	Descripción de la técnica del mecanismo de mecanofusión	16
	3.2	Especificaciones del diseño	17
	3.3	Selección de materiales	18
	3.4	Dimensiones del reactor	19
	3.5	Construcción y montaje del reactor	21

	3.5.1	Sistema interior estático	21
	3.5.2	Sistema de inyección de polvos	22
	3.5.3	Cámara de procesamiento de polvo	24
	3.5.4	Control de velocidades de rotación de la cámara	26
	3.5.5	Diseño de la transmisión mecánica	27
	3.5.6	Montaje del reactor de mecanofusión	31
4		EVALUACIÓN DEL REACTOR DE MECANOFUSIÓN	
	4.1	Definición de parámetros experimentales	32
	4.2	Análisis del proceso de Mecanofusión	34
	4.3	Obtención de polvos compuestos	36
	4.3.1	Pruebas de Fluidez	40
	4.3.2	Morfología y tamaño de las partículas	44
		Conclusiones	52
		Bibliografía	54
		Anexo	56

LISTA DE FIGURAS

FIGURA

PÁGINA

1.1	Esquema de mezcla ordenada
1.2	Tipos de recubrimiento en vía seca
1.3	Dispositivo de recubrimiento de partículas asistido
	magnéticamente (Magnetically assisted impaction coating,
	MAIC)
1.4	Dispositivo hybridizer
1.5	Dispositivo theta componer
1.6	Dispositivo de recubrimiento de lecho de partículas fluidizado
	(Rotating fluidized bed coater, RFBC)
2.1	Hoja de cálculo de estimación de espesor y cantidad de material
	para el recubrimiento
2.2	Esquema de formación de lecho de polvos y variables de índice de
	compresión
3.1	Vista inferior del dispositivo de mecanofusión
3.2	Esquema del dispositivo de mecanofusión
3.3	Vista lateral del sistema de producción de polvos compuestos
3.4	Piezas interiores del sistema estático
3.5	Ensamble del sistema interior estático
3.6	Flecha contenedora de tubos de inyección
3.7	Vista superior e inferior de la flecha para tubos de inyección
3.8	Vista superior e inferior de la tapadera de la cámara de
	procesamiento de polvo
3.9	Base y pared de la cámara de procesamiento de polvo
3.10	Soporte superior de la cámara
3.11	Variador de frecuencia
3.12	Transmisión mecánica
3.13	Vista del disco intercambiable para cada cámara

3.14	Diagrama de diseño de transmisión flexible	29
3.15	Ensamble del reactor de mecanofusión	31
4.1	Entrefierro del martillo con la pared de la cámara del reactor	33
4.2	Entrefierro de las palas de arrastre con la pared de la cámara del	
	reactor	33
4.3	Polvos de acero inoxidable y óxido de aluminio originales	36
4.4	Pruebas de esferoidización para el acero inoxidable, (a) polvo	
	original, (b) polvo procesado a 40 min, (c) polvo procesado a 80 min, (d)	
	polvo procesado a 120 min	37
4.5	Polvo recubierto de acero inoxidable 306L/Al ₂ O ₃ 10% Al ₂ O ₃ a 80	
	min, (c) polvo recubierto 20% Al ₂ O ₃ a 120 min	37
4.6	Cámara del reactor después de realizar una prueba de	
	recubrimiento de partícula	38
4.7	Sistema interior estático después del proceso de recubrimiento de	
	partículas	39
4.8	Pruebas de fluidez, (a) óxido de aluminio original, (b) y (c) acero 306L	
	original	41
4.9	Pruebas de fluidez (tiempo de proceso contra tiempo de fluidez del	
	polvo)	42
4.10	Pruebas de fluidez (tiempo de proceso contra el ángulo de reposo	
	del polvo)	42
4.11	Pruebas de fluidez, (a) (b) acero procesado por mecanofusión a	
	120 min, (c) (d) acero procesado a 180 min y (e) (f) acero 20%	
	Al ₂ O ₃ a 120 min	43
4.12	Micrografías de acero inoxidable original y Al ₂ O ₃ original	27
4.13	Micrografías de acero inoxidable por mecanofusión a 40 min (a)	
	(b), (c) (d) 80 min.	45
4.14	Micrografía de acero inoxidable por mecanofusión a 120 min	46
4.15	Micrografía de acero inoxidable 10% Al ₂ O ₃ por mecanofusión a	
	80 min	46
4.16	Micrografía de acero inoxidable 20% Al ₂ O ₃ por mecanofusión a	47

	120 min para análisis de EDS	
4.17	Micrografía de acero inoxidable 20% Al ₂ O ₃ por mecanofusión a	
	120 min (corte transversal)	47
4.18	Micrografía de acero inoxidable 20% Al ₂ O ₃ por mecanofusión a	
	120 min	48
4.19	Análisis de EDS en la zona blanca de las partículas recubiertas	49
4.20	Análisis de EDS en partículas de acero inoxidable	50
4.21	Análisis de EDS en la zona obscura de las partículas recubiertas	51

LISTA DE TABLAS

TABLA

PÁGINA

2.1	Criterios para cálculo de índice de compresión	13
2.2	Parámetros de evaluación de recubrimiento de partículas para un	1/
	sistema metal/cerámico	14
3.1	Propiedades y características del acero inoxidable 304L y 316L	18
4.3	Tiempo de fluidez para diferentes muestras	41

NOMENCLATURA

С	Índice de compresión del lecho de polvo
C _T	Carga del material
e	Espesor del recubrimiento
E _L	Espesor del lecho de polvo dentro de la cámara
E _F	Entrefierro
h	Altura de la pared de la cámara
M_1	Masa de las partículas núcleo
M_2	Masa de las partículas secundarias
M _C	Masa de la partícula compuesta
M _{REC}	Masa del recubrimiento
NP	Número de partículas por carga de material
NP _T	Número de partículas por recubrimiento
P _{ROD}	Potencia de los rodamientos
P _{REAL}	Potencia del sistema
P _{SUM}	Potencia suministrada al sistema necesaria
P _T	Potencia total del sistema
P _{TF}	Potencia de la transmisión flexible
r _n	Radio de la partícula núcleo
r _s	Radio de la partícula secundaria
r _{rec}	Radio de la partícula recubierta
r	Radio de la cámara en rotación
R _{VT}	Relación de velocidad de la cámara en rotación
R _V	Relación de velocidad de la transmisión flexible
\mathbf{V}_1	Volumen de la partícula núcleo
V_2	Volumen de la partícula secundaria
V _C	Volumen de la carga de material
V _{REC}	Volumen del recubrimiento
V _T	Volumen de la partícula recubierta

- X₁ Porcentaje en peso de las partículas núcleo en el sistema
- X₂ Porcentaje en peso de las partículas secundarias en el sistema
- X_{1'} Porcentaje en peso necesario de las partículas núcleo en el sistema
- X_{2'} Porcentaje en peso necesario de las partículas secundarias en el sistema
- ρ₁ Densidad de la partícula núcleo
- ρ₁ Densidad de la partícula secundaria

I. Introducción

El recubrimiento de partículas tiene diferentes aplicaciones potenciales; ya que altera las propiedades funcionales y/o superficiales de las partículas o de los polvos. En años recientes diversas investigaciones sobre la creación de una nueva generación de materiales industriales se ha desarrollado ampliamente logrando la formación de compósitos, que es la combinación de diferentes polvos obteniendo nuevas propiedades físicas y químicas de las partículas o del polvo. Dicho compósito, generalmente se forma con partículas, las cuáles son recubiertas mecánicamente con partículas de menor tamaño en el rango submicrométrico.

Estas partículas compuestas tienen una amplia gama de aplicaciones, incluyendo: productos farmacéuticos, productos para agricultura, alimentos, etc. En cada una de las aplicaciones antes mencionadas es deseable incorporar una nueva funcionalidad superficial diferente a la de la partícula núcleo; tales como absorción de humedad, conductividad, sinterabilidad, resistencia a la corrosión, fluidez, entre otras.

Sin embargo, la modificación superficial de partículas se ha llevado a cabo por recubrimientos en vía húmeda. Hoy en día, recubrimientos de partículas elaborados en vía húmeda son ahora menos deseables, ya que se producen emisiones de compuestos orgánicos volátiles (VOCs), como ejemplo de estos son el benceno, tolueno, etc.; además de que en estos procesos una segunda etapa de secado es necesaria, lo que aumenta el costo de producción.

Los recubrimientos de partículas en vía seca son técnicas relativamente nuevas, y a diferencia de las técnicas en vía húmeda, el proceso es amigable con el medio ambiente, puesto que no existe ningún tipo de emisiones contaminantes. En estos sistemas intervienen exclusivamente los polvos a ser procesados y la acción de fuerzas mecánicas;

evitando el uso de solventes, gases o ligas, y por consiguiente se descarta la etapa de secado. Esto conduce a la reducción de costos de procesamiento y productividades más altas.

Actualmente, existen diversos dispositivos para llevar a cabo el recubrimiento de partículas en vía seca los cuáles difieren en el mecanismo de formación del recubrimiento a partir de principios mecánicos que promueven primero la desaglomeración de las partículas secundarias y luego su adhesión sobre la superficie de las partículas núcleo. Algunos de estos dispositivos disponibles comercialmente son: Hybridizer[™], Magnetically Assisted Impaction Coating (MAIC[™]), Mechanofusion[™], Rotating Fluidized Bed Coater (RFBC[™]), y Theta Composer.

La falta de información que existe sobre los mecanismos de recubrimiento de partículas es la motivación principal de este proyecto que sirve para analizar, entender y sentar las bases del funcionamiento del principio de mecanofusión. Aspectos físicos e ingenieriles del proceso de recubrimiento son estudiados en esta tesis con el fin de obtener los parámetros de recubrimiento de partículas para el sistema de polvos empleado en la experimentación.

Por lo tanto, el objetivo de este proyecto es diseñar, poner en marcha y evaluar el desempeño de un reactor de tipo Mecanofusión[™], como un dispositivo de recubrimiento de partículas en vía seca; para obtener partículas compuestas de metal-oxido. Al mismo tiempo, se caracterizaron cada uno de las muestras obtenidas después del procesamiento, por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB), análisis de imágenes y pruebas de fluidez.

Este trabajo de tesis esta compuesto de una primera sección que incluye la introducción sobre el recubrimiento de partículas, los objetivos generales del proyecto, así como la

justificación del proyecto. En el primer capítulo se desarrolla una breve reseña histórica del recubrimiento de partículas, los dispositivos más comunes actualmente usados para este proceso y las aplicaciones más comunes de los productos.

Posteriormente en el capítulo 2 se describe la serie de experimentos realizados, los materiales y las técnicas de análisis que se emplearon para caracterizar el funcionamiento del reactor y los productos obtenidos. En el capítulo 3 se describe el diseño del reactor, así como una descripción de cada uno de los componentes hasta el ensamble del reactor. En el capítulo 4 se muestra la serie de pruebas de caracterización para evaluar el funcionamiento del dispositivo y los polvos obtenidos junto con sus respectivos análisis y por último en el capítulo 5 las conclusiones generales del proyecto.

II. |Justificación

Actualmente, en México no se producen polvos recubiertos que se utilizan frecuentemente en la fabricación de recubrimientos contra el desgaste, la corrosión, blindaje, barreras térmicas, productos farmacéuticos, cosméticos etc., por lo que tienen que ser importados, elevando así el precio de adquisición. Además, la creciente necesidad de nuevos productos demanda materias primas con características y/o propiedades únicas, tales como tamaño y forma de partículas definidas, alta fluidez, etc., para nuevas aplicaciones.

Por consiguiente, la producción de polvos compuestos, es un nicho de investigación importante; puesto que se considera una oportunidad de negocio en cuanto a venta y distribución de los productos obtenidos en el mercado de la metalurgia de polvos en el país. El CIITEC se convertirá entonces en líder en cuanto a la generación de tecnología; llevando la etapa de investigación en cuanto al proceso de producción de estos polvos, a una etapa de transferencia de tecnología; cumpliendo de esta forma, con el objetivo de la innovación tecnológica y producir estos productos en el país.

Hoy en día las alternativas para producir recubrimientos de partículas son mediante las siguientes técnicas:

- Magnetically assisted impaction coating, MAICTM (Dispositivo de recubrimiento de partículas asistido magnéticamente)
- HybridizerTM
- Rotating fluidized bed coater, RFBCTM (Dispositivo de recubrimiento de lecho de partículas fluidizado)
- MecanofusiónTM
- Molienda mecánica
- CVD (depósito en fase vapor)
- Técnicas de recubrimiento en húmedo (sol-gel)

Sin embargo, ninguna de las técnicas mencionadas se efectúa en el país; a excepción de mecanofusión que es la técnica de recubrimiento de partículas vía seca en investigación en este proyecto. La tabla I muestra los criterios de evaluación de las diferentes técnicas que se realizó para la selección de la vía de producción de polvos compuestos.

Criterios de Evaluación Alternativas	Costo	Eficacia y Productivi dad	Amigable con el medio ambiente	Total
Importación de los polvos	1	4	4	9
MAIC	3	4	4	11
Hybridizer	2	4	4	10
RFB	2	3	4	9
CVD	2	4	2	8
Mecanofusión	3	4	4	11
Molienda Mecánica	3	2	4	9
Técnicas de recubrimiento en húmedo	1	2	1	4

Tabla I. Criterio de Evaluación para cada una de las Alternativas, tomando como puntuación una escala de 1-5

De acuerdo al criterio de evaluación las alternativas con mayor puntuación son:

- 1. MAIC 11 puntos
- 2. Mecanofusión 11 puntos

Llevar a cabo el proceso de recubrimiento de partículas por medio de la técnica de mecanofusión es la alternativa que cumple con el mayor número de especificaciones. La eficiencia de este proceso es alta y la más redituable. Las propiedades en las partículas, tales como forma, tamaño, fluidez, etc. pueden ser modificadas bajo estricto control por medio de ésta técnica.

ANTECEDENTES

1. 1 Recubrimiento de partículas

El recubrimiento de partículas esta ampliamente relacionado a una mezcla de polvos en seco. En cuyo proceso los polvos tienden a aglomerarse; por lo que se tienen que romper dichos aglomerados para poder ser mezclados. Por otro lado, cuando los constituyentes difieren en tamaño, existe una tendencia a la segregación, que será mayor conforme la diferencia aumenta [1]. Sin embargo, cuando esta diferencia en tamaño es del orden de dos, las partículas más pequeñas, que estén en el rango submicrométrico, tienden a adherirse sobre la superficie de las partículas de mayor tamaño, ya que las fuerzas de adhesión son más grandes que el propio peso de las partículas. Este caso es similar al concepto de "mezcla ordenada" o una "mezcla estructurada" (Fig. 1.1) [2].



Fig. 1.1 Mezcla ordenada

Idealmente, en una mezcla binaria, deben mezclarse íntimamente los dos tipos de polvos; donde cualquier muestra del lote de polvos, por muy pequeña que sea, debe

contener la misma proporción de los dos constituyentes [2]. Algunas veces, esto es muy difícil de lograr, especialmente cuando los dos constituyentes difieren en tamaño, o bien cuando algunos de los dos es muy cohesivo.

En dicho proceso la superficie de las partículas de mayor tamaño está envuelta, o remotamente recubierta, con las partículas más pequeñas (segundo componente de la mezcla binaria) [2]. En un recubrimiento de partículas en seco, el mismo fenómeno se presenta; sin embargo, se presenta un enlace físico entre partículas que las mantiene unidas.

Dentro de las ventajas principales que presenta una mezcla ordenada es el grado de homogeneidad, en tanto la distribución de tamaños de partículas no sea no sea muy abierta.

Existen tres etapas para describir el proceso de una mezcla ordenada [1]; los cuáles son:

- la separación de los aglomerados de las partículas más finas hasta llegar a las partículas elementales.
- 2. la unión de estas partículas finas a la superficie de las partículas más grandes.
- la redistribución e intercambio de las partículas secundarias sobre las partículas núcleo hasta lograr una distribución al azar.

Por lo tanto; cualquier dispositivo de mezclado, con tal de lograr una mezcla ordenada, debe proveer la energía lo suficientemente alta para desaglomerar primero a las partículas finas, y luego generar la unión entre éstas últimas con las partículas más grandes.

En éste proceso, las partículas finas, generalmente submicrométricas y denominadas partículas secundarias, se adhieren a la superficie de partículas de mayor tamaño llamadas partículas núcleo [1, 4-12]. Éstas últimas se encuentran en el rango micrométrico.

1. 1. 1 Recubrimiento de partículas en vía húmeda

El recubrimiento en vía húmeda es una técnica convencional de recubrimiento de partículas; en donde las partículas núcleo son dispersadas inicialmente en un medio acuoso [5]. Posteriormente; las partículas secundarias, también en dispersión en líquido, se agregan al sistema y son precipitadas sobre la superficie de las partículas núcleo. El enlace entre estas partículas depende de las fuerzas electrostáticas y de van der Waals; así como de ligas para mejorar la adherencia de las partículas secundarias sobre las núcleo.

Sin embargo, estas técnicas hoy en día son menos deseables debido a las emisiones de compuestos orgánicos volátiles; así como su campo de aplicación esta limitado a ciertas aplicaciones, por lo que los recubrimientos en vía seca son ahora más estudiados.

1. 1. 2 Recubrimiento de partículas en vía seca.

En procesos de recubrimiento por vía seca, las partículas núcleo son recubiertas por partículas secundarias mediante fuerzas mecánicas [1, 6, 8, 9, 11, 12]. Dichos enlaces son del tipo de fuerzas de van der Waals o electrostáticas y, también son lo suficientemente fuertes para mantener a las partículas secundarias adheridas a la superficie de las partículas núcleo, formando así el recubrimiento.

Los diferentes tipos de recubrimiento que pueden obtenerse son mostrados en la fig. 1.2 [12]. Los recubrimientos continuos consisten de capas porosas (monocapas ó multicapas), o bien en forma de películas; los cuáles no son porosos. Los recubrimientos discretos son aquellos que no cubren la totalidad de la superficie de la partícula núcleo con el objetivo de no afectar las propiedades originales del substrato.

La habilidad de crear recubrimientos discretos tiene ventajas únicas. Como ejemplo de esto, en algunas ocasiones se desea cambiar ciertas propiedades en las partículas, como la superficie o forma; en donde un recubrimiento continuo sobre la partícula núcleo no es recomendable; debido a que alteraría de forma general las propiedades de la misma [1,12].

Recubrimientos discretos o continuos se obtienen dependiendo de las condiciones con las que se lleve a cabo el proceso; tales como: tiempo, forma, tamaño, superficie de las partículas, así también como fracción en peso de las partículas secundarias y núcleo, etc.



Fig. 1.2 Tipos de recubrimiento de partículas vía seca

1. 2 Aplicaciones

Las partículas recubiertas son utilizadas en una gran variedad de aplicaciones industriales debido a la habilidad de poder crear nuevas propiedades físicas y/o químicas en la partícula compuesta [4-7, 11,12]. Ejemplos de estas aplicaciones son los polvos con protección UV en cosméticos, tinta para cartuchos de inyección en diferentes colores, lubricantes sólidos, materiales conductores, súper conductores base itrio, películas delgadas nanocristalinas de óxidos metálicos tales como TiO₂ y SnO₂ con estructuras altamente porosas para uso en celdas foto-electroquímicas, etc.

Los dispositivos de recubrimiento de partículas son también utilizados en la esferoidización de las mismas y el mezclado íntimo de diferentes tipos de polvos al azar.

Todos estos ejemplos de aplicaciones para el mecanismo de recubrimiento de partículas conducen a un gran mercado potencial en el desarrollo de nuevas partículas compuestas y aplicaciones en productos alimenticios, consumibles, cosméticos, industria farmacéutica, biomateriales y cerámicos.

1. 3 Dispositivos de recubrimiento de partículas en vía seca

Existen diferentes dispositivos para obtener partículas compuestas, todos y cada uno de ellos con diferentes particularidades para obtener el enlace de las partículas secundarias sobre la superficie de la partícula núcleo, por medio de fuerzas mecánicas. Dependiendo de las propiedades del polvo y la aplicación que se desee obtener del material procesado, se escogerá el dispositivo a utilizar.

Los dispositivos que a continuación se explican brevemente se encuentran todavía en estudios de investigación. Se han publicado diversos resultados pero, aun así existen varias dudas y explicaciones en cuanto al mecanismo para lograr que se lleve a cabo el recubrimiento de partículas en cada uno de ellos así como el desempeño de cada uno de ellos.

1. 3. 1 Mecanofusión

En el desarrollo de este proyecto, el dispositivo escogido para llevar a cabo el recubrimiento de partículas es de tipo mecanofusión debido a que los polvos a procesar son materiales que requieren intensas fuerzas de corte y compresión (acero inoxidable $304 \text{ y } \text{Al}_2\text{O}_3$) para poder lograr el recubrimiento; por lo que este dispositivo será descrito más a detalle en el capítulo 3.

1. 3. 2 Dispositivo de recubrimiento de partículas asistido magnéticamente (Magnetically assisted impaction coating, MAIC)

En el MAIC (Fig. 1.3) se introducen en el recipiente las partículas núcleo y secundarias; junto con partículas magnéticas, cuya proporción depende de la cantidad de polvo a procesar [1, 4, 12]. Para efectuar el proceso, un campo magnético externo se genera por medio de una serie de electroimanes alrededor del recipiente, agitando fuertemente a las partículas magnéticas causando colisiones entre las partículas núcleo y secundarias contra la pared del recipiente.

A diferencia de otros dispositivos, el MAIC presenta la ventaja de procesar partículas orgánicas suaves, como fécula de maíz, sin causar cambios importantes en la forma y tamaño. Otro factor importante de este proceso, es el pobre o nulo incremento en la temperatura; lo cuál es deseable cuando se trabaja con polvos que son sensibles a cambios de temperatura, como en los productos farmacéuticos.



Fig. 1.3 Dispositivo de recubrimiento de partículas asistido magnéticamente, MAIC

El MAIC puede trabajar en circuito cerrado o abierto; lo cuál hace de éste un proceso versátil por la cantidad de material que se puede procesar.

1. 3. 3 Hybridizer

El Hybridizer consiste de un rotor con 6 cuchillas, un estator y un sistema de recirculación de polvos, como se ilustra en la figura 1.4 [1, 4, 12]. Las partículas que se encuentran dentro del dispositivo están sujetas a altos impactos y dispersión debido a la velocidad de rotación del rotor (generalmente de 5000 a 16000 r.p.m.); lo cuál genera que los aglomerados de los finos se rompan; al mismo tiempo el polvo se encuentra en constante movimiento dentro del dispositivo por el sistema de circulación.

Existe un incremento en la temperatura por la alta energía generada en el proceso, logrando de esta manera el impacto y adhesión de las partículas secundarias sobre las partículas núcleo.

El tiempo en el que se lleva a cabo el proceso en este dispositivo es menor en comparación del resto de dispositivos para lograr un recubrimiento de partículas en vía seca; debido a la alta velocidad en que se encuentra el rotor, logrando de esto una ventaja para el Hybridizer.



Fig. 1.4 Dispositivo Hybridizer

1. 3. 4 Theta Composer

El dispositivo Theta composer se ilustra en la fig. 1.5 [1, 12]. Este consiste de un recipiente elíptico que se encuentra en rotación, relativamente lento en comparación con los demás dispositivos (aprox. 30 r.p.m.); y a su vez un rotor elíptico a mayor velocidad (500 a 3000 r.p.m.).

Durante el proceso, la velocidad a la que se encuentra el rotor genera fuerzas de corte y compresión a las partículas núcleo y secundarias, al ser forzadas a pasar por las zonas de acción formadas entre la pared del recipiente y el rotor. A diferencia de otros dispositivos en donde el entrefierro durante el proceso es fijo, en el Theta composer el entrefierro varía en cuanto se genera el movimiento del rotor, recirculando el material en todo el recipiente del dispositivo para llevar a cabo el recubrimiento de las partículas secundarias sobre las partículas núcleo.



Fig. 1.5 Dispositivo Theta Composer

1. 3. 5 Dispositivo de recubrimiento por lecho fluidizado rotatorio (Rotating fluidized bed coater, RFBC)

Uno de los dispositivos mas recientes para llevar a cabo el recubrimiento de partículas en vía seca, es el RFBC; el cuál opera bajo el principio de un lecho de partículas fluidizado en rotación. La cantidad de polvo a ser procesado de partículas secundarias y núcleo toma lugar dentro del lecho en rotación y es fluidizado por un flujo radial de

gases a través de la pared porosa del distribuidor del dispositivo, como se ilustra en la fig. 1.6 [1, 12].

Durante el proceso, la velocidad de rotación, genera fuerzas centrífugas y de corte sobre el lecho de polvo lo suficientemente altas para romper los aglomerados de las partículas secundarias. Recubrimientos fuertemente adheridos pueden obtenerse por medio de este dispositivo, ya que estas altas fuerzas de corte sobre el lecho fluidizado generan un excelente mezclado, lo que lleva a una buena distribución de las partículas secundarias sobre las partículas núcleo, y un enlace físico aceptable sobre la superficie de las partículas núcleo.



Fig. 1.6 Dispositivo de recubrimiento de lecho de partículas fluidizado (Rotating fluidized bed coater, RFBC)

Una ventaja que presenta el RFBC es que puede ser operado en circuito abierto; entonces, el polvo es suministrado al lecho de polvo fluidizado previamente, y entonces arrastrado hacia el proceso por gravedad.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

2. 1 Diseño de Experimentos

La evaluación del desempeño del reactor de mecanofusión se divide en dos partes. La primera parte consistió en evaluar la tendencia a esferoidización de las partículas. Posteriormente en la segunda parte del proyecto, se analizó el recubrimiento para el sistema metal-cerámico.

En la primera etapa se diseñó una hoja de cálculo de evaluación del comportamiento de las partículas, con la cuál se estima el recubrimiento y tendencia de los polvos a la esferoidización.

Estos datos son calculados a partir de un espesor de recubrimiento deseado en función de la cantidad de material núcleo y secundario necesario para obtener dicho recubrimiento; y viceversa. (fig. 2.1). Para ambos sistemas se tienen que conocer el peso específico y el tamaño promedio de las partículas.

Los criterios que se consideraron para realizar la hoja de cálculo son los siguientes:

- las partículas núcleo y secundarias tienen forma esférica
- el tamaño de las partículas corresponde al tamaño promedio, no se analizan distribuciones de partículas

Se consideró la forma de las partículas esféricas, debido a la facilidad del cálculo y considerando que una etapa previa al recubrimiento se realiza una esferoidización en las partículas. De la misma manera, se tomó un promedio del tamaño de las partículas, debido a la homogeneización del mismo, en el proceso de mecanofusión.

La descripción detallada de la hoja de cálculo de estimación de espesor y cantidad de material para el recubrimiento se encuentra en el Apéndice 1.

El objetivo de realizar un cálculo previo al proceso de mecanofusión, es con el fin de obtener resultados muy cercanos al requerido para cada experimento y llevar un control preciso del proceso de recubrimiento de polvos.

	• (Característ	ticas del pol	vo				
	а	procesar						
		Ø Int. (mm)	100	Volumen			Fecha	
DATOS DE	L REACTOR	l ì í		(mm)				
		Altura Pared	29	Entrefierro	0.421364882		Tiempo de	120 min
		(mm)		(mm)			Proceso	
MAT	ERIAL	Densidad	Ø Partícula	Volumen por	Masa por Part.	No. Partículas	No. Partículas por	Masa del
		(g/cm)	(µm)	Partícula (µm)	(g)		Recubrimiento	Recubrimiento (g)
Núcleo A	.cero Inox 316L	7.87	100	523600	4.121E-06	1.21E+07	1	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
Secundario A	lumina) 3.4	0.б	0.113	3.845E-13	0.000E+00	0.00E+(0	0.000E+00
SISTEMA C	'arga para cada	Volümen Rec.	Volumen Part.	Volumen de	Espesor lecho	Compresión	Entrefierro	Recubrimiento
Si	istema (g)	(µm)	Recubierta (µm)	Material (µm)	Polvo (mm)		(mm)	(µm)
1	50	0.Q00E+00	5.236E+05	6.353E+12	0.702	0.6	0.421364882	0.00
(0						(
SISTEMA R	ecubrimiento	Masa Partícula	% Peso por polvo	Compresión	Entrefierro	Material (g)	\sim	Carga para cada
(µ	um)	Recubierta (g)	en Compósito	-	(mm)			Sistema (g)
2	0	4.12E-06	100	0.2	0.561819842	50	Nucleo	-
			0				Secundarias	0
			→ Si	stema				
			C	arga de m	aterial (gr)		
			Si	stema				
			\rightarrow $\frac{51}{2}$	1				
			R	ecubrimie	ento (µm)			

Fig. 2.1 Hoja de cálculo de estimación de espesor y cantidad de material para el recubrimiento

También se definió el índice de compresión del polvo, en función del espesor del lecho de partículas en proceso y el entrefierro de las piezas interiores con la pared de la cámara del reactor como se observa en la figura 2.2.

En base a la cantidad de polvo ingresado en la cámara del reactor, las características del polvo a procesar; y por consiguiente, las características deseadas para las partículas compuestas, es como se define este índice de compresión, determinado de acuerdo a la tabla 2.1, y conforme a las ecuaciones correspondientes a cada caso. Se consideran los casos de deformación en las partículas como laminado; o bien fragmentación de las mismas.



Fig. 2.2 Esquema de formación de lecho de polvos y variables del índice de compresión.

El criterio de selección de parámetros de entrefierros de las 4 piezas interiores se consideró con la siguiente ecuación; en donde C es el índice de compresión de los polvos:

$$C = \frac{\left(E_L - E_F\right)}{E_L}.$$
 (1)

Caso I No hay compresión del lecho de polvo

Por lo tanto:

$$C = \frac{\left(E_L - E_F\right)}{E_L} = 0$$

 $\underline{\mathbf{E}}_{\underline{\mathbf{L}}} = \underline{\mathbf{E}}_{\underline{\mathbf{F}}}$

No existe compresión entre el martillo y el lecho de polvo, por lo que el lecho de polvo no esta sometido a esfuerzos de compresión.

Caso II Estado de compresión intermedia del lecho de polvo

Por lo tanto:

$$C = E_L - E_F > 0$$

 $\underline{E}_L > \underline{E}_F$

Se presenta contacto del martillo con el lecho, y se tendrán posiblemente efectos de laminación, fricción, atrición, fragmentación y recubrimiento de partículas.

Caso III Compresión total del lecho de polvo

Por lo tanto:

$$C = \frac{\left(E_L - E_F\right)}{E_L} = 1$$

$$\underline{\mathbf{E}}_{\underline{\mathbf{F}}} = \mathbf{0}$$

No existe entrefierro; donde se presenta la deformación y fricción excesiva del material. En caso de metales es posible llegar a la fusión de las partículas.

En la tabla 2.2 se muestran los parámetros bajo los cuáles se realizó la prueba de recubrimiento de partículas.





Entrefierro	Entrefierro	Velocidad de la cámara	Tiempo de toma de muestras	
martillos	cuchillas	r.p.m.	en min	
mm	mm			
			80	120
0.56	0.30	1400	metal/10%	metal/20%
			peso cerámico	peso cerámico

Tabla 2.2Parámetros de evaluación de recubrimiento de partículas para un sistemametal/cerámico

NOTA: la carga de material para cada experimento fue de 50 g de acero inoxidable

2. 3 Técnicas de análisis

La caracterización de los polvos obtenidos se efectuó con las siguientes técnicas:

1. Forma y tamaño de las partículas

Se analizaron por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB) las muestras con los diferentes parámetros mencionados anteriormente; obteniendo las micrografías de las partículas antes y después del proceso de mecanofusión. Con el objetivo de registrar información topográfica, morfológica y química, por medio de un microscopio marca JEOL modelo 35 CF.

2. Análisis de imágenes

Una vez obtenidas las micrografías por MEB se determinará información sobre la forma y tamaño de las partículas, espesor del recubrimiento, porcentaje de área recubierta, entre otras, por medio del software Inspector Matrox Imaging versión 2.2.

3. Fluidez del polvo

Por medio de la norma ANSI/ASTM B 212 – 76 se analiza el ángulo de reposo. Se utilizó un montaje fabricado en los talleres del CIITEC que consta de un embudo de cristal y un soporte universal, ajustando la altura de la boquilla a la base de acuerdo a la norma, tomando el ángulo

formado por medio de un transportador en la base y obteniendo fotografías, previamente ajustando el eje de la cámara a la base donde caen los polvos a ser evaluados. Toda prueba se realizó con la misma cantidad de polvo para evaluar tanto el ángulo de reposo y el tiempo de fluidez de cada muestra.

DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DEL REACTOR DE MECANOFUSIÓN

3. 1 Descripción de la técnica de mecanofusión

Este dispositivo de recubrimiento de partículas consiste de una cámara que se encuentra en rotación (Fig. 3.1); en cuyo interior y de manera concéntrica se localiza un ensamble estático formado por martillos de compresión y cuchillas de arrastre. En el interior de la cámara se introduce una cantidad conocida de partículas núcleo y secundarias. Esta cámara rota en el rango de 400 a 1800 r.p.m., forzando a que el lecho de polvo se mantenga suspendido sobre la pared interna del recipiente debido a la fuerza centrifuga.

Parte esencial en el proceso, es la cuchilla de arrastre, cuya función es evitar que el lecho de polvo se aglomere en la pared del dispositivo, recirculando el material dentro de la cámara, para forzarlo a pasar por las zonas de compresión durante todo el proceso, lugar en donde se lleva a cabo el recubrimiento de las partículas por medio de intensos esfuerzos de corte y compresión. Estos esfuerzos, en compañía del frotamiento y la atrición producidas dentro de la cámara, generan un aumento local de la temperatura en las zonas de acción, llevando a cabo la adhesión de las partículas secundarias sobre las partículas núcleo; por medio de fuerzas interparticulares, tales como van der Waals, electrostáticas y fuerzas capilares.

Otro parámetro importante en el proceso es el entrefierro, que es el espacio formado entre la pared interna de la cámara y las piezas interiores. En el dispositivo se encuentran 4 entrefierros, dos de ellos formados por el espacio entre los martillos de compresión y la pared interna de la cámara; así como dos entrefierros por parte de las cuchillas de arrastre y la pared interna de la cámara.



Fig. 3.1 Vista inferior del dispositivo de mecanofusión.

3. 2 Especificaciones del diseño

Los criterios que se consideraron para realizar el diseño del reactor de mecanofusión son los siguientes:

- dimensiones de la cámara para procesar aprox. 150 gramos de polvo de acero inoxidable 316L.
- la geometría de las piezas interiores deben someter el polvo a fuerzas de corte y compresión.
- habilidad del reactor para intercambiar cámaras de diferentes capacidades.
- proceso amigable con el medio ambiente, evitando el uso de solventes, ligas, gases, etc.
- facilidad en el manejo de variables del proceso.
- Centrifugación de los polvos durante el proceso.

3. 3 Selección de materiales

El material con el cuál se construyó el dispositivo de mecanofusión es de acero inoxidable 304L; que debido a sus propiedades físicas y químicas (tabla 3.1) resiste los impactos que se generen y la degradación del material de la cámara en rotación durante el proceso de recubrimiento.

Numero de AISI	304L	316L
Composición química típica		
Carbono	0.03 máx.	0.03 máx.
Cromo	18.0-19.0	16.5-17.5
Níquel	9.5-11.0	11.0-13.0
Manganeso	2 máx.	1.0-2.0
Silicio	0.75 máx.	0.75 máx.
Fósforo	0.04 min.	0.04 min.
Azufre	0.02 min.	0.02 min.
Propiedades físicas		
Densidad: kg m ⁻³	8027	8027
Punto de fusión: K	1673-1723	1643-1673
Estructura	Austenítico	Austenítico
Coeficiente de expansión		
10-6mm ° C (20° C a 100° C)	16.5	15.2
(20° C a 500° C)	18.5	19.0a800°
Permeabilidad magnética		
a 200 H	1.02	1.02

Tabla 3.1 Propiedades y características del acero inoxidable 304L y 316L
Props. mecánicas a temperaturas		
bajo techo		
Dureza Brinell	145	150
Dureza Rockwell B	77	80

La elaboración de polvos compuestos se realizó con partículas núcleo de acero inoxidable 316L y partículas secundarias de alúmina- α (Al₂O₃- α), tabla 3.2.

Tabla 3.2 Características de materiales

	Material	Granulometría (µm)	
Partícula Núcleo	Acero inoxidable 316L	100	
Partícula Secundaria	Al_2O_3 - α	0.1	
Proveedor: Eutectic México S.A. de C.V.			
Km. 36.5 Autopista México-Querétaro, Cuautitlan Izcalli; Edo. Méx. C.P. 54730			
www.eutectic.com.mx			

3. 4 Diseño y dimensiones del reactor

El diseño del dispositivo de mecanofusión se realizó con ayuda del software Auto-Cad versión 2006 de Autodesk[™], Solid Works system versión 2004 y Tridi Max versión 5; en donde se visualizó el mecanismo de funcionamiento del reactor y las dimensiones de las piezas que conforman el sistema.

El dispositivo se diseñó para tener capacidad de procesar aproximadamente 150 gr de polvo de acero inoxidable, en etapa de investigación. Ajustando el dispositivo y sus elementos mecánicos, es posible realizar posteriores montajes con cámaras de procesamiento con mayor capacidad; con el objetivo de llevar este mecanismo de recubrimiento de partículas a una mayor escala de procesamiento y versatilidad.

En la fig. 3.2 se muestra el esquema del dispositivo de mecanofusión que se planteó previo a la etapa de fabricación de las piezas. La fabricación de todos los componentes que conforman al dispositivo se realizaron en las instalaciones del CIITEC.



Fig. 3.2 Esquema del dispositivo de mecanofusión

En la fig. 3.3 se muestra una vista lateral de la cámara de procesamiento de material y los elementos que conforman el sistema.



Fig. 3.3 Vista lateral del sistema de producción de polvos compuestos

3. 5 Construcción y montaje del reactor

3. 5. 1 Sistema interior estático

El sistema interior estático de la cámara es la parte fundamental del reactor de mecanofusión, construido en acero inoxidable 304L. Dicho sistema es formado por dos martillos, los cuáles van a someter a las partículas a esfuerzos de compresión, corte y laminado, y dos cuchillas de arrastre, cuya función es promover la circulación del material dentro de la cámara evitando de esta manera la aglomeración del material en la pared de la cámara (fig. 3.4).



Fig. 3.4 Piezas interiores; (a) martillo de compresión y (b) cuchilla de arrastre

En la fig. 3.5 se muestra el ensamble de las piezas interiores dentro de la cámara desde una vista superior.

La distancia de estas piezas a la pared de la cámara del reactor es ajustable, este entrefierro depende de la cantidad de polvo a procesar, las propiedades de las partículas y el índice de compresión.

Estas piezas se mantienen estáticas, ya que son ajustadas con opresores para evitar vibración o posibles desplazamientos por la fuerza generada dentro de la cámara durante el proceso de recubrimiento de los polvos.



Fig. 3.5 Ensamble del sistema interior estático

3. 5. 2 Sistema de inyección de polvos

Los tubos de inyección de polvos son de NylonTM, ya que se necesita que sean flexibles, pues serán sometidos a vibración debido a que estos serán alimentados por dos tazones vibratorios, para llevar a cabo un control preciso al introducir los polvos en la cámara para ser procesados (etapa de construcción del reactor no concluida).

En la fig. 3.6 se muestran las piezas que forman el sistema de alimentación de polvos, así como la base de las piezas interiores.



Fig. 3.6 Flecha de sujeción de piezas interiores y de alimentación de polvos

En la fig. 3.7 se muestra la entrada de los tubos de alimentación de polvos, las cajas de sujeción de las piezas interiores; en la cuál se tienen entradas para dos tubos, correspondientes a las partículas núcleo y a las partículas secundarias.

Las piezas interiores son introducidas dentro de los cajones de la caja y ajustadas mediante el entrefierro deseado por medio de opresores para evitar desplazamientos durante el proceso y permanecer estáticas.

En la parte superior de la flecha del sistema interior se rectificaron dos caras para sujetarlo mediante un brazo, evitando que gire junto con la cámara.



Fig. 3.7 Parte inferior (a) y superior (b) de la flecha de tubos de inyección

3. 5. 3 Cámara de procesamiento de polvo

La cámara se construyó en acero inoxidable 304L. En la fig. 3.8 se observa la vista superior de la tapa, el diseño de la misma considera una toma de muestras de polvos, escalonamientos para sostener un soporte superior hecho a base aluminio, y cajas por ambos lados para rodamientos, así como para entrada de tubos de inyección de polvos y el sistema interior estático.



Fig. 3.8 Vista superior de la tapadera de la cámara de procesamiento de polvo

La base y pared de la cámara cuenta con empaque para evitar fugas de material a procesar en las zonas de unión de base-pared y tapa-pared, como se observa en la fig. 3.9.



Fig. 3.9 Base y pared de la cámara de procesamiento de polvo

El soporte superior de la cámara del reactor se construyó a base de aluminio (fig. 3.10); el cuál tiene cajas en la parte superior e inferior para rodamientos y permitir la toma de muestras de polvos. La función de este es centrar la flecha en donde se encuentran los tubos de inyección de polvo y el sistema fijo dentro de la cámara, evitando durante el proceso movimientos de los mismos.



Fig. 3.10 Soporte superior de la cámara

3. 5. 4 Control de velocidades de rotación de la cámara

Se instaló un variador de frecuencia electrónico (fig. 3.11), con el fin de controlar de manera precisa la velocidad de rotación a la que se encuentra la cámara, ya que es uno de los parámetros primordiales que se toman en cuenta en este proceso de mecanofusión.

El dispositivo es variador MICROMASTER 430 DE SIEMENS; el cuál controla lo siguiente:

- 1. Velocidad del motor (r.p.m.)
- 2. Tiempo de procesamiento y paro automático
- 3. Frecuencia del motor
- Cambio de sentido de giro de la flecha de manera instantánea durante el proceso.



Fig. 3.11 Variador de frecuencia

3. 5. 5 Diseño de la transmisión mecánica

La transmisión mecánica cuenta con un motor de 5 HP trifásico marca Siemens, poleas y bandas en V, así como chumaceras de pared (fig. 3.12). Este sistema mueve un disco intercambiable de acuerdo a cada tipo de cámara (fig. 3.13), con la finalidad de poder llevar a cabo procesamiento de polvos a diferentes escalas.



Fig. 3.12 Transmisión Mecánica



Fig. 3.13 Vista del disco intercambiable propia de cada cámara

El diagrama de cálculo de la transmisión flexible a base de poleas se muestra en la siguiente figura:



Fig. 3.14 Diagrama de diseño de transmisión flexible

Máquina útil

Reactor de mecanofusión 3 HP 1600 RPM

Motor

Motor jaula de ardilla 5 Hp 3600 r.p.m. 98% eficiencia Nema B, 3 fases 60 Hz

Potencia suministrada

Rendimientos:		
Transmisión flexible	95%	0.95
Eje	98%	0.98

$P_T = N_{TF} N_{R0D} \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots $	(2	2	2))
---	----	---	---	---	---

donde:

P _T	=	potencia total del sistema
P _{TF}	=	potencia de la transmisión flexible
P _{ROD}	=	potencia de los rodamientos
P _{REAL}	=	potencia real del sistema

$$P_T = (0.95)(0.98) = 0.931$$

$$P_{REAL} = P_{SUM} (95\%) \qquad (5)$$

$$P_{REAL} = (5)(0.95) = 4.75 \, Hp$$

Relación de velocidad de la cámara del reactor

$$Rv_T = \frac{N_m}{N_A} = \frac{3600}{1600} = 2.25....(6)$$

Relación de velocidad de la transmisión flexible R_{ν} , propuesta es de 1

Las dimensiones de las poleas son las mismas, debido a que por medio del variador electrónico se regula la velocidad y no de manera mecánica.

3. 5. 6 Montaje del reactor

El montaje del reactor de mecanofusión indicando todos sus componentes se muestra en la fig. 3.15.



Fig. 3.15 Ensamble del Reactor de Mecanofusión

EVALUACIÓN DEL REACTOR DE MECANOFUSIÓN

4. 1 Definición de parámetros experimentales

Para evaluar la tendencia a esferoidización de los polvos procesados en el reactor se realizó una prueba con los parámetros mostrados en la tabla 3.2 (pág. 19). En donde se procesó únicamente el material original de acero inoxidable 316L con un tamaño de partícula de aproximadamente 100 μ m, para determinar el tiempo en el cuál la tendencia de los polvos a formas más esféricas se presenta sin llegar a una etapa de molienda.

El entrefierro de las piezas interiores con respecto a la pared de la cámara del reactor fue medido con ayuda de un calibrador Vernier marca MITUTOYOTM y verificado por medio de un analizador de imágenes Inspector 2.2, obteniendo una fotografía y comparada con una regla patrón, fig. 4.1 y 4.2.

Dicho entrefierro de los martillos con la pared de la cámara fue de 0.56 mm, para obtener una índice de compresión de 0.6, valor estimado previamente en la hoja de cálculo de evaluación del comportamiento de las partículas; y el entrefierro de las cuchillas de arrastre con la pared de la cámara de 0.3 mm; más cercano a la pared para evitar aglomeración del material y propiciar la recirculación del polvo durante el proceso.



Fig. 4.1 Entrefierro del martillo con la pared de la cámara del reactor



Fig. 4.2 Entrefierro de la pala de arrastre con la pared de la cámara del reactor

4. 2 Análisis del proceso de mecanofusión



 a. la primera etapa del proceso corresponde a la alimentación de los polvos núcleo, en este caso polvos de acero inoxidable 316L, cuya forma de partícula es irregular.

- b. posteriormente, se presenta en el proceso una etapa de esferoidización y homogeneización de las partículas.
- c. llevada a cabo la etapa de esferoidización de las partículas núcleo, se ingresa una cantidad de partículas secundarias. Para evitar que se aglomere el material y se distribuya en la superficie de las partículas núcleo.
- d. el rozamiento entre las partículas y al mismo tiempo con la pared de la cámara es lo que lleva a que las partículas secundarias se adhieran poco a poco y se distribuyan a lo largo de la superficie de las partículas núcleo.
- e. al por las cuchillas se refuerza el enlace entre las partículas por medio de los impactos y movimiento de rotación de las partículas que se genera en el vuelo de las partículas al ser despegadas de la pared por la cuchilla y la fuerza centrífuga de la cámara.
- f. después de cierto tiempo de proceso, se ingresa una segunda cantidad de polvo secundario, una vez que el primer polvo secundario ha sido distribuido y adherido a la superficie de la partícula núcleo. Evitando de esta forma aglomeración y un grado de mezcla óptimo en el proceso.
- g. Al pasar por las zonas de entrefierros se someten a esfuerzos de compresión, ocasionando que las partículas secundarias tengan cierta deformación plástica y por lo mismo el área superficial aumente, teniendo mayor contacto cada vez con la partícula núcleo.
- h. una vez que la primera cantidad de material secundario agregado se ha distribuido y adherido a la superficie de las partículas núcleo, las cuchillas redistribuyen todo el material logrando un nivel de mezclado óptimo. Consecuentemente un recubrimiento homogéneo es obtenido.
- finalmente, las partículas núcleo son recubiertas, logrando un polvo compuesto, cuyas propiedades físicas y/o químicas son diferentes a las del material original. Cuya forma y tamaño de partícula es homogéneo; obteniendo una mezcla ideal en el material.

4. 3 Obtención de polvos compuestos

La tendencia a de los polvos a esferoidizarse es notable para los parámetros de la tabla 3.2 (pág. 19), en donde se obtienen diferentes tamaños en partícula, así como formas más redondeadas.

En la fig. 4.3 (a) se muestra el polvo original de acero inoxidable 306L previo al proceso, y (b) el óxido de aluminio utilizado para formar el recubrimiento cerámico sobre las partículas de acero.



Fig. 4.3 (a) polvo original de acero inoxidable y (b) Al₂O₃ original

En la fig. 4.4 se observa el acero inoxidable 306L procesado a distintos tiempos; un rasgo que se presenta es el cambio de tonalidad en función del tiempo de procesado, obscureciéndose hasta llegar a un tono oscuro después de dos horas de proceso (fig. 4.4 (c)).



Fig. 4.4 Pruebas de esferoidización para el acero inoxidable (a) polvo procesado a 40 min, (b) a 80 min, (c) a 120 min

En la fig. 4.5 se tienen dos muestras de polvo de acero inoxidable recubierto con 10 y 20% de óxido de aluminio, a 80 y 120 min de procesado respectivamente, en donde la tonalidad del polvo recubierto cambia conforme aumenta el porcentaje en peso del cerámico, llevando el polvo a tonalidades más claras.



Fig. 4.5 (a) polvo recubierto de acero inoxidable/10% peso Al₂O₃ a 80 min, (b) polvo recubierto de acero inoxidable/20% Al₂O₃ a 120 min

Después de realizar las pruebas de recubrimiento, el polvo adherido en la pared y la base de la cámara fue mínimo, formando solo una pequeña capa en la pared y base de la cámara, indicando que las cuchillas de arrastre removieron el polvo evitando la aglomeración y recirculando el material en la cámara, como se muestra en la figura 4.6.

Por consiguiente, logrando que las pérdidas de material después del proceso sea nulo. Después de esto, tanto la cámara como las piezas interiores fueron pulidas a espejo, para evitar contaminación en experimentos posteriores.

En la fig. 4.7 se muestra una imagen de las piezas interiores después de un proceso en el reactor, en donde se observó que para un sistema metal con 20% en peso de cerámico, el material quedo ligeramente aglomerado en la caja de la flecha y no en las piezas interiores.



Fig. 4.6 Cámara del reactor después de realizar una prueba de recubrimiento de partículas.

Analizando la fotografía se concluye que el tiempo de alimentación de la alúmina fue demasiado rápido, evitando que el material se distribuyera en la cámara y se aglomerara en el centro.

De la misma manera, la velocidad de la cámara en rotación durante la alimentación del óxido a 1400 r.p.m. generó una fuerza centrífuga excesiva en la proceso que provocó que el polvo al caer sobre la base de la cámara golpeara la caja de sujeción de las piezas interiores, quedando aglomerado el polvo; ya que la flecha de las piezas interiores se mantiene estática.

Por consiguiente se determinó que la velocidad de rotación de la cámara durante el periodo de alimentación del polvo secundario debe ser menor a 1400 r.p.m.; o bien, la alimentación del polvo secundario debería ser en un periodo de tiempo más largo, promoviendo que el polvo se distribuya en la cámara, evitando la aglomeración del mismo.



Fig. 4.7 Sistema interior estático después del proceso de recubrimiento de partículas

4. 3 Caracterización y análisis de productos obtenidos

La caracterización de los polvos obtenidos se realizó con el objetivo de evaluar las propiedades de fluidez del polvo antes y después de los diferentes parámetros en que se realizaron las pruebas, midiendo el ángulo de reposo del polvo y el tiempo que tardó en caer de la boquilla.

Por otra parte, se obtuvieron micrografías de las partículas a distintos parámetros para analizar su morfología; el objetivo de estas técnicas de caracterización es determinar el grado de esferoidización de las partículas y las características del recubrimiento obtenido.

4. 3. 1 Pruebas de fluidez

Las pruebas de fluidez se realizaron con el material acero inoxidable 306L original, Al₂O₃ original, acero procesado con un 20% de cerámico, acero inoxidable procesado a 120 y 180 min; toda prueba con 44 gramos de material, evaluando el ángulo de reposo y el tiempo de fluidez para cada muestra.

En la fig. 4.8 se muestran las fotografías para determinar el ángulo de reposo del polvo de acero inoxidable previo al proceso y el Al_2O_3 con el que se llevó a cabo el recubrimiento.

En el fig. 4.8 (a) se comprobó que el polvo de Al_2O_3 es sumamente cohesivo evitando fluir por el embudo del dispositivo, observándose caer solamente pequeños aglomerados, permaneciendo casi la totalidad del polvo estático; por otro lado en los incisos (b) y (c) se muestran las fotografías de las pruebas de fluidez para el acero inoxidable T306L original determinando su ángulo de reposo de 51 grados.



Fig. 4.8 Pruebas de fluidez. (a) Al₂O₃ original, (b) y (c) Acero 306L original

Se comprobó claramente que el ángulo de reposo y el tiempo de fluidez disminuyen en función del tiempo de proceso, fig. 4.9

Muestra	Tiempo (s)	Ángulo de reposo (°)
Acero inoxidable original 306L	5.73	51
Acero inoxidable a 2h por mecanofusión	4.69	44
Acero inoxidable a 3h por mecanofusión	3.34	37
Acero inoxidable 20% peso Al ₂ O ₃ procesado por 2h	5.76	41
Al ₂ O ₃ original	∞	90

Tabla 4.3 Tiempo de fluidez para diferentes muestras

En las figuras 4.9 y 4.10 se grafica el tiempo de fluidez del polvo en las pruebas realizadas contra el tiempo de proceso en min, así como el ángulo de reposo por el polvo contra el tiempo de proceso, respectivamente. En la fig. 4.11 se analizó el ángulo de reposo para las muestras de polvo de acero inoxidable a un tiempo de proceso de 120 y 180 min, el tiempo de fluidez se redujo en un 42% para un tiempo de proceso de 180 min (c) (d), los resultados son mostrados en la tabla 4.3.

En los resultados obtenidos mediante las pruebas se comprueba que a mayor tiempo de proceso de los polvos dentro de la cámara del reactor es menor el tiempo de fluidez así como el ángulo de reposo que forma el polvo.



Fig. 4.10 Pruebas de fluidez (ángulo de reposo)



Fig. 4.11 Pruebas de fluidez. (a) (b) acero procesado por mecanofusión a 120 min, (c) (d) acero procesado a 180 min y (e) (f) acero 20% Al₂O₃ a 120 min

4. 3. 1 Morfología de las partículas

En la fig. 4.12 (a) (b) se muestran imágenes del acero inoxidable 316L original, cuya forma de partícula es irregular y angular, con un tamaño promedio de 100 μ m; en (c) (d) la Al₂O₃ sometida a molienda en un molino tipo vibratorio por un tiempo de 5 h, previamente llevando a cabo pruebas a diferentes tiempos, determinando que para este periodo se alcanza el tamaño deseado para el proceso de recubrimiento; originalmente el tamaño promedio de las partículas de Al₂O₃ era de 45 μ m; en la imagen se observan aglomerados de aproximadamente 1 μ m, estimándose su tamaño de partícula de 0.2 μ m después del proceso de molienda.



Fig. 4.12 (a) (b) Micrografías de acero inoxidable original, (c) (d) Al₂O₃ original

La relación de tamaños de las partículas núcleo (acero inoxidable) y secundarias (Al_2O_3) es de un orden de 3; debido a que en el proceso de recubrimiento de partículas, esta diferencia en tamaño es uno de los factores principales que propician que las partículas secundarias se adhieran a la superficie de las partículas de acero inoxidable. Después del procesamiento de mecanofusión se analizaron los polvos obteniendo micrografías; en donde se muestra claramente el cambio de forma y tamaño en las partículas.

En la fig. 4.13, se muestran las micrografías de acero inoxidable a distintos tiempos de proceso, en donde se observa la tendencia del material a formas mas redondeadas dentro de los primeros 40 minutos de proceso en el reactor (a-b), así como una gran cantidad de partículas más pequeñas, indicando que en esta etapa del proceso existe molienda mecánica (impacto y atrición) en las partículas.

De la misma manera se observa que la superficie de las partículas para tiempos de aproximadamente 80 minutos es rugosa, fibrosa, indicando atrición y frotamiento entre las partículas (c-d).



Fig. 4.13 (a) (b) Micrografías de acero inoxidable por mecanofusión a 40 min, (c) (d) 80 min

En la fig. 4.14 se observa que las partículas presentan una etapa de deformación plástica, uniéndose unas con otras. Se reduce notablemente el número de partículas

pequeñas, disminuyendo las zonas angulares en las partículas y logrando formas más redondeadas.



Fig. 4.14 Micrografías de acero inoxidable por mecanofusión a 120 min

En la fig. 4.15 se muestran las imágenes de polvos recubiertos a 80 min con 10% de cerámico, en donde las partículas están cubiertas casi en su totalidad y con una clara tendencia a formas más redondeadas.

En la micrografía se observan zonas blancas en los bordes de las partículas, indicando que no están cubiertas con cerámico, debido a que las partículas no están totalmente esféricas, concluyendo que la forma de las partículas núcleo es un parámetro principal dentro del proceso de recubrimiento.



Fig. 4.15 Micrografías de acero inoxidable 10% peso Al₂O₃ por mecanofusión a 80 min

Para un sistema con 20% de cerámico y un tiempo de proceso de 120 min, las partículas están cubiertas en su totalidad como se muestra en la fig. 4.16, en donde también se

observaron pequeñas partículas, estimando que se presentó una etapa previa de atrición y molienda en el proceso, determinándose por las partículas de menor tamaño en la micrografía, mecanismo por el cuál se logra el recubrimiento entre las partículas.



Fig. 4.16 Micrografías de acero inoxidable 20% peso Al₂O₃ por mecanofusión a 120 min

El corte transversal de las partículas recubiertas se muestra en la fig. 4.17, en donde se observa que hay partículas de acero con Al_2O_3 en el centro, debido a la deformación plástica de las partículas durante el proceso, quedando el óxido atrapado en el centro. El recubrimiento tanto para un tiempo de 80 y 120 min, se observa casi del mismo grosor, indicando que hay partes más gruesas, debido a que las partículas de acero no son esféricas.



Fig. 4.17 Micrografías de acero inoxidable 20% peso Al₂O₃ por mecanofusión a 120 min

En las fig. 4.18 se realizó un análisis de EDS, en las zonas blancas y grises, para identificar el material mayoritario en dichas zonas, dichos resultados indican que las zonas blancas es un área de acero inoxidable no recubierta, demostrando que existe el recubrimiento en casi la totalidad de la superficie de las partículas de acero inoxidable.



Fig. 4.18 Micrografía de acero inoxidable 20% Al₂O₃ por mecanofusión a 120 min

Los resultados del análisis de EDS en la zona blanca de las partículas recubiertas se muestran en la fig. 4.19, en donde el porcentaje mas alto en peso es del Fe, comprobando que son las zonas blancas de los bordes de las partículas que no están recubiertas.

Al2O3+Acinox(80m)-Z.Blanca Chi-sqd = 3.98Livetime = 100.0 Sec. Standardless Analysis Relative Net Element Error Error (1-Sigma) (1-Sigma) k-ratio Counts С -К ---1789 +/-137 ___ 0.09604 +/- 0.00278 0 -K 12978 +/-375 0.09237 +/- 0.00080 Al-K 54292 +/-471 0.52902 +/- 0.00301 109833 +/-625 Fe-K 5391 +/-Fe-L ------428 Ni-K 0.07683 +/- 0.00219 11735 +/-335 2144 +/-Ni-L ____ ____ 320 0.19206 + / - 0.0017449325 +/-Cr-K 446 0.00607 +/- 0.00065 3710 +/-395 Si-K s -ĸ 0.00760 +/- 0.00058 4160 +/-318 L Adjustment Factors K M 0.0000 0.0000 0.0000 Z-Balance: Shell: 1.0000 1.0000 1.0000 PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=30.00 deg Number of Iterations = 6 Element k-ratio ZAF Atom % Element Wt % Err. Stoich-Wt 웅 (1-Sigma) iometry (calc.) о -к 35.31 16.40 +/- 0.47 24.000 0.07190 2.282 +/- 0.15 15.332 +/- 0.25 18.137 Al-K 0.06916 2.556 22.56 17.67 Fe-K 0.39604 1.093 26.69 43.27 1.149 6.61 +/- 0.19 2.636 Ni-K 0.05752 3.88 0.984 14.14 +/- 0.13 6.366 Cr-K 0.14378 9.37 +/- 0.11 Si-K 0.00455 2.293 1.28 1.04 0.869 0.00569 +/- 0.07 0.621 0.85 s -K 1.495 0.91 Total 100.00 100.00

Fig. 4.19 Análisis de EDS en la zona blanca de las partículas recubiertas

Acero Inoxidable Chi-sqd = 1.49Livetime = 100.0 Sec. Standardless Analysis Error Element Relative Error Net (1-Sigma) k-ratio Counts (1-Sigma) C -K 0.04836 + / - 0.00429767 +/-68 0.00211 +/- 0.00123 0 -K 150 +/-87 0.62042 + / - 0.0043267417 +/-469 Fe-K Ni-K 0.09835 +/- 0.00186 7862 +/-149 0.21959 + / - 0.0024829517 +/-333 Cr-K 0.00428 +/- 0.00048 154 Si-K 1369 +/-0.00689 + / - 0.000421972 +/-119 S -K М Adjustment Factors к L 0.0000 0.0000 **Z-Balance:** 0.0000 1.0000 1.0000 Shell: 1.0000 Take-off Angle=30.00 deg PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Number of Iterations = 5 1) Element k-ratio ZAF Atom % Element Wt % Err. Stoich-(calc.) Wt % (1-Sigma) iometry с -к 0.03955 4.279 47.64 16.92 +/- 1.50 о -к 0.00172 3.087 1.12 0.53 +/- 0.31 +/- 0.38 Fe-K 0.50741 1.080 33.19 54.82 0.08044 1.158 +/- 0.18 Ni-K 5.36 9.31 +/- 0.19 Cr-K 0.17959 0.941 10.99 16.91 +/- 0.08 Si-K 0.00350 2.059 0.87 0.72 S-K 0.00563 0.82 0.78 +/- 0.05 1.386 100.00 100.00 Total Element ZAF Atom % Element Wt % Err. Stoichk-ratio Wt % (1-Sigma) iometry (calc.) +/- 0.26 0 -К 0.00216 2.035 1.48 0.44 +/- 0.46 Fe-K 0.63714 1.036 63.66 66.03 +/- 0.21 Ni-K 0.10100 1.123 10.40 11.34 +/- 0.23 Cr-K 0.22551 0.898 20.97 20.25 Si-K 0.95 +/- 0.11 0.00440 2.154 1.82 0.99 +/- 0.06 s -ĸ 0.00707 1.406 1.67 Total 100.00 100.00

Fig. 4.20 Análisis de EDS en partículas de acero inoxidable

El análisis de EDS correspondiente a la zona gris de las partículas recubiertas a un tiempo de proceso de 80 min, indican porcentajes más altos para oxígeno y aluminio, demostrando que esa capa es el recubrimiento de cerámico en las partículas.

Al2O3+Acinox(80m)-Z.Obscura Livetime = 100.0 Sec. Chi-sqd = 6.87Standardless Analysis Error Element Relative Error Net Counts (1-Sigma) k-ratio (1-Sigma) 706 +/-99 C -K -------11643 +/-206 0 -K 0.19632 + / - 0.00347530 125726 +/-Al-K 0.48738 +/- 0.00205 18524 +/-280 0.20328 +/- 0.00307 Fe-K 2022 +/-0.03015 + / - 0.00252169 Ni-K 0.07578 +/- 0.00197 8542 +/-222 Cr-K 0.00537 +/- 0.00101 0.00172 +/- 0.00071 1440 +/-272 Si-K 412 +/-170 S -K Adjustment Factors L Μ K 0.0000 0.0000 0.0000 Z-Balance: 1.0000 1.0000 1.0000 Shell: PROZA Correction Acc.Volt.= 20 kV Take-off Angle=30.00 deg Number of Iterations = 7Element k-ratio ZAF Atom % Element Wt % Err. Stoich-(1-Sigma) iometry (calc.) Wt % +/- 0.55 24.000 о -к 47.52 0.11049 2.837 31.34 +/- 0.20 21.640 +/- 0.20 2.911 0.27429 47.66 Al-K 1.738 42.85 Fe-K 0.11440 1.160 5.76 13.27 +/- 0.17 Ni-K 1.98 0.414 0.01697 1.168 0.82 +/- 0.12 4.79 Cr-K 0.04265 1.123 2.23 1.128 2.617 0.79 +/- 0.150.345 Si-K 0.00302 0.68 +/- 0.07 S-K 0.12 0.16 0.062 0.00097 1.671 Total 100.00 100.00

Fig. 4.21 Análisis de EDS en la zona obscura de las partículas recubiertas

CONCLUSIONES

La primera etapa del proyecto consistió en el montaje del reactor de mecanofusión; en donde se visualizaron todos los componentes del dispositivo, su funcionamiento y la verificación de las dimensiones correctas. Concluyendo que al llevar a cabo el diseño y montaje del dispositivo intervienen etapas de cotización y compra de material, manufactura de las piezas, calibración de todos los elementos, pruebas previas, corrección del diseño y de piezas en base a los primeros resultados, en las cuáles se llevó la mayor parte del tiempo del proyecto.

En la segunda etapa del proyecto, la obtención de los polvos recubiertos, se determinó que el proceso de adhesión de las partículas secundarias sobre las partículas núcleo se lleva a cabo por varios factores, entre ellos los siguientes:

- La alimentación de los polvos tiene que ser en primer lugar de las partículas núcleo, para deformar estas partículas y lograr formas más esféricas, ya que se observó que en partículas en las cuáles se tienen bordes el recubrimiento es limitado, dejando zonas sin recubrir, por la forma irregular del substrato; determinando este lapso de tiempo de esferoidización dependiendo del tamaño y cantidad del polvo a procesar.
- Después de una etapa de esferoidización y homogeneización de las partículas primarias se introduce el polvo secundario, para formar el recubrimiento; dicha cantidad de polvo debe ser conocida, de acuerdo al espesor y tipo de recubrimiento deseado. Esta cantidad de polvo debe ser introducida en lapsos, no de forma inmediata; debido a que el material debe esparcirse por toda la cámara, y evitar aglomeramiento de material.
- La función de las cuchillas de arrastre es primordial, ya que en una primer instancia rompen los aglomerados del material cohesivo, en este caso el oxido, para llevar a cabo una distribución uniforme y al azar junto con las

partículas núcleo recirculando el material y evitando que se pegue en la pared de la cámara.

- Se determinó que los siguientes parámetros son los que intervienen en el recubrimiento de las partículas:
 - entrefierro de las piezas interiores con la pared interior de la cámara en rotación.
 - velocidad de rotación de la cámara -> fuerza centrífuga generada en el interior de la cámara.
 - relación en tamaños y carga de material de las partículas secundarias y núcleo
 - 4. tiempo de proceso
 - fuerzas de corte y compresión a que están sometidas las partículas en las zonas de los entrefierros; así también como frotamiento y atrición durante todo el proceso.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Robert Pfeffer, Rajesh N. Dave, Dongguang Wei, Michelle Ramlakhan: Synthesis of engineered particulates with tailored properties using dry particle coating. Powder Technology 117 (2001) 40-67.
- [2] J. Hersey, Powder Technology 11 (1975) 41.
- [3] R. Cuenca Álvarez: Apuntes de Procesamiento de Materiales, CIITEC-IPN (México, 2005).
- [4] Rakesh Iyer: Fundamentals of Dry Coating in Fluidized Bed, Ph. D. Thesis,
- New Jersey Institute of Technology, NJIT, USA, 1999.
- [5] William Christopher Dumphy: *Evaluation of Rotating Fluidized Bed as a Dry Coater*, Ph. D. Thesis, New Jersey Institute of Technology, NJIT, USA, 1999.
- [6] Wenliang Chen, Rajesh N. Dave, Robert Pfeffer, Otis Walton: Numerical Simulation of Mechanofusion System (New Jersey Institute of Technology, NJIT, USA, 2004).
- [7] Wenliang Chen: Numerical simulation of mechanofusion system for dry particle coating process, Ph. D. Thesis, New Jersey Institute of Technology, NJIT, USA, 2002.
- [8] Peter van der Wel Hosokawa Micron: Powder mixing
- [9] Heléne Ageorges, Pierre Fauchais: *Plasma spraying of stainless-steel particles coated with an alumina shell*. Thin solid films 370 (2000) 213-222.
- [10] Jun Yang, Ales Sliva, Amit Banerjee, Rajesh N. Dave, Robert Pfeffer: Dry particle coating for improving the flowability of cohesive powders. Powder Technology 158 (2005) 21-33.
- [11] C. Briones Rodríguez, V. Mayagoitia Barragán, R. Cuenca Álvarez, *Dry coated particle for plasma spraying*, CIITEC-IPN, México 2006
- [12] Michelle Ramlakhan Mohan: An experimental study of dry particle coating: devices, operating parameters and applications, Ph. D. Thesis, New Jersey Institute of Technology, NJIT, USA, 2001.
- [13] G. Farné, F. Genel Ricciardiello, L. Kucich Podda y D. Minichelli: *Innovative milling of ceramic powders: Influence on sintering zirconia alloys.* Journal of the European Ceramic Society 19 (1999) 347-353.
- [14] Joo-Pyo Hong, Dong-Kyun Min, Dong-Teak Chung: A study of dry coating process using zinc coated balls. Journal of Materials Processing Technology (2007)
- [15] Hibbeler, R.C., Mecánica para ingenieros, Estática, México, CECSA, c1982
- [16] Components drive products by Emerson Power Transmission, Mayo 20006 www.emerson-ept.com
- [17] Leonard C. Feldman, James W. Mayer: Fundamentals of Surface and Thing
- Film Analysis, (USA 1986).
- [18] Shigley, Joseph Edward: Manual de diseño mecánico, 3 ed. México, McGraw-Hill, 1990, 4V
- [19] B. D. Cullity, *Elements of x-ray diffraction*, 3a ed. Upper Saddle, New Jersey, Prentice Hall, 2001
- [20] Donald R. Askeland, Ciencia e ingeniería de los materiales, 4a. ed. México, Thomson, 2004
- [21] José Manuel Sánchez Moreno: Apuntes de Metalurgia de Polvos, Tecnum; Abril 2006
- [22] Ajit Mujamdar, Dongguang Wei, Rajesh N. Dave, Robert Pfeffer, Chang-Yu
 Wu: Improvement of humidity resistance of magnesium powder using dry particle coating. Powder Technology 140 (2004) 86-97.
- [23] Faires, Virgil M., Diseño de elementos de máquinas. Barcelona: Montaner y Simon; 802 p.
- [24] Mott Robert L., *Diseño de elementos de máquinas*. México, Prentice Hall, 2da.ed. 787 pg, 199

ANEXO 1

Ecuaciones para desarrollar la hoja de cálculo de estimación de comportamiento de las partículas.

La descripción de cada variable se encuentra en el Glosario de término, pág. 8

1. Primer sistema conociendo la carga de polvo a procesar y el tamaño de partícula promedio.

Masa de las partículas (g)

Número de partículas núcleo y secundario dentro de la cámara

$$N.P. = \frac{C \arg a}{M} \qquad (2)$$

Número de partículas secundarias por recubrimiento

$$N.P._T = \frac{N.P._2}{N.P._1}$$
.....(3)

Peso del recubrimiento (g)

 $W_R = N.P_{.T}M_2 \tag{4}$

Volumen del recubrimiento (µm³)

$$\mathbf{V}_{\mathrm{rec}} = \frac{W_r}{\rho_2} \qquad (5)$$

Volumen de la particular recubierta (µm³)

$$V_T = V_1 + V_{REC} \qquad (7)$$

Espesor del recubrimiento (µm)

$$e = \left[\frac{3V_T}{4\pi}\right]^{\frac{1}{3}} - r_N \qquad (8)$$

Volumen de la carga del material (μm^3)

 $V_{\theta} = N.P_{.2}V_2 + N.P_{.1}V_1. \tag{9}$

Espesor del lecho de polvo (µm)

$$E = R - \left[R^2 - \frac{V_{\theta}}{h\pi} \right]^{\frac{1}{2}} \qquad (10)$$

2. Segundo sistema conociendo el espesor del recubrimiento y el tamaño de partícula promedio.

Volumen total de la partícula recubierta (µm)

$$V_T = \frac{4}{3}\pi (r_n + e)^3 \qquad (11)$$

Volumen (µm) y peso (g) del recubrimiento

$$W_{REC} = V_{REC} \rho_2 \qquad (13)$$

De acuerdo a la siguiente relación se obtiene el valor de la carga de polvo (g)





Fig. A1 (a) partícula recubierta y (b) esquema de la cámara de procesamiento de polvo