



**Evaluación de la friabilidad de gránulos micrométricos aglomerados por peletización en tambor para su uso como materia prima en la elaboración de recubrimientos cerámicos por proyección térmica.**

Nicolás Sebastián Puentes Piñeros

Trabajo de grado presentado para optar al título de Ingeniero de Materiales

Asesor

Fabio Vargas Galvis, Doctor (PhD) en Ciencias

Docente Universidad de Antioquia

Coasesor

Jhoman Alberto Arias Gómez, Magíster (MSc) en Ingeniería de Materiales

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería

Ingeniería de Materiales

Medellín, Antioquia, Colombia

2023

**Referencia**

- [1] N. S. Puentes Piñeros, “Evaluación de la friabilidad de gránulos micrométricos aglomerados por peletización en tambor para su uso como materia prima en la elaboración de recubrimientos cerámicos por proyección térmica”, Trabajo de grado profesional, Ingeniería de Materiales, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2023.



Grupo de Investigación Materiales y Recubrimientos Cerámicos (GIMACYR).

Centro de Investigación Ambientales y de Ingeniería (CIA).



Elija un elemento.

**Repositorio Institucional:** <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - [www.udea.edu.co](http://www.udea.edu.co)

**Rector:** John Jairo Arboleda Céspedes.

**Decano/Director:** Julio César Saldarriaga.

**Jefe departamento:** Francisco Javier Herrera Builes.

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

## **Dedicatoria**

A Raúl y Flor, mis padres, porque siempre es más fácil alcanzar tus sueños, cuando estas en hombros de gigantes.

## **Agradecimientos**

A mi familia, por confiar en mi criterio en todas las decisiones difíciles que he tomado y apoyarme incondicionalmente.

A la Universidad de Antioquia, por acogerme en sus brazos y ser mi casa lejos de casa.

Al grupo GIMACYR, por recordarme las razones que me enamoraron de la ciencia y la divulgación científica.

Al profesor Fabio Vargas Galvis y al profesor Jhoman Arias, por su acompañamiento constante, el aterrizar las ideas y los alcances de este trabajo.

A mis compañeros y amigos, por convertirse en la familia que elegí en Medellín.

## CONTENIDO

RESUMEN .....	1
ABSTRACT .....	2
I. INTRODUCCIÓN .....	3
II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA .....	6
III. JUSTIFICACIÓN .....	7
IV. OBJETIVOS .....	8
A. Objetivo general .....	8
B. Objetivos específicos.....	8
V. HIPÓTESIS.....	9
A. Hipótesis de trabajo.....	9
VI. MARCO TEÓRICO.....	10
A. Proyección térmica.....	10
1. Etapas del proceso de proyección térmica: .....	10
B. Métodos de producción de polvos para proyección térmica .....	14
1. Aglomeración de partículas nanométricas y submicrométricas .....	14
C. Friabilidad .....	18
D. Estado del arte .....	19
VII. METODOLOGÍA .....	21
A. Caracterización de la materia prima pre-aglomerada.....	21
1. Caracterización química y de fases cristalinas del polvo TCH-63.....	22
2. Distribución de tamaño de partícula.....	22
3. Características morfológicas .....	22
4. Determinación de la fluidez .....	23
5. Determinación del porcentaje de humedad .....	23

B.	Preparación de insumos para la aglomeración de partículas.....	23
1.	Descripción del aglomerador de polvos .....	24
2.	Preparación de aglomerantes.....	24
3.	Relación Aglomerante/Polvo .....	25
4.	Ajuste de parámetros del equipo .....	26
5.	Determinación de la mojabilidad con cada aglomerante .....	27
C.	Aglomeración de polvos.....	28
D.	Ensayos de friabilidad .....	29
1.	Efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas para su uso en proyección térmica. ....	29
2.	Ciclos acumulativos de vibración mecánica .....	30
3.	Conminución en tamices usando esferas de alúmina .....	31
VIII.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	34
A.	Caracterización de la materia prima pre aglomerada .....	34
1.	Composición química.....	34
2.	Tamaño de partícula y Morfología.....	35
3.	Determinación de la fluidez por la relación de Hauser .....	37
4.	Determinación del porcentaje de humedad en los polvos pre-aglomerados .....	37
B.	Preparación de insumos para la aglomeración .....	38
1.	Preparación de aglomerantes.....	38
2.	Relación de aglomerante-polvo.....	39
3.	Ajuste de parámetros del equipo .....	40
4.	Propiedades superficiales de los polvos de trabajo .....	44
C.	Parámetros de aglomeración .....	45
D.	Ensayos de friabilidad .....	47

1. Efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas para su uso en proyección térmica. ....	47
2. Ciclos acumulativos de vibración mecánica .....	51
3. Conminución con esferas de alúmina.....	58
IX. CONCLUSIONES .....	62
X. RECOMENDACIONES .....	63
XI. REFERENCIAS.....	64

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Sistemas de alimentación más usados en la industria [5], [17], [18], [21], [22].	13
<b>Tabla 2.</b> Resultados del análisis químico determinado por FRX.	34
<b>Tabla 3.</b> Resultados de distribución de tamaño de partícula por difracción láser.	36
<b>Tabla 4.</b> Resultados de distribución de tamaño de partícula por análisis de imagen.	37
<b>Tabla 5.</b> Medida de la fluidez por relación de Hausner para polvos de alúmina TCH-63.	37
<b>Tabla 6.</b> Porcentaje de humedad alúmina TCH-63.	37
<b>Tabla 7.</b> Porcentaje en peso de aglutinante para obtener aglomerantes con viscosidad cercana a 20 cSt.	39
<b>Tabla 8.</b> Volumen de aglomerante por bache de trabajo	40
<b>Tabla 9.</b> Geometría de la perforación.	41
<b>Tabla 10.</b> Medidas de las brocas con las que se realizaron los orificios de las boquillas.	42
<b>Tabla 11.</b> Caudal de aglomerante sobre el lecho de polvos.	44
<b>Tabla 12.</b> Velocidad de rotación del tambor	44
<b>Tabla 13.</b> Medida del ángulo de contacto para polvos compactados de alúmina TCH-63.	45
<b>Tabla 14.</b> Parámetros del equipo usados para aglomeración de $Al_2O_3$	46
<b>Tabla 15.</b> Tiempos bache de aglomeración para cada solución acuosa de aglutinante.	47
<b>Tabla 16.</b> DTP de los gránulos fabricados según solución aglomerante a la salida del aglomerador.	49
<b>Tabla 17.</b> DTP de los gránulos fabricados según la solución aglomerante posterior al proceso de conminución.	50
<b>Tabla 18.</b> Índices de friabilidad para el efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas.	51

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Clasificación del proceso de proyección térmica de acuerdo a su fuente de energía [5]. .....	11
<b>Figura 2.</b> Esquema de los pasos involucrados en el proceso de proyección térmica [19].	11
<b>Figura 3.</b> Granulador de tambor. a) Esquema del granulador. b) Disco peletizador diseñado y fabricado por el grupo GIMACYR y GIPIMME de la UdeA. c) Vista superior con detalle del brazo y la espátula del tambor del aglomerador [5].	16
<b>Figura 4.</b> Etapas de la granulación de partículas mediante peletización [26].	16
<b>Figura 5.</b> Características de un aglomerado asociado a los diferentes niveles de puente líquido [28]. .....	17
<b>Figura 6.</b> Mecanismos de Aglomeración. a) Distribución y coalescencia; b) Inmersión y superposición.	18
<b>Figura 7.</b> Esquema de un Friabilómetro según instrucciones de Farmacopea [17].	20
<b>Figura 8.</b> Diagrama de flujo del proceso experimental.	21
<b>Figura 9.</b> Bomba peristáltica.	24
<b>Figura 10.</b> Copa Ford #3 marca BYK.	25
<b>Figura 11.</b> Representación del ángulo de contacto medido.	28
<b>Figura 12.</b> Esquema representativo de los ciclos acumulativos de vibración.	31
<b>Figura 13.</b> Esferas de alúmina utilizadas como cuerpos molidores en la conminución por vibración.	31
<b>Figura 14.</b> Esquema representativo de los ciclos de conminución en tamices usando esferas de alúmina.	32
<b>Figura 15.</b> Espectro de difracción de rayos X para los polvos de partida.	35
<b>Figura 16.</b> Distribución de tamaño de partícula para la alúmina TCH-63.	35
<b>Figura 17.</b> Morfología de partículas de alúmina TCH-63.	36
<b>Figura 18.</b> Relación entre viscosidad cinemática y porcentaje en peso de aglutinantes.	38
<b>Figura 19.</b> Relación de polvo-aglomerante (% en peso).	40
<b>Figura 20.</b> Pruebas de rociado con PVA-C fluido; a) Boquilla 1; b) boquilla 2.	43
<b>Figura 21.</b> Medición del ángulo de contacto entre la alúmina TCH-63 y cada aglomerante.	45
<b>Figura 22.</b> Distribución de tamaño de partícula a la salida del proceso de peletización.	48
<b>Figura 23.</b> Distribución de tamaño de partícula a la salida del proceso de conminución.	49

<b>Figura 24.</b> Distribución de tamaño de partícula de aglomerados para diferentes tiempos de ciclo de vibración. ....	52
<b>Figura 25.</b> Evolución de la distribución de tamaño de partículas aglomeradas. ....	53
<b>Figura 26.</b> Morfología de gránulos de partículas aglomeradas. ....	55
<b>Figura 27.</b> Partículas aglomeradas de alúmina TCH-63 retenidas en el colector de la columna de tamices. ....	56
<b>Figura 28.</b> Relación de Hausner para partículas aglomeradas en laboratorio y para algunas de distribución comercial. ....	57
<b>Figura 29.</b> Porcentaje de humedad en aglomerados fabricados. ....	58
<b>Figura 30.</b> Evolución del tamaño de partícula en el proceso de conminución de los aglomerados. a) Distribución acumulada pasante. b) Distribución de porcentaje retenido en cada malla. ....	59
<b>Figura 31.</b> Índice de friabilidad de aglomerados expuestos a vibración con cuerpos molidores de alúmina durante tiempo acumulativo. ....	60

## SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS

<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.</b>	Alúmina / Óxido de Aluminio
<b>cSt.</b>	Centistokes
<b>DTP.</b>	Distribución de tamaño de partícula
<b>DRX</b>	Difracción de Rayos X
<b>EDS.</b>	Espectroscopia de energía dispersa
<b>FRX.</b>	Fluorescencia de rayos X
<b>g.</b>	Gramos
<b>GIMACYR</b>	Grupo de Investigación en Materiales y Recubrimientos Cerámicos
<b>H.</b>	Relación de Hausner
<b>h.</b>	Horas
<b>Hz.</b>	Hercio.
<b>I<sub>f</sub>.</b>	Índice de friabilidad
<b>MSc</b>	Magister Scientiae
<b>mm.</b>	Milímetros
<b>nm.</b>	Nanómetros
<b>µm.</b>	Micrómetros
<b>PhD</b>	Philosophie Doctor
<b>SCFH.</b>	Pies cúbicos estándar por hora
<b>SEM.</b>	Microscopia electrónica de barrido
<b>seg.</b>	Segundos
<b>T.</b>	Temperatura.
<b>t.</b>	Tiempo
<b>UdeA</b>	Universidad de Antioquia

## RESUMEN

En este trabajo se plantea un método para evaluar la friabilidad de gránulos de orden micrométrico (25-3350  $\mu\text{m}$ ), obtenidos mediante aglomeración de partículas submicrométricas, utilizados como materia prima en la elaboración de recubrimientos por proyección térmica. Los gránulos fueron obtenidos mediante peletización en tambor rotatorio, usando alúmina submicrométrica de referencia TCH-63. Los ensayos de friabilidad fueron llevados a cabo exponiendo los gránulos a ciclos acumulativos de vibración mecánica en una serie de tamices, en los que además se alimentaron 70 g de esferas sinterizadas de alúmina, con un diámetro promedio de  $2,87 \pm 0,005$  mm, por cada 15 g de polvo aglomerado. Bajo estas condiciones los gránulos de las partículas aglomeradas son expuestos al efecto abrasivo y a condiciones de bajo impacto, suministrados por las esferas de alúmina. A cada una de las fracciones de los gránulos ensayados se les evaluó la variación en el tamaño de partícula y el cambio en su morfología y se determinó el cambio en su fluidez. La variación en el tamaño de los gránulos fue medida a partir del análisis granulométrico por tamizado, mientras que el cambio morfológico se determinó mediante microscopía electrónica de barrido y la fluidez a partir de la relación de Hausner. Los resultados obtenidos indican que la distribución granulométrica de los gránulos del material de partida es de carácter trimodal, en la que la moda de menor tamaño (25-50  $\mu\text{m}$ ) corresponde a aglomerados con geometría preferentemente esférica, a los que se les ha denominado aglomerados primarios, la moda de tamaño intermedio (350-470  $\mu\text{m}$ ) se les ha denominado aglomerados secundarios y la moda de mayor tamaño (1000-1300  $\mu\text{m}$ ) corresponde a gránulos sin apariencia definida a los que se les ha denominado aglomerados terciarios. Durante la exposición de los gránulos a condiciones abrasivas y de impacto ellos se disgregan, pasando inicialmente de una distribución de tamaño trimodal a bimodal, conformada por los aglomerados primarios y secundarios. A medida que aumenta su exposición a los ciclos de trabajo, la distribución bimodal se transforma en monomodal en la que prevalecen solamente los aglomerados primarios, los cuales se mantienen incluso a tiempos prolongados de ensayo. Lo que indica que los aglomerados primarios poseen la resistencia mecánica suficiente para soportar los ciclos acumulativos a los que fueron expuestos, demostrando que estos podrían soportar las condiciones de almacenamiento, transporte y manejo a las que estarían sometidos durante su uso como materia prima para la elaboración de recubrimientos mediante proyección térmica.

***Palabras clave*** — Friabilidad, aglomerados, abrasión, impacto.

---

### ABSTRACT

In this work, is proposed a method to evaluate the friability of micrometer granules (25-3350  $\mu\text{m}$ ), obtained by agglomeration of sub micrometer particles, which are used as raw material in the manufacturing of thermally sprayed coatings. The granules were obtained from sub micrometer alumina TCH-63 by rotary drum pelletization, then the friability was determined exposing them to cumulative cycles of mechanical vibration in a series of sieves, in which 70 g of sintered alumina spheres, with an average diameter of  $2.87 \pm 0.005$  mm, were fed per 15 g of agglomerated powder. Under these conditions the granules are exposed to the abrasive effect and low impact conditions provided by the alumina spheres. Each of the tested granule fractions were evaluated for particle size variation and change in their morphology, as well as their flowability was determined. The variation in granule size was established from sieving particle size analysis, while the morphological change was evaluated by scanning electron microscopy and the fluidity was measured from the Hausner ratio. The results obtained indicate that the granulometric distribution of the granules of the starting material is trimodal, in which the smallest size mode (25-50  $\mu\text{m}$ ) corresponds to agglomerates with preferably spherical geometry, that have been called primary agglomerates, the intermediate size mode (350-470  $\mu\text{m}$ ) has been called secondary agglomerates and the largest size mode (1000-1300  $\mu\text{m}$ ) corresponds to granules with no defined appearance, those have been called tertiary agglomerates. During exposure of the granules to abrasive and impact conditions they break up, initially changing from a trimodal to a bimodal size distribution, consisting of primary and secondary agglomerates. As their exposure to duty cycles increases, the bimodal distribution becomes monomodal with only primary agglomerates prevailing, that are maintained even at prolonged test times. This indicates that, the primary agglomerates have sufficient mechanical resistance to withstand the cumulative cycles to which they were exposed, which would indicate that they can withstand the storage, transport and handling conditions to which they would be exposed during their use as raw material for the preparation of coatings by thermal spraying.

**Keywords** — Friability, agglomerates, abrasion, impact.

## I. INTRODUCCIÓN

La proyección térmica, es una técnica ampliamente utilizada para elaborar recubrimientos, metálicos, cerámicos, poliméricos y la combinación de los dos primeros, llamados cermets. Generalmente se utiliza material particulado que se propulsa a lo largo de una fuente de calor, como la llama producida por la combustión de gases<sup>1</sup>, un arco eléctrico o un jet de plasma, hacia un sustrato previamente preparado, al cual llegan en estado total o parcialmente fundido, con el propósito de mejorar sus propiedades físicas y químicas superficiales. Las partículas al impactar, adquieren una forma de discos que se van apilando entre sí, para formar una estructura laminar, en la que las partículas depositadas solidifican y enfrían, formando fases cristalinas y amorfas al interior de cada laminilla [1], [2].

Para la elaboración de estos recubrimientos es necesario el uso de materias primas con ciertas características físicas como la distribución de tamaño de partícula, morfología y el grado de compactación, que juegan un papel importante tanto en las propiedades del recubrimiento como al momento de realizar el proceso de proyección térmica<sup>2</sup>. Cuando se utiliza materia prima con tamaños de partícula inferiores a 5  $\mu\text{m}$ , las partículas se ven afectadas principalmente por fuerzas electrostáticas asociadas a su alta área superficial, baja masa y la adsorción de humedad del ambiente, formando cúmulos desproporcionados que dificultan el almacenamiento, empaquetamiento, transporte y contribuyen a la obstrucción de los ductos del sistema de proyección térmica [3], [4]. Por el contrario, partículas excesivamente grandes, durante su viaje a lo largo de la llama, el arco eléctrico o el jet de plasma, pueden no alcanzar el grado de fusión requerido para su unión al sustrato o a algún recubrimiento previamente depositado, mostrando un comportamiento termo cinético deficiente dentro de los procesos de proyección térmica. En cualquiera de las dos situaciones, partículas muy pequeñas o grandes, dificultan la obtención de recubrimientos de estructura homogénea [1], [3], [5]–[8].

Los materiales cerámicos por su estabilidad química y propiedades como alta dureza, baja conducción eléctrica y térmica, destacan entre las materias primas utilizadas en proyección térmica, pues permiten la elaboración de recubrimientos con resistencia al desgaste, resistencia a la alta

---

<sup>1</sup> La cual requiere de un comburente como el oxígeno y un combustible como el acetileno, propano, metano entre otros.

<sup>2</sup> La fluidez que deben tener las partículas depende de las características mencionadas en este apartado.

temperatura, aislamiento térmico y eléctrico, e incluso biocompatibilidad<sup>3</sup> de los sustratos depositados [9].

En las últimas dos décadas se ha demostrado que el uso de partículas finas (como las nanopartículas y las partículas submicrométricas), para la elaboración de recubrimientos cerámicos mediante proyección térmica, permite obtener características estructurales de escala nanométrica y/o submicrométrica, lo que mejora sustancialmente la adherencia y las propiedades mecánicas y por tanto, el desempeño de las películas depositadas [4], [10], [11]. No obstante, el uso de estas partículas finas, está sujeto a la implementación de diversos métodos de alimentación de los polvos en los sistemas de proyección térmica, para facilitar el manejo de esta materia prima, siendo los más comunes, el uso de suspensiones en líquido, cables concéntricos<sup>4</sup>, y la aglomeración controlada de nanopartículas, para evitar el eventual atascamiento de los ductos de alimentación y aumentar el valor agregado de usar estos polvos finos [1], [3], [8], [12].

El flujo de los polvos nanométricos o submicrométricos aglomerados con tamaños de gránulo entre 5 y 75  $\mu\text{m}$  mejora la fluidez en el sistema de proyección térmica, además conserva las características estructurales de los polvos de partida, aumentando sus propiedades mecánicas y su rendimiento en la elaboración de los recubrimientos [5], [6].

Para utilizar estos gránulos aglomerados, su resistencia mecánica debe ser suficiente para soportar las condiciones de esfuerzos a las que son expuestas durante su almacenamiento, transporte y uso en el proceso de elaboración de recubrimientos. Por lo anterior, es importante determinar un método que permita evaluar la friabilidad de partículas aglomeradas por peletización en tambor rotatorio para su uso como materia prima en la elaboración de recubrimientos mediante proyección térmica [1], [7], entendido como la tendencia de los aglomerados a disgregarse o desmoronarse por acción de los esfuerzos producidos por coacción o contacto con sus similares u otras superficies [13].

---

<sup>3</sup> La biocompatibilidad está estrechamente relacionada con el insumo depositado, mas no con la técnica de proyección térmica empleada.

<sup>4</sup> Barras o cordones que contienen material nano particulado aglutinado y recubierto de un material polimérico, similares a los filamentos con carga cerámica o metálica disponibles actualmente para el mercado de manufactura aditiva.

La determinación de la friabilidad de los gránulos fabricados permite predecir el comportamiento de los aglomerados al ser sometidos a esfuerzos durante su procesamiento, reduce el consumo energético, facilita el manejo de insumos, la formulación de parámetros y la toma de decisiones al tener un rango de partículas homogéneo<sup>5</sup>, en consecuencia, se tendrá una mejora en la calidad de los recubrimientos, el aumento de la transferencia de energía a cada uno de los gránulos aglomerados y la reducción de los efectos adversos en las propiedades de los recubrimientos depositados.

Para este fin se prepararon los insumos para la aglomeración de partículas siguiendo el método descrito por J. Arias [1], se utilizó como material de partida  $Al_2O_3$  de referencia TCH-63 del fabricante Lianyungang Zhong Ao Aluminium Co., Ltd [14] con una distribución de tamaño de partícula con  $d_{10}= 0,8 \mu m$  y  $d_{90}= 2,0 \mu m$ , que se encuentra disponible en el laboratorio de Mineralurgia de la Universidad de Antioquia, al que se le determinó la mojabilidad a través del ángulo de contacto, utilizando como aglomerante una solución acuosa de alcohol polivinílico de tipo comercial (PVA) al 2,3% en peso y una viscosidad de  $\approx 20$  cSt. Así mismo, se estableció la relación aglomerante: partículas.

Posteriormente se elaboraron aglomerados en el peletizador de tambor rotatorio desarrollado por los grupos GIPIMME y GIMACYR de la Universidad de Antioquia, a los cuales, se determinó su distribución granulométrica mediante clasificación mecánica por tamizado. Finalmente se seleccionó el método de evaluación de la friabilidad de los gránulos, que simula las condiciones de trabajo, como las de esfuerzo mecánico y desgaste a las que son sometidos los aglomerados, lo que ayudará a predecir el comportamiento de los gránulos durante su vida útil.

---

<sup>5</sup> Los gránulos utilizados en proyección térmica que superen los ensayos de friabilidad conservaran su forma, por tanto, el rango de tamaño de partícula sobre el que se hizo el diseño de proyección térmica no tendrá variaciones significativas, desde la fabricación de los polvos hasta la deposición en los recubrimientos.

## II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La constante búsqueda de materiales con mejores propiedades mecánicas y térmicas ha permitido identificar la importancia del uso de partículas finas (de orden nanométrico y submicrométrico), aglomeradas, en la elaboración de recubrimientos mediante proyección térmica que mejoran dichas propiedades. La aglomeración de estas partículas finas generalmente se realiza mediante procesos como el de secado por aspersión, seguido de un tratamiento térmico de sinterización con el fin de proporcionarle a los gránulos la resistencia mecánica suficiente para soportar las condiciones a las que estarán expuestas hasta su uso en la elaboración de los recubrimientos. Dado el alto consumo energético que conlleva tanto el secado por aspersión, como la sinterización; desde hace algunos años se ha venido utilizando el método de peletización, como una alternativa para la aglomeración de partículas finas [1] [8]. Además de la reducción en la energía requerida para la aglomeración de las partículas, la peletización permite obtener gránulos con mayor compactación que los que se obtienen mediante secado por aspersión [8], lo que hace pensar en que con este proceso de aglomeración alternativo podría no requerirse el tratamiento térmico de sinterización que se realiza para la consolidación de los gránulos.

No obstante, se requiere establecer si los gránulos obtenidos por peletización tienen la resistencia mecánica suficiente para soportar las condiciones de empaque, transporte y manejo a los que estarán expuestos desde su conformación hasta su uso como materia prima para la elaboración de los recubrimientos. Con el fin de resolver este problema, se hace necesario desarrollar un método para la evaluación de la friabilidad de este tipo de gránulos.

### III. JUSTIFICACIÓN

La búsqueda continua de materiales con un desempeño cada vez superior y de métodos para su fabricación que sean más amigables con el medio ambiente, como es el caso de los recubrimientos cerámicos elaborados mediante proyección térmica a partir de partículas aglomeradas por peletización, trae consigo retos cada vez mayores, como el de saber si los gránulos peletizados tienen la resistencia mecánica suficiente para soportar las condiciones de uso sin requerir un tratamiento térmico de sinterización.

Por lo anterior, se hace necesario la determinación de la friabilidad de los gránulos peletizados, no solo con el fin de establecer si estos requieren una sinterización previa a su uso en la elaboración de recubrimientos mediante proyección térmica, sino que también permitirá predecir el comportamiento de los polvos durante el tiempo de residencia en la cadena de suministros hasta su uso en la elaboración de los recubrimientos, lo que brinda herramientas en la toma de decisiones apropiadas para la reducción de consumo de energía, así como de los cuidados que se deberían llegar a tener para su manejo y conservación e incluso de cómo mejorar la calidad de los recubrimientos elaborados.

#### IV. OBJETIVOS

##### A. *Objetivo general*

Evaluar la friabilidad de partículas aglomeradas por peletización en tambor rotatorio para su uso como materia prima en la elaboración de recubrimientos mediante proyección térmica.

##### B. *Objetivos específicos*

Establecer mediante una revisión bibliográfica los esfuerzos a los que están generalmente expuestos los gránulos de partículas nanométricas o submicrométricas aglomeradas durante su transporte y uso como materia prima en la elaboración de recubrimientos mediante proyección térmica.

Proponer un método que permita evaluar la friabilidad de aglomerados de partículas nanométricas o submicrométricas, bajo condiciones mecánicas similares a las que son expuestos durante su empaque, transporte y uso como materia prima en la elaboración de recubrimientos mediante proyección térmica.

Establecer, a partir de resultados experimentales, la efectividad del método propuesto para la medida de la friabilidad en gránulos de partículas nanométricas y/o submicrométricas aglomeradas mediante peletización en tambor rotatorio.

## V. HIPÓTESIS

### A. *Hipótesis de trabajo*

La exposición de partículas aglomeradas a condiciones mecánicas y tribológicas como el impacto y la abrasión permitirá determinar su grado de friabilidad.

## VI. MARCO TEÓRICO

### A. *Proyección térmica*

La proyección térmica es un proceso que se caracteriza por ser eficiente y con un amplio rango de aplicaciones industriales y por su versatilidad, permitiendo depositar recubrimientos sobre sustratos con geometrías complejas y variedad de insumos disponibles. En su definición más básica es un proceso mediante el cual, se aplica un recubrimiento<sup>6</sup> metálico o no metálico, mediante la deposición de un material fundido o parcialmente fundido, el cual es proyectado a alta presión y temperatura sobre la superficie de un sustrato previamente preparado.

Las partículas chocan con el sustrato sufriendo una deformación plástica, que le confiere forma de splats, discos regulares o irregulares, que adquieren su forma en función de las condiciones físicas y térmicas con las que impacten el sustrato. Los splats se van apilando ordenadamente dando lugar a la formación del recubrimiento [15], [16].

Este proceso se puede clasificar en tres grandes grupos en función de los métodos de proyección térmica, como se muestra en la Figura 1, donde, cada uno de ellos tiene diferentes configuraciones para la producción de recubrimientos, las cuales se diferencian principalmente según la fuente de calor utilizado para el calentamiento del material, las condiciones inherentes al proceso y el tipo de material de aporte alimentado en el sistema de proyección térmica[16]. No obstante, en los últimos años ha surgido una variante al proceso en la que se utiliza mucho menos energía térmica, que es conocida como *Cold Spray*. La Figura 2 muestra el esquema de los pasos involucrados en el proceso de proyección térmica, teniendo en cuenta que en la proyección térmica existe una enorme variedad de materiales de aporte, en la que es posible encontrar en la cadena de suministros más de 100 tipos diferentes de insumos comerciales, ofreciendo un abanico de posibilidad para las aplicaciones industriales y de investigación [4], [5], [17].

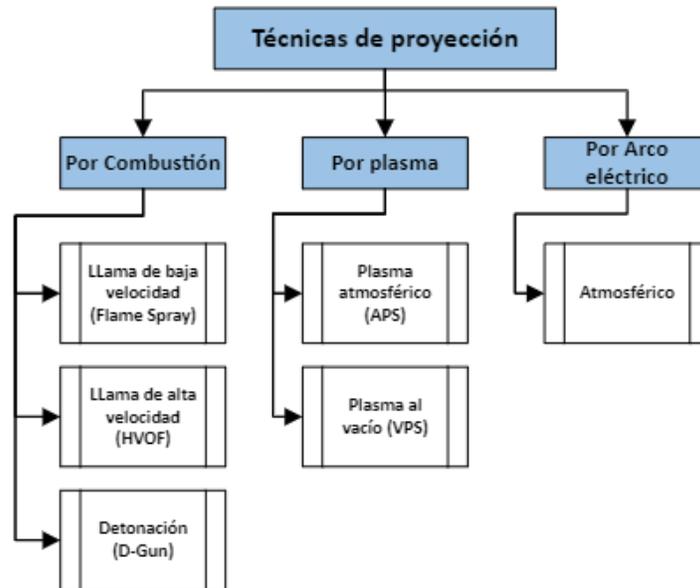
#### 1. *Etapas del proceso de proyección térmica:*

Independiente de la fuente de energía utilizada para fundir el material de aporte, las cuales se pueden agrupar en dos clases: las que utilizan energía química, como la combustión y detonación, y las que utilizan energía eléctrica, producto de la generación de un plasma o un arco eléctrico. El

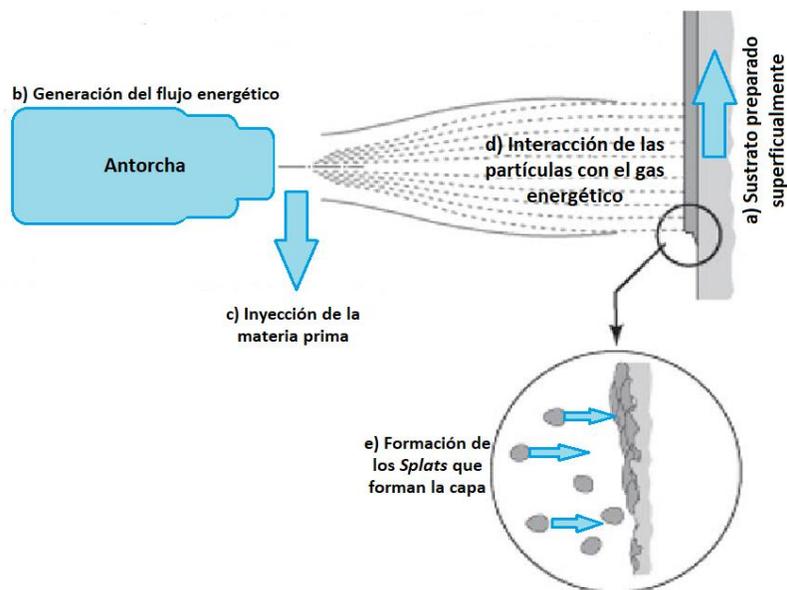
---

<sup>6</sup> Un recubrimiento es una capa en la superficie del sustrato con propiedades diferentes, depositado con la intención de mejorar las características físicas y químicas del material base.

proceso de proyección térmica puede ser dividido en las siguientes cinco etapas, mostradas en la Figura 2 [16], [18], [19]:



**Figura 1.** Clasificación del proceso de proyección térmica de acuerdo a su fuente de energía [5].



**Figura 2.** Esquema de los pasos involucrados en el proceso de proyección térmica [19].

En proyección térmica, la selección del tamaño de partícula es clave para garantizar la calidad de los recubrimientos depositados, donde la elección del tamaño de partícula está regida por la temperatura de fusión del material de aporte seleccionado, siendo crucial tener una distribución estrecha y monomodal del tamaño de partícula, con el fin de limitar las trayectorias mientras son arrastradas por la corriente del gas que se encarga de calentarlas y propulsarlas hacia el sustrato. El

tamaño de los polvos utilizados en proyección térmica, típicamente se encuentra en un rango de partícula entre 10 y 110  $\mu\text{m}$  aproximadamente [16], [20].

Las partículas deben tener un diámetro nominal preestablecido para el tipo de sistema que se va a utilizar y de ser posible, mantener este parámetro constante. Una partícula con un tamaño nominal menor al requerido implicaría una excesiva transferencia de calor por unidad de área superficial, por lo que puede llegar a impactar al sustrato con una viscosidad inferior a la requerida y con ello promoviendo la formación de splats con forma irregular, conocidos como salpicaduras. En el caso contrario, las partículas con un diámetro nominal mayor al requerido no absorberán suficiente calor, para alcanzar el estado plástico y mucho menos el grado de fusión que se requiere para adherirse al sustrato al impactar con él. Por lo tanto, es imperativo que los tamaños de partícula definidos en el diseño del sistema de proyección térmica sean respetados, y no se produzcan cúmulos desproporcionados de partículas o la fragmentación de la materia prima utilizada cambiando los parámetros de proyección del material de aporte [3], [18].

El recorrido normal de los materiales de aporte inicia dentro de una tolva de alimentación de polvos, desde ahí las partículas fluyen a través de mangueras o conductos con un diámetro interno de hasta 6 mm<sup>7</sup>, siendo arrastradas por un gas portador.

Los sistemas de alimentación de polvo para proyección térmica, industrialmente, son equipos que esencialmente se encargan de suministrar el material de recubrimiento hacia la antorcha de proyección y pueden variar según el proceso de proyección térmica, el material de aporte, así como la escala y alcance de la producción requerida; buscando aumentar la eficiencia de los procesos de proyección, así como mejorar la seguridad y reproducibilidad del proceso. [5], [19]. En la Tabla 1, se describen algunas características de los principales sistemas de alimentación de partículas en los procesos de proyección térmica.

---

<sup>7</sup> El diámetro interior de este tubo puede tener un revestimiento de teflón, el cual disminuye la fricción del polvo dentro de los confines del tubo.

**Tabla 1.** Sistemas de alimentación más usados en la industria [5], [17], [18], [21], [22].

<i>Alimentación</i>	<i>Características generales</i>
<i>Lecho fluidizado</i>	Aprovechan el efecto del fenómeno de fluidización; donde las partículas son depositadas en un recipiente, bajo condiciones adecuadas, la mezcla solida se comporta como un fluido, debido al uso de un gas presurizado que se hace pasar a través del medio particulado; la combinación de estos comenzara a tener características y propiedades similares a las de un fluido convencional. El gas portador, se utiliza para crear una contrapresión aprovechando el principio Bernoulli con una contracción de la sección de flujo <sup>8</sup> .
<i>Disco giratorio</i>	En este tipo de sistemas, como su nombre lo indica, un disco giratorio es el componente principal y quien se encarga de la alimentación del polvo. Donde en el disco se encuentran una gran cantidad de orificio o ranuras, que giran bajo la tolva que contiene el polvo. El polvo se alimenta a través de los orificios hacia la manguera portadora, donde un gas portador transportará el material hacia la antorcha de proyección.
<i>Tornillo alimentador</i>	También conocidos como sistemas de alimentación Auger, los cuales entregan el polvo desde una tolva y sobre un tornillo horizontal, que dosifica el polvo hacia el gas portador. El caudal de polvo está controlado por la geometría del tornillo y la velocidad angular del mismo.
<i>Gravedad de tolvas</i>	Estos son los dispositivos más simples, hacen uso de un contenedor, generalmente en forma de cono, que permite que el polvo fluya libremente, asistido por la gravedad, desde el fondo del cono. La velocidad de alimentación en estos dispositivos se controla con una válvula de aguja situada en el puerto de salida del sistema de alimentación.
<i>Vibratorios</i>	Comúnmente usados en sistemas de alimentación gravimétrica, cuando las partículas se ven afectadas negativamente por el paso a través de dispositivos de alimentación volumétrica. Comúnmente usado en insumos con geométricas complejas, dada la suavidad de flujo de descarga. Consta de un canal de alimentación, que se mueve por la inducción oscilante de un motor electromagnético. La velocidad de flujo de partículas es controlable mediante el ajuste de la corriente de entrada.

Los tipos de alimentadores más usados son los alimentadores de lecho fluidizado, de disco giratorio, con tornillo alimentador y por gravedad, con las características mostradas en la Tabla 1 [3], [19], [23].

<sup>8</sup> El principio de Bernoulli: en puntos a lo largo de una línea horizontal de flujo, las regiones de mayor presión tienen una menor velocidad del fluido, y las regiones de menor presión tienen una mayor velocidad del fluido

A pesar de la diversidad de sistemas de alimentación de polvos disponibles, en los procesos de proyección térmica aún se presentan problemas para el flujo continuo y controlado de las materias primas utilizadas para la elaboración de los recubrimientos, lo cual es más frecuente cuando el tamaño y la morfología de las partículas no se ajustan a las condiciones del proceso de alimentación.

### *B. Métodos de producción de polvos para proyección térmica*

Entre los métodos más utilizados para la fabricación de los polvos cerámicos empleados en la fabricación de recubrimientos mediante proyección térmica destacan: la fusión o sinterización con y sin posterior trituración y/o molienda, el secado por aspersion, la síntesis auto propagante a alta temperatura (SHS), el Sol-Gel, los métodos en fase gaseosa, entre otros [3], [6].

Dentro de los métodos de fabricación de materias primas nanométricas y/o submicrométricas usados en proyección térmica, la aglomeración controlada de las partículas muestra ventajas significativas, porque permite el uso de alimentadores de materia prima convencionales y la conformación de gránulos con morfología y composición específica, diseñados en función de la aplicación requerida del recubrimiento depositado [18]. En la aglomeración de partículas nanométricas y/o submicrométricas para uso en proyección térmica, el secado por atomización (Spray Drying), es convencionalmente usado a nivel industrial y de investigación [17]. Mediante este proceso suelen obtenerse gránulos altamente esféricos, pero de baja cohesión de las partículas que los conforman. Adicionalmente, la tendencia actual hacia el desarrollo sostenible, exige la implementación de una técnica que evite el elevado consumo energético propio de este proceso de aglomeración, donde es necesario el uso de alta temperatura para mediante una etapa de secado, eliminar el agua que actúa como fase dispersa que contiene las partículas finas y se requiere posteriormente sinterizar los gránulos fabricados para su consolidación mecánica [6], lo cual hace que esta técnica sea poco sustentable [16], [18], [24].

#### *1. Aglomeración de partículas nanométricas y submicrométricas*

Se considera la aglomeración como una operación unitaria, de naturaleza diferente a la cristalización y otros métodos usados en la producción de sólidos granulares, como algunos de los mencionados en el apartado “Métodos de producción de polvos para proyección térmica” [20], esto porque si bien se presenta un crecimiento de partícula, no existen fuerzas externas responsables de la adherencia entre ellas [25].

La aglomeración es utilizada para el procesamiento de material particulado de orden submicrométrico y nanométrico, con el fin de ajustar su tamaño al requerido para mejorar su manejo, dosificación, reducir su volatilización, facilitar su transporte, su flujo y almacenamiento, controlar la porosidad y la relación de superficie/volumen, modificando las propiedades mecánicas en la formación de nuevas estructuras particuladas [1], [8].

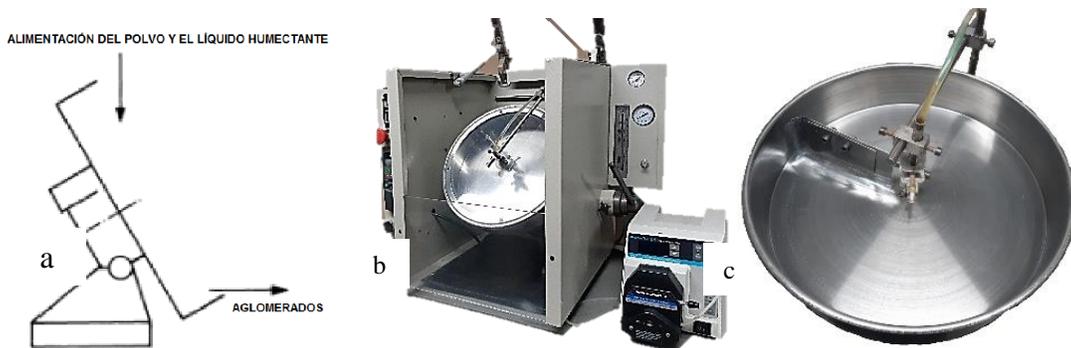
Mediante la aglomeración se logra la unión de partículas discretas por medio de las fuerzas físicas de corto alcance, promovidas por un aglomerante que se adhiere química o físicamente a la superficie de las partículas para facilitar su unión dando origen a gránulos que crecen a medida que aumenta la cantidad de partículas unidas [26].

Aunque, como ya se indicó, el método más utilizado para la aglomeración de las partículas usadas en proyección térmica es el de secado por atomización; sin embargo, los grupos de investigación GIMACYR y GIPIMME de la Universidad de Antioquia, han propuesto una técnica alternativa que, desde el punto de vista energético, económico y ambiental ofrece una solución sostenible, mediante el uso de peletización por tambor rotatorio, como el mostrado en la Figura 3, el cual, aprovecha aglomerantes líquidos, para unir las nanopartículas que conforman los gránulos, permitiendo obtener aglomerados densos, producto de la unión, crecimiento y consolidación de las partículas que adquieren morfologías esféricas, mostrando resultados promisorios en la obtención de gránulos en un rango de tamaño micrométrico [8].

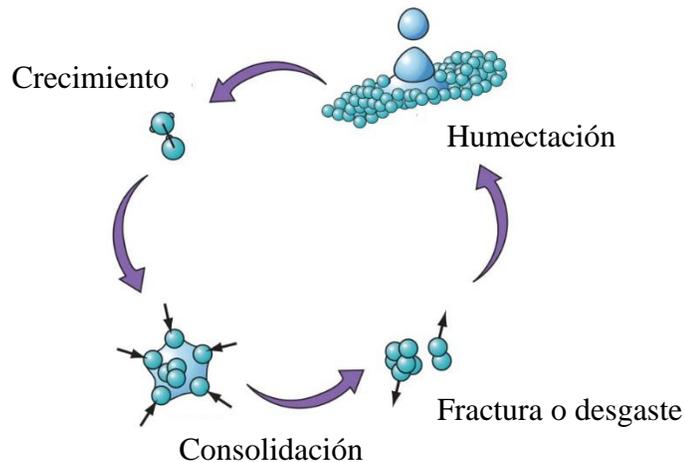
#### *a) Peletización en Tambor*

Los peletizadores de tambor son equipos utilizados en el proceso de granulación como el que se muestra en la Figura 3-a. En el proceso realizado en este tipo de equipos se usan aglomerantes líquidos para humectar las partículas y mediante la interacción entre ellas unir las y fomentar la formación y el crecimiento de los gránulos. El equipo consta esencialmente de un contenedor o tambor rotatorio como el mostrado en la Figura 3-c, donde las partículas humectadas por el aglomerante se desplazan sobre una de sus paredes en forma de un lecho, alcanzando una altura máxima controlada por la velocidad de rotación de dicho tambor; una vez las partículas alcanzan la altura máxima caen en forma de cascada. La interacción entre las partículas humectadas a medida que se desplazan por la pared del tambor promueve su unión y con ello la formación, el crecimiento y la consolidación de los gránulos, mientras el impacto y la fricción producidos por la caída y el

movimiento relativo entre ellas, favorece su desintegración por fractura y/o desgaste respectivamente, como se muestra en la Figura 4 [27].



**Figura 3.** Granulador de tambor. a) Esquema del granulador. b) Disco peletizador diseñado y fabricado por el grupo GIMACYR y GIPIMME de la UdeA. c) Vista superior con detalle del brazo y la espátula del tambor del aglomerador [5].

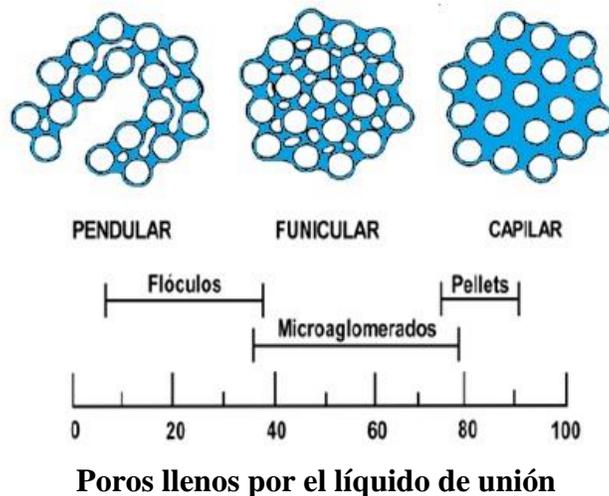


**Figura 4.** Etapas de la granulación de partículas mediante peletización [26].

A pesar de la desintegración que experimentan los gránulos obtenidos mediante la peletización en tambor de partículas nanométricas o submicrométricas, estos suelen conservar la morfología esférica de los primeros aglomerados que se forman, a los cuales algunos autores les han llamado aglomerados primarios, dado que la fractura se produce entre dichos aglomerados primarios y no al interior de cada uno de ellos, por lo que esta desintegración se convierte en un mecanismo a través del cual se controla el crecimiento excesivo de los gránulos [1], [8].

El proceso de aglomeración esférica está basado en la mojabilidad de superficies (enlazamiento entre partículas), y está directamente afectado por factores como las fuerzas de capilaridad dentro del puente líquido que se genera en los puntos de unión entre el sólido y el líquido, donde el tamaño

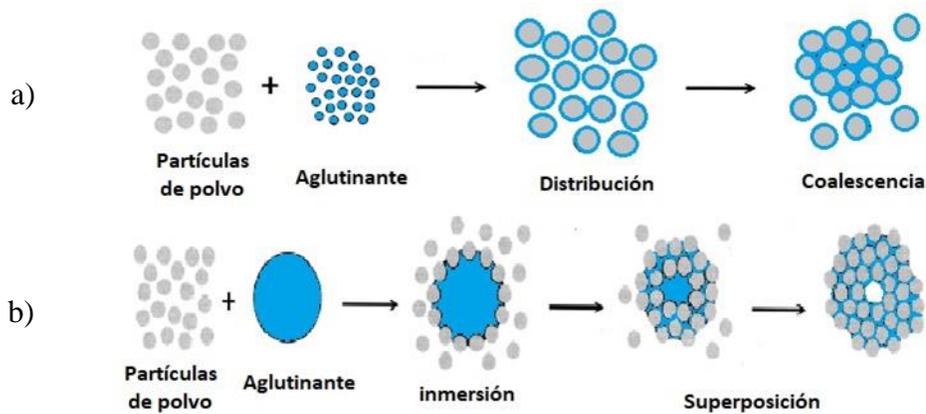
de partícula en los polvos a aglomerar tiene una relación directa con las propiedades mecánicas de los polvos, esto porque al disminuir el tamaño de partícula, los aglomerados tendrán más puntos de contacto, y se obtendrán gránulos más fuertes. Otro criterio importante es la mojabilidad de superficies, donde se obtendrán gránulos más fuertes cuando se logren superficies de sólido completamente mojadas, como se muestra en la Figura 5 [28], [29].



**Figura 5.** Características de un aglomerado asociado a los diferentes niveles de puente líquido [28].

Es claro que bajas cantidades de puente líquido, o la mojabilidad parcial, fomentan una cobertura incompleta de la superficie de los sólidos, limitando a su vez el número de puntos de enlace entre partículas individuales, generando estructuras abiertas, mencionadas por Majido A, como pendulares, lo que conlleva a gránulos más friables, caso contrario cuando aumenta la cantidad de puentes líquidos, el aglomerante absorbido eventualmente forma una capa continua que rodea cada partícula humectable, fomentando la aparición de gránulos más densos, hasta llegar a un punto de saturación en un estado capilar, el cual tendrá las mejores propiedades mecánicas [28], [29].

Así mismo, los procesos de aglomeración están influenciados fuertemente por las propiedades superficiales de las partículas y los aglomerantes involucrados, como se muestra en la Figura 6.



**Figura 6.** Mecanismos de Aglomeración. a) Distribución y coalescencia; b) Inmersión y superposición.

### C. Friabilidad

La friabilidad se define como la tendencia a romperse en fragmentos más pequeños bajo el efecto de una presión externa. Suele decirse que bajo un pequeño esfuerzo, es una propiedad con funciones de forma, integridad y condiciones del gránulo, por lo tanto, su caracterización no es trivial, sin embargo es posible hacer una definición simplificada, donde la friabilidad se puede catalogar como “la condición de ser fácilmente desmenuzado o pulverizado” [13], esta propiedad por sí misma, es consecuencia de las características de crecimiento de la partícula durante su síntesis o procesamiento y es comparable con la tenacidad de granos o partículas, aunque también se suele antagonizar con la dureza, porque se pueden entender como definiciones opuestas [13], [30].

La friabilidad debe evaluar simultáneamente la susceptibilidad del material al desgaste y a la fractura y su caracterización no se debe limitar a una sola de estas condiciones, para evitar resultados sesgados o erróneos, dado que hay materiales con muy buen desempeño a una de estas condiciones, pero con una respuesta muy limitada bajo la otra de ellas. Por ejemplo, si se evaluaran bajo dos ensayos, una muestra de diamantes confrontada con una de caucho, donde en un primer ensayo se frota las dos muestras contra una superficie abrasiva, la respuesta lógica es que el diamante es menos friable, pues presenta menor desgaste o fractura, caso contrario, si se golpea los dos materiales con un martillo, el caucho mostraría una mayor resistencia a la fractura, por su alta tenacidad, sin embargo es probable que el diamante se fracture, lo cual de acuerdo a las condiciones de ensayo, este sería más friable.

Por lo anterior, es importante determinar el índice de friabilidad para los diferentes métodos de prueba que pueden clasificar los materiales de manera diferente con respecto a su capacidad de soportar el desgaste por fricción y la fractura por impacto, fieles a los esfuerzos que estos sufrirán durante su tiempo en servicio. Por esta razón, no existe un procedimiento universal para la medición de la propensión de un material al desgaste o fractura, y dicha propiedad es relativa y depende tanto del material como de la magnitud y tipo de fuerza que es aplicada sobre este [31].

Las pruebas de friabilidad se pueden utilizar para diversos propósitos, entre los que destacan el control de calidad de un producto, que en este caso serían los gránulos obtenidos por aglomeración de partículas nanométricas y submicrométricas por peletizado, donde el material a evaluar se somete a un esfuerzo arbitrario, pero que define el grado de desgaste o nivel de disgregación comparado con un estándar.

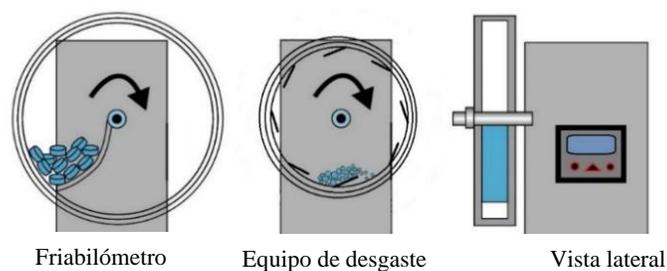
El índice de friabilidad se determina a partir de la magnitud o del grado de desgaste que experimenta el material evaluado, frente a un estándar. En este caso la fuerza aplicada sobre el material a evaluar debe ser similar a la que estará expuesto y el grado de degradación obtenido debe compararse con los de otros materiales a partir de los cuales se conoce la tasa de desgaste del proceso real. Los resultados se obtienen mediante diferentes pruebas de friabilidad que no suelen ser comparables entre ellas, y los índices de friabilidad calculados (numéricamente), solo son útiles en relación con la información detallada de la prueba que se considera [13], [30], [31].

Es de esperar que la friabilidad de los gránulos producidos por peletización en tambor rotatorio, dependa de las características de las partículas aglomeradas, de las propiedades de los aglomerantes y las interacciones entre las partículas y el aglomerante. Igual de relevante es entender los efectos de las condiciones de operación en el proceso de aglomeración y de los mecanismos de granulación, los cuales confieren la resistencia de todos los gránulos producidos y controlarán la friabilidad de los aglomerados [1], [8].

#### *D. Estado del arte*

En la industria farmacéutica, el procedimiento para la medición de la friabilidad de los medicamentos en forma de polvos comprimidos con aglomerante, no recubiertos, emplea un tambor transparente con superficies internas pulidas, habitualmente de metacrilato, el cual en su interior contiene deflectores, como el ilustrado en la Figura 7. El tambor se encuentra fijo a un

equipo con un motor que genera movimiento de rotación horizontal, sobre su eje, con una velocidad constante y durante un tiempo determinado, lo que permite calcular el número de ciclos de ensayo. Para medicamentos que pesen hasta 0,65 g cada uno, se toma una muestra de 6,5 g, eliminando partículas de polvo, donde es imperativo pesar la muestra con exactitud y someterla a 100 rotaciones del tambor. Se considera aceptable una pérdida de peso máximo de 1% [32]. Por otro lado, para comprimidos efervescentes y masticables, pueden aceptarse especificaciones diferentes de friabilidad, ya que los mismos requieren condiciones especiales de envasado para evitar que se dañen [32].



**Figura 7.** Esquema de un Friabilómetro según instrucciones de Farmacopea [17].

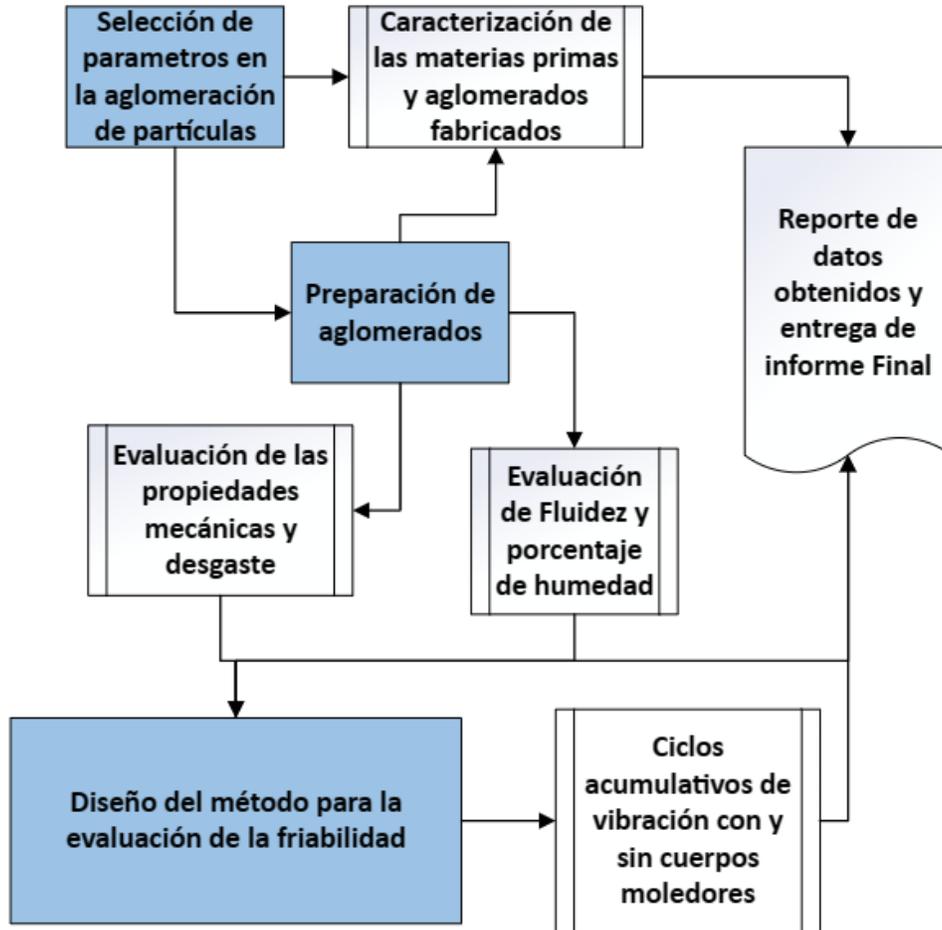
Este no es el único escenario en el cual se hacen mediciones de friabilidad, pues en las ciencias agrarias se tienen métodos para determinar la friabilidad del suelo a partir de métodos cualitativos, semicuantitativos y cuantitativos. El análisis cualitativo se basa en la examinación visual de la estructura y la consistencia del suelo, el método semicuantitativo se centra en la cuantificación de la distribución de fragmentos producto del sometimiento del suelo a impacto por caída y los cuantitativos permiten determinar la friabilidad de forma directa mediante la resistencia del suelo, o de forma indirecta, por inferencia a partir del comportamiento de otras propiedades del suelo como la curva de retención de agua, la porosidad y funciones de pedotransferencia<sup>9</sup> [33].

De manera similar existen métodos de prueba estándar para determinar la temperatura de friabilidad de plásticos y elastómeros por impacto, según norma ASTM D746-20 [34], que evalúa la aparición de fallos frágiles en condiciones de impacto especificadas y proporciona dos procedimientos rutinarios de inspección y aceptación para estos materiales poliméricos (cuyos resultados son útiles únicamente en las condiciones y materiales definidos por la norma).

<sup>9</sup> Las funciones de pedotransferencia, son correlaciones empíricas entre propiedades medibles de los materiales.

## VII. METODOLOGÍA

La metodología experimental global seguida para el desarrollo de este trabajo se presenta en el flujograma esquematizado en la Figura 8.



**Figura 8.** Diagrama de flujo del proceso experimental.

### A. Caracterización de la materia prima pre-aglomerada

Como material de partida se usó Alúmina  $Al_2O_3$ , grado industrial, TCH-63 submicrométrica del fabricante Lianyungang Zhong Ao Aluminium Co., Ltd [14], las pruebas descritas en este apartado fueron realizadas a los insumos en las diferentes etapas del trabajo. Se caracterizaron los polvos de partida, los aglomerados fabricados y los polvos disgregados durante la evaluación de la friabilidad mediante los ensayos descritos a continuación:

### 1. *Caracterización química y de fases cristalinas del polvo TCH-63*

A los polvos comerciales de alúmina TCH-63 utilizados en el proceso de aglomeración, se les determinó su composición química mediante Fluorescencia de Rayos X (FRX) por longitud de onda dispersiva, empleando el espectrómetro ARL OPTIM X de Thermo Scientific y sus fases cristalinas se determinaron mediante un equipo de Difracción de Rayos X usando un difractor marca Panalitical® con referencia X'Pert PRO MPD con ánodo de cobre (Cu) y filtro de nitrógeno (Ni).

### 2. *Distribución de tamaño de partícula*

La distribución de tamaño de partícula de los polvos de  $Al_2O_3$ , se determinó por tres ensayos, el primero de ellos, implementado para los polvos sin aglomerar, por ser submicrométricos, mediante el análisis de tamaño de partícula por difracción láser, mediante un equipo Master Sizer 2000 E, modelo Single Narrow Mode, con un accesorio Hydro 2000 (MU)A, con agua como dispersante haciendo 5 muestreos y 3 réplicas; este ensayo no se utilizó para las muestras aglomeradas, por la ausencia de un dispersante inerte a los aglomerantes utilizados, que no comprometiera los resultados arrojados en la prueba.

Para los polvos aglomerados se hizo el análisis de la distribución granulométrica por tamizado, utilizando un equipo Ro-Tap y series de tamices ASTM, con mallas desde la N° 6, con una abertura de tamiz de 3350  $\mu m$  hasta la malla N°500 con una abertura de tamiz de 25  $\mu m$  y su respectivo colector.

Dadas las condiciones submicrométricas de los polvos de partida, se encontró que por tamizado existen aglomerados sin clasificar, por lo que se realizó un muestreo de los polvos pasantes malla N°500 ASTM, los cuales se llevaron a microscopía electrónica de barrido (SEM), y se determinó su tamaño de partícula mediante análisis de imagen.

### 3. *Características morfológicas*

La caracterización morfológica de los polvos de partida se realizó mediante imágenes de microscopía electrónica de barrido (SEM), con el equipo JEOL JSM-6490LV, a diferentes aumentos, lo que permitió además de ratificar la distribución de tamaño de partícula, establecer la morfología de los polvos de trabajado. La muestra llevada a microscopía electrónica estaba en las condiciones en las que fue aglomerada, es decir, no se hizo un secado previo de la muestra y se

dejó expuesta al ambiente, para que refleje la aparición de pre aglomerados por la humedad relativa o fuerzas electroestáticas en caso de que estos existieran.

#### 4. *Determinación de la fluidez*

La medición de la fluidez de polvos se hizo mediante una medida indirecta, utilizando la relación de Hausner, la cual es calculada mediante la Ecuación 1.

$$H = \frac{\rho_T}{\rho_B} \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde  $\rho_B$  es la densidad aparente libremente asentada del polvo y  $\rho_T$  es la densidad aparente del polvo. Es decir, la relación de Hausner<sup>10</sup> está definida como la densidad aparente con un ligero golpeteo, el cual buscando tener una reproducibilidad, se realizó con la compactadora utilizada en el ensayo de compactibilidad de arenas [35], [36], dando 30 golpeteos sobre la superficie en la que está ubicada una probeta graduada, dividida por densidad aparente aireada. Donde para una relación de Hausner baja, esta presenta una alta fluidez y viceversa.

#### 5. *Determinación del porcentaje de humedad*

La determinación del porcentaje de humedad se realizó mediante un analizador de humedad con calefacción halógena (MA 210.X2.IC.A.WH, Polonia) a temperatura de 70 °C y el valor de humedad se toma cuando la variación de peso es menor a 1 mg por 120 s., el cual hace la determinación del porcentaje de humedad por método gravimétrico.

#### B. *Preparación de insumos para la aglomeración de partículas*

Para la puesta a punto del equipo de aglomeración se siguieron los pasos descritos a continuación, buscando encontrar el escenario que reprodujese con mayor asertividad el comportamiento descrito en la tesis de J. Arias [1], dado que se ha demostrado en múltiples investigaciones y publicaciones a cargo del grupo de investigación GIMACYR, que en efecto, los aglomerados fabricados bajo estas condiciones cumplen las condiciones de friabilidad especificadas para proyección térmica, pero nunca se determinaron sus índices de friabilidad, ni se realizaron ensayos específicos que pongan a prueba la resistencia mecánica de los gránulos obtenidos.

---

<sup>10</sup> Usando norma ASTM D4164 [36]

### 1. Descripción del aglomerador de polvos

El equipo utilizado para la aglomeración de polvos fue diseñado y construido por el grupo GIMACYR y GIPIMME, ver Figura 3-b, el cual tiene un motor Siemens (1LA7 080-6YC60), con 0,6 caballos de fuerza y está sujeto a una estructura que permite variar el ángulo de inclinación entre 15° y 88°, encargado de transmitir el movimiento de rotación a un tambor de acero inoxidable de 30 cm de diámetro, la cual es regulada mediante el variador marca Siemens Micromaster 420. El tiempo de residencia de los polvos es controlado por un temporizador EBC HQ 76293, con escala en segundos. Para el control del caudal de aglomerante se utiliza una bomba peristáltica Masterflex® L/S® de Cole-Parmer Instrument Company, cuya escala está en mL/min, como la mostrada en la Figura 9. La boquilla inyectora de aglomerante es un dispositivo coaxial en cuyo núcleo es transportado el aglomerante y en la parte externa se alimenta aire a presión, lo que permite la fragmentación de las gotas de aglomerante a la salida de la boquilla.

Las consideraciones adicionales del equipo se tomaron del método descrito por J. Arias [1], como por ejemplo la posición y soporte de la boquilla, así como la espátula de raspado y estructura del equipo de aglomeración.



**Figura 9.** Bomba peristáltica.

### 2. Preparación de aglomerantes

Para la preparación de los aglomerantes, se usaron 3 tipos de aglutinante: Maltodextrina grado farmacéutico (Mckenna Group S.A.S.), Alcohol polivinílico (PVA-C) grado comercial adquirido localmente (Antioqueña de químicos) y PVA 99+% hidrolizado grado reactivo (PVA-R) (Sigma Aldrich, USA), los cuales fueron diluidos en agua desionizada tipo II. Para los dos tipos de PVA dada su baja solubilidad a temperatura ambiente, requirió calentamiento de la solución acuosa a 70 °C, con agitación magnética de 800rpm, hasta la solubilización completa. Luego se agitó a temperatura ambiente hasta su disolución completa.

Siguiendo los parámetros dictados por J. Arias [1], y los trabajos realizados por el grupo de investigación GIMACYR, se definió que la viscosidad cinemática adecuada para el bombeo y atomización del aglomerante en el equipo de aglomeración utilizado es de 20 cSt, por lo que se ajustó la concentración para cada uno de los aglomerantes, en las disoluciones hasta obtener la viscosidad requerida.

La viscosidad de los aglomerantes se determinó a 25 °C a cada rango de concentración de aglutinante, según norma ASTM D1200-10 [37], utilizando una copa Ford #3 (BYK), como la mostrada en la Figura 10, la cual fue llenada hasta aforo nivelado con un vidrio plano.



**Figura 10.** Copa Ford #3 marca BYK.

Se tomó el tiempo desde que inicia el vaciado, hasta que se interrumpe la continuidad del fluido, el tiempo reportado, es utilizado para la determinación de la viscosidad siguiendo la Ecuación 2:

$$V_{3i} = 2,31(t - 6.58) \quad \text{Ecuación 2}$$

Donde  $V_{3i}$  es el valor de la viscosidad cinemática en centistokes (cSt), y  $t$  es el tiempo que tarda en vaciarse la copa en segundos.

Las pruebas se repitieron hasta determinar la concentración para cada aglutinante en la que se obtuviera el valor más cercano a la viscosidad requerida para la aglomeración de partículas.

### 3. *Relación Aglomerante/Polvo*

La relación adecuada líquido/sólido de los gránulos se determinó mediante un método empírico, desarrollado por el grupo GIMACYR, donde se toma un peso determinado de polvo ( $w_p$ ) y se adiciona aglomerante sobre una balanza analítica, para determinar el peso de aglomerante ( $w_a$ ), haciendo un amasado manual hasta que la pasta tenga consistencia estructural y plasticidad adecuadas para conservar su forma como pellet esférico.

Se pesa la pasta en húmedo ( $w_h = w_p + w_a$ ), se permite que la partícula conformada tenga un tiempo de curado suficiente, para que evapore la totalidad del agua presente en el aglomerante, y se pesa

nuevamente, lo que garantiza que el peso resultante ( $w_s$ ), sea la suma del peso del polvo inicial con el peso del aglutinante requerido para que esta tenga integridad estructural.

#### 4. *Ajuste de parámetros del equipo*

Previo al proceso de aglomeración en tambor rotatorio fue necesario el reajuste de algunos componentes, dado que muchos de los módulos se mantienen desde su diseño y fabricación en la tesis de pregrado de J. Arias, algunos elementos han sido modificados en el desarrollo de investigaciones posteriores.

Los componentes sometidos a la evaluación para la estandarización del proceso de aglomeración desarrollado en este trabajo son:

##### a) *Selección de boquillas para atomización del aglomerante*

Dado que el tamaño de gota tiene una relación directa con la distribución de tamaño de los gránulos obtenidos en el proceso de aglomeración, se tomó la decisión de evaluar diferentes boquillas.

Estas fueron fabricadas en el transcurso de esta investigación, buscando modificar factores como la geometría y densidad de aspersion del cono de atomización; así como la reducción del tamaño de las gotas con las que entra en contacto el lecho de polvos.

Se fabricaron boquillas, variando 2 factores; el tamaño de abertura de la boquilla y la característica geométrica de perforación. Para la medición de las dimensiones de las perforaciones, se tomaron fotografías con estereoscopio digital y se realizó el análisis de imagen, a partir de 12 medidas del radio para cada una de las brocas usadas para generar la abertura y los respectivos orificios que estas generan.

##### b) *Medición del caudal de aglomerante*

Se realizó la medición del caudal de aglomerante sometido a los parámetros propios de funcionamiento, donde para la formación del spray de aglomerante, este es impulsado por aire comprimido, por lo tanto, es necesario evaluar si el caudal reportado por la bomba peristáltica es equivalente al que llega al lecho de polvos en el proceso de aglomeración.

En el punto donde se hace la combinación entre el aglomerante y el gas encargado del arrastre del líquido hasta la boquilla; se tomaron mediciones del caudal de aglomerante con aire, haciendo uso

de una probeta graduada y calculando el tiempo de llenado hasta aforo, dichas mediciones se realizaron siguiendo 3 escenarios: en el primero se hizo el cálculo del caudal con la manguera cortada a 90° de su dirección de flujo, en el segundo se ubicó una aguja hipodérmica con un diámetro interior de 600  $\mu\text{m}$  buscando reducir las pulsaciones del flujo producto de usar una bomba peristáltica. Finalmente, en el tercer escenario se constriñó una segunda aguja hipodérmica buscando fomentar el efecto Venturi, y reducir aún más las pulsaciones producto del uso de la bomba peristáltica.

c) *Determinación de la velocidad de giro del tambor de aglomeración*

El equipo de aglomeración de tambor rotatorio cuenta con una espátula de acetato encargada de “raspar” la superficie del fondo y de la pared lateral del tambor para la contención del lecho de polvos, como se muestra en la Figura 3-c, este puede modificar la velocidad angular del mismo, por lo cual se midió la velocidad del tambor armado, en escenarios diferenciados que verifiquen la confiabilidad del valor reportado por el controlador dispuesto en el equipo. Se midió con un tacómetro Lutron DT-2238 las revoluciones por minutos de giro del tambor, en un ciclo de funcionamiento convencional, haciéndolo trabajar sin polvos, con polvos y con polvos más aglomerante.

5. *Determinación de la mojabilidad con cada aglomerante*

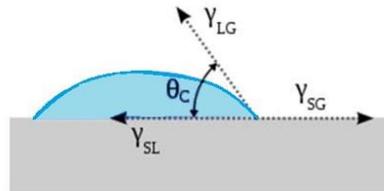
a) *Elaboración de pastillas de polvo*

Las pastillas de polvo de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , permitieron evaluar el comportamiento de la mojabilidad entre los polvos de alúmina TCH-63 y los aglomerantes mencionados en un apartado anterior. Las pastillas fueron elaboradas en una matriz metálica de 10 mm de diámetro, diseñada para compactar materiales en forma de polvo por medio de una prensa manual disponible en el Laboratorio de Materiales Cerámicos de la Universidad de Antioquia. Para la elaboración de cada una de las pastillas se adicionó  $2,0619 \pm 0,0116$  g de polvo y se aplicó progresivamente una presión hasta llegar a los 3,0 MPa, esta presión se mantuvo por 1 minuto hasta obtener una pastilla consolidada y con una altura de  $6,0 \pm 0,16$  mm.

b) *Evaluación de la mojabilidad*

La mojabilidad de los polvos para cada uno de los aglomerantes fue evaluada mediante la determinación del ángulo de contacto, utilizando análisis de imagen de videos tomados con un microscopio estereográfico de 35X, se dejó caer una gota (de volumen similar), con cada una de

las soluciones agua-aglutinante, sobre las pastillas prensadas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , como se describió más atrás, el análisis de imagen mediante el programa *ImageJ*, se realizó para todas las probetas en un fotograma al mismo tiempo de contacto del aglomerante y las pastillas, esto para tener mediciones reproducibles y donde la interacción hidrofílica entre la alúmina y el agua no afectase la medición. Como se muestra en la Figura 11.



**Figura 11.** Representación del ángulo de contacto medido.

### C. Aglomeración de polvos

Los polvos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  utilizados para la aglomeración fueron tamizados utilizando una malla ASTM E-11 [38] N° 500, con una abertura de malla de  $25 \mu\text{m}$ , para evitar la aparición de pre-aglomerados en los baches realizados. Las partículas de alúmina fueron aglomeradas utilizando como aglomerante PVA-C, PVA-R y maltodextrina, con porcentajes en peso de 2,3%, 3,0% y 37%, respectivamente.

El proceso de aglomeración se llevó a cabo suministrando al interior del tambor rotatorio 15 g de polvo en cada bache. Sobre el lecho de polvo se suministró el aglomerante atomizado en finas gotas, que humecta la superficie de las partículas, el cual es alimentado a través de una manguera interna hasta la boquilla que tiene un orificio circular de  $405 \mu\text{m}$  de diámetro, a la cual se introduce una corriente de aire comprimido de presión moderada y bajo caudal, para producir un spray de gotas finas de aglomerante al interior del tambor peletizador.

Posterior a la consolidación de los aglomerados, debido a que aún conservan humedad que debe ser retirada, se dejaron curar, sobre una bandeja a condiciones ambiente, la cual fue tapada por un papel, el cual no debe entrar en contacto con los gránulos consolidados y cumple la función de membrana filtrante, que permite disipar el exceso de humedad, mas no que las muestras se contaminen por partículas del ambiente; por un tiempo de curado mínimo de 10 días.

#### *D. Ensayos de friabilidad*

Los ensayos de friabilidad realizados buscan comparar la resistencia mecánica de los aglomerados desde su producción hasta su llegada a la antorcha de proyección<sup>11</sup> donde, estos deben mantener la integridad estructural, reproduciendo el efecto de los esfuerzos más exigentes durante el transporte y alimentación en los sistemas de proyección térmica.

Para este fin, se propusieron tres etapas, en la primera de ellas, se determinó el Efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas para su uso en proyección térmica., en la que se evaluó el poder ligante de los aglutinantes utilizados en la fabricación de los polvos aglomerados; en la segunda de ellas se realizaron Ciclos acumulativos de vibración mecánica sobre los aglomerados como un método suficientemente exigente para su fragmentación, en la que se pudo valorar los factores asociados a las condiciones de almacenamiento y transporte como la interacción y desgaste por el movimiento relativo de los polvos. Finalmente, en la Conminución con esferas de alúmina, se logró la determinación de índices de friabilidad cuando son sometidas a esfuerzos superiores a los descritos en los dos ensayos previos.

##### *1. Efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas para su uso en proyección térmica.*

En la determinación del efecto del tipo de aglutinante en el rendimiento de las partículas aglomeradas, se establecieron los parámetros mostrados en la Tabla 14, en el equipo de aglomeración, usando el polvo comercial de  $Al_2O_3$ , adicionando PVA-R, PVA-C y Maltodextrina como agentes aglutinantes. Las partículas se secaron a temperatura ambiente por 10 días, posterior a los cuales se tamizaron para establecer la distribución de tamaño de partícula a la salida del peletizador.

Posterior a esto, las partículas clasificadas se homogenizaron para cada grupo de aglomerante y se realizó una conminución sobre la malla ASTM E-11 [38] N° 140, lo que garantiza que tendrán un tamaño máximo de 106  $\mu m$ . Para este estudio, se tomó una muestra de aglomerado para cada tipo de aglomerante.

---

<sup>11</sup> Los fenómenos termo cinéticos experimentados por las partículas en las antorchas específicas para los diferentes tipos de proyección térmica esta fuera del alcance de este trabajo.

Después de la conminución las partículas se clasificaron utilizando tamices de malla número 200 y 500 cuyas especificaciones están establecidas por la norma ASTM E11, con el fin de calcular el porcentaje de gránulos con un tamaño de partícula entre 25  $\mu\text{m}$  y 75  $\mu\text{m}$  respecto a las partículas alimentadas en el equipo de aglomeración. Esto representa el rendimiento del proceso de aglomeración, pues es en este rango de tamaño que las partículas pueden ser utilizadas en el proceso de proyección térmica<sup>12</sup>.

## 2. *Ciclos acumulativos de vibración mecánica*

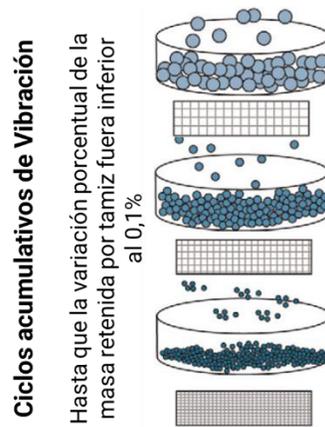
Se realizaron tamizados en seco, debido a la baja humedad de los gránulos fabricados, sin secar en estufa y expuestos a condiciones ambiente, buscando reproducir las condiciones de uso en trabajo, al someter la columna de tamices a vibración, usando un equipo marca Tyler serie 11015, con una frecuencia de oscilación de 60 Hz. En este método, la distribución de tamaño de partícula y la abrasión relativa entre los gránulos y el tamiz, se determina con base al material retenido en cada tamiz utilizado. Buscando, que la relación este dada solamente por el tamaño de partícula y la interacción con la malla de clasificación, no se modificó la amplitud de la vibración y se conservaron los polvos en las mallas en que fueron retenidos en cada ciclo.

### a) *Determinación de la distribución final de tamaño de partícula*

En este método de análisis, el objetivo está en determinar la distribución de tamaño de partícula del aglomerado final, estableciendo la cantidad de material que resulta en cada tamiz luego de ciclos de vibración de 5 minutos, es decir se evalúa las propiedades del granulo con respecto a la fricción por el movimiento relativo entre partículas y la fricción producto de la interacción con la malla, y la existencia de una distribución granulométrica en la cual, la tasa de variación de la misma sea constante a pesar de la aplicación de ciclos acumulativos de vibración cuyo esquema se muestra en la **Figura 12**.

---

<sup>12</sup> El rango de partículas usado comúnmente en proyección térmica es entre 5 y 75  $\mu\text{m}$ , sin embargo, para el desarrollo de esta investigación, no se cuenta con una herramienta fiable que permita la clasificación de partículas por debajo de los 25  $\mu\text{m}$ .



**Figura 12.** Esquema representativo de los ciclos acumulativos de vibración.

En el primer ciclo de tamizado se tomó una muestra de 15 g de aglomerados previamente curados, los cuales fueron introducidos en una serie de tamices bajo norma ASTM E-11, de manera tal que en el primer tamiz de la serie se retuviera menos del 5% de masa y más del 1%, durante 5 minutos. Se evaluó la distribución granulométrica, y se repitió el proceso de tamizado, por otros 5 minutos, manteniendo los gránulos retenidos en cada malla en la ubicación en la columna de tamices que se encontraban al momento de la evaluación del tamaño de partícula del ciclo anterior.

El procedimiento se repitió conservando las clasificaciones granulométricas previas, hasta que las variaciones porcentuales de la masa retenida por tamiz fueran inferiores al 0,1%.

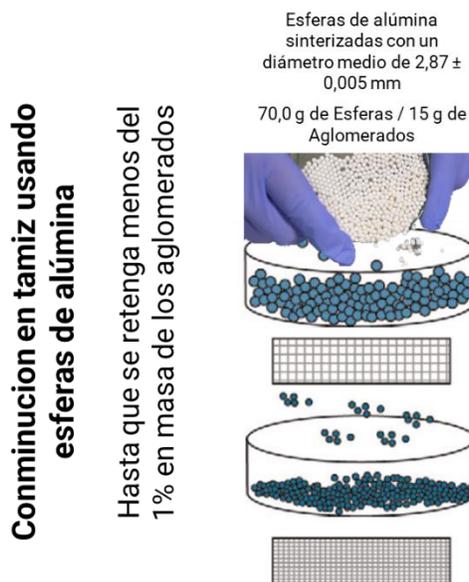
### 3. *Conminución en tamices usando esferas de alúmina*

Se sometieron los gránulos aglomerados a conminución en tamices, para lo cual se tomó la muestra de la Determinación de la distribución final de tamaño de partícula, y se le adicionaron 70,00 g de esferas de alúmina sinterizadas con un diámetro medio de  $2,87 \pm 0,005$  mm, como las mostradas en la Figura 13. Las esferas de alúmina fueron inicialmente ubicadas en el tamiz de mayor abertura de malla disponible, entre los de la columna de clasificación granulométrica. Esto, porque en la medida que se acumulen ciclos de ensayo, el porcentaje de material retenido en cada malla tendera a ser cero.



**Figura 13.** Esferas de alúmina utilizadas como cuerpos molidores en la conminución por vibración.

Se sometió la serie completa de mallas a la vibración del Ro-Tap, por 5 minutos y se evaluó la distribución nuevamente, se repitió este proceso hasta que en la malla donde se encuentran las esferas sinterizadas de alúmina se retenga menos del 1% de la masa de aglomerados como se muestra en la Figura 14. La cual posteriormente se hace pasar manualmente por la malla, pues estos aglomerados son los que presentan propiedades mecánicas y de desgaste más altas, y la friabilidad de los gránulos es inferior a las tensiones a las que se sometió la muestra, sin embargo, es necesario que la muestra evaluada se mantenga en valores cercanos a los del inicio de la prueba.



**Figura 14.** Esquema representativo de los ciclos de conminución en tamices usando esferas de alúmina.

Se repitió el proceso hasta la malla N° 325 con una abertura de criba de 49  $\mu$ m. Conservando los gránulos dentro los tamices en los que fueron retenidos en el ensayo anterior, haciendo que las vibraciones propias del ensayo se acumularan hasta el final de esta prueba.

a) *Determinación de los índices de friabilidad por conminución*

La determinación de los índices de friabilidad producto de la conminución en Ro-Tap, se realizó empleando la Ecuación 3, en función del material retenido para cada una de las mallas encargadas de la clasificación de tamaño de los aglomerados.

$$I_F = \frac{m_i - m_{i+1}}{m_i} \quad \text{Ecuación 3}$$

---

Donde  $I_F$  es el índice de friabilidad,  $m_i$  es la masa retenida en la malla de estudio en el tiempo de ensayo  $i$ , y  $m_{i+1}$  es la masa retenida en la malla de estudio en el tiempo de ensayo  $i+1$ . De manera tal que los aglomerados con un índice de friabilidad igual a cero no serán friables, mientras que por el otro lado los aglomerados con un índice de friabilidad igual a 1 serán muy friables.

## VIII. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### A. Caracterización de la materia prima pre aglomerada

A continuación, se describen los resultados de la caracterización química, morfológica, de tamaño de partícula, fluidez y mojabilidad realizadas al polvo comercial de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de referencia TCH-63 del fabricante Lianyungang Zhong Ao Aluminium Co., Ltd [14], que fueron utilizados en la elaboración de aglomerados para proyección térmica.

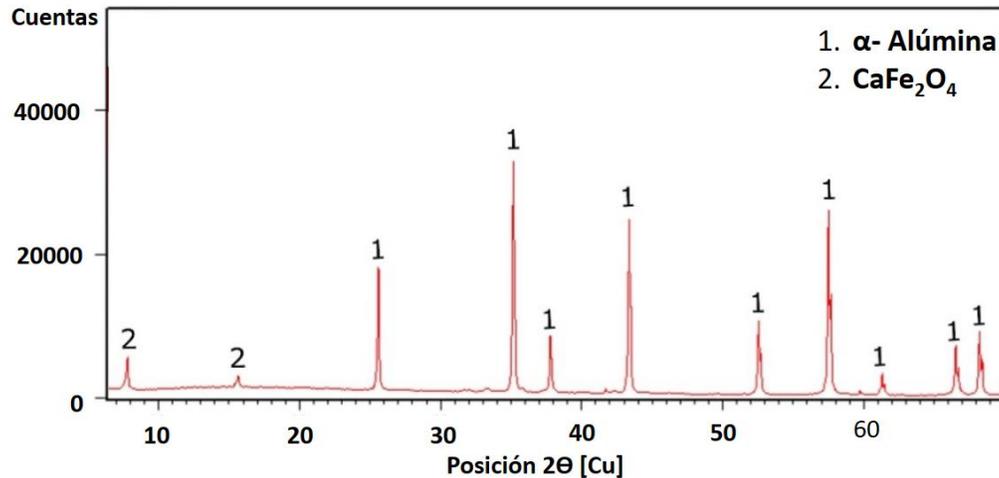
#### 1. Composición química

Los resultados del análisis químico realizado mediante fluorescencia de rayos X a la alúmina, se presentan en la Tabla 2. Este resultado permite establecer que el contenido de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) en el polvo comercial es superior al 99,8 % en peso, con pequeñas cantidades de óxido de calcio ( $\text{CaO}$ ), óxido de hierro III ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) y óxido de níquel II ( $\text{NiO}$ ), los cuales sumados constituyen menos del 0,2 % en peso, y son característicos en procesos de síntesis por el método de Pechini, modificado con etilenglicol [39]. Por lo anterior, se puede indicar que, a pesar de la presencia de otros óxidos, este polvo de alúmina puede ser considerado de alta pureza.

**Tabla 2.** Resultados del análisis químico determinado por FRX.

<i>Polvo de partida</i>	<i>Porcentaje en peso</i>			
	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{CaO}$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{NiO}$
<i>Alúmina (TCH-63)</i>	$99,81 \pm 0,02$	$0,14 \pm 0,01$	$0,04 \pm 0,0037$	$0,012 \pm 0,001$

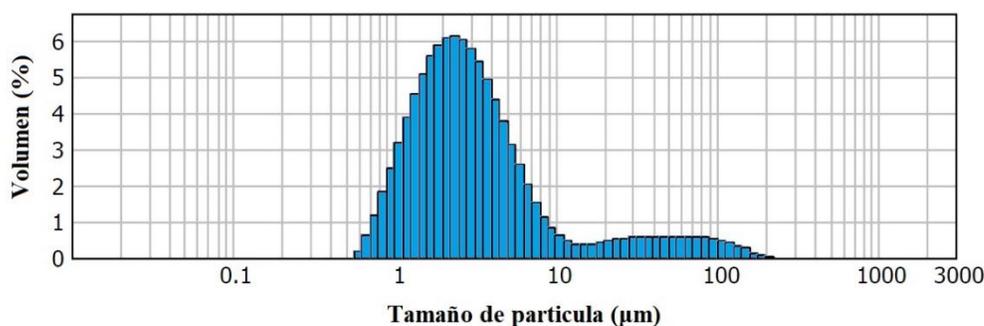
En la Figura 15, se muestra el espectro de DRX de las fases presente en los polvos de alúmina utilizados en la aglomeración, cuyos resultados permitieron establecer que el polvo está constituido principalmente por alúmina alfa ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), de tipo corindón y por un compuesto de ferrita de calcio ( $\text{CaFe}_2\text{O}_4$ ), la cual contiene dos de los óxidos identificados por FRX y reportados en la Tabla 2. La ferrita de calcio es comúnmente utilizada en la obtención de polvos monofásicos por calcinación de precursores a altas temperaturas, lo cual concuerda con el método de fabricación descrito por el fabricante [14].



**Figura 15.** Espectro de difracción de rayos X para los polvos de partida.

## 2. *Tamaño de partícula y Morfología*

En la Figura 16, se presenta el resultado de la distribución granulométrica, en la cual, se muestra una distribución de tamaño de partícula bimodal, en cuya primera moda, se encuentra el mayor volumen de partículas, con rangos entre 0,55  $\mu\text{m}$  y 10,5  $\mu\text{m}$ , y la segunda moda de menor volumen se encuentra entre 10,5  $\mu\text{m}$  y 200  $\mu\text{m}$ . Pero esto no refleja la realidad, ya que la muestra fue clasificada mediante malla Tyler N° 500, según la referencia ASTM E-11, y con un diámetro de abertura de 25  $\mu\text{m}$ , donde solo se tomó la fracción del polvo pasante. Esta incongruencia está relacionada a la dificultad de algunos polvos de alúmina a dispersarse en la solución de agua empleada para la medición por difracción láser (ver Tabla 3).



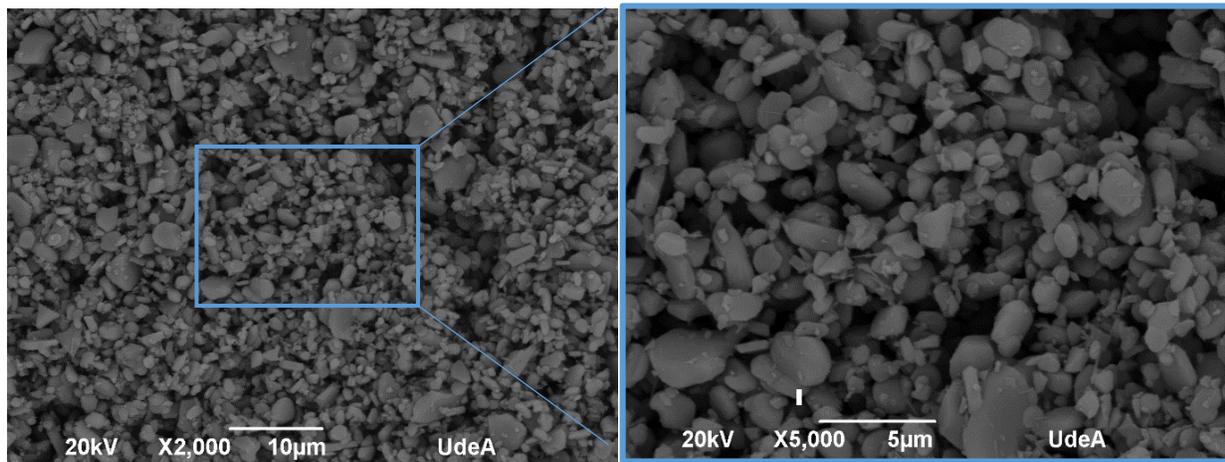
**Figura 16.** Distribución de tamaño de partícula para la alúmina TCH-63.

Los resultados obtenidos en el análisis de tamaño de partícula por difracción láser se muestran en la Tabla 3, los cuales evidencian que los gránulos tienen prelación a generar cúmulos de partículas asociado a el carácter hidrofílico de la alúmina. Por tanto, estos resultados no serán tomados en cuenta, y la distribución de tamaño de partícula, se realizó mediante análisis de imagen.

**Tabla 3.** Resultados de distribución de tamaño de partícula por difracción láser.

<i>Condiciones de la prueba</i>		<i>Resultados obtenidos</i>	
<i>Dispersante</i>	Agua	<b>Residual (%)</b>	0,795
<i>IR Dispersante</i>	1,33	<b>d<sub>10</sub></b>	1,143 $\mu\text{m}$
<i>IR Muestra</i>	1,76	<b>d<sub>50</sub></b>	2,688 $\mu\text{m}$
<i>Oscuración del láser (%)</i>	13,22	<b>d<sub>90</sub></b>	17,489 $\mu\text{m}$

El resultado del análisis de morfología de las partículas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  TCH-63 se muestran en la Figura 17, a los cuales se les dio el tratamiento descrito en el apartado VII.B, donde los polvos presentan forma irregular y la aparición de partículas con forma de placas. Además, la materia prima tiende a formar cúmulos de partículas con baja esfericidad, forma irregular y de alta friabilidad.

**Figura 17.** Morfología de partículas de alúmina TCH-63.

Dado que los resultados de las medidas de tamaño de partícula realizadas a los polvos de alúmina de grado industrial por difracción láser no fueron confiables, debido a la afinidad que tienen las partículas a formar aglomerados en la solución, se optó por la medición del tamaño de partícula a partir de análisis de imágenes tomadas por SEM y realizado por medio del programa “Image J”, como se muestra en la Tabla 4. El resultado obtenido por análisis de imágenes indica que los polvos de alúmina tienen un tamaño de partícula entre  $0,8 \mu\text{m}$  y  $2 \mu\text{m}$ , por lo tanto, son considerados como partículas submicrométricas. Además, se determinó que la relación de aspecto de las partículas fue de aproximadamente 0,6, lo que evidencia la baja esfericidad de las partículas.

**Tabla 4.** Resultados de distribución de tamaño de partícula por análisis de imagen.

<i>Polvo de partida</i>	<i>D<sub>10</sub> (μm)</i>	<i>D<sub>90</sub> (μm)</i>
<i>Alúmina (TCH-63)</i>	0,8	2,0

### 3. *Determinación de la fluidez por la relación de Hauser*

La Tabla 5 muestra el resultado de la medida de fluidez de los polvos de alúmina mediante la relación de Hausner. El resultado indica que los polvos tienen una fluidez calificada como pobre [40], lo cual es coherente por el tamaño submicrométrico de las partículas y su forma irregular, como se observó en la Figura 17.

**Tabla 5.** Medida de la fluidez por relacion de Hausner para polvos de alúmina TCH-63.

<i>Polvo de partida</i>	<i>Relación de Hausner</i>	<i>cualificación de la fluidez</i>
<i>Alúmina industrial</i>	1,41 ± 0,04	Pobre

### 4. *Determinación del porcentaje de humedad en los polvos pre-aglomerados*

Se determinaron los porcentajes de humedad del material de partida en dos instancias, la primera de ellas bajo condiciones adecuadas de trabajo, la segunda cuando el material es dejado en condiciones ambiente, teniendo en cuenta que en los procesos de granulación esta juega un rol importante, cuyos valores obtenidos se muestran en la Tabla 6 y la aparición de humedad fomenta la consolidación de cúmulos desproporcionadas de partículas que dificultan el trabajo con el material, afectando de manera crítica la fluidez del mismo.

**Tabla 6.** Porcentaje de humedad alúmina TCH-63.

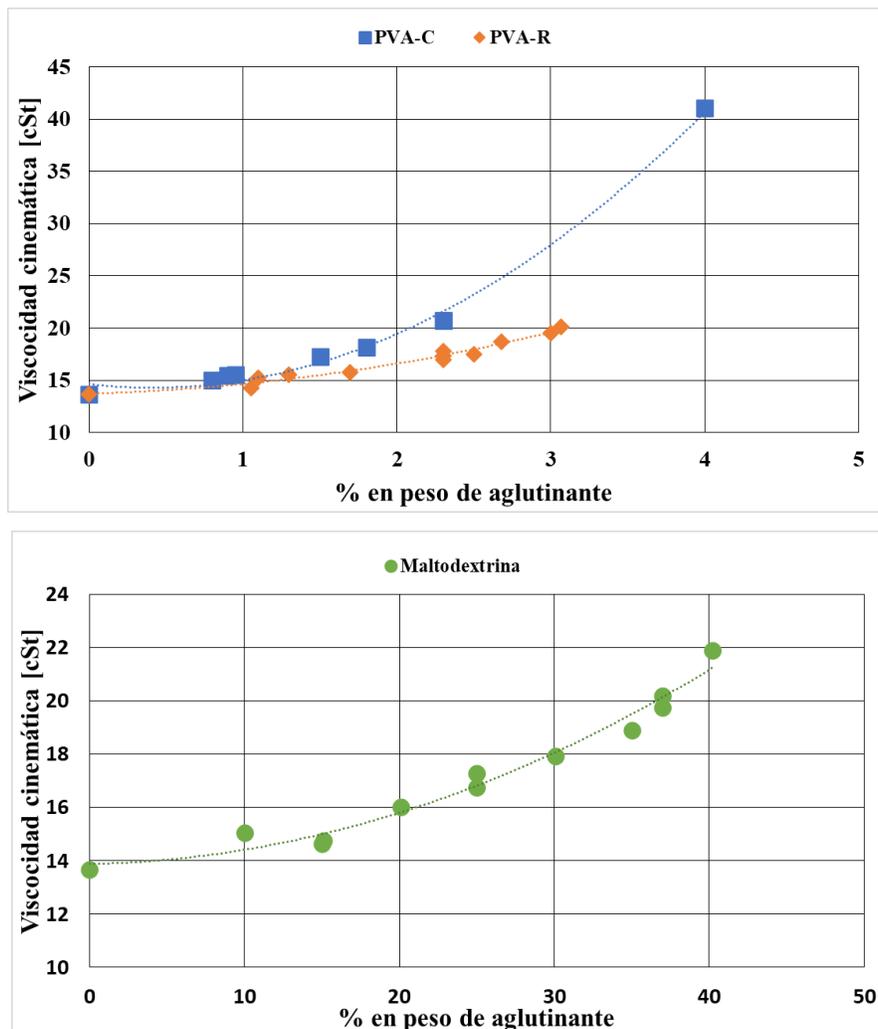
<i>Condición del ensayo</i>	<i>Humedad [%]</i>
<i>Almacenamiento adecuado</i>	0,148 ± 0,0215
<i>Condiciones Ambiente</i>	3,396 ± 0,2063

El aumento en el porcentaje de humedad de cerca del 2000% cuando este es dejado a condiciones ambiente, está asociado a la buena afinidad que la alúmina tiene con el agua, que en términos generales puede tener valores de absorción estática entre el 7% y 26% cuando no se trabaja con alúmina activada, con ambientes con humedad relativa cercanas al 100% [14], [41], [42].

## B. Preparación de insumos para la aglomeración

### 1. Preparación de aglomerantes

Los resultados de la relación entre el porcentaje en peso de aglutinante en solución<sup>13</sup> y la viscosidad, se muestran en la Figura 18, donde, se prepararon aglomerantes con diferentes porcentajes de aglutinante y se evaluó su viscosidad según el procedimiento descrito en la metodología, con la intención, de encontrar una viscosidad cinemática aproximada de 20 cSt, la cual es adecuada según lo indicado en el trabajo de J. Arias [1].



**Figura 18.** Relación entre viscosidad cinemática y porcentaje en peso de aglutinantes.

Basado en los resultados obtenidos experimentalmente, mostrados en el ajuste de las curvas de la Figura 18, se estrechó el valor de la concentración adecuada de aglutinante para cada solución de

<sup>13</sup> Solución de aglutinante-agua desionizada tipo II

aglomerante, paso seguido se procedió a realizar una iteración hasta encontrar el valor de porcentaje en peso que fuese más cercano a la viscosidad deseada, sin embargo, no se reporta el valor exacto de concentración para obtener una viscosidad de 20 cSt, puesto que los aglomerantes son elementos de alto consumo y reposición en el transcurso de esta investigación, asociado a su alta tasa de degradación durante el almacenamiento<sup>14</sup>, se tomó la decisión de diseñar una formulación con valores que permitan su rápida elaboración sin alejarse del valor deseado de viscosidad. Esto permitió la preparación de soluciones aglomerantes para cada bache de polvo aglomerado, con propiedades dentro de los rangos estimados al momento de su preparación, obteniendo los valores mostrados en la Tabla 7.

**Tabla 7.** Porcentaje en peso de aglutinante para obtener aglomerantes con viscosidad cercana a 20 cSt.

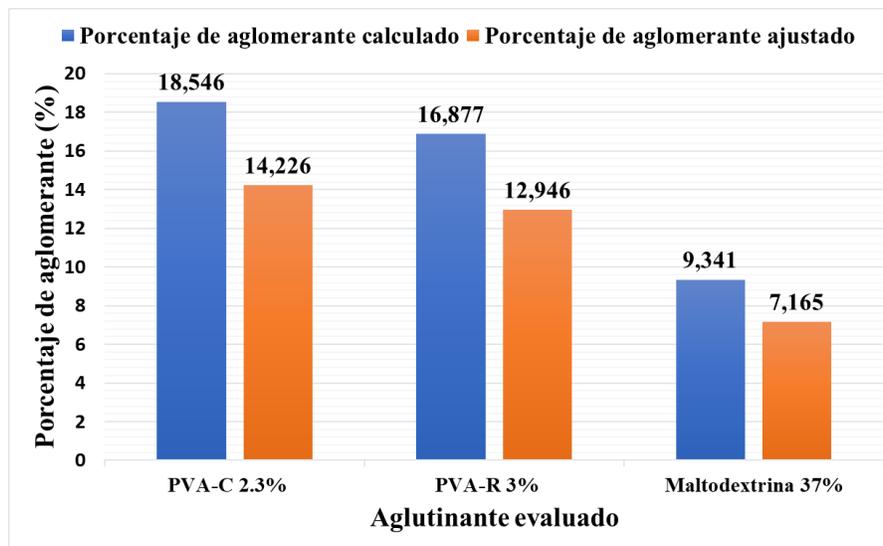
<i>Tipo de aglutinante</i>	<i>Porcentaje en peso [%]</i>
<i>PVA-C</i>	2,3
<i>PVA-R</i>	3,0
<i>Maltodextrina</i>	37

## 2. *Relación de aglomerante-polvo*

Siguiendo el método descrito en la metodología, se determinaron los valores de los pesos de los pellets elaborados, en seco y en húmedo. Para los cuales el porcentaje de aglomerante está dado por la variación del peso antes y después del curado, tal y como se muestra en la Figura 19. El porcentaje de aglomerante por granulo, está dado por la Ecuación (4), siendo 23,30% el valor de ajuste utilizado en la tesis de J. Arias [1].

$$\%Agglomerante = \frac{(w_h - w_s)}{w_h} * (-23,30\%) \quad \text{Ecuación 4}$$

<sup>14</sup> Se observaron cambios en su viscosidad y propiedades ligantes, adicional a la aparición de nuevas fases y hongos durante su almacenamiento.



**Figura 19.** Relación de polvo-aglomerante (% en peso).

El valor de ajuste presentado restringe la aparición de aglomerados de tamaños desproporcionados, en los casos en los que no se utilizó, se evidencio la formación de aglomerados de tamaños equivalentes a los gránulos fabricados por amasado manual; teniendo en cuenta que el propósito de este trabajo es analizar la friabilidad de partículas micrométricas, solo se usaron aglomerados fabricados con el porcentaje de aglomerante ajustado cuyos volúmenes por bache de trabajo se calcularon teniendo en cuenta que la densidad del aglomerante acuoso es  $1 \text{ g/cm}^3$  y se muestran en la Tabla 8.

**Tabla 8.** Volumen de aglomerante por bache de trabajo

<i>Aglutinante</i>	<i>Peso del bache fabricado [g]</i>	<i>Volumen aglomerante usado en el bache [mL]</i>
<i>PVA-C</i>	15	2,13
<i>PVA-R</i>		1,94
<i>Maltodextrina</i>		1,07

### 3. Ajuste de parámetros del equipo

Previo al proceso de aglomeración en tambor rotatorio fue necesario el reajuste de algunos componentes, dado que muchos de los módulos se mantienen desde su diseño y fabricación en la tesis de pregrado de J. Arias [1], algunos elementos han sido modificados en el desarrollo de investigaciones posteriores realizadas por el grupo de investigación GIMACYR.

Los componentes sometidos a la evaluación para la estandarización del proceso de aglomeración desarrollado en este trabajo son:

a) *Selección de boquillas para atomización del aglomerante*

El primer criterio de evaluación en la fabricación de las boquillas que se usaron en el proceso de aglomeración fue la geometría de la perforación, como las descritas en la Tabla 9, donde se pretendía fomentar diferentes efectos sobre la velocidad del fluido usado como aglomerante, y por tanto el incremento en la fragmentación de las gotas de aglomerante.

**Tabla 9.** Geometría de la perforación.

<i>Característica</i>	<i>Geometría de perforación</i>
<i>Convergente</i>	>
<i>Divergente</i>	<
<i>Constricción de garganta</i>	Efecto Venturi ><
<i>Recta</i>	=

La primera de estas fue hacer una boquilla convergente, en la cual el área inicial de la boquilla es mayor a su área final, lo cual lograría un aumento en la velocidad del fluido; la segunda divergente, que propicia el efecto contrario a la boquilla anterior y finalmente una boquilla convergente divergente, también conocida como supersónica, asociada las variaciones considerables en la densidad de flujo<sup>15</sup>, encargada de transformar un flujo subsónico en supersónico, con el aprovechamiento del efecto Venturi [43].

Desafortunadamente, el mecanizado de estas geometrías asociado a el tamaño de los orificios que se deseaban generar no permitía la reproducibilidad, y la única forma de evaluar que la geometría fuese adecuada, sería haciendo un corte transversal de la boquilla, lo cual la destruye sin garantías de poder realizar una boquilla bajo las mismas condiciones<sup>16</sup>. Por lo cual se tomó la decisión de

<sup>15</sup> Requiere de la existencia de un flujo compresible, el cual aplica para todos los aglomerados fabricados.

<sup>16</sup> No se tiene certeza de que los espesores de la lámina sobre la cual se hace la perforación sean constantes para todas las tapas de las se hicieron las boquillas.

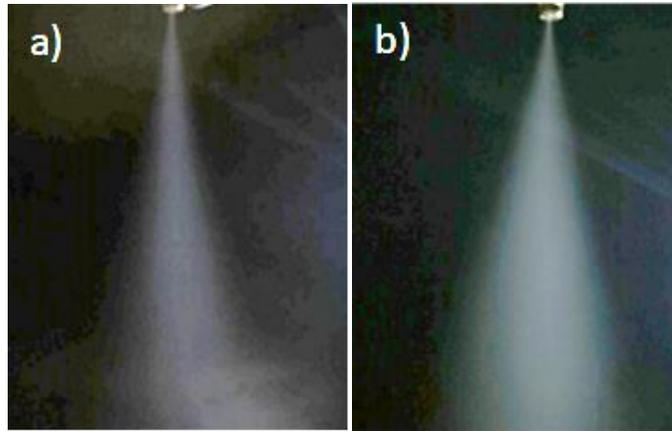
fabricar boquillas con un orificio pasante, es decir simplemente atravesando la broca de manera perpendicular a la superficie.

A partir de las brocas cuyas medidas se muestran en la Tabla 10, se realizaron las perforaciones en las boquillas y se evaluó bajo parámetros de aglomeración idénticos de presión de aire, caudal de aglomerante, entre otras condiciones de diseño del equipo de aglomeración, cuál es la que presenta un comportamiento más cercano al descrito por J. Arias en su trabajo de grado. Por lo cual en esta selección, solo se tomó PVA-C como el aglomerante utilizado, pues fue el usado en el trabajo original [1].

Se observó que para la boquilla 1, se tenía un cono de aspersion constreñido con respecto al observado en la boquilla dos y con una densidad de rociado más alta, por lo que se tomó la decisión de trabajar con este orificio. El cono de aspersion observado en la Figura 20-b, intuitivamente fomentaría la formación de gotas de spray más pequeñas; sin embargo, estas no fueron medibles; y la amplitud del cono, no garantiza que este impacte sobre el lecho de polvos al interior del tambor, cuando el equipo de aglomeración se encuentre en trabajo, haciendo que la relación aglomerante polvo, sea inferior a la calculada en el apartado 2VIII.B.2.

**Tabla 10.** Medidas de las brocas con las que se realizaron los orificios de las boquillas.

<i>Elemento evaluado</i>	<i>Diámetro promedio de broca [<math>\mu\text{m}</math>]</i>
<i>Broca 1</i>	$393 \pm 1$
<i>Broca 2</i>	$293 \pm 0,957$
<i>Orificio 1</i>	$405,684 \pm 7,873$
<i>Orificio 2</i>	$301,96 \pm 3,88$



**Figura 20.** Pruebas de rociado con PVA-C fluido; a) Boquilla 1; b) boquilla 2<sup>17</sup>.

*b) Medición del caudal de aglomerante*

En la medición del caudal de aglomerante, se usó una presión de aire de 15 psi y un caudal de aglomerante de 2.0 mL/min, leído desde la bomba peristáltica (ver VII.B), sin ubicar la boquilla de atomización, buscando que la lectura del volumen de llenado en la probeta graduada fuese sencilla; esto solo modifica el flujo de aire, el cual aumenta al tener menos restricciones de paso.

Las agujas hipodérmicas usadas, se cortaron a 2 cm de la base de la aguja, la cual es introducida en la sección interna del cable coaxial encargado del transporte de aire y aglomerante.

Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 11, donde cuando no se ubica una aguja hipodérmica, se tiene el caudal real, arrojado por la bomba peristáltica, con la adición de la aguja hipodérmica, no se tiene una variación significativa del caudal, pero si se observa una disminución en la intensidad de los pulsos de aspersión del aglomerante y finalmente con el constreñimiento de la aguja hipodérmica se tiene una reducción de 0,17 mL/min que son compensados con el aumento del tiempo de residencia de los polvos en los baches de aglomeración, pero reduce aún más la aparición de las pulsaciones producto de usar una bomba peristáltica<sup>18</sup>.

---

<sup>17</sup> En la Figura 20, se aumentó el brillo un 40% para que el cono de aglomeración fuese más notorio, en amplitud y densidad de la nebulización

<sup>18</sup> Se recomienda usar una bomba peristáltica de alta precisión, con embolo, para la cancelación completa de las pulsaciones a la salida del aglomerante.

**Tabla 11.** Caudal de aglomerante sobre el lecho de polvos.

<i>Tipo de aguja usada</i>	<i>Caudal promedio [mL/min]</i>
<i>Sin aguja</i>	1,978 ± 0,103
<i>Con aguja</i>	1,986 ± 0,025
<i>Aguja entrechada para fomentar efecto Venturi</i>	1,810 ± 0,054

c) *Determinación de la velocidad de giro del tambor*

Dado que se decidió cambiar el acetato utilizado como aspa de raspado ubicado al interior del tambor de peletización por otro acetato de mayor calibre para este trabajo de investigación con el fin de mejorar la limpieza de las superficies, fue necesario la verificación de la velocidad real de rotación empleado un tacómetro (Lutron DT-2238).

La Tabla 12 muestra la velocidad de rotación del aglomerador de tambor, la cual fue contrastada con un tacómetro, en la que se pudo observar que la velocidad dada al controlador (75 rpm) es superior con respecto a la medida con el tacómetro en los tres escenarios planteados, debido al aumento de la fricción del acetato con las paredes del tambor, por lo que fue necesario realizar un ajuste al controlador hasta 84 rpm con el fin de garantizar una velocidad de 75 rpm.

**Tabla 12.** Velocidad de rotación del tambor

<i>Ensayo</i>	<i>Controlador [rpm]</i>	<i>Tacómetro [rpm]</i>
<i>1 sin polvos ni aglomerante</i>	75	66 ± 0,1
<i>2 con polvos sin aglomerante</i>	75	67 ± 0,1
<i>3 con polvos y aglomerante</i>	75	64 ± 0,1
<i>Ajuste para 75 rpm en tacómetro con condiciones 3</i>	84	75 ± 0,1

4. *Propiedades superficiales de los polvos de trabajo*

Algunas imágenes representativas de la mojabilidad medida a través del ángulo de contacto entre las partículas submicrométricas prensadas de alúmina TCH-63, y cada una de las soluciones de aglutinante, son mostradas en la Figura 21.



**Figura 21.** Medición del ángulo de contacto entre la alúmina TCH-63 y cada aglomerante.

Los resultados de las mediciones de dichos ángulos se encuentran en Tabla 13, donde se muestra que las soluciones preparadas presentan buena mojabilidad<sup>19</sup>, siendo evidente que el ángulo generado por el PVA-R, es apenas inferior al de la solución de PVA-C y mucho menor que el de la solución realizada con maltodextrina. Lo que implica que la solución aglomerante de PVA grado reactivo, presenta una mojabilidad superior a la de los otros aglomerantes evaluados. Sin embargo, dado el elevado costo del PVA-R, comparado con el comercial, se convierte en un criterio de decisión en la elaboración de aglomerados usados en proyección térmica, sin dejar de lado que el principal criterio en la toma de decisiones en la selección de insumos está regido por las propiedades mecánicas que estos confieran a los gránulos fabricados.

**Tabla 13.** Medida del ángulo de contacto para polvos compactados de alúmina TCH-63.

<i>Aglutinante</i>	<i>Ángulo de contacto</i>
<i>PVA-C</i>	$35,7 \pm 0,6$
<i>PVA-R</i>	$34,1 \pm 0,6$
<i>Maltodextrina</i>	$40,9 \pm 0,9$

### C. *Parámetros de aglomeración*

El proceso de aglomeración se realizó adicionando al interior del tambor partículas submicrométricas en baches de 15 g, las cuales, fueron expuestas a un movimiento de rotación constante que propicia el efecto de cascada cuando el tambor se encuentra en un ángulo de inclinación de 88°. Sobre el lecho de polvos en rotación, se suministra el aglomerante en forma de spray, producido por una manguera coaxial, que transporta en su parte externa aire con presión de 15 MPa, y en su parte interna cada una de las soluciones aglomerantes que son alimentadas mediante la bomba peristáltica, hasta llegar a la boquilla con abertura de  $405,684 \pm 7,873 \mu\text{m}$ , la cual en su interior tiene una malla N° 14 según norma ASTM E-11, que busca reducir las

<sup>19</sup> A lo largo de investigaciones del grupo GIMACYR se ha encontrado que para ángulos de contacto inferiores a 45°, se pueden catalogar los aglomerantes como soluciones de buena mojabilidad, al ser usadas en la formación de aglomerados para proyección térmica.

pulsaciones y fomentar la fragmentación de las gotas de aglomerante. La solución aglomerante humecta con finas gotas las partículas al interior del tambor peletizador.

En la Tabla 14 se muestran los parámetros asociados al equipo en el proceso de aglomeración realizado en el aglomerador, para cada bache trabajado los cuales fueron definidos a partir de estudios previos.

**Tabla 14.** Parámetros del equipo usados para aglomeración de  $Al_2O_3$

<i>Parámetro</i>	<i>Unidad</i>
<i>Peso material [g]</i>	15,00 ± 0,005
<i>Caudal de aglomerante [mL/min]</i>	1,986 ± 0,103
<i>Inclinación del tambor de aglomeración [°]</i>	88
<i>Frecuencia del motor [Hz]</i>	3,75
<i>Velocidad de rotación del tambor [rpm]</i>	75 ± 0,1
<i>Tiempo de aglomeración [seg]</i>	Ver Tabla 15
<i>Presión de aire [MPa]</i>	15
<i>Abertura de la boquilla [µm]</i>	405,684 ± 7,873
<i>Malla ubicada en la boquilla [N°]</i>	14
<i>Separación entre la aguja y la boquilla [cm]</i>	14,63 ± 0,01
<i>Flujo de aire [SCFH]</i>	2,4-2,6
<i>Volumen de aglomerante [mL]</i>	PVA-C 2,13 ± 0,05
	PVA-R 1,94 ± 0,05
	Maltodextrina 1,07 ± 0,05

El tiempo de aglomeración está limitado por el tiempo que demora la bomba peristáltica en transportar la totalidad del volumen de aglomerante hacia la boquilla de atomización; es decir, la rotación del tambor, la apertura del flujo de aire, y el encendido de la bomba peristáltica se hacen en simultáneo y los tiempos de bache aglomerado se muestran en la Tabla 15.

**Tabla 15.** Tiempos bache de aglomeración para cada solución acuosa de aglutinante.

<i>Aglutinante usado</i>	<i>Tiempo de duración del bache [seg]</i>
<i>PVA-C</i>	65
<i>PVA-R</i>	59
<i>Maltodextrina</i>	33

#### *D. Ensayos de friabilidad*

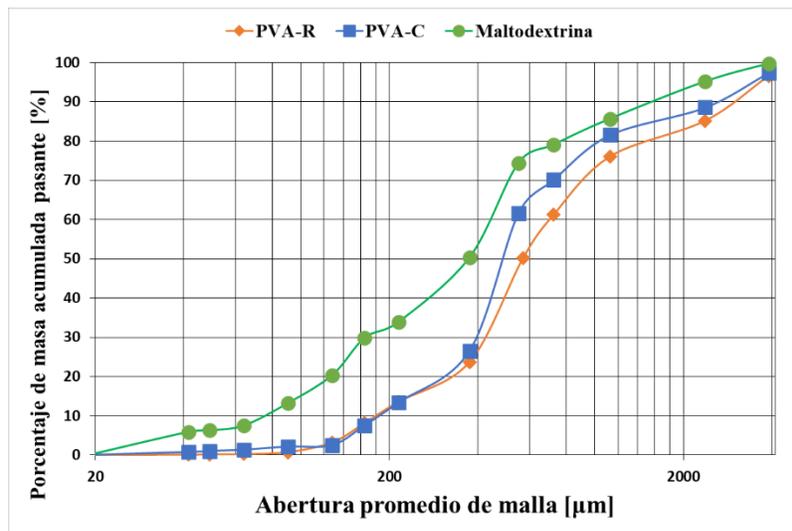
Los ensayos presentados a continuación, tienen como objetivo la determinación de la friabilidad de aglomerados fabricados en el peletizador de tambor, en condiciones definidas y expuestas en el apartado VII.D, donde se busca fomentar esfuerzos presentes en la cadena de suministros y/o en su uso como materia prima en la elaboración de recubrimientos, que afecten la estructura de los gránulos y genere rupturas por efecto de condiciones abrasivas o choques mecánicos, los cuales son comunes en el manejo de cualquier tipo de insumo particulado.

##### *1. Efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas para su uso en proyección térmica.*

En este primer ensayo de friabilidad, se evalúan las propiedades mecánicas caracterizadas por el menor valor de friabilidad de 3 lotes de aglomerados, uno para cada tipo de aglomerante (soluciones de PVA-C, PVA-R y Maltodextrina), usando como material de partida alúmina TCH-63, y empleando los rangos de tamaño comúnmente utilizados en proyección térmica (partículas entre 5 y 75  $\mu\text{m}$ ), como criterio en la definición del rendimiento de la operación de aglomeración.

Para este fin, se evaluó la distribución de tamaño de partícula de los aglomerados en las condiciones que salen del aglomerador, con un tiempo de curado de 10 días, obteniendo la gráfica mostrada en la Figura 22, en la cual se observa que los datos de tamaño de granulo elaborados con PVA, presentan comportamiento similar, con un pequeño corrimiento hacia la izquierda para los gránulos que se hicieron con el ligante comercial, es decir, que tienen un menor tamaño de partícula, lo que en principio nos indica que el costo adicional del PVA-R, no es compensado por el rendimiento en el proceso de aglomeración, el cual para ambos es bastante bajo como se muestra en la Tabla 16, con rendimientos inferiores 3,2%, pero con mejores cifras para el PVA-R, cuya curva de DTP se encuentra siempre por debajo de la obtenida para PVA-C, es decir presenta más material retenido en cada uno de los rango de tamaño.

Por otro lado los gránulos elaborados con maltodextrina como ligante se encuentran ubicados a la izquierda, de las otras dos curvas que tienen PVA como solución aglomerante, lo que implica que estos tienen un tamaño de partícula inferior, sin embargo, solamente el 14,48% del material aglomerado está dentro del rango de tamaño deseado, para la solución de maltodextrina como se muestra en la Tabla 16, lo que ubica a los gránulos fabricados con maltodextrina con el mejor rendimiento de los tres aglomerantes evaluados al momento de finalizar el proceso de aglomeración<sup>20</sup>.



**Figura 22.** Distribución de tamaño de partícula a la salida del proceso de peletización.

Los resultados mostrados en la Tabla 16, también evidencian que la mayor fracción de material se encuentra retenido sobre la malla # 200 (75 μm), para las tres soluciones aglomerantes utilizadas, razón por la cual se tomó la decisión de fracturar los gránulos de mayor tamaño, lo que permitirá la determinación de los índices de friabilidad de los aglomerados, según la redistribución de los gránulos en la columna de tamices.

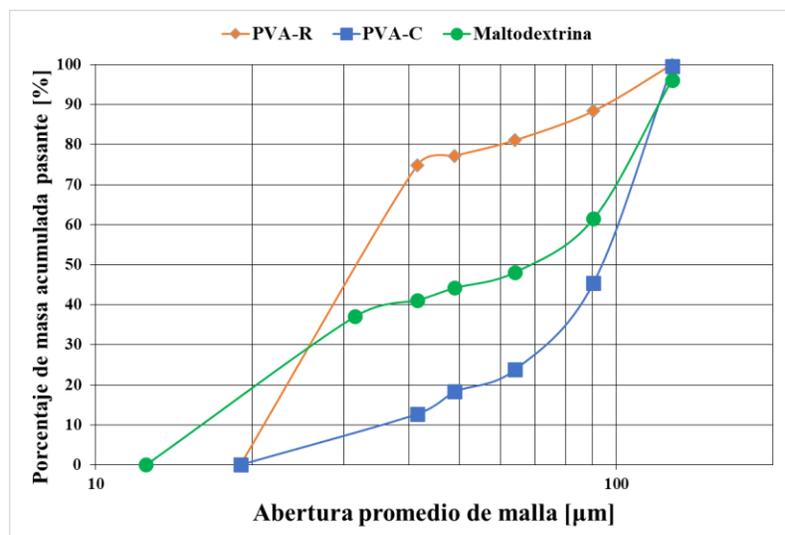
<sup>20</sup> El rendimiento del proceso en este primer análisis no tiene incidencia en las propiedades de friabilidad de los aglomerados.

**Tabla 16.** DTP de los gránulos fabricados según solución aglomerante a la salida del aglomerador.

<i>Solución aglomerante</i>	<i>Porcentaje de gránulos retenidos en cada fracción [% en peso]</i>		
	+ 75 $\mu\text{m}$	- 75 +25 $\mu\text{m}$	-25 $\mu\text{m}$
<i>PVA-C</i>	97,475	1,771	0,754
<i>PVA -R</i>	96,806	3,125	0,069
<i>Maltodextrina</i>	79,647	14,484	5,868

Para a esto se hizo una conminución, como la descrita en la metodología, a cada uno de los baches de los lotes analizados previamente, hasta lograr que la totalidad del material retenido sobre la malla N° 140 bajo norma ASTM E-11, con una abertura de tamiz superior a 106  $\mu\text{m}$ , se disgregara y distribuyera a lo largo de la columna de tamices, cuyo resultado se muestra en la Figura 23. En la Figura 23 se observa que para este caso nuevamente la maltodextrina es la que presenta un desplazamiento hacia los finos, sin embargo, dentro del rango de tamaño aprovechable, los aglomerados fabricados a partir de la solución de PVA-C presentan la menor cantidad de partículas pasantes.

Lo cual se ratifica con los resultados expuestos en la Tabla 17, donde es notorio que el PVA-C, es el aglomerante que permite que mayor cantidad de aglomerados tengan la resistencia mecánica e integridad estructural suficiente para mantener tamaños de partícula ente 25 y 75  $\mu\text{m}$ , comúnmente utilizados en proyección térmica.

**Figura 23.** Distribución de tamaño de partícula a la salida del proceso de conminución.

Es importante resaltar que los aglomerados elaborados con el PVA-R, presentan gran cantidad de gránulos por debajo de los 25  $\mu\text{m}$ , pero el proceso de tamizado no es la herramienta de clasificación adecuada, por tanto, es posible que existan aglomerados que puedan ser utilizados en proyección térmica pero no se tiene un criterio acorde al sistema de evaluación determinado en esta investigación que permita evaluar la veracidad de esta afirmación.

**Tabla 17.** DTP de los gránulos fabricados según la solución aglomerante posterior al proceso de conminución.

<i>Solución aglomerante</i>	<i>Porcentaje de gránulos en cada fracción [% en peso]</i>		
	+ 75 $\mu\text{m}$	- 75 +25 $\mu\text{m}$	-25 $\mu\text{m}$
<i>PVA-C</i>	0,459	86,811	12,730
<i>PVA -R</i>	0	25,160	74,840
<i>Maltodextrina</i>	3,836	59,102	37,061

a) *Determinación de índices de friabilidad según el tipo de aglomerante.*

Los índices de friabilidad de los aglomerados de acuerdo con lo expuesto en el apartado VII.D.3.a), para este trabajo, se definieron como el cociente entre la variación de masa y la masa inicial, cuyos resultados obtenidos determinan la friabilidad de condiciones propias de este proceso de conminución.

En este apartado, se tomó como criterio de selección aquellos gránulos con un tamaño de partícula superior a 38  $\mu\text{m}$ , y los índices de friabilidad estarán dados por la siguiente ecuación:

$$I_{F1} = \frac{P_{Inicial} - P_{Final}}{P_{Inicial}} \quad \text{Ecuación 5}$$

Donde  $P$  es el material retenido en la malla N° 400 según norma ASTM E-11, con abertura de 38  $\mu\text{m}$ , antes y después del proceso de conminución. El resultado de este análisis relaciona el efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas para su uso como materia prima en proyección térmica, y cuyo resultado se muestra en la Tabla 18.

**Tabla 18.** Índices de friabilidad para el efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas.

<i>Aglomerante empleado</i>	<i>Índice de friabilidad</i>
<i>PVA-C</i>	0,064
<i>PVA-R</i>	0,704
<i>Maltodextrina</i>	0,307

Los índices de friabilidad determinados por la Ecuación 5, presentan valores entre 0 y 1, donde entre más se acerque el valor del índice de friabilidad al cero menos friable será el granulo evaluado, por tanto, acorde a las condiciones de ensayo, este presentara unas propiedades mecánicas superiores.

El resultado mostrado en la Tabla 18 indica que, bajo las condiciones ensayadas y acorde con la función de friabilidad definida, la cual puede expresarse como el porcentaje del índice de friabilidad del aglomerado, los gránulos menos friables son los de Polivinil Alcohol de tipo comercial (PVA-C), seguidos por los de Maltodextrina grado farmacéutico y en último lugar el Polivinil Alcohol de grado analítico 99+% hidrolizado (PVA-R)<sup>21</sup>.

## 2. Ciclos acumulativos de vibración mecánica

La forma en que se diseñó la aplicación de ciclos acumulativos de vibración mecánica es similar al del ensayo de análisis granulométrico. No obstante, el objetivo no es la determinación de la distribución de tamaño de partícula de los aglomerados, sino la determinación de la cantidad de polvo que resulta en cada tamiz tras la abrasión que se produce entre las partículas de aglomerado producto del movimiento relativo entre estas, así como con la superficie de las mallas en la columna de tamices y el impacto propio de la vibración producida en el Ro-Tap. A partir de los resultados obtenidos en este ensayo es posible determinar la evolución en la distribución granulométrica de los aglomerados fabricados.

El resultado obtenido del ensayo anterior es que los tiempos de clasificación de los aglomerados, con y sin conminucion, son superiores a 500 minutos cuando estos se acumulan; sin contar el tiempo de preparación entre ciclos, por lo cual se tomó la decisión de evaluar únicamente los

<sup>21</sup> Con un criterio de selección diferente en la determinación de los índices de friabilidad, por ejemplo, un tamaño de partícula inferior, es posible que el PVA-R, presente una friabilidad menor, pero bajo los criterios evaluados en esta investigación no se tienen herramientas para confirmar esta aseveración, se sugieren investigaciones posteriores

aglomerados fabricados con la solución de PVA-C como ligante, por tener la menor friabilidad de los tres aglomerantes evaluados.

a) *Determinación de la distribución final de tamaño de partícula*

Al evaluar ciclos acumulativos de vibración, los cuales se establecieron de 5 minutos cada uno, de acuerdo con los resultados obtenidos en el análisis de la eficiencia del tipo de aglomerante, donde, para ciclos de vibración mecánica con tiempos inferiores a 5 minutos, no se observaron cambios en la distribución granulométrica, por tanto, con tiempos de ensayo más largos, es posible observar la evolución en el DTP de los aglomerados.

Esto facilitó la clasificación nominal por tamaño de gránulo fabricado, mostrando la aparición de tres modas, ubicadas en rangos de tamaño de partícula entre 25-50  $\mu\text{m}$ , para la primera moda, 345-470  $\mu\text{m}$  para la segunda moda y 1000-1300  $\mu\text{m}$  para la tercera moda, como se muestra en la Figura 24. Por otro lado, fue posible ver la evolución en la distribución de los tamaños de partícula para cada tiempo de ensayo y la redistribución de los aglomerados fabricados conforme se incrementa el tiempo de ciclo, como se observa en la Figura 25.

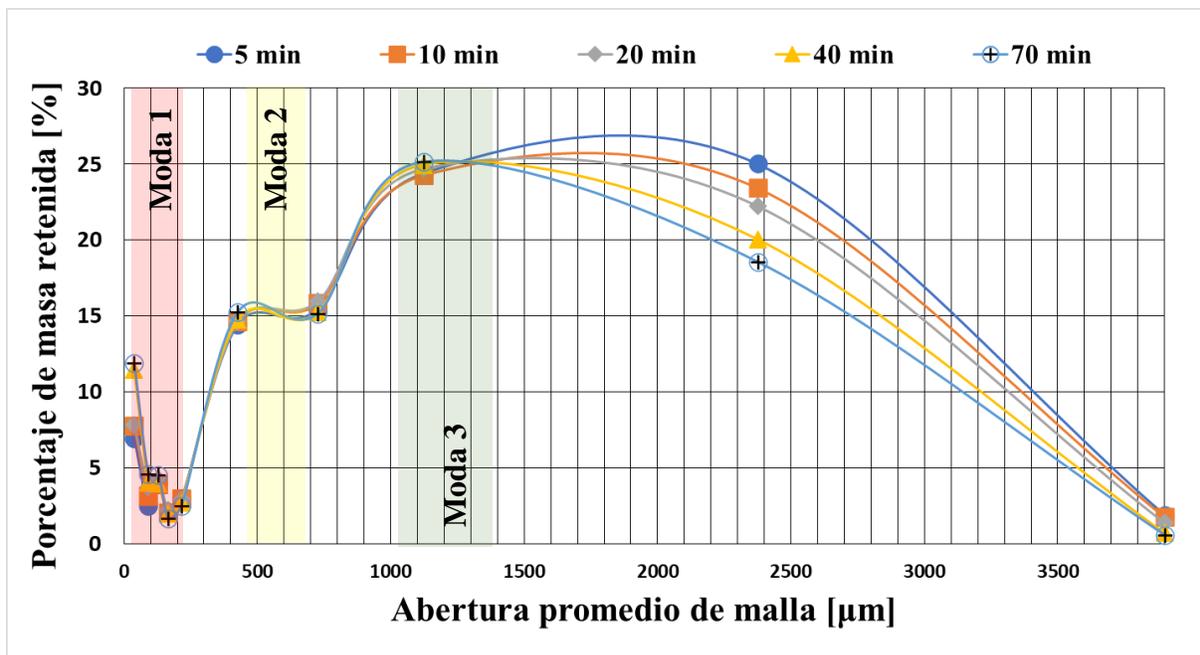
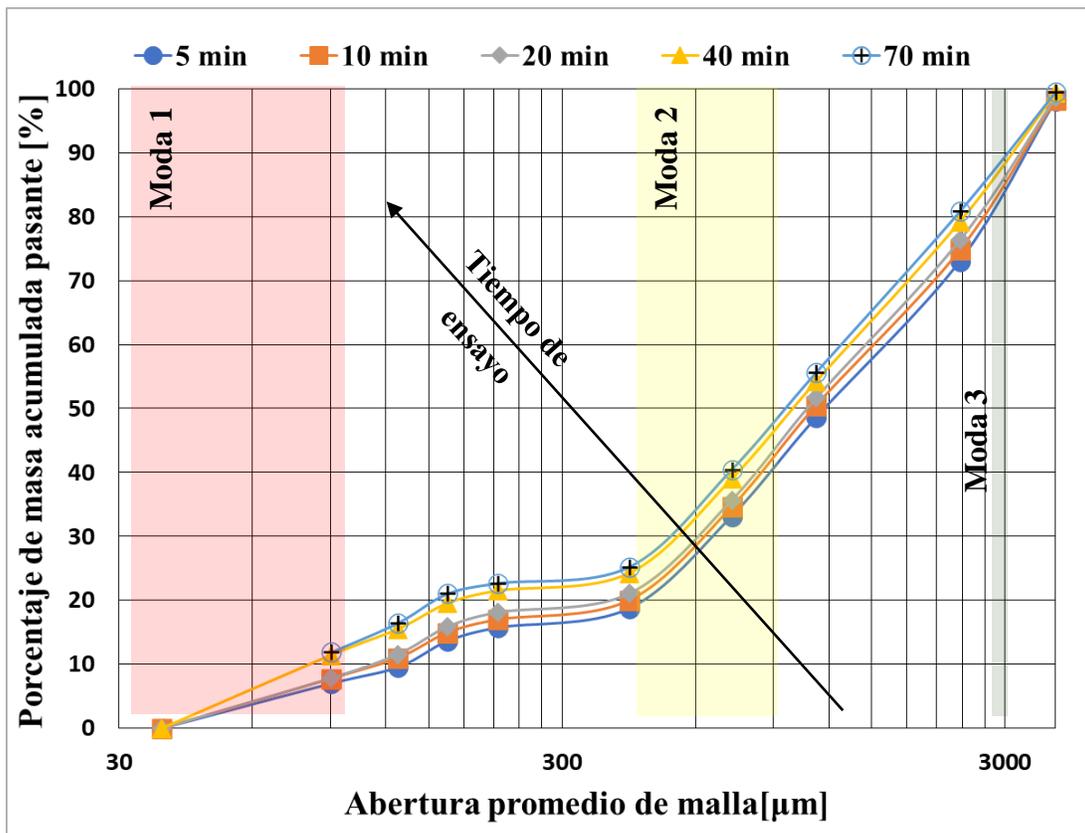


Figura 24. Distribución de tamaño de partícula de aglomerados para diferentes tiempos de ciclo de vibración.

Existen dos posibles comportamientos para los gránulos aglomerados al ser sometidos a vibración bajo las condiciones descritas en la metodología. La primera de ellas, cuando el tiempo de ciclo de vibración es muy corto, los gránulos de partículas con un DTP inferior a la abertura de la malla podrían seguir presentes en la malla evaluada, mostrando un desplazamiento de la distribución de tamaño de partícula hacia la derecha, es decir no se observa el distribución real en el tamaño de granulo; por otro lado, si se selecciona un ciclo de vibración muy alto, este daría lugar a esfuerzos producidos por la interacción entre las partículas, que podrían disgregar los gránulos mostrando un DTP desplazado hacia la izquierda



**Figura 25.** Evolución de la distribución de tamaño de partículas aglomeradas.

En la acumulación de los ciclos de ensayo, se observa un leve desplazamiento de las curvas granulométricas hacia la izquierda, es decir, una reducción en los tamaños nominales de partícula, lo que indicaría que los aglomerados, alcanzaron baja o nula friabilidad, pues no se tiene la certeza de que estos se estén disgregando, o simplemente acercándose a su DTP real. Por lo anterior, se realizaron nuevos ensayos adicionando las esferas de alúmina, como cuerpos moledores que ayuden a disintegrar los gránulos de las partículas aglomeradas, aplicando esfuerzos por impacto.

*b) Determinación de la friabilidad para los ciclos de tamizado*

En el desarrollo de los ciclos acumulativos de vibración mecánica, se encontró que, en los aglomerados expuestos a tiempos de ensayo acumulado superiores a 70 minutos, la variación en el porcentaje retenido en malla es inferior al 0,1%, correspondiente a la incertidumbre de la balanza usada en el pesaje de los gránulos retenidos por cada tamiz. Es decir, que los esfuerzos propios del ensayo aplicados a los gránulos aglomerados son inferiores al valor crítico de friabilidad, para los cuales, la aplicación de ciclos adicionales de vibración, no modificó la distribución granulométrica obtenida a los 70 minutos acumulados (ver Figura 25).

Sin embargo, no es posible determinar si la redistribución en el tamaño de partícula corresponde a la buena clasificación de los gránulos, o a la disgregación de los aglomerados, por la aplicación de esfuerzos durante el tiempo de ensayo, pero en la evaluación del efecto del tipo de aglomerante en el rendimiento de partículas aglomeradas, si se observó, que cuando se disgregan partículas, la curva de distribución de tamaño de partícula, se desplaza no solo de izquierda a derecha, sino, de abajo hacia arriba. Por lo tanto, es posible que existieran gránulos de aglomerados con alta friabilidad frente al ensayo, que se fracturaran y ubicaran en un tamiz con abertura inferior.

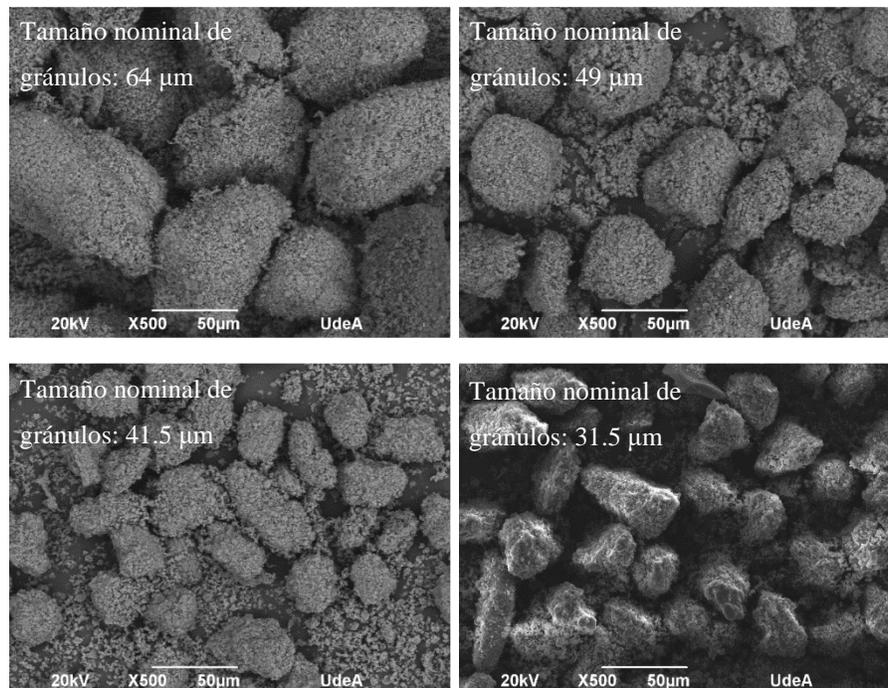
Entonces como media de la friabilidad cualitativa tendríamos el desplazamiento de la DTP de derecha a izquierda y de abajo hacia arriba, donde a mayores desplazamientos hacia arriba mayor friabilidad de aglomerado, pero esto debe ser evaluado en investigaciones posteriores, donde se permita evidenciar claramente la superficie de fractura del granulo.

*c) Morfología de partículas aglomeradas*

En la Figura 26, se muestra la morfología de las partículas aglomeradas a distintos rangos de tamaño aprovechables en los procesos de proyección térmica, donde se pudo identificar que los aglomerados son gránulos densos, lo cual es consistente con aglomeraciones en lecho de polvos de alta deformación [25], [44], fenómeno que describe el proceso de aglomeración de tambor rotatorio.

Las morfologías encontradas en la Figura 26, muestran aglomerados con relaciones de aspecto que se acercan a 1 en la medida que el tamaño de granulo aumenta, lo cual, presenta relación directa con la fluidez de aglomerados, es decir en la medida que el tamaño de granulo aumente se tendrá una mejor fluidez del material.

También se evidenció que las partículas de partida de mayor tamaño (mostradas en la Figura 17), tienen preferencia por hacer parte de los gránulos generados en el proceso de aglomeración, mostrando que las fuerzas de unión son de magnitudes significativas, y el tamaño de partícula tiene incidencia en la formación de los gránulos<sup>22</sup>; donde, estudios previos realizados por el grupo de investigación GIMACYR muestran una estrecha relación entre las morfologías de los polvos de partida, con las morfologías de los aglomerados primarios [8], [24].

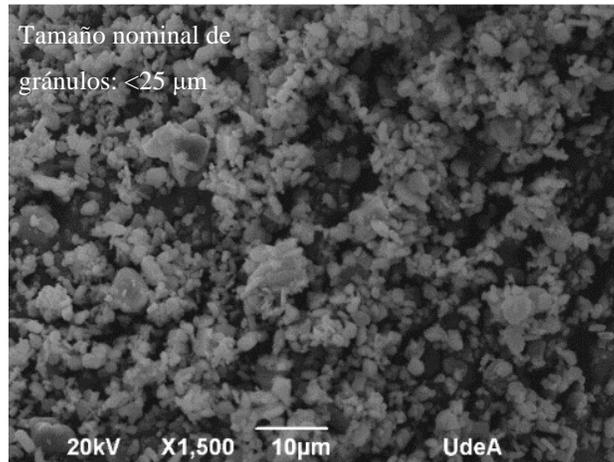


**Figura 26.** Morfología de gránulos de partículas aglomeradas.

En la Figura 27, se observa que aquellas partículas de partida con un menor tamaño tienden a quedar ubicadas en un rango de granulo inferior a 25 μm, formando aglomerados de baja esfericidad y constituidos por un número limitado de partículas de partida. Lo anterior indica que los aglomerados fabricados presentan baja friabilidad, a pesar de las altas exigencias en su clasificación por tamaño de partícula. Sin embargo, no es posible establecer si la morfología de cada uno de los gránulos está asociada o afectada por la fractura de cada aglomerado de mayor tamaño, por la ausencia de superficies de fractura bien definidas, y porque los gránulos de menor tamaño observados en las imágenes SEM de la Figura 26, podrían estar asociados a una pobre

<sup>22</sup>Se ha evidenciado una relación entre la morfología de los gránulos y las condiciones de aglomeración en lecho de polvos de alta deformación [25], [46]

clasificación granulométrica o a la disgregación en el transporte y preparación de las muestras, que implique un proceso de cuarteo mecánico sobre el total retenido para cada rango de tamaño de partícula.



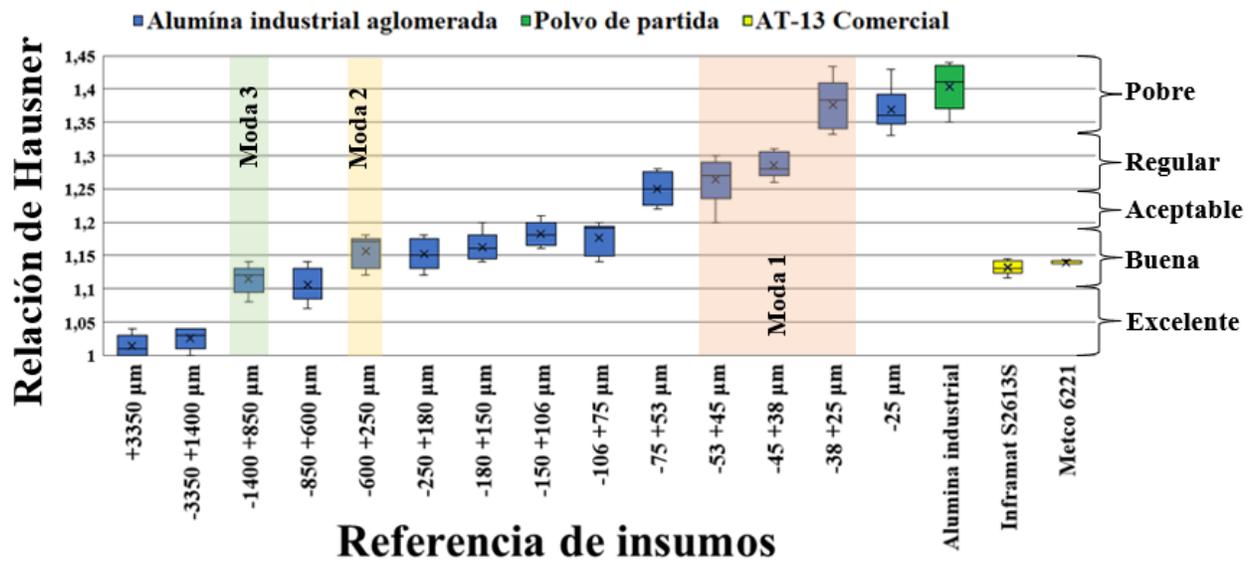
**Figura 27.** Partículas aglomeradas de alúmina TCH-63 retenidas en el colector de la columna de tamices.

*d) Fluidez de los gránulos*

Se evaluó la fluidez de los polvos haciendo uso de la relación de Hausner, la cual es una medida indirecta de la capacidad de fluir que tiene un conjunto de partículas en función de la variación de la densidad aparente libre y compactada [45].

La Figura 28 muestra que incluso aquellos gránulos retenidos en el colector de la columna de tamices con un tamaño de granulo inferior a 25  $\mu\text{m}$  presentan una fluidez ligeramente superior a los polvos de partida y que a medida que aumenta el tamaño de los gránulos su fluidez mejora. Además de lo anterior, la mayor fluidez de los gránulos puede ser debida a su morfología, ya que cuanto mayor es el tamaño de dichos gránulos, su relación de aspecto aumenta y, por lo tanto, su morfología tiende a ser más esférica. Aquellas partículas micrométricas de mayor tamaño ( $\geq 3350 \mu\text{m}$ ) presentan relaciones de Hausner cercanas a 1, cuya fluidez es desde buena hasta excelente.

Es importante resaltar que aquellos gránulos de alúmina superiores a 250  $\mu\text{m}$ , presentan valores de fluidez equivalentes a los observados a los polvos comerciales de AT-13, los cuales son polvos de alúmina aglomerados, con un 13% de óxido de titanio, por tanto, la totalidad de los polvos aglomerados en el peletizador de tambor rotatorio, cumplen con las condiciones de forma y con la fluidez equivalente a la encontrada en insumos comerciales que son importados al país.



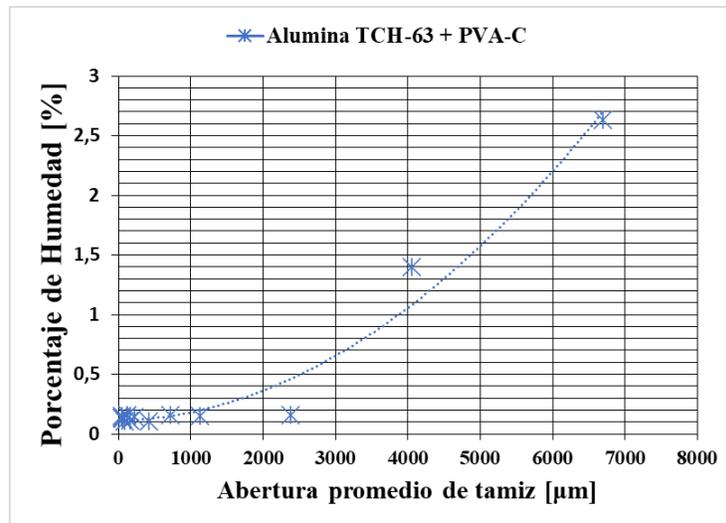
**Figura 28.** Relación de Hausner para partículas aglomeradas en laboratorio y para algunas de distribución comercial.

Por otro lado, a partir del comportamiento de fluidez mostrado en la Figura 28 por los aglomerados obtenidos, se observa una relación entre la fluidez y los rangos de tamaño de granulo en las modas evaluadas, donde para cada una de las modas descritas en la Figura 24, se evidencia un rango de fluidez medida por la relación de Hausner, lo que hace posible asignar condiciones de forma, entendidas como morfologías específicas; y fluidez a los aglomerados primarios secundarios y terciarios.

#### e) *Porcentaje de humedad en gránulos Aglomerados*

En este ensayo se determinó que los parámetros de curado a condiciones ambiente, posteriores al proceso de aglomeración, permiten erradicar la totalidad del porcentaje de humedad almacenado en los polvos en verde, para partículas en los rangos de trabajo habituales en insumos usados en proyección térmica.

La Figura 29, muestra el porcentaje de humedad de los gránulos fabricados tras un tiempo de curado de 10 días, en función del tamaño de granulo obtenido. En este resultado se logró determinar que los gránulos más grandes, retienen mayor cantidad de humedad y por lo tanto se requiere de mayor tiempo de curado que los gránulos micrométricos.



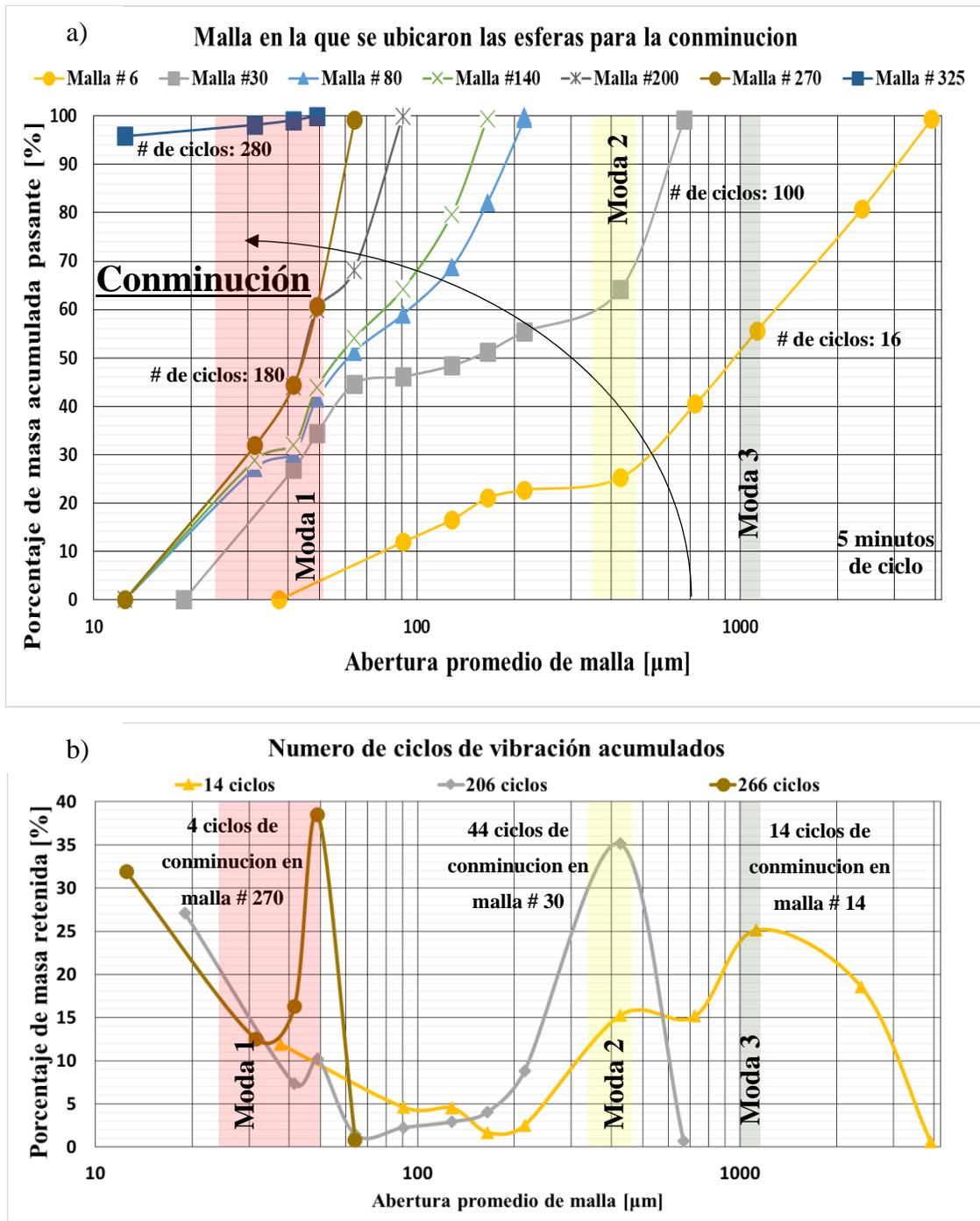
**Figura 29.** Porcentaje de humedad en aglomerados fabricados.

Esto, podría estar asociado a la mayor facilidad que tiene la humedad para migrar desde el interior de gránulos de pequeño diámetro frente a los de mayor tamaño.

### 3. *Conminución con esferas de alúmina*

La evolución en la distribución de los tamaños de partícula de los gránulos producto de las condiciones a las que se expusieron durante la conminución (que intensifica los esfuerzos de abrasión e impacto por la inserción de los cuerpos molidores de alúmina), se muestra en la Figura 30.

En la Figura 30-a, se evidencia que a medida que aumenta el número de ciclos el porcentaje de gránulos pasantes por las mallas de abertura cada vez más fina aumenta, hasta tal punto que con tan solo 16 ciclos de conminución los gránulos tenían un rango de tamaño entre 38 - >3000  $\mu\text{m}$ , pero a partir del aumento del número de ciclos los gránulos se fueron desintegrando por efecto del impacto y la abrasión hasta tal punto que a partir de 180 ciclos todo los gránulos habían alcanzado una distribución de tamaño entre 15 -65  $\mu\text{m}$ .



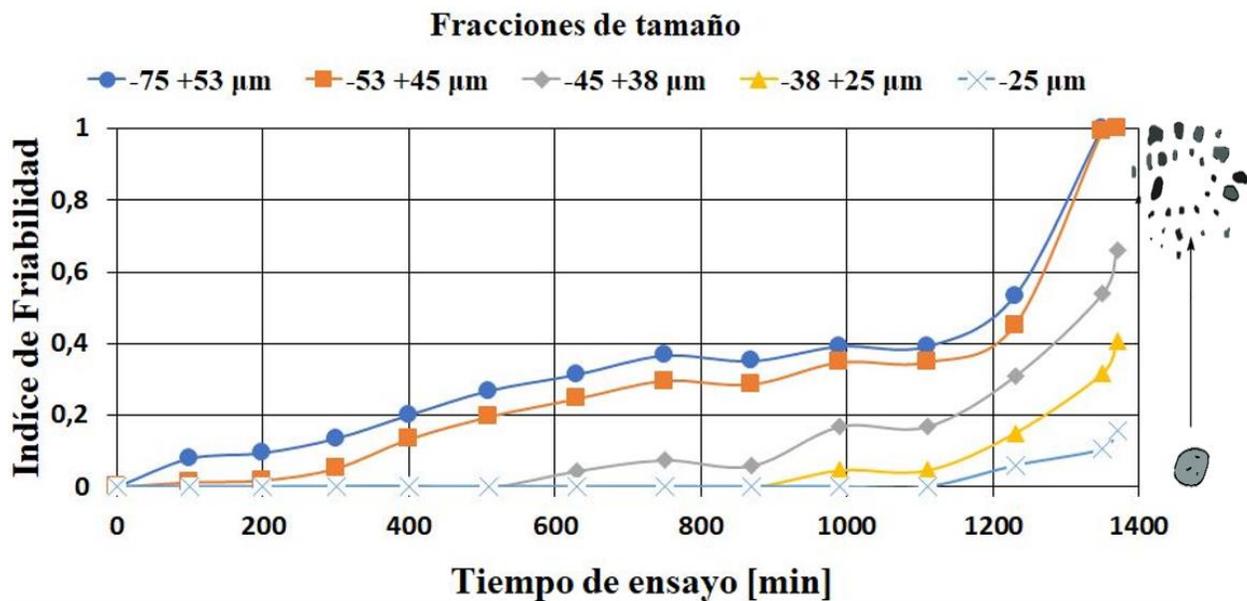
**Figura 30.** Evolución del tamaño de partícula en el proceso de conminución de los aglomerados. a) Distribución acumulada pasante. b) Distribución de porcentaje retenido en cada malla.

A partir de la Figura 30-b se puede corroborar la desintegración de los gránulos a medida que experimentan un mayor número de ciclos acumulativos, a tal punto que a bajo número de ciclos, la distribución de tamaño de los aglomerados es trimodal (correspondiente a aglomerados

primarios, secundarios y terciarios), pero con el incremento de ciclos de conminución pasa a ser bimodal, en la que los gránulos que permanecen son los correspondientes a los aglomerados primarios y secundarios. Adicionalmente, con un mayor número de ciclos acumulativos de conminución los aglomerados secundarios desaparecen y la distribución de tamaño se convierte en monomodal, en la que solo permanecen los aglomerados primarios.

La desintegración temprana experimentada por los gránulos de mayor tamaño (aglomerados terciarios), seguida por la de los de tamaño mediano (aglomerados secundarios) y finalmente la de los aglomerados de menor tamaño, indica que los aglomerados primarios (que se encuentran dentro del rango de tamaño de partícula usualmente usado para las materias primas empleadas en la fabricación de recubrimientos mediante proyección térmica) son los que requieren mayor energía para su desintegración y por lo tanto, son los menos friables.

A partir de lo anterior, los aglomerados primarios fueron clasificados en diferentes fracciones de tamaño ( $-75 + 53 \mu\text{m}$ ,  $-53 + 45 \mu\text{m}$ ,  $-45 + 38 \mu\text{m}$  y  $-38 + 25 \mu\text{m}$  y  $-25 \mu\text{m}$ ) y a cada una de ellas se les determinó el índice de friabilidad en función del tiempo de ensayo bajo vibración con los cuerpos molidores de alúmina, como es mostrado en la Figura 31.



**Figura 31.** Índice de friabilidad de aglomerados expuestos a vibración con cuerpos molidores de alúmina durante tiempo acumulativo.

Los resultados obtenidos indican que, aunque los gránulos correspondientes a las fracciones de tamaño más pequeñas soportan las condiciones a las que son expuestos (su índice de friabilidad es

cero incluso a ciclos de ensayo con tiempos acumulados superiores a 800 minutos), aquellos de mayor fracción de tamaño si logran desintegrarse y a medida que pasa el tiempo de ensayo la desintegración es mayor, aumentando así su índice de friabilidad.

## IX. CONCLUSIONES

Durante el desarrollo del trabajo se logró aglomerar mediante peletización en tambor rotatorio partículas submicrométricas de alúmina, utilizando tres tipos de soluciones acuosas de aglomerantes, encontrando que aquella constituida por PVA de grado comercial al 2,3 % en peso brinda el mayor rendimiento de aglomeración (mayor porcentaje en peso de partículas con tamaño entre 25 -75  $\mu\text{m}$ , como el requerido para su uso en proyección térmica), por lo que a los gránulos obtenidos con este aglomerante se les evaluó su friabilidad a partir del desgaste y el impacto producido por ciclos de tamizado.

La desintegración de los gránulos bajo el efecto del impacto y el desgaste producidos solo por la interacción entre las partículas fue baja, sin cambios aparentes en las fracciones de tamaño más finas, después de 70 minutos de ensayo, por lo que se requieren condiciones de prueba más agresivas, como las proporcionadas por los cuerpos molidores de alúmina, para poder evaluar la friabilidad de los gránulos con tamaños similares a los de las partículas usadas en la fabricación de recubrimientos mediante proyección térmica.

El uso de cuerpos molidores de alúmina imprime a los gránulos el impacto y el desgaste suficientes para desintegrar no solo los aglomerados terciarios (1000-1300  $\mu\text{m}$ ) y secundarios (345-470  $\mu\text{m}$ ), sino también los primarios (25-50  $\mu\text{m}$ ), aunque el tiempo requerido para disgregar los gránulos más pequeños es excesivo.

Los gránulos primarios obtenidos con el material de partida y bajo las condiciones utilizadas para su aglomeración son tan resistentes a la desintegración, incluso con cuerpos molidores de alúmina, que no requerirían de una sinterización posterior al proceso de granulación, para su empaque, manejo y uso en la fabricación de recubrimientos mediante proyección térmica.

El método usado para la medida de la friabilidad de los gránulos obtenidos por peletización es efectivo, pues se logran resultados comprensibles en cuanto a la desintegración de los aglomerados, incluso para rangos de tamaño como los usualmente usados para las partículas que se emplean como materia prima en la elaboración de recubrimientos mediante proyección térmica.

## X. RECOMENDACIONES

Evaluar la friabilidad de aglomerados haciendo uso de cuerpos molidores con una distribución de tamaño inferior a la utilizada en este estudio, con el fin de verificar, si su baja friabilidad se debe a la baja probabilidad de ser impactados por un cumulo de cuerpos molidores con un tamaño muy superior al de los gránulos a desintegrar.

Evaluar la friabilidad haciendo uso de superficies dieléctricas, para reducir la probabilidad de una nueva aglomeración de las partículas durante los ensayos de friabilidad, ya que estas se pueden cargar electrostáticamente por el movimiento relativo entre ellas y por el contacto con los tamices, lo cual puede sobreestimar la resistencia mecánica de los gránulos, especialmente para los pasantes malla #500, que son los que mayor carga podrían adquirir.

Se recomienda realizar este procedimiento de friabilidad empleando aglomerados elaborados con partículas de menor tamaño y compararlos con los resultados obtenidos en este trabajo.

Hacer estudios adicionales, que permitan calcular la energía necesaria para disgregar las partículas aglomeradas.

## XI. REFERENCIAS

- [1] J. A. Arias, “Agglomeración de partículas cerámicas nanométricas mediante peletización en disco para uso en proyección térmica por llama oxi-acetilénica,” Universidad de Antioquia, 2012.
- [2] R. Asthana, A. Kumar, and N. B. Dahotre, “Coatings and Surface Engineering,” *Mater. Process. Manuf. Sci.*, pp. 313–395, Jan. 2006, doi: 10.1016/B978-075067716-5/50007-8.
- [3] P. Fauchais, G. Montavon, and G. Bertrand, “From powders to thermally sprayed coatings,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 19, no. 1–2, pp. 56–80, Jan. 2010, doi: 10.1007/S11666-009-9435-X/FIGURES/21.
- [4] G. Skandan, R. Yao, B. H. Kear, Y. Qiao, L. Liu, and T. E. Fischer, “Multimodal powders: a new class of feedstock material for thermal spraying of hard coatings,” *Scr. Mater.*, vol. 44, no. 8–9, pp. 1699–1702, May 2001, doi: 10.1016/S1359-6462(01)00866-1.
- [5] J. R. Davis, *Handbook of thermal spray technology*. ASM international, 2004.
- [6] L. Pawlowski, *The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings: Second Edition*, SECOND EDI. 2008.
- [7] M. E. López-Gómez, C. Parra-Velásquez, F. Vargas-Galvis, D. Soto-Martínez, and C. F. Vásquez-Jiménez, “Elaboración de recubrimientos base cobre sobre un sustrato de porcelana mediante proyección térmica con llama oxiacetilénica,” *TecnoLógicas*, vol. 18, no. 35, pp. 83–91, Jun. 2015, [Online]. Available: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=344243102008>.
- [8] J. A. Árias *et al.*, “Pelletisation by tumbling as an alternative method of agglomerating nanometric particles for use as feedstock in bi-modal structured flame-sprayed ceramic coatings,” *Ceram. Int.*, vol. 45, no. 16, pp. 20936–20944, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.ceramint.2019.07.083.
- [9] E. Sanchez *et al.*, “Deposition of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> nanostructured powders by atmospheric plasma spraying,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 17, no. 3, pp. 329–337, 2008.
- [10] G. Di Girolamo, F. Marra, C. Blasi, E. Serra, and T. Valente, “Microstructure, mechanical properties and thermal shock resistance of plasma sprayed nanostructured zirconia coatings,” *Ceram. Int.*, vol. 37, no. 7, pp. 2711–2717, Sep. 2011, doi: 10.1016/J.CERAMINT.2011.04.024.
- [11] P. Bansal, N. P. Padture, and A. Vasiliev, “Improved interfacial mechanical properties of

- Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-13wt% TiO<sub>2</sub> plasma-sprayed coatings derived from nanocrystalline powders,” *Acta Mater.*, vol. 51, 2003.
- [12] R. S. Lima, A. Kucuk, and C. C. Berndt, “Integrity of nanostructured partially stabilized zirconia after plasma spray processing,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 313, no. 1–2, pp. 75–82, 2001.
- [13] I. D. Marinescu, W. B. Rowe, B. Dimitrov, and I. Inasaki, “Abrasives and Abrasive Tools,” *Tribol. Abras. Mach. Process.*, pp. 369–455, Jan. 2004, doi: 10.1016/B978-081551490-9.50012-8.
- [14] “TCH Series High Temperature Calcined Alumina Powder, TCH Series High Temperature Calcined Alumina Powder Products, TCH Series High Temperature Calcined Alumina Powder Manufacturers, TCH Series High Temperature Calcined Alumina Powder Suppliers and Exporte.” <https://www.zaly.com.cn/TCH-Series-High-Temperature-Calcined-Alumina-Powder-pl3370329.html> (accessed Nov. 09, 2022).
- [15] J. A. M. Torres, J. J. O. Flórez, and H. F. R. Molano, “Una aproximación a la tecnología de proyección térmica,” *Av. Investig. en Ing.*, vol. 9, no. 2, pp. 60–71, 2012.
- [16] M. Y. Ferrer Pacheco, C. M. Moreno Téllez, and F. Vargas Galvis, “Recubrimientos de circonia y alúmina por proyección térmica con llama: parámetros para obtener recubrimientos de alto punto de fusión.” 2018.
- [17] A. B. D. Nandiyanto and K. Okuyama, “Progress in developing spray-drying methods for the production of controlled morphology particles: From the nanometer to submicrometer size ranges,” *Adv. powder Technol.*, vol. 22, no. 1, pp. 1–19, 2011.
- [18] P. L. Fauchais, J. V. R. Heberlein, and M. I. Boulos, *Thermal spray fundamentals: from powder to part*. Springer Science & Business Media, 2014.
- [19] D. Schulze, “Powders and Bulk Solids: Behavior, Characterization, Storage and Flow” Springer: Berlin/Heidelberg, Germany, 2014.
- [20] L. Markusson, “Powder characterization for additive manufacturing processes.” 2017.
- [21] M. Attaran, “The rise of 3-D printing: The advantages of additive manufacturing over traditional manufacturing,” *Bus. Horiz.*, vol. 60, no. 5, pp. 677–688, Sep. 2017, doi: 10.1016/j.bushor.2017.05.011.
- [22] A. Nouri and A. Sola, “Powder morphology in thermal spraying,” *J. Adv. Manuf. Process.*, vol. 1, no. 3, p. e10020, 2019.

- 
- [23] D. Schulze, "Powders and bulk solids," *Behav. Charact. storage flow. Springer*, vol. 22, 2008.
- [24] J. F. Hernández, J. D. Arboleda, J. A. Arias, J. E. Parra, and F. Vargas, "caracterización de polvos para uso como materia prima en recubrimientos depositados mediante rociado térmico," *Sci. Tech.*, vol. 1, no. 36, 2007.
- [25] W. Pietsch, "Size enlargement by agglomeration," in *Handbook of powder science & technology*, Springer, 1997, pp. 202–377.
- [26] S. E. Pratsinis, "Flame aerosol synthesis of ceramic powders," *Prog. Energy Combust. Sci.*, vol. 24, no. 3, pp. 197–219, 1998, doi: 10.1016/S0360-1285(97)00028-2.
- [27] M. Fayed and L. Otten, *Handbook of powder science & technology*. Springer Science & Business Media, 2013.
- [28] R. D. Coleman, B. D. Sparks, A. Majid, and F. N. Toll, "Agglomeration-flotation: recovery of hydrophobic components from oil sands fine tailings," *Fuel*, vol. 74, no. 8, pp. 1156–1161, 1995.
- [29] A. Majid and B. D. Sparks, "Role of hydrophobic solids in the stability of oil sands fine tailings," *Fuel*, vol. 75, no. 7, pp. 879–884, 1996.
- [30] "Diferencia entre dureza y friabilidad | Definición, principio, medición, usos y diferencia." <https://pediaa.com/difference-between-hardness-and-friability/> (accessed May 26, 2022).
- [31] J. Werther and J. Reppenhagen, "Attrition in Fluidized Beds and Pneumatic Conveying Lines," *Fluid. Solids Handl. Process.*, pp. 435–491, Jan. 1999, doi: 10.1016/B978-081551427-5.50009-0.
- [32] M. de S. de la Nación, R. e I. Secretaría de Políticas, ANMAT, and INAME, *FARMACOPEA ARGENTINA*, Séptima ed. Buenos Aires: Administración Nacional de Medicamentos, Alimentos y Tecnología Médica, 2003.
- [33] E. Á. Á. Pedraza, "Friabilidad del suelo: métodos de estimación con énfasis en la determinación cuantitativa de la resistencia al rompimiento," *Rev. Investig. Agrar. y Ambient.*, vol. 8, no. 1, pp. 81–94, 2017, Accessed: Jun. 10, 2022. [Online]. Available: <https://hemeroteca.unad.edu.co/index.php/riaa/article/view/1840/2059>.
- [34] American Society for Testing and Materials, "D 746: Standard test method for brittleness temperature of plastics and elastomers by impact," 2004, doi: 10.1520/D0746-20.1.
- [35] T. Rosenqvist, *Fundamentos de metalurgia extractiva*. Editorial Limusa, 1987.

- 
- [36] G. Cylinder and T. Device, “Standard Test Method for Mechanically Tapped Packing Density of Fine Catalyst Particles and Catalyst Carrier Particles 1,” *Annu. B. ASTM Stand.*, vol. 03, no. Reapproved 2008, pp. 1–2, 2010, doi: 10.1520/D4164-13R18.2.
- [37] W. Conshohocken, “Standard Test Method for Viscosity by Ford Viscosity Cup 1,” *October*, vol. 06, no. Reapproved, pp. 94–96, 1999, doi: 10.1520/D1200-10.2.
- [38] N. Sieve, “Standard Specification for Woven Wire Test Sieve Cloth and Test Sieves 1 E2427 Test Method for Acceptance by Performance Testing,” pp. 1–11, 2017, doi: 10.1520/E0011-22.
- [39] E. R. Camargo Zambrano, “Estudio comparativo de algunas ferritas obtenidas por el método citrato,” *Dep. Química*, 2011.
- [40] B. R. Bhandari, N. Bansal, M. Zhang, and P. Schuck, *Handbook of food powders: Processes and properties*. Elsevier, 2013.
- [41] A. Zamorategui-Molina, N. L. Gutiérrez-Ortega, and J. Del Ángel-Soto, “Cinética de la adsorción de fluoruro y arsénico usando nano-fibras de alúmina,” *CienciaUAT*, vol. 14, no. 1, pp. 45–60, 2019.
- [42] “Fabricante de alúmina activada | JALÓN.” <https://www.jalonzeolite.com/es/product-item/activated-alumina/> (accessed Jan. 19, 2023).
- [43] A. Netto and M. F. y Fernández, *Manual de hidráulica*. Editora Blucher, 2018.
- [44] I. Alaathar, E. U. Hartge, S. Heinrich, and J. Werther, “Modeling and flowsheet simulation of continuous fluidized bed dryers,” *Powder Technol.*, vol. 238, pp. 132–141, Apr. 2013, doi: 10.1016/j.powtec.2012.03.048.
- [45] H. Kalman, “Quantification of mechanisms governing the angle of repose, angle of tilting, and Hausner ratio to estimate the flowability of particulate materials,” *Powder Technol.*, vol. 382, pp. 573–593, Apr. 2021, doi: 10.1016/J.POWTEC.2021.01.012.
- [46] S. M. Iveson, J. D. Litster, K. Hapgood, and B. J. Ennis, “Nucleation, growth and breakage phenomena in agitated wet granulation processes: a review,” *Powder Technol.*, vol. 117, no. 1–2, pp. 3–39, Jun. 2001, doi: 10.1016/S0032-5910(01)00313-8.