



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUIMICA

## Diseño de un Método para la Evaluación de la Resistencia a la Disgregación de Catalizadores Sólidos.

56

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
INGENIERO QUIMICO  
P R E S E N T A :  
*JOSE LUIS CARBAJAL CASTAÑEDA*



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado:

Presidente; Prof. Leopoldo Rodríguez Sánchez

Vocal: Prof. Martín Hernández Luna

Secretario: Prof. Enrico Martínez Sáenz

1er Suplente: Prof. Carlos H. Mená Brito Flores

2o Suplente: Prof. Jaime Noriega Berneches

Sitio donde se desarrolló el tema:

Laboratorio de Ingeniería Química, U.N.A.M.

Sustentante:

José Luis Carbajal Castañeda

Asesor del tema:

Dr. Martín Hernández Luna

A LA COMPAÑERA DE MI VIDA  
C A R M E N

A mis padres  
como un homenaje a su esfuerzo  
y dedicación.

A mis hermanos:  
Armando, Miguel Angel,  
Celia, Victor Manuel y a mis  
Sobrinos Oswaldo y Joel

A mis tios:  
Dr. José Manuel Estrada  
y  
Ma. Carlota Castañeda

AL DR. MARTIN HERNANDEZ LUNA  
GRAN PERSONA Y GRAN INVESTIGADOR  
POR SU APRECIABLE AYUDA EN LA -  
DIRECCION DE ESTE TRABAJO Y POR-  
HABER DESPERTADO EN MI EL INTERES  
POR LA INVESTIGACION.

AGRADEZCO AL DR. ENRICO MARTINEZ SAENZ  
SU VALIOSA AYUDA Y DESINTEREZADA COLABORACION.

A MIS AMIGOS.

## I N D I C E

Pág.

INTRODUCCION .....	1
--------------------	---

## PARTE I

CAPITULO 1.- CARACTERISTICAS DEL POLVO QUE INTERVIE NEN EN LA COMPACTACION .....	3
---	---

1.1 Forma de las partículas.

1.2 Superficie.

1.3 tamaño de partículas

1.4 plasticidad

1.5 humedad.

CAPITULO 2.- ESTUDIO DEL MECANISMO DE LA COMPACTA- CION .....	14
--	----

2.1 Propiedades de los granulados

2.2 Preparación de los componentes para compresión

2.3 Lubrificantes y adhesivos.

2.4 Presión aplicada

2.5 Mecanismo de transmisión de fuerzas.

2.6 Fricción

2.7 Mecanismo de compactación

2.8 Efecto de la presión en el volumen relativo

2.9 Efecto del aire atrapado

2.10 La ventaja de la cizalla

2.11 problemas de proceso.

CAPITULO 3 .- CARACTERISTICAS DEL SOLIDO COMPACTADO.....	57
3.1 Desgaste	
3.2 Peso	
3.3 Espesor	
3.4 Porosidad	
3.5 Dureza	

## PARTE II

CAPITULO 4 .- METODO PROPUESTO .....	64
4.1 Descripción del equipo	
4.2 Procedimiento de la prueba	
4.3 Condiciones de operación	
4.4 Establecimiento de las condiciones de la prueba	
4.5 Discusión del método de prueba	
CAPITULO 5.- ANALISIS Y PRESENTACION DE RESULTADOS .....	73
5.1 Descripción de los catalizadores usados	
5.2 Gráficas y tablas.	
5.3 Discusión de resultados	
5.4 Reproducibilidad de resultados.	
CAPITULO 6 .- CONCLUSIONES.....	102
BIBLIOGRAFIA .....	104

## INDICE DE FIGURAS.

FIGURA 1	Esfuerzo de rotura vs presión de compactación para varios tamaños de partícula.....	8
FIGURA 2	Esfuerzo de rotura vs. diámetro medio de partícula en mm. para cloruro de sodio.....	8
FIGURA 3	Defectos de fluidez en la tolva.....	14
FIGURA 4	Esquema de transmisión de fuerzas en la matriz .....	29
FIGURA 5	Distribución de fuerzas de compresión en el polvo compactado .....	31
FIGURA 6	Distribución de densidades en el polvo compactado .....	31
FIGURA 7	Distribución de fuerzas de compresión vs. - lubricación de la matriz .....	32
FIGURA 8	Estados de compactación en un mecanismo de unión líquida móvil .....	37
FIGURA 9	Estados de compactación en un mecanismo de microaplastamiento.....	40
FIGURA 10	Resistencia a la compresión de sílice vs. - fracción de volumen sólida.....	43
FIGURA 11	Resistencia a la tensión de sílice vs. fracción de volumen sólida .....	43

FIGURA 12 Resistencia a la flexión de sílice vs. - fracción de volumen sólida .....	43
FIGURA 13 Resistencia a la compresión de canto de sílice vs. fracción de volumen sólida...	43
FIGURA 14 Fuerza de compresión vs. volumen relati- vo .....	48
FIGURA 15 Fuerza de compresión vs. área superfi- cial.....	48
FIGURA 16 Densidad del compactado vs. fuerza de - compresión al introducir la cizalla.....	52
FIGURA 17 Caja rotatoria de cizalla.....	54
FIGURA 18 Caja anular de cizalla.....	54
FIGURA 19 Resistencia a la tensión del compactado- en función de la técnica utilizada.....	62
FIGURA 20 Esquema del aparato de disgregación acele- rada .....	66
FIGURA 21 Curva de calibración del rotámetro aumen- tando el By PASS .....	69
FIGURA A % PESO PERDIDO VS. TIEMPO, CATALIZADOR A	75
FIGURA B	A 77
FIGURA C	A 79
FIGURA D	B 81

FIGURA E	C	83
" F	D	85
" G	E	87
" H	F	89
" I	G	91
" J	H	93
" K	I	95
" L	J	97

## INDICE DE TABLAS

TABLA 1.-	RESISTENCIA AL CORTE DE VARIOS MATERIALES LUBRICANTES		22
TABLA 2.-	EFFECTIVIDAD DE VARIOS ADITIVOS EN CATALISIS		25
TABLA 3.-	CONSISTENCIA Y DENSIDAD DE SILICE EXTRAIDA A VARIAS COMPOSICIONES		44
TABLA 4.-	VALORES DE CALIBRACION DEL ROTAMETRO AUMENTANDO EL By PASS		66
TABLA A	VALORES DE PERDIDA EN g y % PARA VARIAS-CORRIDAS CATALIZADOR	A	74
B		A	76
C		A	78
D		B	80
E		C	82
F		D	84
G		E	86
H		F	88
I		G	90
J		H	92
K		I	94
L		J	96

## I N T R O D U C C I O N .

En todo laboratorio de investigación en catálisis, es necesario contar con métodos de compactación de polvos para elaborar catalizadores sólidos de una buena resistencia mecánica, para esto se pretende señalar principios generales que pueden establecer el método de compactación adecuado a las características de cada sólido en particular. La presentación de tales principios no pretende inestructurar un manual de compactación de sólidos catalíticos, sino solamente poner en forma resumida ciertos criterios generales y teorías que se han desarrollado en los últimos veinte años. Se presentan también varios mecanismos de compactación, así como las características de los materiales compactados y algunos métodos para evaluar la resistencia mecánica obtenida; tanto práctica como teóricamente.

La información sobre la resistencia a la disgregación es un factor importante en la evaluación de nuevos catalizadores en el laboratorio, la cual radica siempre en una comparación con la resistencia de otros catalizadores.

Con el objeto de disponer de datos para estas comparaciones se desarrolló una prueba de disgregación acelerada, la cual consiste en determinar la resistencia relativa al desmoronamiento de partículas de catalizadores sólidos. Este trabajo describe la prueba experimental, evaluación de algunos de los factores que influyen en la disgregación y presenta resultados de resistencia a la disgregación de diferentes catalizadores. La disgregación de catalizadores, durante la operación del reactor, es causada por varios factores como son, el desgaste de -

las partículas con las paredes del recipiente y entre ellas mismas.

En el diseño de una prueba de laboratorio apropiado para comparar la resistencia a la disgregación de varios catalizadores, es necesario reproducir tan cerca como sea posible el mecanismo de desmoronamiento de partículas de tal manera que los resultados obtenidos sean lo más representativo posible de la operación en los lechos catalíticos. Aunque no es posible reproducir exactamente las condiciones de una planta en el laboratorio, se probó una columna en la cual se introduce una corriente de aire a alta velocidad a través de un lecho de partículas de catalizador, el cual provoca la frotación del catalizador, causando el desmoronamiento deseado. El desgaste se nota por un cambio en la cantidad de partículas y se compara con el de otros catalizadores bajo las mismas condiciones.

Aunque las comparaciones entre los catalizadores son relativas y no permiten predicciones cuantitativas directas de las pérdidas que se presentan en las plantas industriales, los resultados de la prueba son útiles para la evaluación, en el laboratorio, de nuevos catalizadores para operaciones comerciales; cabe señalar que la validez de este tipo de prueba radica en la resistencia a la disgregación comparativa entre diferentes sólidos.

En el aparato arriba descrito, se ha logrado aproximar las condiciones hidrodinámicas de un lecho empacado, ampliando el efecto que sobre la partícula sólida presenta el paso de un gas.

P A R T E I

ASPECTO TEORICO

## C A P I T U L O 1

CARACTERISTICAS DEL POLVO QUE INTERVIENEN EN  
LA COMPACTACION.

En la compactación de polvos se comprimen partículas adyacentes para formar una sola, de mayor tamaño; - de tal forma que áreas de contacto interfaciales y fuerzas de superficie, tales como atómicas, moleculares y electrostáticas juegan un papel importante en la producción - de una nueva entidad estable. Esta estabilidad se mani- fiesta como resistencia mecánica y depende principalmente del tipo de fuerzas de atracción y el área sobre la cual ellas actúan.

La calidad de las fuerzas de atracción está intimamente ligada a las propiedades fisicoquímicas del material comprimido y serán consideradas en el mecanismo de unión. La producción de áreas de contacto dependen por - un lado de la naturaleza de la carga compactante y por - otro de las propiedades físicas del material.

1.1.- FORMA DE LAS PARTICULAS.- El tipo de material considerando son partículas que presentan vértices, aristas y superficies. Dichas partículas al someterse a la compactación, transmitirán la fuerza ejercida a través de éstas vértices, aristas, y superficies; a pesar de ser muy pequeñas se llega a acumular un esfuerzo considerable, es decir, un aumento de la fuerza interna que interactúa entre las partículas; existiendo un reacomodo entre las - partículas al presentarse simultáneamente la ruptura del material y la aparición de nuevas uniones entre las superficies resultantes de tal ruptura.

1.2. SUPERFICIE.- La acción primaria de la fuerza compactante es acercar las superficies de las partículas adyacentes y así esperando que las fuerzas activas de superficie consoliden la unión que va a dar consistencia a la nueva entidad.

Se hace patente por lo tanto; en el trabajo clásico de Bowden y Tabor (1), sobre el mecanismo de adhesión, la necesidad de superficies de adhesión perfectamente limpias para lograr una consistencia determinante.

Cualquier contaminación debida a la absorción de gases, humedad, capas de óxido, grasa y lubricantes disminuye ésta adhesión y precisamente es en esta condición en la que existen la mayoría de los polvos.

Estas películas de contaminación pueden eliminarse durante el mecanismo de compactación; produciendo áreas de contacto "limpias" y una mayor cohesión física entre partículas.

En la compactación todo el polvo está sujeto a una máxima acción de cizallamiento en sus superficies y ha sido probado que sólo la capa exterior producida por cizalla mantiene unida a la nueva entidad compactada, debido a que durante la compactación hay un movimiento relativo entre las partículas cuando la acción de cizallamiento ocurre, además de la deformación plástica y deformación elástica.

Se considera por lo tanto que cuando interfieren películas contaminantes en el sistema sujeto a compactación en seco y en frío, un mecanismo de cizallamiento entre partículas es esencial para la obtención de máxima-

consistencia. GREGORY RHYS JONES, y PHILLIPS (2), aumentaron exitosamente la densidad del aglomerado de polvo de carbón rotando las paredes de la matriz durante la comprensión y causando movimientos de cizallamiento entre las partículas.

Existe otra forma de producir áreas limpias de contacto para adhesión, produciendo nuevas superficies mediante la fractura de la partícula fundamental durante la comprensión, y esto presupone el uso de material esencialmente quebradizo o bien sujetarlo a una compactación con impacto.

Sin embargo, también existen fuerzas de adhesión debidas a la presencia de películas delgadas de líquido en la interfase interparticular las cuales son importantes en ciertas situaciones prácticas.

Las modernas teorías en tecnologías de gomas y adhesivos aceptan también la existencia de fuerzas moleculares en proporción considerable en la cohesión de partículas cuando se usan gomas y cementos, ésta evidencia fué revisada por CASS (3) que consideraba la posibilidad de un componente electrostático contribuyendo a la consistencia de un aglomerado, especialmente en aquellos procesos de compactación que usan un ligando (goma o cemento) para unir partículas no adherentes.

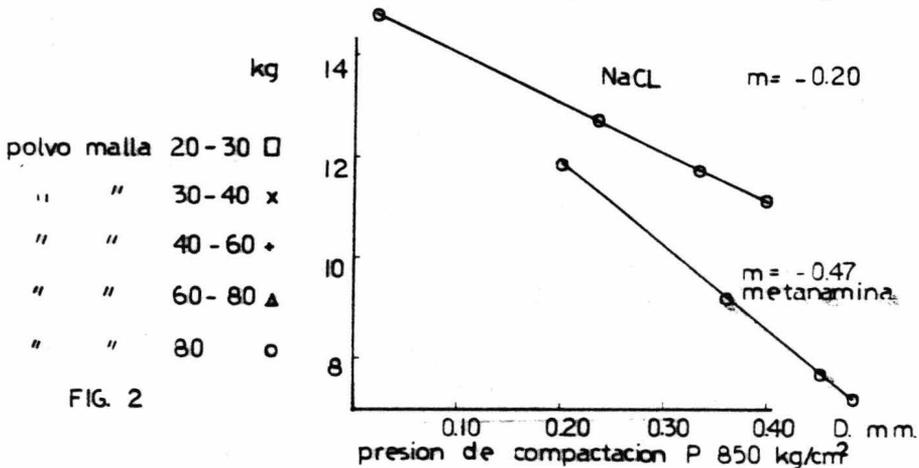
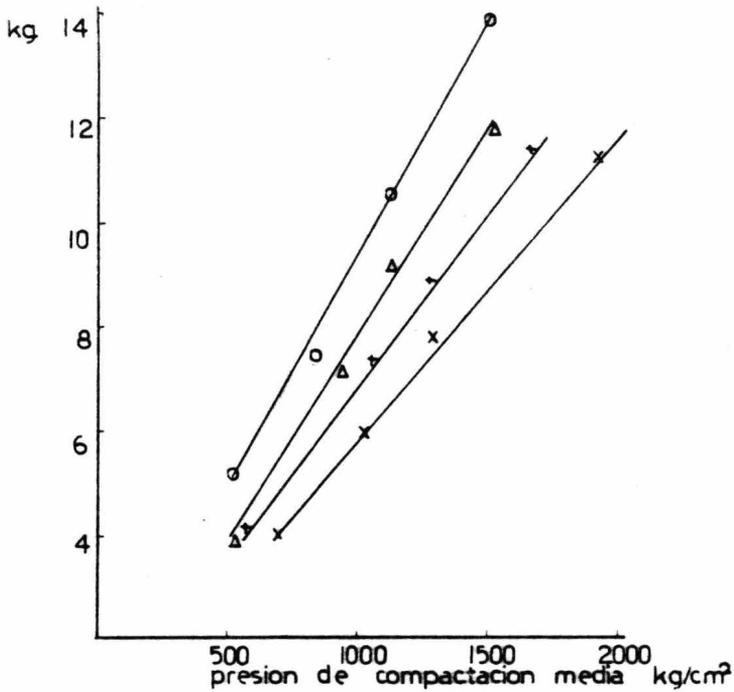
1.3.- TAMAÑO DE PARTICULA.- La figura 1 muestra el efecto, de utilizar fracciones de polvo de diferentes tamaños, en la dureza de la tableta resultante; específicamente con cloruro de sodio una disminución en el tamaño de la partícula proporciona un aumento en la consistencia de la tableta a diferentes presiones de compac-

tación. Estas tabletas al someterse a una prueba de compresión presentaron una ruptura a través del cristal, lo cual indica una unión partícula - partícula bastante consistente. Se hicieron también pruebas con aspirina en — donde se vió que el tamaño de la partícula tiene solo un pequeño efecto en la consistencia de la tableta y se observó que la ruptura ocurrió alrededor del cristal, lo — cual indica una unión partícula - partícula muy débil, pa ra explicar ésto; GRIFFITHS (4) postuló que la concentración de esfuerzos, (aumento de fuerza interna en la table ta al ser comprimida), ocurre en defectos o dislocaciones del sólido y es una función de la magnitud del defecto;— La teoría del defecto de GRIFFITHS (4) fué desarrollada — después para materiales policristalinos no porosos, por — OREWAN (5) quien sugirió que la consistencia de los materiales compactados es inversamente proporcional a la raíz cuadrada del diámetro medio de partícula.

$$F_{co} = Kd - \frac{1}{2} \quad (1.1)$$

donde  $F_{co}$  es consistencia de la tableta no porosa,  $d$  es — diámetro medio de partícula.  $K$  es constante y específica para cada material. Esta ecuación establece:

- a).— La ruptura ocurre en algún defecto del cris tal.
- b).— Las uniones entre las partículas evitan la propagación del defecto a partículas vecinas.
- c).— La fuerza necesaria para propagar la ruptu ra a través de las uniones es inversamente proporcional a la raíz cuadrada del tamaño de partícula.



RESISTENCIA A LA FALLA

Una relación más general resulta de este trabajo cuando se indica que el término de fuerza en la ecuación de OREWAN (6) es dependiente del material.

$$F_{co} = K_d - a \quad (1.2)$$

Donde  $a$  es una constante dependiente del material comprimido.

Este análisis concuerda con los resultados experimentales de SHOTTON (7) y GANDERTON, fig. 2. Sobre el cloruro de sodio y la metanamina, el valor  $a$ , de la constante del material es 0.2 y 0.47 respectivamente.

KNUDSEN combino la ecuación de OREWAN y la ecuación de RHYSKENTICH para obtener la siguiente ecuación.

$$F_c = K_d - a e^{-be} \quad (1.3)$$

Donde  $F_c$  es la consistencia de la tableta.

A bajas presiones de compactación la conducta de la metanamina es similar a la del cloruro de sodio ya que reduciendo el tamaño de la partícula aumenta marcadamente la consistencia o dureza del material a cada nivel de presión y la ruptura ocurre através de los cristales cuando la tableta es quebrada, lo cual indica gran fuerza de unión partícula - partícula.

A altas presiones de compactación (arriba de 1000 kg/cm<sup>2</sup>.) la resistencia a quebrarse decrece marcadamente debido a la formación de laminaciones perpendiculares al eje de compresión dando lugar al fenómeno llamado coronamiento.

De este trabajo es evidente que la teoría de - GRIFFITH sobre defectos del cristal solo es aplicable a - tabletas comprimidas que dan una unión partículas- partículas tan fuerte como la tableta misma, lo cual es patente al romper una tableta, por eso las fallas de la espirina ocurren al rededor del cristal; esto indica una débil- unión partícula - partícula y bajo estas condiciones el - tamaño del cristal tiene efecto despreciable.

A menudo muchas partículas existen como aglomerados de partículas más pequeñas, en la comprensión tales aglomerados son más despedazables que la partícula so la rompiéndose en más pequeñas unidades. La dureza de - las tabletas preparadas en tal forma es superior a la que se podría esperar del tamaño de partícula del aglomerado original. La formación de nuevas superficies al romperse el aglomerado promueve la formación de una gran cohesión en la comprensión, por lo tanto, para poder determinar una verdadera correlación entre consistencia de compactación y tamaño de partícula, es necesario clasificar por tamaños los cristales por medio de un tamiz y además examinar mediante el microscopio para determinar si la - partícula existe como partícula unitaria o como aglomerado de partículas más pequeñas.

Con partículas muy finas, el polvo adquiere -- gran cohesión, aún en un estado incomprensible. Por este método se han logrado tabletas extremadamente consistentes de cristales de cloruro de sodio, así como de - - otros compuestos, partiendo de partículas muy finas. Se considera que la fuerza de cohesión se produce por la -- gran superficie existente, (producto de las pequeñas partículas) que al momento de comprimir las pone en contacto íntimo provocando la libre actuación tanto de fuerzas - -

electrostáticas como de fuerzas moleculares, más sin embargo, existen problemas en los que se aumentan las posibilidades de que se de el fenómeno de coronamiento a una dada presión de compresión y mediante el uso de partículas muy finas, como resultado de la recuperación altamente elástica del material, debido al gran número de superficies de contacto partícula - partícula, que acarrean la carga: además el volumen del aire aprisionado también aumenta, esta.

1.4.- PLASTICIDAD.- Como se había dicho anteriormente, al iniciar la compactación, en el troquel existe una cama de polvo formado por partículas en contacto - por sus aristas, vértices y superficies; cuando se aplica la fuerza externa compactante a dicha cama, la transmisión de la fuerza a través del polvo es conducida por medio de estos contactos interparticulares. Se desarrollará como consecuencia una concentración de esfuerzos en sitios adyacentes a estos puntos prosiguiendo con una deformación del material. La naturaleza de esta deformación es de 3 tipos: elástica, plástica o destructiva, dependiendo de la velocidad de aplicación, de magnitud y duración del esfuerzo inducido localmente, así como de las propiedades físicas del material. Cuando existe solo una deformación elástica, si el módulo de elasticidad del material es muy alto, hay un pequeño o casi nulo movimiento, debido a que el sistema es rígido; en cambio si el módulo es bajo ocurre una distorsión temporal regenerándose a su forma original cuando cesa la fuerza. Por otra parte si el límite elástico se rebasa, continua una deformación plástica al aumentar la carga, la cual continua hasta que el área del material es capaz de soportar el esfuerzo máximo resultante inducido al aplicar la carga compactante. La mayoría de los sistemas almacenan algo de esta fuerza-

aunque como energía, que permite una recuperación elástica, al cesar la carga, bajo tales condiciones, resulta una deformación irreversible de la masa compactada. La magnitud de la tensión de recuperación plástica se reduce elevando la temperatura del material, tal hecho proporciona el fundamento del proceso de "prensado en caliente".

Ahora bien, si la velocidad de aplicación de la carga es suficientemente rápida y su magnitud excede un cierto valor crítico de umbral, el material es incapaz de deformarse plásticamente a una velocidad suficiente para distribuir la tensión inducida llegando como consecuencia de esto a la ruptura del material. Estos fenómenos se encuentran generalmente en partículas de sales orgánicas en las cuales existen fallas o defectos naturales y que al aumentar la tensión, debido a la concentración de esfuerzos, provoca la ruptura de acuerdo a la teoría de GRIFFITH sobre rupturas. Muchos de los conceptos básicos en este campo son resultados directos de investigaciones sobre el mecanismo de reducción de tamaño y es sabido que la ruptura es casi siempre provocada por cizallamiento. La ruptura alivia la tensión, pero como las superficies de la nueva partícula están todavía muy cerca una de otra, las condiciones para reunirse son excelentes.

Se puede provocar tal fenómeno en la mayoría de los materiales, es decir, causarle una fractura provocando una elevada tensión inducida dentro del material y a la vez aplicarla rápidamente, lo suficiente para llegar a la resistencia al choque, siendo este el fin que persigue la compactación directa.

1.5- HUMEDAD.- En la preparación de tabletas de catalizador es aconsejable una pequeña proporción de humedad, lacual esta en función del material a compactar, y obviamente será necesario hacer una serie de pruebas para establecer un óptimo de humedad para una mayor consistencia.

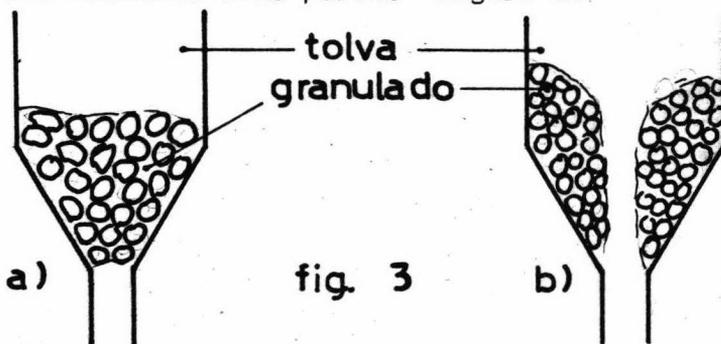
## C A P I T U L O 2

### ESTUDIOS DEL MECANISMO DE LA COMPACTACION.

2.1 PROPIEDADES DE LOS GRANULADOS.- Todos los materiales que se intenten comprimir deben cumplir con los requisitos fundamentales de fluidez y comprensibilidad.

La fluidez es necesaria para el transporte del material a través de la tolva, ya que las partículas sólidas se mueven solo por gravedad o conductos cada vez más estrechos, la partícula está sometida a presiones intensas de la misma masa que la acompaña. Dependiendo de la geometría del conducto, y de la partícula, el camino de la partícula se puede congestionar impidiéndole el paso, tales obstrucciones pueden ser: a) que se quede alomerao en la entrada de un conducto más pequeño. figura 3a.

B).- Que desde la parte superior hasta el conducto más estrecho exista un hueco, que impida el movimiento de las partículas cercanas a la pared. figura 3b.



Cuando el flujo se entorpece, se puede aplicar vibración a la tolva, pero se incurre en otro serio problema, puesto que la alimentación debe existir de una distribución de tamaños de partículas, y al vibrar la tolva, la alimentación se estaría tamizando es decir, separando partículas grandes de pequeñas, lo cual varia el peso de la tableta, uniformidad, y por último cohesión. El problema es solucinado, colocando partículas en forma de esfera o bien la forma geométrica que más se aproxime a esférica.

Se enumeran algunas propiedades generales de la alimentación.

A).- Partículas con forma esférica o que se acercan a esa forma, pues minimizan la fracción interparticular y se liberan relativamente de carga estática.

B).- Presente un rango de tamaño de partícula - que puede generar una curva de distribución normal, es decir con un porcentaje de partículas finas, un porcentaje de partículas gruesas y el resto oscilando entre ambos tamaños. Los polvos tienden a llenar los espacios entre las partículas grandes, por lo tanto, el llenado de la matriz es uniforme, sirven también los polvos para formar los puentes entre partículas que van a dar la consistencia al producto terminado. Muchos polvos interfieren el flujo de la granulación y pueden también causar defectos estructurales en la tableta.

C).- Cuando son más de un compuesto los que toman parte en la comprensión deben de conservar una perfecta distribución en la alimentación.

(Tener en consideración de que al menos uno de los constituyentes tiene buenas propiedades de cohesión).

La otra característica deseable es la comprensibilidad o sea la propiedad de formar una masa coherente, estable, las propiedades físicas, que mantienen unida a esta masa, es el objeto del presente capítulo, por lo tanto esta propiedad se describe a lo largo del mismo.

Las anteriores propiedades son un requisito indispensable para aquella substancia que se quiera compactar, la cual se puede preparar de la siguiente manera:

## 2.2 PREPARACION DE COMPONENTES PARA COMPRESION.

El método para preparar tabletas puede ser uno o la combinación de varios de los siguientes:

### 2.2 1. Métodos Secos.

- A).- Comprensión directa.
- B).- Granulación por compresión.

### 2.2. 2. Métodos Húmedos

- C) Granulación húmeda.
- D) Procedimientos especiales.

Las necesidades de pastillamientos y la actividad final de la tableta en catalisis determinarán el método seguido.

2.2 1. Métodos secos.- A).- Compresión directa. Generalmente son cristales de sales inorgánicas (cloruro de sodio, bromuro de potasio, cloruro de potasio), cuando es necesario compactar directamente otro tipo de sustancias surge la necesidad de recurrir a sustancias apropiadas para tal compactación. La mayoría de los materiales poseen una atracción molecular relativamente débil; o están cubiertos con una película de gas absorbido que interfiere a la transmisión de fuerzas.

Como decíamos anteriormente, es necesario recurrir a otras sustancias (aditivos) para efectuar la compresión directa en aquellas sustancias que son difíciles de comprimir directamente. Estos aditivos son sustancias inertes; en algunos casos, y en otros, se lleva a cabo una reacción química con el catalizador, y mejoran su consistencia.

Este procedimiento sencillo, en comparación con uno más complicado y tardado, como lo es el método húmedo, alienta a conocer más profundamente.

La mayoría de las características de una buena compresión directa fueron descritas en el inciso de alimentación, sin embargo hay algunas limitaciones para usar un aditivo.

a).- Diferencia de tamaño de partícula entre el aditivo y el catalizador, y/o diferencia de densidades, — esta diferencia puede provocar estratificación en alimentación haciendo variar el peso de la tableta y por lo tanto la consistencia.

b).- Que el aditivo disminuya la actividad del catalizador.

B).- Granulación por compresión. Cuando los ingredientes son susceptibles a la humedad o no toleran altas temperaturas en la operación de secado, y si los ingre—dientes de la tableta no tienen suficiente cohesividad, — se usa este método que consiste en la precompactación del polvo de catalizador seco con ayuda de lubricantes para — formar aglomerados que luego se trituran para darles el — tamaño adecuado de granulado volviéndose a comprimir.

Como en estas operaciones no se usa agua, es po—sible asociar sustancias incompatibles y además se evita el secado.

### 2.2.2.- Métodos Húmedos

Las partículas que forman los granulos deben — tener uniformidad en el tamaño para que el adhesivo se — pueda mezclar homogéneamente con estas, o bien disolverlo en agua y agregarlo después, dependiendo de la solubili—dad del adhesivo y del catalizador.

De esta última forma la alimentación adquiere — una consistencia pastosa, la cual se agita y calienta a — 100° C. hasta que el adhesivo se distribuye uniformemente durante un tiempo de 15 minutos a una hora, generalmente el indicio de que la alimentación es apropiada, general—mente es tomar un poco de pasta en la palma de la mano y — si los granulos se despedazan a presión moderada, ya esta lista para ser despedazada en un molino de martillos o en un granulador oscilatorio con el objeto de aumentar el —

area y facilitar el desplazamiento de la humedad al ser -  
 secado (este paso puede ser omitido), posteriormente se -  
 seca adquiriendo gran dureza los gránulos y dejándolos --  
 con la humedad adecuada para ser pastillado o bien para -  
 solo desplazar el solvente del agente adhesivo. Poste--  
 riormente se vuelve a tamizar considerandolo la siguiente  
 secuencia.

Tabletas de diámetro mayor de 6-32 pulgs. se -  
 usa malla 20. Tabletas de diámetro entre 7/32 y 9/32 pul-  
 gadas malla 16.

Tabletas de 10/32 a 13/32 pulgadas malla 14.

Tabletas de 14/32 pulgadas y más grandes malla 12.

Posteriormente se agrega el lubricante en forma tan fina-  
 como sea posible (60-100 malla)

D).- PROCEDIMIENTOS ESPECIALES.- Hay varias for-  
 mas más de preparar granulados, los cuales combinan en el  
 mismo equipo la adición del aditivo y el sacado, tal es -  
 el caso del sacador a presión o bien el secador de lecho-  
 fluidizado, en el cual se logra gran homogeneidad de par-  
 tículas de hasta 250  $\mu$ .

La mayoría de las sustancias requieren el uso-  
 de aditivos para obtener mayor consistencia y mejor cali-  
 dad; tales aditivos generalmente son: Lubricantes y adhe-  
 sivos.

2.3 LUBRICANTES Y ADHESIVOS.- Lubricante.- Los  
 lubricantes ayudan a la transmisión de fuerzas y reducen -  
 la adhesión con las paredes de la matriz.

Existen dos tipos de lubricantes:

a).- Lubricantes internos, los cuales se mezclan con el material al preparar la alimentación de la tabletadora.

b).- Lubricantes externos, se aplican a la superficie de la matriz. Los lubricantes internos debilitan a menudo las propiedades de consistencia.

A menudo es necesario utilizar un lubricante en la compactación de un polvo con el objeto de reducir al máximo la fricción con las paredes de la matriz, obtener mayor uniformidad y ayudar a la expulsión de la tableta compactada.

Los lubricantes de tabletas actúan en tres formas:

a).- Como deslizantes que promueven el flujo del polvo o de los granitos en la matriz.

b).- Como reductor de la fricción con las paredes de la matriz.

c).- Como antiadhesivo de la tableta formada, evitando que esta se pegue al ser expulsada.

La teoría de BONDEN y TABOR de la fricción sugiere que la fuerza de fricción proviene de la ruptura de planos existentes entre las dos superficies deslizantes, por lo tanto, la fuerza de fricción corresponde a la resistencia al corte del material que es compactado, lo cual es considerablemente menor que la resistencia al corte del material de la matriz y del área total de los planos.

Durante la compresión el polvo se fuerza a un contacto íntimo con las paredes de la matriz y eventualmente se obtiene una máxima presión con las paredes de la matriz equivalente al producto de la resistencia al corte del polvo y el area en contacto con dichas paredes. Esta condición es ha comprobado con substancias maleables como plomo y yodo, así como también de tabletas normalmente usadas como estearato de magnesio. Es evidente que los lubricantes de tabletas actuan interponiéndo una película de baja resistencia al corte entre la interface de las paredes de la matriz y el compactado, reduciendo la fuerza de fricción.

Existen métodos para determinar la resistencia al corte de cualquier material, consistente en medir la fuerza necesaria para desalojar la parte central de una pastilla, en forma similar a pruebas de penetración.

A continuación se presenta una tabla con valores de resistencia al corte para varios materiales lubricantes.

Tabla 1.- RESISTENCIA AL CORTE DE VARIOS MATERIALES.

Material	Resistencia al corte. Kg / cm <sup>2</sup> .
Estereato de litio	6.0
" " zinc.	9.3 - 20.2
Acido palmítico	12.3 - 12.7
" esteárico	13.3 - 13.7
Estereato de calcio	15.0
Parafina dura.	19.0
Estearato de magnesio.	20
" " potasio	31.3
" " sodio	33.9
Grasa sintética.	50.5 - 65
Talco con grano	63.2
" a través de grano	80
Acido bórico	73
Gráfico.	75

Claramente, se desprende de consideraciones puramente mecánicas que se desea el valor más bajo posible en el lubricante. Lo anterior sugiere que pueden ser vías más apropiadas los lubricantes líquidos (lubricantes hidrodinámicos) que los lubricantes sólidos (lubricantes-limitantes) normalmente usados. El problema con los lubricantes líquidos es que disminuye la fluidez de alimen-

tación desde la tolva y disminuyen la consistencia de la tableta. Para muchos materiales conforme aumentan la presión de compactación, la resistencia al corte también se eleva, este fenómeno es patente en lubricantes laminares como talco y granito; lo que sucede es que al aumentar la presión, la movilidad de las placas laminares disminuye y no se desliza fácilmente. El talco no debe por lo tanto usarse cuando se manejan altas presiones de compactación pues induce gran fricción en la tabletadora aún siendo buen adhesivo.

Adhesivos; los adhesivos aumentan la dureza del compactado y se clasifican según KOMAREK (8) en tres tipos:

a) Tipo matriz.

Este depende de su efectividad de penetración más o menos continua en la matriz al aglutinar el material. Se requieren grandes cantidades de este material debido a que su fuerza de película disminuye y al consistencia de la tableta depende de la presencia de una fase continua rodeando las partículas.

Ejemplos:

Carbón Brea.

Asfalto cemento y cera carnaciba.

Parafina, greda, almidón, azúcar, alquitran vegetal.

b).- Tipo Película.- Se usan generalmente como soluciones o dispersiones, el agua es el solvente más común pero también se puede usar alcohol, acetona, tetracloreuro de carbono.

Se usa principalmente cuando se va a secar la tableta, a la estufa, pues adquiere mayor dureza.

La cantidad de agregar depende de la densidad - de la partícula y de la superficie específica más que de la porosidad.

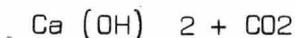
Ejemplo:

Agua, silicato de sodio, resinas plásticas, cola, almidón, gomas, bentonita, tapioca, glucosa, sacarosa, dextrina, lignosulfonatos, melaza, alginatos.

c).- Tipo Químico.- La dureza depende de la ~~re~~ reacción química entre el cuerpo de la tableta y el aglutinante, por ejemplo: fierro metálico que se premezcla - con hidroxido de calcio y melaza, utilizando la reacción - entre el Ca O y el azúcar se forma una fuerte unión a -- prueba de agua.

El Oxido de magnesio puede ser otro constituyente que de fuerza en el aglomerado agregando una solución - de cloruro de magnesio que forme un oxiclорuro entre las - partículas.

Ejemplos:



Una clasificación de adhesivos y lubricantes - usada en catálisis se presenta a continuación, pero es necesaria una evaluación experimental según los requerimientos de cada aplicación.

Tabla 2.- ADITIVOS USADOS EN CATALISIS Y SU EFECTIVIDAD.

ADITIVO	% PESO	EFECTIVIDAD
Adhesivos		
Brea asfaltos	2-50	D
Resinas	0.5-5	A
Agua	0.5-25	A
LUBRICANTES		
Gráfito	0.25-2	A
Estereato Aluminico	0.25-2	B
"      Magnesio, calcio	0.25-2	A
"      Litio, Zinc.	0.25-2	A
Acido esterárico	0.25-2	B
Esterotex	0.25-2	A
Talco	1-5	C
Agua	0.1 -5	A

La efectividad se determina por la letra

A excelente

B Bueno

C regular

D pobre

Un factor de vital importancia en la compactación es la fuerza de compresión, ya que depende fundamentalmente de la naturaleza del material por tal motivo a continuación se analiza que sucede con el material y como se trasmite esta fuerza.

2.4. PRESION APLICADA.- Todos los materiales están sujetos a una deformación elástica, recobrando su forma original cuando cesa la fuerza de compresión. En materiales puramente elásticos, esta recuperación puede romper cualquier unión que haya sido formada, al regresar a la forma original de la partícula, a menos que el límite elástico se exceda, llegando a la deformación plástica. El recobre elástico se puede demostrar al comprimir partículas de antrecita o globulos de poliestireno y al expulsar las de la matriz, estas se separan completamente debido a su gran elasticidad.

Con sustancias sujetas a deformación plástica en la compresión el recobre elástico es pequeño y puede ser absorbido por las pequeñas separaciones existentes en la tableta formada. Se puede aumentar la cohesión de la tableta variando las condiciones de la compresión.

2.5 MECANISMO DE TRAMISION DE FUERZAS.- Dentro del mecanismo de compactación existe una consolidación importante, no solo desde el punto de vista de interacción-partícula-partícula sino una interacción de los utensilios de la tableteadora, con las partículas, por lo tanto es necesario también considerar el mecanismo de transmisión de fuerza desde el punzón hasta el polvo.

Se considera que el sistema más sencillo de compactación involucra balances complejos de esfuerzos tanto aplicados como inducidos, muchos de los cuales, no pueden ser medidos con exactitud, así que sus efectos a menudo solo se pueden deducir indirectamente observando la conducta del material durante la compactación. El valor de tales observaciones es limitado por las imperfecciones naturales del material usado, esto hace que la correlación de efectos sea imposible y confusa.

Muchos investigadores han estudiado la compactación de polvos en matrices cilíndricas, midiendo las fuerzas tanto aplicadas como transmitidas, lo cual se presenta a continuación con el objeto de correlacionar los resultados.

En una tableteadora de golpe simple la fuerza de compresión ( $F_a$ ) se aplica con el movimiento del punzón hacia abajo y la fuerza transmitida, es la fuerza generada en el polvo hacia arriba, la cual es menor que la fuerza aplicada, debido a las fuerzas que se pierden.

La transmisión de fuerzas en el polvo es compleja, pero se puede considerar que consta solo de una fuerza axial que causa la compresión y una fuerza radial ( $F_x$ ) Ejecutada sobre la pared de la matriz. Durante la compresión la fuerza de fricción entre la pared de la matriz y el sólido evita mayor consolidación del compactado. Si  $\mu$  es el coeficiente de fricción entre ambos; entonces  $F_d = \mu F_x$  y por un análisis vertical de fuerza  $F_d = F_A - F_B$

Cuando la mesa alimentada a la matriz es constante la relación entre  $F_A$  y  $F_B$  es lineal (o bien la pre

si3n correspondiente  $P_A$  y  $P_B$  )

Sin embargo cuando la profundidad del polvo es variable SHAXBY y EVANS (9) encontraron una relaci3n logarítmica.

$$P_A = P_B \exp. \frac{4LK}{D} \quad ( - 1 )$$

L = Longitud del compactado

D = Diámetro " "

K = Constante del material

Más tarde UNCKEL (10) mostr3 que K puede ser reemplazada por el producto de la fricci3n ( $\mu$ ) y la relaci3n de esfuerzo radial y esfuerzo axial - ( $\eta$ ) por lo tanto

$$P_A = P_B \exp. \frac{4L \mu \eta}{D} \quad ( 2 - 2 )$$

La longitud del compactado solo decae logarítmicamente lo cual se puede demostrar tomando un elemento de longitud  $dL$ . El esfuerzo axial en este elemento es  $\sigma_z$  y el radial es  $\sigma_x$  la relaci3n entre estos dos esfuerzos esta dado por  $\sigma_x = \eta \sigma_z$

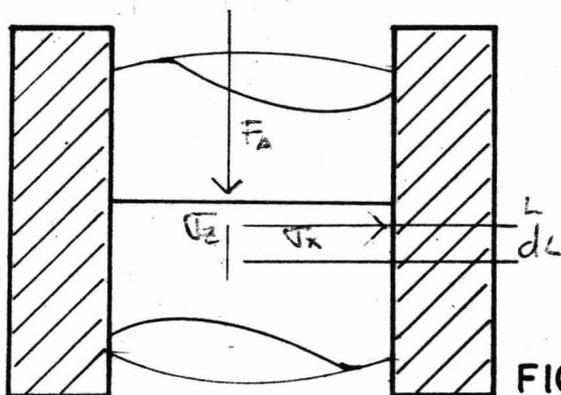


FIG. 4

Considerando un balance vertical de fuerzas en la figura

$$4. \quad \sigma_r \mu \pi D dL = - d\sigma_z \frac{D^2}{4} \pi \quad (2.3)$$

$$\eta \sigma_z \mu \pi D dL = - d\sigma_z \frac{D^2}{4} \pi \quad (2.4)$$

$$- \frac{d\sigma_z}{\sigma_z} = \frac{dL}{D} 4\mu\eta \quad (2.5)$$

$$\int_{P_A}^{P_B} \frac{d\sigma_z}{\sigma_z} = - \frac{4\mu\eta}{D} \int_0^L dL \quad (2.6)$$

$$\ln \frac{P_A}{P_B} = 4\mu\eta \frac{L}{D} \quad (2.7)$$

El uso de esta ecuación es difícil prácticamente por la dificultad de conocer el esfuerzo radial, sin embargo es útil solo para mostrar la importancia de una pequeña relación de  $L/D$  para la tableta cuando es compactada y la influencia del coeficiente de fricción, es de—

cir el uso de materiales en polvo sujetos a altas presiones provocan gran fricción y cuando la relación  $\frac{L}{D}$  es alta, habrá un decaimiento en la fuerza de presión aplicada, resultando una región pobremente compactada la cual queda exactamente junto al punzón inferior (punzón estacionario). Esto se reduce al usar dos punzones móviles (en vez de solo el superior) como en la tableteadora rotatoria.

Se deduce de lo anterior que durante la compactación la distribución de fuerzas en el polvo no es uniforme. Varias técnicas se usan para medir la fuerza a diferentes puntos en la tableta. Los primeros esfuerzos fueron algo burdos pues se colocaba un perdigón de plomo, cuya consistencia mecánica se conoce, en varias partes de la pastilla y mientras se compactaba se estudiaba por medio de rayos X su conducta, se mide posteriormente la deformación y se calculan las fuerzas.

TRAIN (11) midió la distribución de presión en el polvo mientras se comprimía. Usó una matriz de dos pulgadas en una prensa hidráulica para comprimir carbonato de magnesio, colocando resistencias sensibles a la presión, contenidas, en cápsulas de glicogelatina, en sitios conocidos.

Los cambios de la resistencia son seguidos durante el proceso de compresión y el volumen relativo  $(V_r)$  se calcula desde la distancia del punzón movido en la matriz.

$$V_r = \frac{L}{L_0} \quad . (2 - 8)$$

$L$  = Longitud observada de compactación

$L_0$  = Longitud del compactado o cero espacio vacío.

La figura 5 muestra la distribución de fuerzas en el compactado.

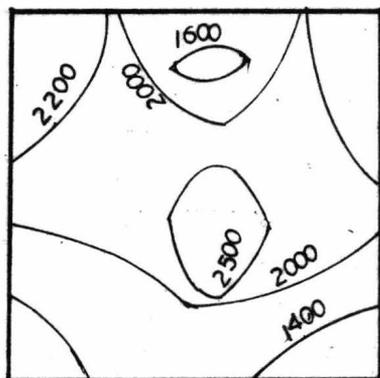


Fig. 5 Vista lateral de la pastilla compactada contra com presión.

La densidad se determina en alguna zona de la pastilla y la distribución se muestra en la fig. 6.

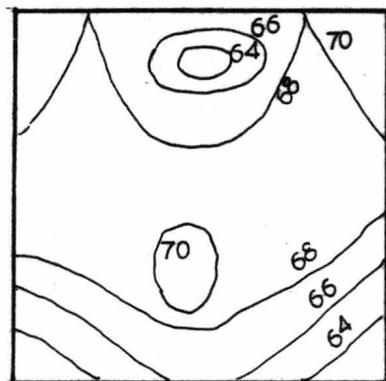
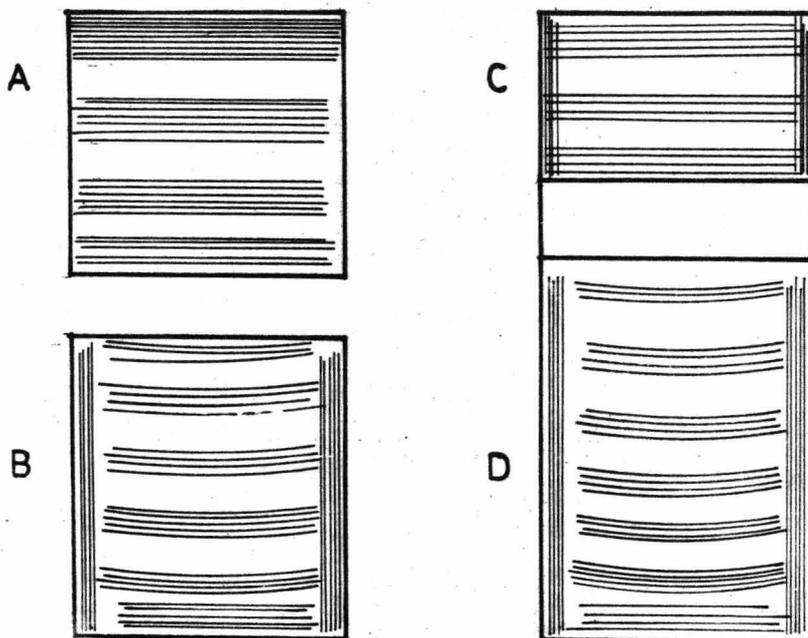


Fig. 6 vista lateral de la pastilla compactada  
contra densidad.

Como podemos observar las zonas de presión y densidad elevadas ocurren en la periferia de la tableta — cerca del punzón móvil y las zonas de más elevadas presión y densidad ocurren sobre el eje axial cerca del punzón estacionario.

Puesto que estos compactados son generalmente — cilíndricos, las regiones de alta densidad pudieron formarse por la migración de polvo en dirección radial, esto pudo comprobarse hasta que se usó dentro de una tableta — capas de polvo colorido y capas incoloras de carbonato de magnesio en forma alternada, los resultados se pueden observar en la figure 7.



En una matriz sin lubricar, el polvo cerca de las paredes no se mueve tan rápidamente (dibujos B y D, - figura 7) como el polvo que queda en el centro. En cambio un desplazamiento más uniforme se lleva a cabo cuando la matriz está lubricada. (Dibujo A y C figura 7)

2.6 FRICCIÓN.- Se ha puesto especial interés en el efecto de la transmisión de fuerzas a través de los puntos de contacto partícula - partícula.

Sin embargo LA consolidación también ocurre especialmente en los pasos iniciales de la compresión al deslizarse una partícula sobre otra, este fenómeno se ve influenciado grandemente por las propiedades de fricción de las superficies deslizantes.

Como resultado de los trabajos de BONDEN y TAMBOR (12) queda establecido claramente que el límite de la magnitud del esfuerzo cortante en las superficies es un parámetro importante y que la imposición tanto de esfuerzos tangenciales así como de esfuerzos normales provoca el rápido crecimiento de áreas de contacto nuevas.

En el presente análisis hasta ahora se ha considerado sólo aquellos factores que contribuyen a la total utilización de fuerzas en la compactación y algunas limitaciones en el proceso de aglomeración se han atribuido a propiedades inherentes del material, sin embargo, en la práctica, hay condiciones que entorpecen la utilización de la fuerza total de compactación. Una ejemplificación de tal suceso son los efectos de fricción entre partículas y con las paredes de la matriz y punzones. El estudio de los factores que gobiernan tal proceso es bastante

complejo sin embargo BONDEN y TABOR, (12) concluyeron en su estudio que en general el esfuerzo cortante del material en contacto con los punzones y matrices es el de mayor influencia sobre el resultado del compactado final (dureza).

Para facilitar la transmisión uniforme de fuerzas y reducir los efectos de fricción indeseables con los utensilios (punzones y matriz) así como todos los utensilios con los que entra en contacto desde que se alimenta a la pastilladora). Se aplican aditivos conocidos generalmente como lubricantes.

Se deduce de lo anterior que el entorpecimiento de tal fenómeno es producto del área de contacto de las partículas con los utensilios, así como del esfuerzo cortante del material en contacto, este último medido bajo las condiciones de presión.

El área de contacto es función del grado de consolidación que se alcanza durante la compresión, por lo tanto el único factor móvil en este caso es utilizar un lubricante con bajo esfuerzo cortante en un rango bastante amplio de fuerzas de compresión el cuál encubrirá a las demás partículas. La adición de lubricante al polvo facilitará la consolidación, produciendo tabletas más densas sin aumentar la presión compactante, pero reducirá fuerza de cohesión interparticular. En conclusión, si el material lubricante se usa en cantidades abundantes la consistencia final será muy baja; en cambio si se desean tabletas de elevada dureza el lubricante sólo será aplicado a las superficies de los utensilios y no mezclados directamente con el polvo.

Se ha demostrado recientemente que cuando la partícula a comprimir son relativamente grandes, la consistencia final del compactado es superior; lo cual hace suponer que el área de contacto intrapartículas se ve aumentado por la adición de lubricante. Lo anterior hace suponer que la adición de adhesivos y lubricantes afecta profundamente las características de compresión del material.

Una vez que se ha analizado el procedimiento de preparación para someter una substancia a la acción de la compactación, es ahora conveniente conocer como se lleva a cabo el mecanismo propiamente dicho, es decir, conocer la forma de como una tableta va adquiriendo consistencia conforme se desarrolla el mecanismo o bien simplemente conocer el fenómeno que se lleva a cabo para tal suceso sin olvidar que es fundamental la forma de preparar los componentes, ya que influyen en un porcentaje elevado.

2.7. MECANISMO DE COMPACTACION.- La producción de compactados coherentes partiendo del polvo se utilizan de la manufactura de pastillas de catalizador y muchas otras operaciones.

La consistencia se obtiene generalmente por polimerización térmica o química de los polvos constituyentes y puede involucrar uniones intermoleculares tanto físicas como químicas.

Si el compactado se secciona y estas secciones se examinan en el microscopio se obtiene así un panorama no solo del arreglo de partículas individuales sino del estado interno de las partículas mismas, por lo tanto cualquier teoría de la compactación debe ser compatible con esta evidencia visual.

Existen varias teorías sobre mecanismos de compactación que a continuación se analizan; los 6 primeros son físicos y el último químico.

Los mecanismos para la compactación se pueden dividir según Rumpff (13) en 7 grupos principales. Los cuales se pueden aplicar uno o varios a la vez en el proceso de compactación. A continuación se describen someramente:

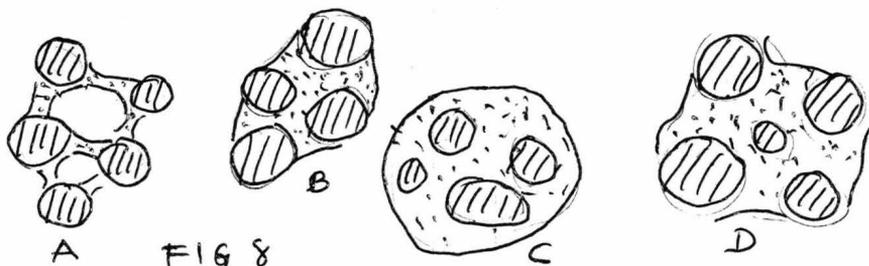
2.7.1.- Mecanismo de los puentes sólidos.- Es aquel que formado entre partículas por la sinterización de metales, por la cristalización de sustancias disueltas durante el secado como en la granulación de fertilizantes y el endurecimiento de agentes adhesivos como goma y resina.

2.7.2.- Mecanismo de unión líquida móvil. Este produce adhesión a través de fuerzas interfaciales y succión capilar. Adhesión es la unión partículas distintas o de partículas a superficies sólidas.

En el proceso de granulación húmeda, la presencia de humedad intergranular provoca la adhesión de partículas (estado pendular) donde los huecos entre partículas de polvo están sólo parcialmente rodeados de líquidos fig. 8-A existen puentes líquidos que mantienen las partículas unidas por medio de la fuerza de tensión superficial y la presión negativa de capilaridad lo cual produce que el sólido se moje.

Cuando los huecos se llenan completamente de líquido, el cual se extiende hasta el borde de los poros, la unión es provocada por fuerzas interfaciales en la superficie de la partícula y presión negativa de capilaridad, a través del espacio líquido. A esto se le denomina-

estado capilar fig. 8 B, el estado intermedio entre estas dos, se les denomina estado funicular fig. 8.C cuando el líquido envuelve completamente las partículas se mantienen unidas por medio de la tensión superficial de la gota aunque fuerzas intergranulares no existan, se le llama a este último fig. 8 D de la gota.



Durante el secado aunque alguna humedad residual puede permanecer, se pueden formar puentes sólidos en gránulo por fusión de los puntos de contacto a áreas de contacto similar a la sinterización, o por la vulcanización de un adhesivo agregado en forma de agente adhesivo, o por la cristalización de materiales disueltos.

2.7.3.- Mecanismos de las fuerzas intermoleculares y electrostáticas. En ausencia del líquido las fuerzas moleculares y electrostáticas provocan fuerzas de atracción entre las partículas. Las fuerzas moleculares del tipo valencia son de poca importancia debido a su extremadamente corto radio de acción. Las fuerzas de Van der Waals tienen valores significantes, aún, cuando las superficies de adición estén separadas hasta 1000 Å. La superficie de energía, la cual se considerará una medida de las fuerzas de adición de superficie, es máxima cuando la superficie no esta contaminada.

Durante el proceso de granulación se desarrollan además fuerzas electrostáticas debido a la fricción,

o a la reducción de tamaño de las partículas; la carga de sarrollada depende de la naturaleza del material y del tipo de movimiento realizado, además con materiales iónicos hay la posibilidad de que la superficie se polarice.

Cuando la superficie es cubierta por una capa rápidamente deformable, como lo es una capa grasosa, la deformación provoca un más íntimo contacto entre las partículas que se encuentran unidas por fuerzas de Vender - Waals. Sin embargo la consistencia de la unión es débil.

Con una capa menos deformable como lo es una capa de óxido, la unión no se realiza sin antes penetrar a remover ésta capa de óxido por una sección de cizallamiento.

Las fuerzas electrostáticas son relativamente pequeñas, pero actúan a gran distancia e influyen probablemente en la formación del gránulo por otro lado las fuerzas de Vander Waals, son relativamente más fuertes pero actúan sólo en un pequeño rango de distancia, por esta razón se supone que son las encargadas de aportar la consistencia para evitar el rompimiento de la entidad formada.

Durante la compresión las superficies son acercadas mediante una reducción de tamaño, o bien, por una deformación plástica.

Además la superficie puede penetrarse con los vértices o por una acción de cizallamiento provocado por deslizamiento entre partículas o por fricción con las paredes de la matriz. En este proceso aumentan considerablemente las fuerzas moleculares.

#### 2.7.4.- Mecanismo del entrelazamiento mecánico.

Es propio de materiales fibrosos y esponjosos. Es la formación de una maraña en 3 dimensiones la cual provoca que la compactación sea más consistente. Se considera una deformación de la partícula que le proporciona mayor resistencia mecánica.

Como se verá más adelante, esta teoría pertenece a un grupo de teorías desarrolladas con el fin de explicar la resistencia a la recuperación elástica de la partícula al cesar la fuerza de compresión.

#### 2.7.5.- Mecanismo de los puentes líquidos inmóviles.-

Se forman con materiales altamente viscosos como asfalto o resina, rompiendo por otro lado las uniones más débiles. Entonces las fuerzas de adhesión y/o cohesión son completamente explotadas, y la capacidad de unirse es mucho mayor.

#### 2.7.6 Mecanismo de microaplastamiento.-

El fenómeno del micro-aplastamiento se presenta generalmente en partículas muy pequeñas, las cuales al ser compactadas fluyen y algunas veces se fragmentan, a ellas se asocian propiedades adhesivas dentro de una masa de polvo. Las asperezas de pequeño radio de curvatura actuando sobre la superficie de partículas grandes tendrían la misma conducta, dicho mecanismo se presenta como dos teorías probabilísticas (14), (15).

A).- El primer proceso es el llenado de macroporos con partículas de tamaño original, lo cual se logra al deslizarse una partícula sobre otra una vez que se hubo deformado elásticamente o plásticamente o bien fragmentado.- Fig. 9A .

B).- El segundo proceso corresponde a un llenado de los microporos por medio de un flujo plástico de las partículas de tamaño original o bien después de que hubieran sido fragmentadas; el flujo plástico es el más versátil ya que fuerza la entrada de las partículas en los poros, dando mayor consistencia a la tableta Fig. 9 B .

Debido al acercamiento desordenado de las partículas será necesario una fuerza de compresión límite para llenar todos los macroporos y los microporos.

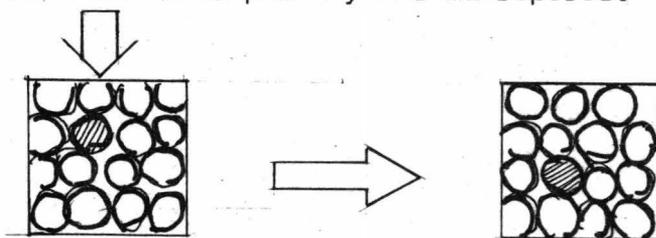


fig. 9A

REARREGLO

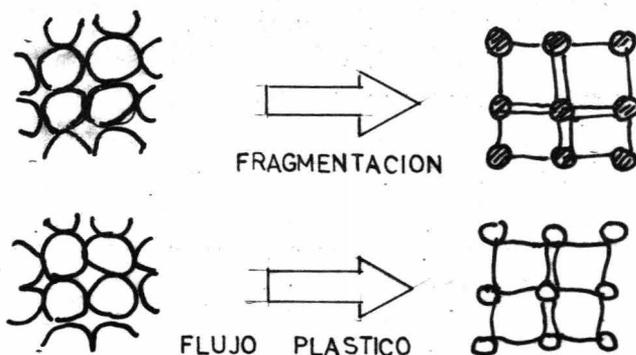


fig. 9B

2.7.7.- Mecanismo químico.- Independientemente del adhesivo usado (16) (tipo matriz, tipo partícula, o tipo químico) en algunos catalizadores la consistencia desarrollada se debe a una reacción química que se efectúa durante el tratamiento térmico, o bien simplemente durante el secado en la estufa, el cual puede ser un mecanismo complementario de consolidación en el cual se va a desarrollar consistencia de gran significancia como es el caso que se tratará específicamente de la sílice compactada, en la cual se considera que la resistencia mecánica depende del aumento en la densidad así como también el cambio favorable en condiciones para la formación de uniones siloxano ( $\text{Si} - \text{O} - \text{Si}$ ) Estas uniones se forman a partir de la deshidratación de grupos silanol adyacentes ( $\text{SiOH}$ ); esta reacción es catalizada por iones hidróxilo e iones fluoruro en medio fuertemente ácido.

Es patente de las figuras 10 a 13 y la tabla 3- que una alta densidad y consistencia ocurre cuando la alimentación es humedecida con una solución alcalina. Y el caso contrario ocurre si se humedece con un ácido o con un líquido no acuoso. Baja consistencia y densidad también ocurre cuando los grupos silanol se esterifican.

La verdadera correlación de dureza es presumible debida a la completa reacción de todos los grupos silanol más que de el aumento en densidad. Ya que se desarrolló una tableta de sílice de gran densidad. ( $1.3 \text{ g cm}^3$ ) pero se floqueó la reacción de los grupos ( $-\text{SiOH}$ )- y se obtuvo el resultado esperado, es decir, una consistencia despreciable. La correlación de la consistencia con la densidad probablemente solo refleje el aumento de densidad como aumento de posibilidades de llevarse a cabo la reacción de los grupos silanol.

Las uniones físicas que pudieran formarse entre partículas, son despreciables en este caso ya que pueden variar con la presencia y tipo de líquido intersticial y su efecto no es superior al de las uniones químicas forma das.

2.7.7.1.- Preparación para mecanismo químico.-- Los polvos de sílice-alúmina y alúmina usados son del tipo comercial.

Sus propiedades se enumeran en la tabla 3. El polvo se mezcló con una solución en un mortero, se homogeneizó, se compactó y el compactado se secó a 140°C en la estufa durante 3 horas y finalmente se calcinó durante - otras 3 horas a 600° C las variaciones de por ejemplo 1 - hora en tiempo y 20° C en temperatura fueron rprobadas sin alterar las propiedades de la reacción.

2.7.7.2.- Desarrollo de la consistencia mecánica.- La mayor parte de la consistencia se desarrolla durante el secado a 140°C., es decir despues de permanecer la pastilla por tres horas en la estufa a 140°C. ésta adquiere su diámetro final y la mitad d ela consistencia fi nal se ha desarrollado. Por lo tanto se supone que en este paso se han formado algunas uniones siloxano y parte - del agua química absorbida se pierde. Por medio de técni cas químicas y de rayos infrarojos se puede medir los gru pos hidróxilo presente en la superficie lo cual es una -- prueba contundente de la formación de nuevas ligaduras de Si-O-Si y la disminución de grupos hidróxilo.

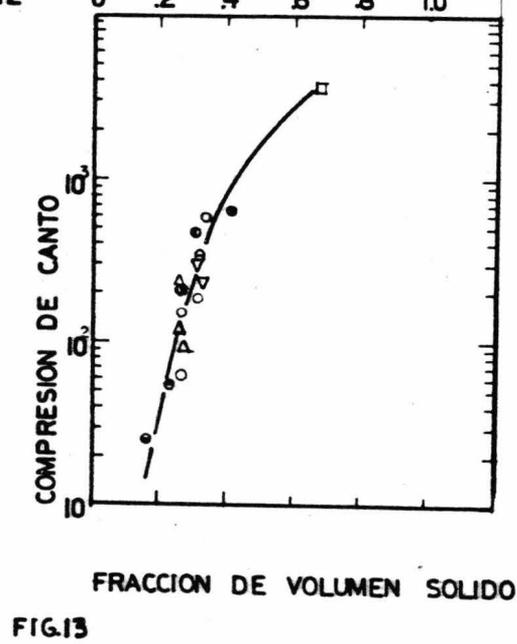
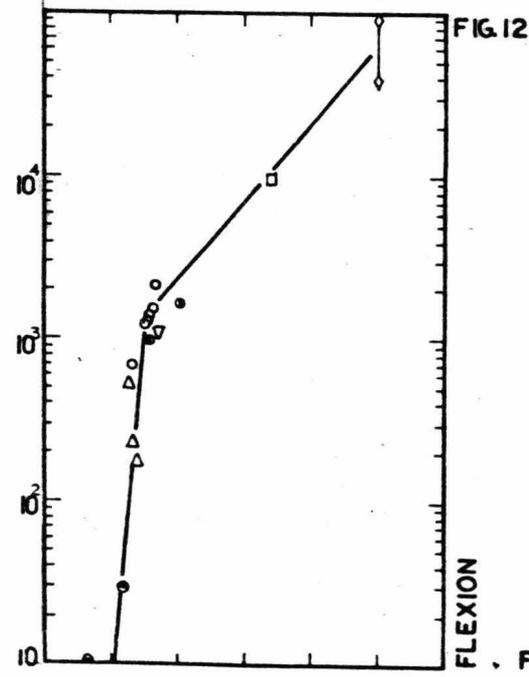
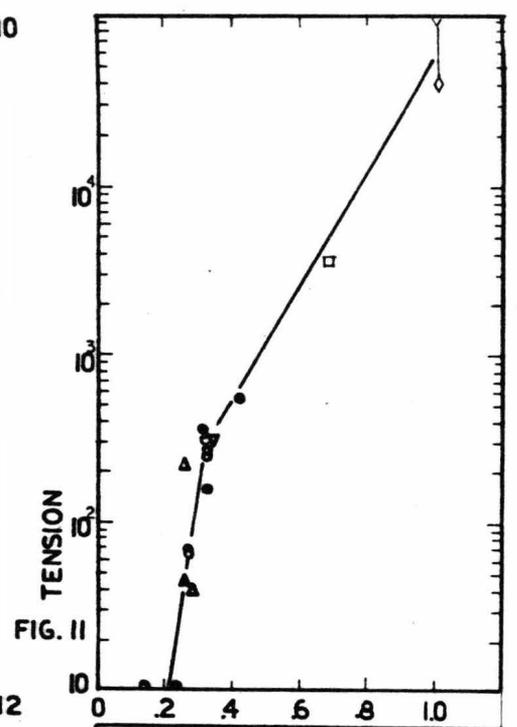
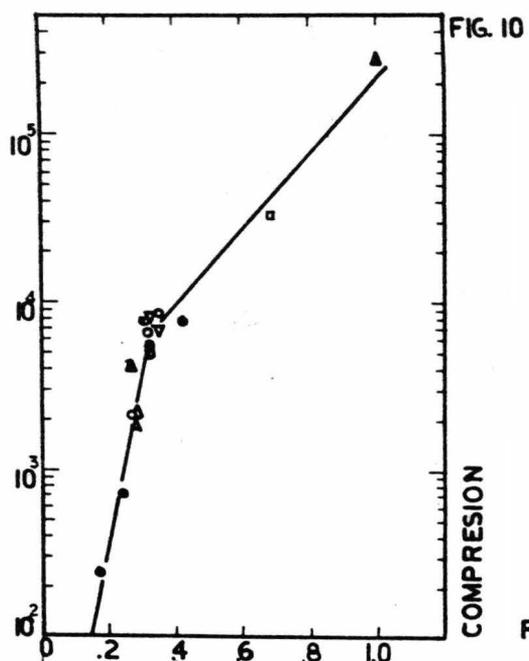


Tabla 3.

CONSISTENCIA Y DENSIDAD DE SILICE EXTRUIDA EN FUNCION DE LA COMPOSICION DE LA ALIMENTACION LIQUIDA.

Polvo	Alimentación total sólida % en peso	Líquido	pH	Diam extrusor pulg.	Diam. final pulg.	Densidad extruido g/cc	Resistencia a la tensión psi.
Siloid 244	34.5	8% NaOH	11	0.090	0.067	0.93	397
"	35.0	NH <sub>4</sub> OH conc	—	0.090	0.069	0.73	184
"	34.8	agua	—	0.090	0.070	0.69	160
"	35.0	9.1% NH <sub>4</sub> Cl <sub>aq</sub>	—	0.090	0.072	0.58	71
"	38.6	21% NH <sub>4</sub> CO <sub>3aq</sub>	—	0.090	0.079	0.60	---
"	39.3	3.4% AlCl <sub>3aq</sub>	—	0.090	0.082	0.56	75
"	38.3	HCl <sub>aq</sub>	1	0.090	0.080	0.54	75
"	28.1	etilenglicol	—	0.090	0.080	0.42	0
"	54.0	33% insoprope- nol aq.		0.090	0.083	0.37	0

esterificado  
con decanol

La consistencia restante se desarrolla cuando el resto de agua químico-absorbida se pierde es decir, a los 600°C. Quizá la formación de cadenas de ligaduras Siloxano entre esferas adyacentes de la consistencia final a la tableta. No existe cambio alguno si el secado se prolonga varias horas o si la pastilla ya completamente procesada se rehumedece y después de varios días de estar a temperatura ambiente se seca a 140°C. Esta conducta es esperada puesto que la rehidratación es despreciable a estas condiciones.

Entre otras reacciones químicas que dan consistencia a los catalizadores conocemos los nitratos de metales pesados los cuales fueron usados para dar mayor consistencia a una bauxita. El tratamiento que se le da a esta bauxita es primeramente activado durante cuatro horas a 400 - 450° C. con el objeto de desprenderle un poco de agua basta para que la bauxita adquiera una dureza de cuatro en la escala de MOHS. El producto todavía en caliente y preferiblemente en una atmósfera de vacío es impregnada de una solución 25% de nitrato ferrico durante 15 minutos y posteriormente vuelta a calcinar a 400 - 450°C.

Se puede impregnar con nitrato de magnesio solo que entre 800 - 1000°C. obteniéndose así una de las bauxitas más duras conocidas.

2.8.- EFECTO DE LA PRESION EN EL VOLUMEN RELATIVO. (POROSIDAD).- A medida que el polvo se comprime su densidad aumenta, estos cambios se pueden seguir, conociendo el volumen relativo de la tableta a cada momento, (Vr).

Walker (17) obtuvo una función logarítmica entre el volumen relativo y la presión de compactación.

$$V_r = C - K \log P_A \quad (2.9)$$

donde C y K son constantes, usando varios materiales como son: perdigones de plomo, cloruro de amonio, cloruro de sodio y nitrato de potasio, entre otros, observando -- que el perdigon de plomo se deformaba plásticamente y que algunos materiales cristalinos exhibían fractura tipo brille (quebradiza), BAL' SHIN (18) obtuvo una relación -- similar para substancias tales como plomo, estaño, fierro y cobre, todas ellas en polvo.

HIGUCHI (19) obtuvo también una relación logarítmica, trabajando solo con substancias farmaceuticas en donde la porosidad se reducía hasta el 5%, dicha porosidad significa el volumen de los huecos o espacios vacios -- comparando con el volumen total del compactado expresado -- como fracción. fig. 14

$$E = \frac{V - V_{\infty}}{V} \quad (2 - 10)$$

O como porcentaje al multiplicar por 100

donde V = es el volumen del compactado

$V_{\infty}$  = el volumen del polvo excluyendo los huecos -- o espacios vacios.

Por último TRAIN (20) estudio detalladamente el efecto de la presión sobre el volumen relativo estipulado que la consolidación ocurre en varios pasos. fig. 15

PASO I ( a a b ) la disminución de  $V_r$  es causada primeramente por el deslizamiento interparticular del polvo al ser compactado este proceso se ve limitado por las partículas adyacentes que eventualmente se inmovilizan relativamente.

PASO II ( bac ) aquí el aumento de la resistencia a la compresión se caracteriza por la formación de columnas y bovedas protegiendo los poros generalmente soportando la fuerza de compresión;

PASO III ( Cad ) al aumentar la fuerza de compresión provoca la ruptura de la estructura formada en el paso II, por medio de una compresión con flujo plástico. - Esto se considera que empieza cuando hay puntos o líneas - de contacto como son los vértices y aristas de las partículas.

Las nuevas superficies producidas están en buenas condiciones de unión (fusión en frío). HIGUCHI (19) - midió el área específica de la tableta usando nitrógeno, - durante el proceso de compactación y mostró que hay un - aumento en el área superficial al aumentar la presión hasta un valor máximo, y a un mayor aumento en la presión - provoca una disminución en el área superficial Figura 14.

Esto se atribuyó a la fragmentación seguida por unión de las partículas en contraste con HUFFINE (21) que encontró que el área superficial de cristales de cloruro de sodio disminuye a medida que se aumenta la presión ésta conducta es propia de la deformación plástica.

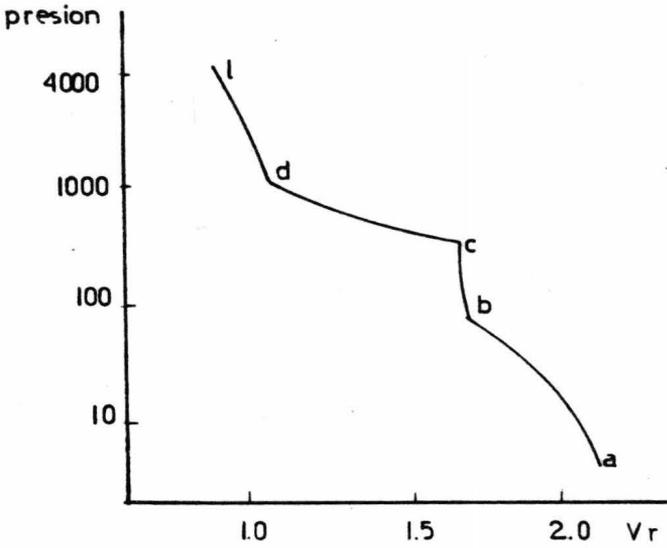


fig. 15

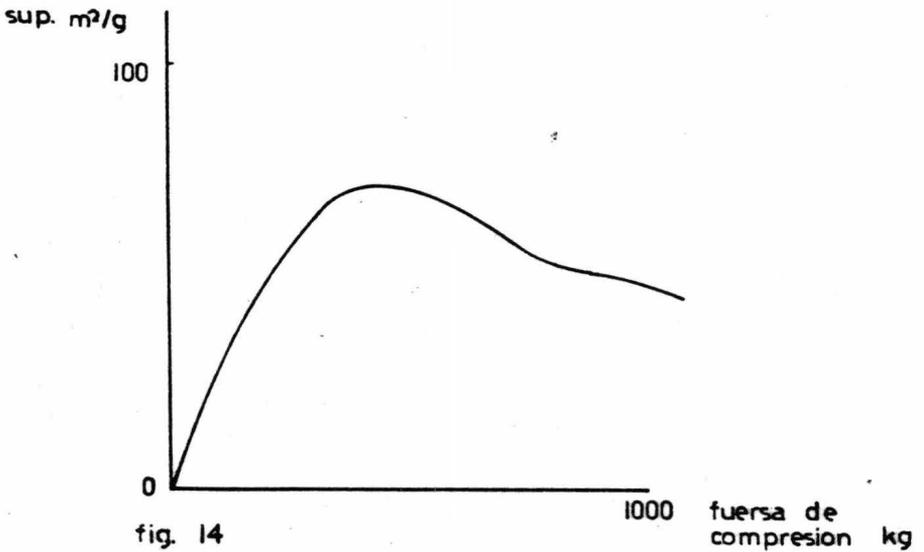


fig. 14

Es evidente que el comportamiento quebradizo del material determina el mecanismo para alcanzar la completa consolidación por lo tanto es necesario determinar la fuerza de compresión óptima de cada material.

PASO IV (daf) es probable que la reunión se lleve a cabo más rápidamente que la fragmentación, y que la reducción en el volumen relativo sea debido en gran parte a la deformación plástica de las partículas. Cuando la compresión cesa ocurre un recobre elástico radial del compactado. Además un recobre elástico al expulsar la pastilla de la matriz.

Existen ecuaciones desarrolladas para cada mecanismo de compactación sin embargo todas ellas consideran una presión media aplicada. Una de ellas es la ecuación que relaciona la consolidación fraccionaria, la cual define una disminución de la porosidad (proporción de la porosidad original), con la presión.

$$\frac{V_0 - V}{V_0 - V_{\infty}} = a_1 e^{-k_1/P} + a_2 e^{-k_2/P} \quad (2.11)$$

donde  $a_1$ ,  $k_1$ ,  $k_2$  son constantes,  $V_0$  es el volumen original del polvo incluyendo poros,  $V_{\infty}$  es el volumen del sólido y  $V$  es el volumen a una presión  $P$ . Los terminos del lado derecho se relacionan, el primero con el deslizamiento de las partículas y el segundo con la subsecuente deformación plástica.

Otra ecuación relacionada la relativa disminución del volumen con la presión aplicada.

$$\frac{V_0 - V}{V_0} = \frac{a_3 b P}{1 + b P} \quad (2.12)$$

donde  $a_3$  y  $b$  son constantes; la dificultad en las ecuaciones anteriores es la designación de algún significado físico a las constantes.

HECKEL (10) consideró que la reducción de la porosidad obedece a una relación cinética de primer orden con la presión.

$$\ln\left(\frac{V}{V - V_\infty}\right) = kP + \left(\frac{V_0}{V_0 - V_\infty}\right) \quad (2.13)$$

esta ecuación es lineal solo a presiones elevadas. El valor de la constante  $K$  se demostró que para metales es igual al recíproco de la presión media producida en el metal.

Para, los materiales que son quebradizos o susceptibles a serlo y reunirse durante la compresión se derivó una ecuación de la forma.

$$\epsilon \cdot \epsilon_0^2 = k_1 \left(\frac{V}{Pd}\right)^m \quad (2.14)$$

donde  $\epsilon_0$  es la porosidad del material antes de la compactación y el exponente  $m$  es relacionado con el ángulo de resuesta.

Los materiales que se deforman plásticamente bajo la compresión no obedecen esta ecuación pero los datos se pueden correlacionar.

$$E_d \left( \frac{d}{D} \right)^m = -m \log KP \quad (2.15)$$

donde n y m son constantes.

Las ecuaciones 2.14 y 2.15 abarcan 2 grupos de materiales, la primera abarca aquellos que se compactan principalmente por un mecanismo de reducción de tamaños y la segunda—aquellas que se compactan principalmente por deformación—plástica. Esta última coincide con la evidencia de la —disminución en área superficial, a medida que se aumenta—presión cloruro de sodio.

Este tipo de análisis produce información considerable de los pasos de consolidación.

2.9.— Efecto del aire atrapado.— Una rápida —compresión provoca bolsas de aire atrapadas en los poros—de la tableta debido al rápido cizallamiento del material—por las paredes de la matriz y el pote del punzón, los —cuales sellan la tableta antes que el aire tenga tiempo —de salir. La presión desarrollada en los poros puede lle—gar a ser considerable y causa la ruptura de la tableta —al dejar de aplicar la fuerza. Este efecto es más marca—do con las partículas finas que se compactan comparativa—mente en forma más débil.

El aire atrapado es el principal causante del—fenómeno de coronamiento en la tableta. Para evitar tal fenómeno en la tableteadora rotatoria de gran velocidad;—se diseñó de tal manera que permita una serie de pasos —anteriores a la compactación final en los cuales se elimi—na el aire atrapado.

2.10.- La ventaja de la cizalla.- Para obtener alta dureza en el compactado final es necesario asegurarse de que la técnica de compactación es efectiva para obtener la densidad necesaria de partículas y que la tableta no sufra daño alguno durante su expulsión. La densidad y la consistencia son función de la presión de compactación hasta un valor límite después del cual se independizan. La densidad de la tableta es definida por la densidad del material, en un rango que abarca de 4 a 20% sobre esta última densidad (ver figura 16).

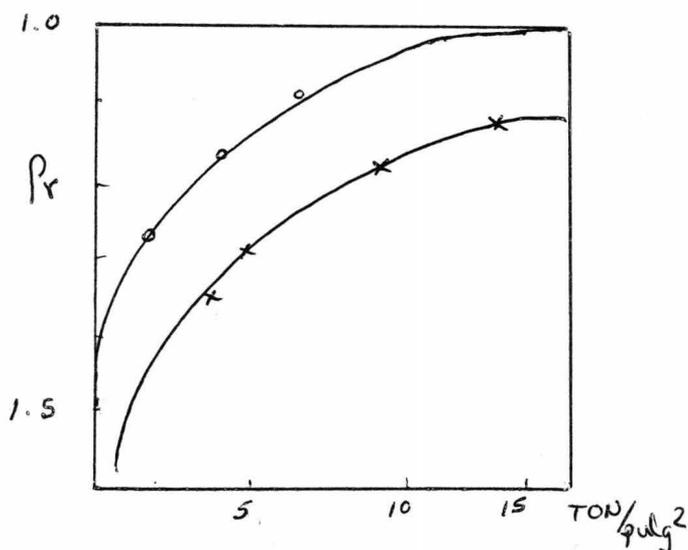


fig 16

Por lo tanto, la completa densificación no puede alcanzarse por, primero: a la presión de compactación se le oponen fuerzas que se desarrollan en el polvo o bien las fuerzas de fricción con las paredes de la matriz y segundo, cuando la presión de compactación cesa, las partículas recobran su forma original debido a su elasticidad y al menos una parte del compactado se expande, así los poros aumentan de tamaño y la tensión residual cesa. Cuando el material posee un recobre elástico grande o bien un módulo de Young pequeño se puede preveer que el compactado es débil.

Se ha encontrado que la densidad puede aumentar aplicando una cierta presión y a la vez con el mismo punzón sujetar al polvo a un esfuerzo cortante, así la dureza aumenta y el recobre elástico se reduce. Esta dureza es máxima si se aplica el esfuerzo cortante cuando la fuerza de compresión es máxima.

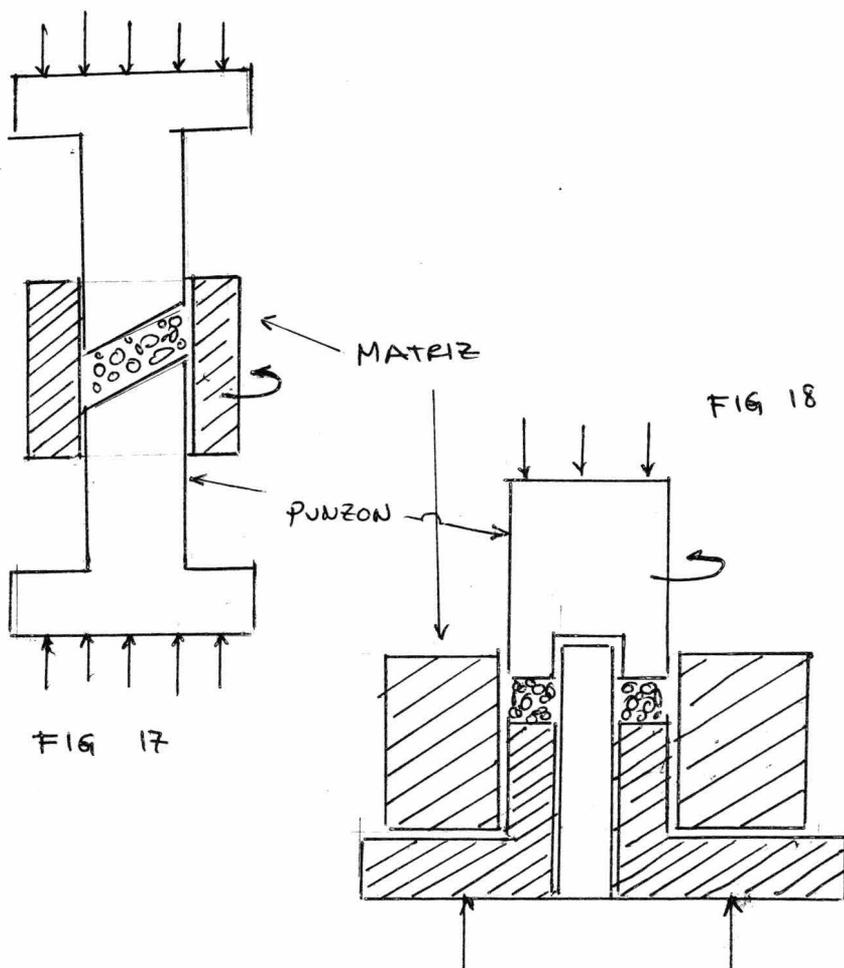
La magnitud del esfuerzo cortante es función de las propiedades reológicas del material, es decir, cuando el material es muy elástico es necesario un gran esfuerzo cortante y viceversa.

El significado del esfuerzo cortante cuando se aplica a un cuerpo elástico es bien entendido, no así cuando se aplica a una masa en particular; dicho fenómeno se explica fácilmente considerando una masa de partículas de carbón en la cual se incrusta un perdigón de plomo completamente esférico, cuando se le aplica presión a esta masa, la compactación tendrá lugar. A una presión específica, el perdigón se deformará plásticamente y pasará de esférico a elipsoidal el esfuerzo cortante angular dará la medida de elipsoidalidad, la cual puede ser medida por

medio de rayos X. Existen equipos de laboratorio capaces de reproducir la misma magnitud de esfuerzo cortante, tales son:

a) La caja rotatoria de cizalla (figura 17).

b) La caja anular de cizalla (figura 18).



Por lo tanto, para obtener mejor calidad en el aglomerado, es necesario aplicar durante la máxima presión de compactación un esfuerzo cortante adicional, obteniendo así alta densidad, lo cual redundará en alta consistencia.

2.11.- Problemas de proceso.- Coronamiento y resquebrajadura de tabletas: Estos defectos de las tabletas son dos de las mayores dificultades con que se tropieza. Es muy difícil advertirlos durante el proceso de fabricación, pero se nota fácilmente agitando con fuerza unas cuantas tabletas entre las dos manos. Una tableta ligeramente despostillada no siempre significa que esté resquebrajada o con corona. Hay muchos defectos que hacen que la tableta salga con defectos:

a) El exceso de polvo fino hace que se retenga aire en la mezcla, lo que ocasiona rajadura.

b) Los punzones que tienen marcas profundas. Los diseños de los punzones y las crestas para ranuras en las tableteadoras pueden ser demasiado anchos y profundos. Las marcas delgadas son tan delgadas como las profundas.

c) Troqueles desgastados. Estos se tienen que reponer, los troqueles cromados o que tienen incrustaciones de carburo de tungsteno duran más y surten mejor efecto que los de carburo ordinario.

d) Presión excesiva. Se puede corregir el defecto reduciendo la presión de la máquina.

e) Punzones desgastados o defectuosos. Los punzones deben ser lisos y pulidos; los que tienen mallas con frecuencia ocasionan coronamiento.

f) La fórmula. Acaso sea necesario modificar ésta; quizá sea incorrecta la proporción de los diluyentes. Por ejemplo puede haber exceso de lactos, almidón u otros materiales de relleno, defecto que se debe corregir.

g) Granulado húmedo y blando. Esta clase de granulado no corre fácilmente a los troqueles, de lo que resulta falta de uniformidad en el peso y tabletas blandas o coronadas.

h) Punzones. El juego de punzones que se usa en máquinas-giratorias debe ser medido con exactitud hasta 0.005 pulg. ( 0.127 mm ). La falta de uniformidad de los punzones es perjudicial a la máquina y no produce tabletas de peso exacto. Un punzón desalineado puede hacer que en cada revolución salga una tableta con corona o resquebrajadura.- La más de las veces el remedio eficaz es humedecer la mezcla con agua alcohol o con una mezcla de ambos, o bien - con solución de glucosa, etc., antes de la compresión, -- siempre que no haya ninguna incompatibilidad.

## CAPITULO 3

## CARACTERIZACION DEL SOLIDO COMPACTADO

Debido a que las propiedades físicas de la tableta dependen de muchos factores, un reporte de dureza - sin definir las condiciones de compresión, forma, tamaño, alimentación, velocidad de compresión... es seriamente objetado debido a su irreproductibilidad. Hasta el momento se ha hablado de dureza, consistencia o resistencia de - una tableta sin preveer que la dureza en una tableta es - un término no muy específico constantemente usado al defi nir varios parámetros de la misma como son:

- A).- Resistencia a la flexión o quebradura
- B).- Resistencia al aplastamiento axial o radial
- C).- Resistencia al impacto
- D).- Resistencia al desgaste o resistencia a la disgregación.

Se ha tratado de abarcar todos estos aspectos - al dictar un modelo de compactación, sin embargo, un programa en tecnología de tabletas carece de sentido a menos que se desarrollen métodos de prueba y especificaciones - que sean capaces de garantizar calidad de la tableta terminada. Estas tienen que incluir principalmente pruebas - de dureza, desgaste, peso, espesor y porosidad.

3.1.- Desgaste.- El choque y la fricción son - las fuerzas que más a menudo causan que la tableta se rompa, se descascare, se descantille o se desmorone. Como - resultado de esto se desarrollo el Desgastador Roche; -

consiste de un disco de 6 pulgadas de diámetro con un espesor de 1 pulgada en donde se alojan las pastillas, este disco es transparente. El disco se hace girar a 100 - RPM provocando el auto desgaste de la tableta y el golpeo. Obviamente este aparato no refleja estrictamente las condiciones a las que va a ser sometida la pastilla de catalizador, es por tal que nos avocamos a desarrollar un método de prueba de la resistencia a la disgregación.

3.2.- Peso.- El peso de la tableta se determina físicamente en la matriz señalando la altura de la cama de polvo llenada antes de la compactación; ésta debe ser cuidadosamente medida a intervalos de tiempo para establecer con certeza un peso definido en la pastilla.

3.3.- Espesor.- Este tipo de especificación es importante debido a que a menudo se le asocia directamente a la dureza de la tableta y puede por lo tanto ser usada como control de este parámetro. Un cambio en el espesor de la tableta durante el proceso se debe a un flujo pobre de la alimentación o bien a un depósito en la matriz.

3.4.- Porosidad.- El volumen relativo y la porosidad se relacionan de la siguiente manera:

$$E = \left( 1 - \frac{1}{V_r} \right) \quad (3-1)$$

En 1923 Walker E. E. dedujo la siguiente ecuación del volumen relativo y la presión de compactación.

$$V_r = C - K \log P_a \quad (3-2)$$

Donde C y K son constantes. Años más tarde Bel'Shin concluye sus trabajos mostrando la relación entre el volumen relativo  $V_r$  y la consistencia de la tableta  $F_c$ .

$$F_c = F_{c_0} V_r^{-m} \quad (3-3)$$

donde  $F_{c_0}$  es la consistencia de la tableta cuando  $V_r = 1$ , es decir, la pastilla no es porosa y  $m$  es una constante para cada sistema comprimido. Puesto que la porosidad aumenta cuando el volumen relativo aumenta, la siguiente ecuación de Ryskewitch se desarrolló para relacionar la consistencia de la tableta en términos de la porosidad:

$$F_c = F_{c_0} \exp - be \quad (3-4)$$

donde  $b$  es una constante empírica.

Higuchi usando granulaciones farmacéuticas de sulfatiazol, sulfadiazina, aspirina, lactosa, fenacetin y metacetin encontró una relación aritmética entre la consistencia de la tableta y la porosidad en un rango aproximado de porosidad de 5 a 20%; sin embargo, estas granulaciones contenían agentes adhesivos los cuales no fueron usados en los trabajos de Bel'Shin y Ryskewitch lo cual pudo afectar los resultados, sin embargo, la consistencia de la tableta fué directamente relacionada al logaritmo de la presión, excepto en los casos extremos de aplicación de presión.

Shotton y Grædenton encontraron también que la consistencia de la tableta está relacionada directamente con la fuerza media aplicada como sigue:

$$\log P = m F_c + C \quad (3-5)$$

donde  $m$  y  $C$  dependen de la substancia usada.

3.5.- Dureza.- Tradicionalmente los requerimientos de resistencia quedaban consolidados al no desbaratarse la pastilla inmediatamente después de compactada, sin embargo en los últimos años ha ganado importancia como parámetro físico en el control de las tabletas.

Generalmente, para determinar la consistencia de la tableta, ésta se rompía usando el segundo y tercer dedo con el pulgar como punto de apoyo; si no se rompía, la tableta se consideraba consistente. Obviamente hubo la necesidad de desarrollar nuevos métodos llegando a los siguientes aparatos de prueba: probador de dureza Stronf-Cobb, Pfizer, Stokes Monsanto y Eureka; todos ellos miden resistencia a la compresión. No hay correlación entre ellos y existe una gran variación de lecturas entre instrumentos del mismo tipo. Para una compresión exacta cada instrumento requiere calibración contra un estándar conocido.

Si bien se han descrito algunos métodos para evaluar la dureza, es útil contar con algún método teórico para su evaluación.

Para un aglomerado formado solo por partículas esféricas de igual tamaño la resistencia a la tensión puede ser determinada según Rumpf teóricamente de la siguiente manera.

$$i = \frac{9}{8} \left( \frac{1 - \epsilon}{\eta x^2} \right) N F \quad (3-6)$$

donde  $x$  es el diámetro de partícula,  $F$  es la fuerza de unión por punto de contacto,  $N$  es el número promedio de coordinación, es decir, el número promedio de puntos de contacto de una esfera con sus vecinas,  $\epsilon$  es el volumen vacío en el aglomerado. Los valores de  $x$  y  $\epsilon$  se pueden obtener del análisis de la distribución de tamaños del polvo y de la densidad de las partículas. El número de coordinación según Rumpi es:

$$N = \frac{\bar{\pi}}{\epsilon} \quad (3-7)$$

o según Meissner

$$N = 2 \exp 2.4 (1 - \epsilon) \quad (3-8)$$

para aglomerados con unión de líquido móvil en estado pendular, se puede determinar teóricamente también la resistencia a la tensión.

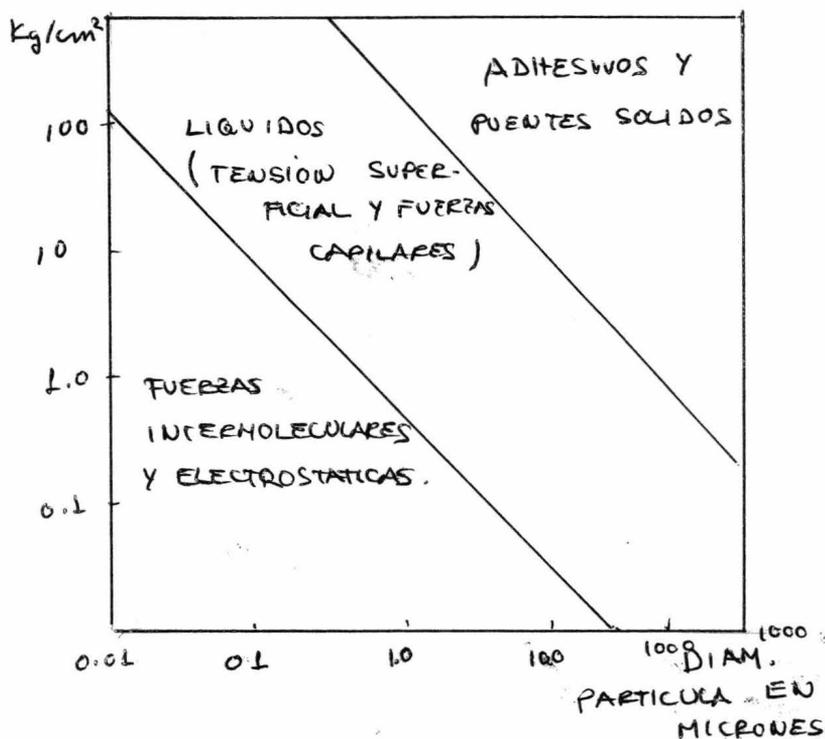
$$i = 2.8 \frac{1 - \epsilon}{\epsilon} \frac{\sigma}{x f(d)} \quad (3-9)$$

donde  $\sigma$  es la tensión superficial del líquido adhesivo y  $f$  es una función del ángulo de contacto, es decir, si el mojado es completo  $f(d) = 1$  y para el estado capilar:

$$i = 8.0 \frac{1 - \epsilon}{\epsilon} \frac{\sigma}{x f(d)} \quad (3-10)$$

La resistencia a la tensión en un aglomerado en el estado pendular es la tercera parte de la resistencia en el estado capilar, mientras que el estado funicular - tiene una resistencia intermedia. Una disminución en el tamaño de partícula y en la porosidad produce mayor consistencia. En la figura 19 se presenta la resistencia a la tensión según la forma de compactar.

FIG 19



PARTE II

ASPECTO EXPERIMENTAL

## CAPITULO 4

## METODO PROUESTO.

## 4.1.- Descripción del equipo.

Tubería de fierro galvanizada 1/2"  $\phi$  cédula 40

Tubería de neopreno de 1/2"  $\phi$  resistente a alta presión

Valvulas de aguja de alta precisión con asiento de acero inoxidable  $\frac{1}{2}$ "  $\phi$

Rotámetro marca Fisher & Bortar para medir flujo de aire de 1.68 m<sup>3</sup>/hr a 21m<sup>3</sup>/hr a una presión máxima de trabajo -- de 5 Kg/cm<sup>2</sup>.

Columna de disgregación acelerada consistente en un tubo de vidrio de pared gruesa de 1.5"  $\phi$ , 50 cm de altura marca QVF.

Bridas vidrio-metal 1.5"  $\phi$  fabricadas especialmente en acero cold rolled, para este dispositivo, ya que no se fabrican comercialmente en la medida requerida.

Empaques de asbesto con funda de terlón con 1.5"  $\phi$ .

Manómetro diferencial manejado con mercurio.

Dos ciclones de vidrio Pyrex.

4.2.- Funcionamiento de la columna de disgregación-acelerada.- El diagrama completo del equipo se presenta en la figura 20 La entrada del aire a presión se regula por medio de la válvula (1) Se abre la válvula (2) completamente para que circule el flujo de aire por el by-pass éste aumenta el gasto de aire que circula por el equipo y cuyo gasto se calibró en función de la lectura del rotámetro (3). El aire a presión penetra a la columna de disgregación (4), donde interacciona con las partículas de catalizador, las cuales están colocadas a la entrada de la columna sostenidas sobre una malla 150 de cobre. El aire provoca la disgregación acelerada del catalizador, donde por resultado un porcentaje de finos que se arrastra por la corriente de aire, mismos que se recuperan en gran proporción en los ciclones (5) colocados a la salida de la columna El paso de aire a través de la columna sufre una caída de presión; que se registra por medio de un manómetro diferencial de mercurio (6).

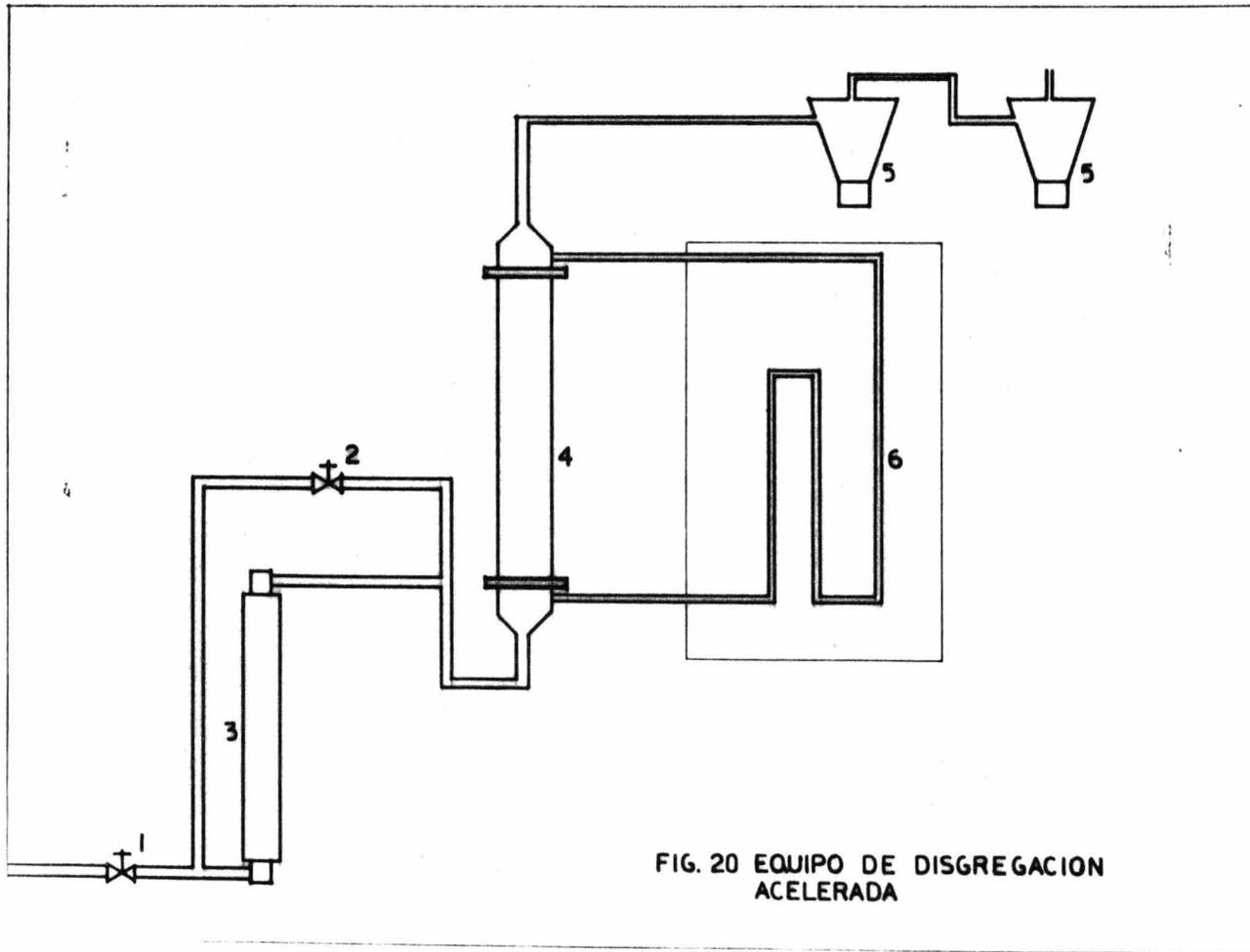


FIG. 20 EQUIPO DE DISGREGACION ACCELERADA

4.3.- Condiciones de operación.- Dentro de las varias aportaciones del método de disgregación acelerada se cuenta el que se lograron uniformizar las condiciones de operación: gasto y presión; las cuales son parámetros importantes, ya que permiten la reproducción de resultados en la medida de la exactitud del método. Dicho parámetros fueron una consecuencia de la masa de catalizador manejada y del período de operación, basándose en el movimiento que requerían las partículas de catalizador dentro de la columna.

En todos los casos se trabajó bajo las mismas condiciones, las cuales se presentan a continuación:

gasto	10 m <sup>3</sup> /hr
masa inicial de catalizador	50 g
tamaño inicial de partículas de catalizador	mallá 3-10
tiempo total de operación	60 minutos
intervalos de tiempo	10 minutos
temperatura	ambiente
caída de presión através de la columna	3 mm Hg.

Se presentan los datos de calibración del rotámetro aumentando el by pass, graficando a continuación para visualizar más facilmente los datos. Tablas, Figura - 21.

TABLA 5

Lectura del rotámetro

Gasto real del by pass  
 $\text{m}^3/\text{h}$  de aire.

1	5
2	6
3	7
4	8
5	9
6	10
7	11
8	12
9	13
10	14
11	15
12	16
13	17
14	18
15	19
16	20
17	21
18	22
19	23

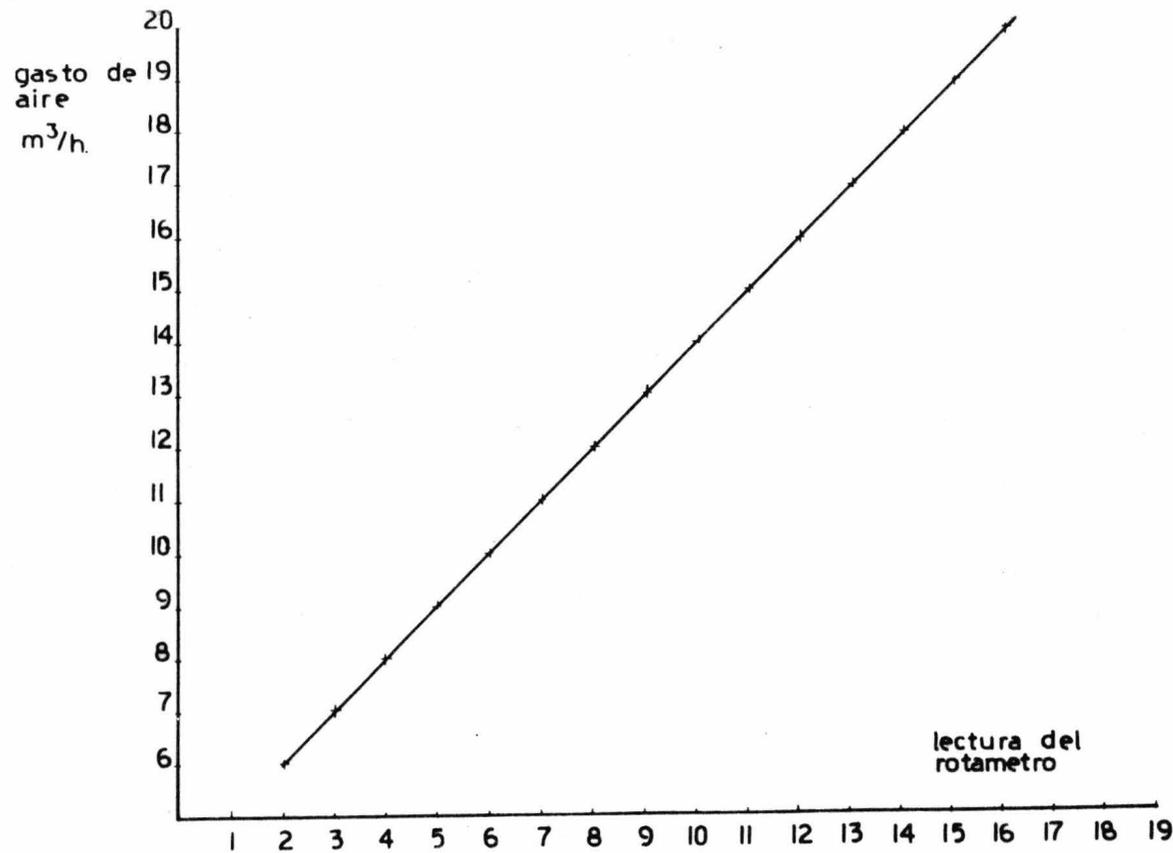


FIG. CURVA DE CALIBRACION DEL ROTA-  
21 METRO AUMENTANDO EL BY PASS

4.4.- Procedimiento de la Prueba.- Por la parte superior de la columna se carga una cantidad representativa de catalizador. Esta cama de catalizador se somete a un flujo de aire a presión con un gasto constante de  $10 \text{ m}^3/\text{hr}$  a temperatura ambiente. En todos 1 hora; pero la conducta del catalizador se revisa a intervalos de -- 10 minutos, esta conducta se basa en la pérdida de peso de la carga inicial. Esta pérdida de plover se determina por la diferencia del peso inicial de la muestra y el peso después de 10, 20, 30, ... 60 minutos.

4.5.- Las diferentes pruebas permitieron conocer algunas de las variables que afectan la interpretación de los resultados, ya que determinan la relación entre -- prueba de laboratorio y las condiciones de disgregación en una planta comercial y proporcionan información sobre el mecanismo de dicho fenómeno.

El contenido de finos en el catalizador sólido -- (polvos más pequeños a 325 mallas) es uno de los factores que mayor influencia tienen en los resultados de la disgregación acelerada, ya que produce de dos maneras la severidad de la disgregación; por un lado, reduciendo el espacio de frotación entre las partículas grandes y por otro, diluyendo las partículas grandes, en otras palabras, redondeando los vértices de las partículas de catalizador.

El tiempo del período de prueba disminuye paulatinamente la pérdida de catalizador. Esto se debe a que al resistencia a la disgregación aumenta porque las partículas se van redondeando y además una vez eliminadas las partículas débilmente asociadas aumentan la cantidad de finos protegiendo de la disgregación a las par

tículas mayores, por tal motivo, se estipuló como tiempo de operación 60 minutos.

4.6.- Establecimiento de las condiciones de prueba.- El objetivo dentro de estas condiciones de prueba - fue el de lograr un patrón de flujo adecuado para evitar el pistoneo del catalizador sometido a prueba. El dispositivo inicial que contaba con una columna de prueba de 2" de  $\phi$ , no proporcionaba el movimiento adecuado del catalizador, pues el flujo máximo de aire que proporcionaba el rotámetro era insuficiente para mover completamente las partículas. Se colocó un " by pass " en el rotámetro para aumentar el flujo, sin embargo no se pudo llegar a mover completamente las partículas de catalizador. Se modificó después el diámetro de la columna cambiando-la por una columna de 1"  $\phi$ , en este caso el flujo de aire fue excesivo. Entonces se colocó un plato distribuidor a la entrada de la columna. Este plato consistía en un pequeño cilindro metálico de 1"  $\phi$  empacado con arena de mar y protegido en los extremos con papel filtro No, 3 y malla 150, Con los platos distribuidores no se pudo evitar el pistoneo excesivo del catalizador, entonces se probó una columna con diámetro de 1.5"  $\phi$ ; en este caso si se obtuvo el patrón de flujo deseado. Cabe señalar que la cantidad de catalizador usada en todas las pruebas no se modificó, ya que se quiso respetar la relación de escalamiento. El gasto de aire se obtuvo de testificar un movimiento adecuado del catalizador.

## C A P I T U L O . 5

## ANALISIS Y PRESENTACION DE RESULTADOS.

## 5.1.- Descripción de catalizadores usados.-

- Catalizador A Pentóxido de vanadio, soportado sobre sílice ( $\text{SiO}_2$ ) tratado térmicamente, forma cilíndrica.
- Catalizador B Pentóxido de vanadio, soportado sobre sílice ( $\text{SiO}_2$ ) forma cilíndrica.
- Catalizador C Silice-alúmina, forma granular, malla 10
- Catalizador D Silice-alúmina, forma granular, malla 8
- Catalizador E Silice-alúmina, forma granular, malla 6
- Catalizador F Bauxita, forma granular, malla 12
- Catalizador G Alúmina, en tabletas, diámetro 6mm.
- Catalizador H Alúmina, tratada térmicamente, forma de tableta diámetro 1 cm, densidad  $1.7912 \text{ g/cm}^3$ .
- Catalizador I Alúmina tratada térmicamente, forma de tableta, diámetro 1 cm, densidad  $1.9057 \text{ g/cm}^3$ .
- Catalizador J Alúmina tratada térmicamente, forma de tableta, diámetro 1 cm., densidad  $1.9723 \text{ g/cm}^3$

5.2.- Graficas y tablas,- Las graficas y tablas obtenidas de presentan a continuación.

TABLA A CATALIZADOR A.- PENOTOXIDO DE VANADIO CALCINADO, 25G

Tiempo de Operación min.	Corrida I		Corrida 2.	
	Pérdida g	% peso	Pérdida g	% peso
10	0.76	3.04	0.76	3.04
20	1.04	4.16	0.9	3.6
30	1.24	4.96	1.23	4.92

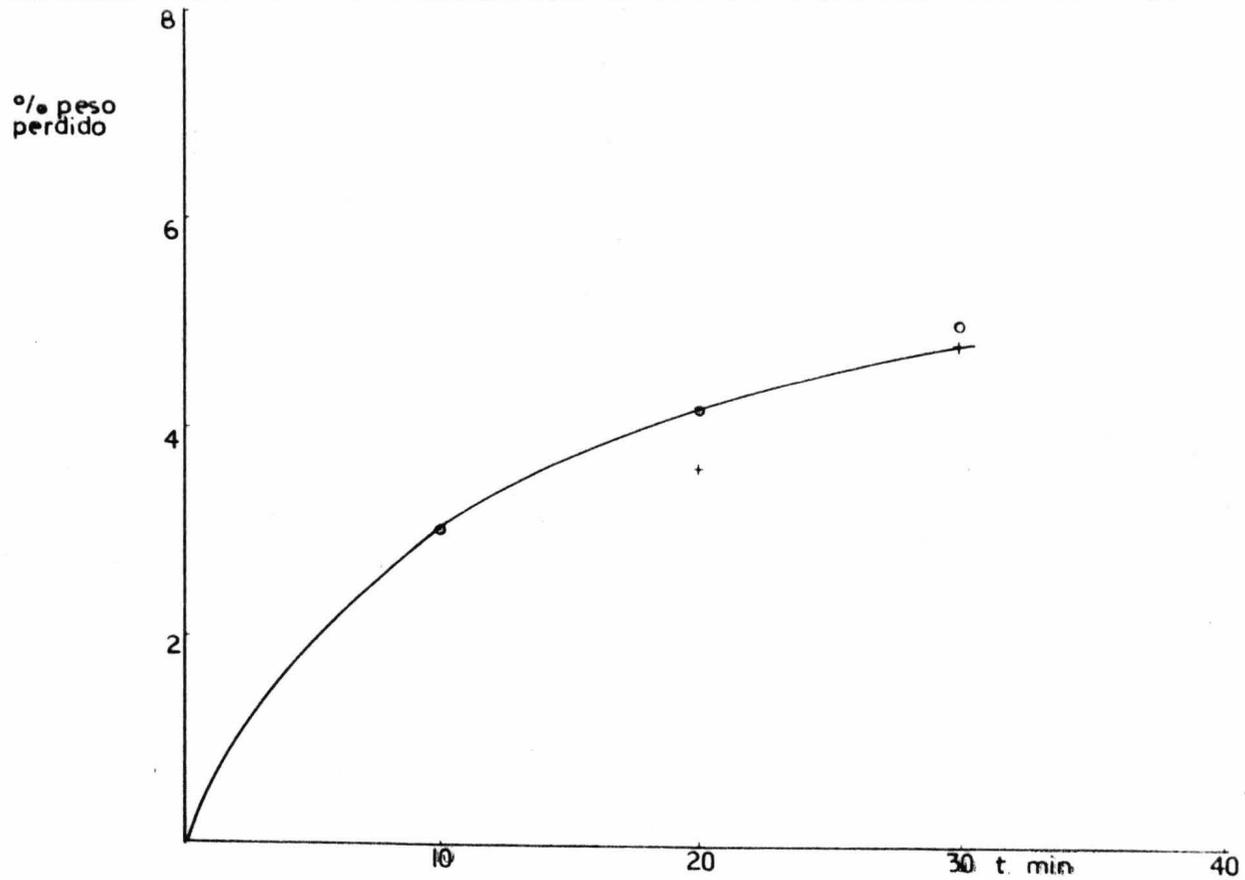


FIG. A CATALIZADOR A

TABLA B.- CATALIZADOR A.- PENTOXIDO DE VANADIO CALCINADO 25g

Tiempo de Operación min.	Corrida 1		Corrida 2		Corrida 3	
	Pérdida g	% peso g	Pérdida g	% peso g	Pérdida g	% peso
10	1.12	4.48	1.16	4.65	1.1	4.40
20	1.39	5.56	1.42	5.68	1.38	5.52
30	1.64	6.56	1.67	6.68	1.58	6.32
40	1.84	7.36	1.83	7.32	1.75	7.00
50	2.03	8.12	2.06	8.24	1.99	7.96
60	2.21	8.84	2.26	9.04	2.1	8.4

% peso  
perdido

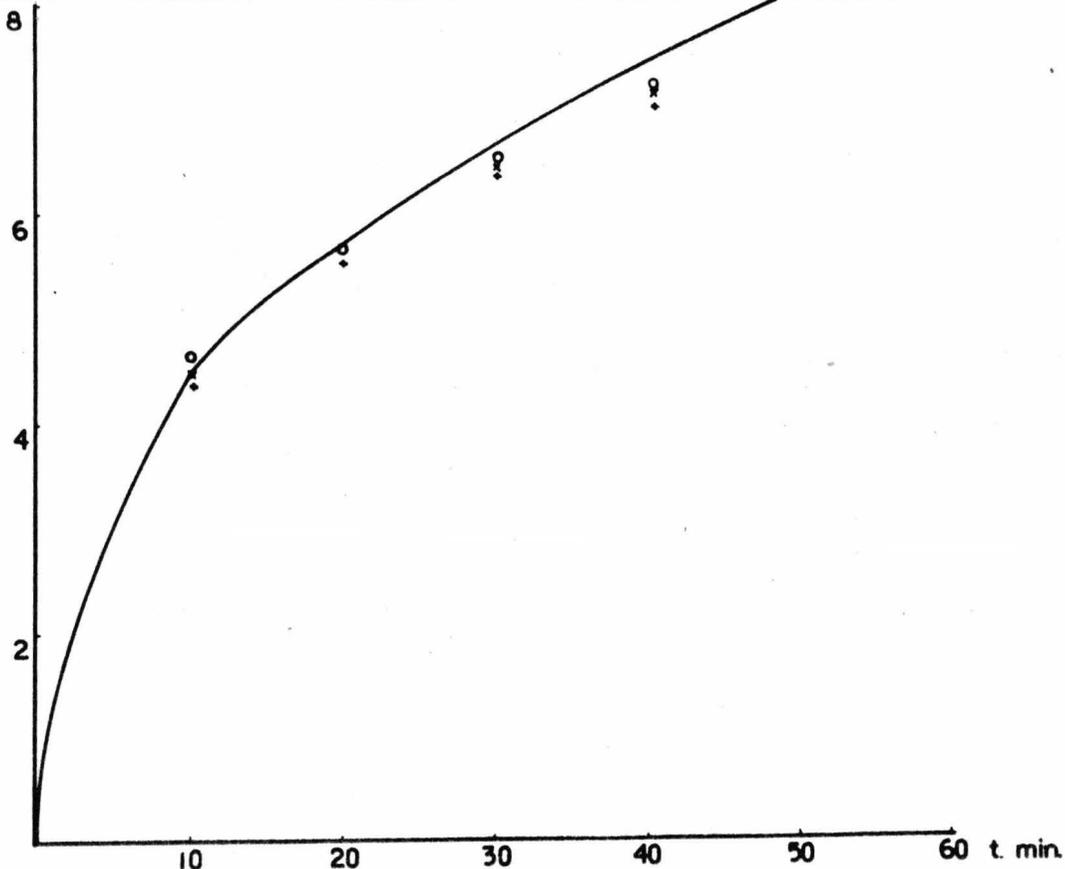


FIG. B CATALIZADOR A

TABLA C CATALIZADOR A.- PENTOXIDO DE VANADIO CALCINADO .50 g

Tiempo de Operación min.	Corrida 1		Corrida 2		Corrida 3		Corrida 4		Corrida 5	
	Pérdida g	% peso								
10	2.28	4.56	2.08	4.16	2.62	5.24	2.14	4.28	2.15	4.31
20	3	6.00	3.16	6.32	3.01	6.02	3.19	6.38	3.08	6.17
30	3.92	7.85	3.93	7.86	3.55	7.10	3.90	7.80	3.81	7.63
40	4.52	9.05	4.20	8.40	4.08	8.16	4.55	9.10	4.47	8.95
50	5.10	10.20	5.00	10.00	4.99	9.98	4.72	9.44	4.92	9.85
60	5.70	11.40	5.30	10.60	5.10	10.20	4.98	9.96	5.17	10.35

% peso  
perdido

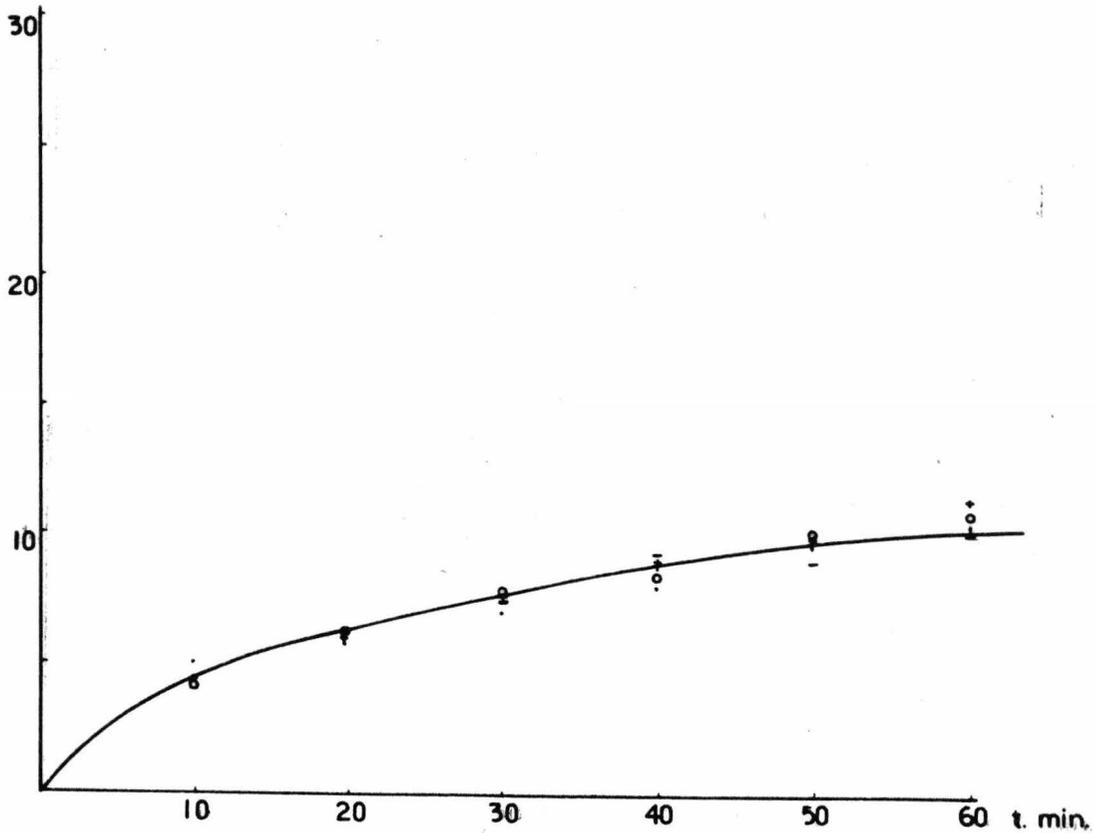


FIG. C CATALIZADOR A

Química



TABLA D .- CATALIZADOR B.- PENTOXIDO DE VANADIO SIN CALCINAR

Tiempo de Operación min.	Corrida 1		Corrida 2		Corrida 3		Corrida 4		Corrida 5	
	Pérdida g	% peso								
10	3.57	7.14	4.20	8.40	4.60	9.20	4.08	8.16	4.99	9.98
20	6.32	12.64	7.40	14.80	7.77	15.54	8.01	16.02	7.49	14.98
30	9.79	19.58	10.12	20.24	10.71	21.42	10.91	21.82	10.10	20.2
40	12.00	24.00	12.84	25.68	13.00	26.00	13.12	26.24	13.28	24.56
50	13.98	27.96	14.66	29.32	14.79	29.58	15.01	30.02	14.10	28.20
60	15.47	30.94	15.23	30.46	15.21	30.42	15.16	30.32	15.11	30.22

% peso  
perdido

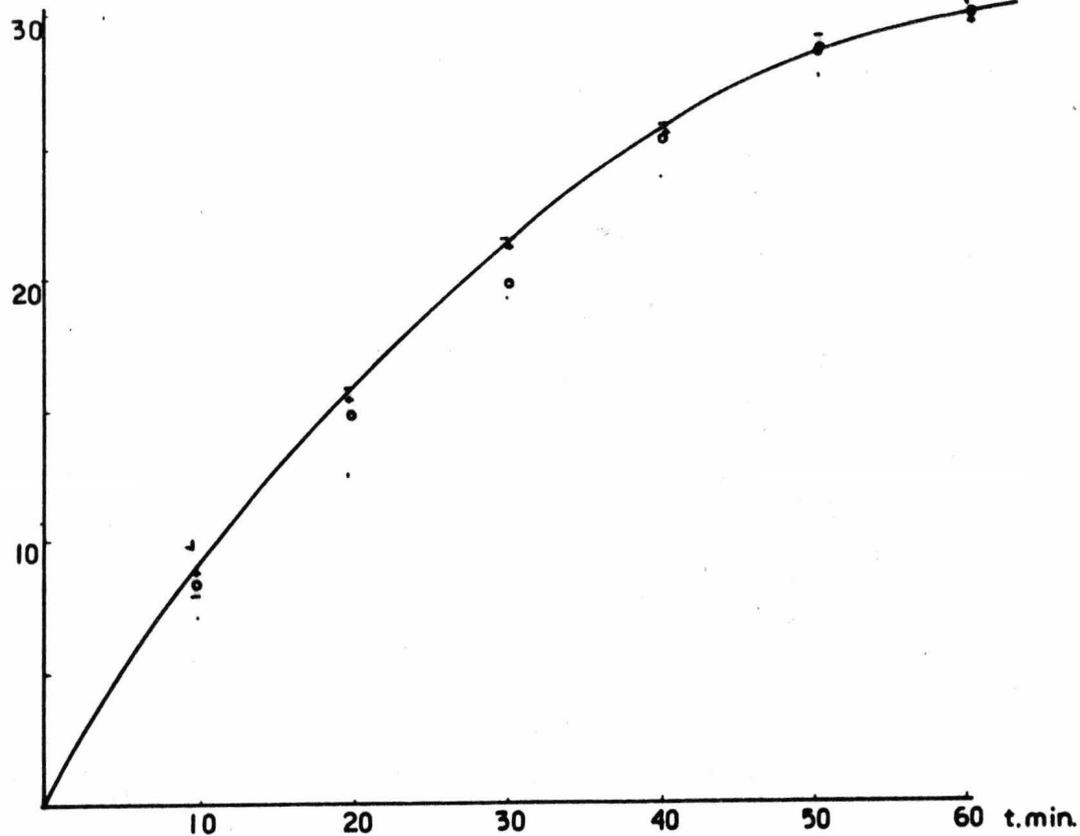


FIG. D CATALIZADOR B

TABLA E CATALIZADOR C.- ACTAL

1-2

CAICO

MALLA 10

Tiempo de Operación min.	Corrida 1		Corrida 2		Corrida 3		Corrida 4		Corrida 5	
	Pérdida g	% peso								
10	0.05	0.10	0.04	0.08	0.05	0.10	0.04	0.08	0.03	0.60
20	0.08	0.16	0.08	0.16	0.07	0.14	0.07	0.14	0.06	0.12
30	0.10	0.20	0.10	0.20	0.10	0.20	0.10	0.20	0.10	0.20
40	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22
50	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22
60	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22	0.11	0.22

% peso  
perdido

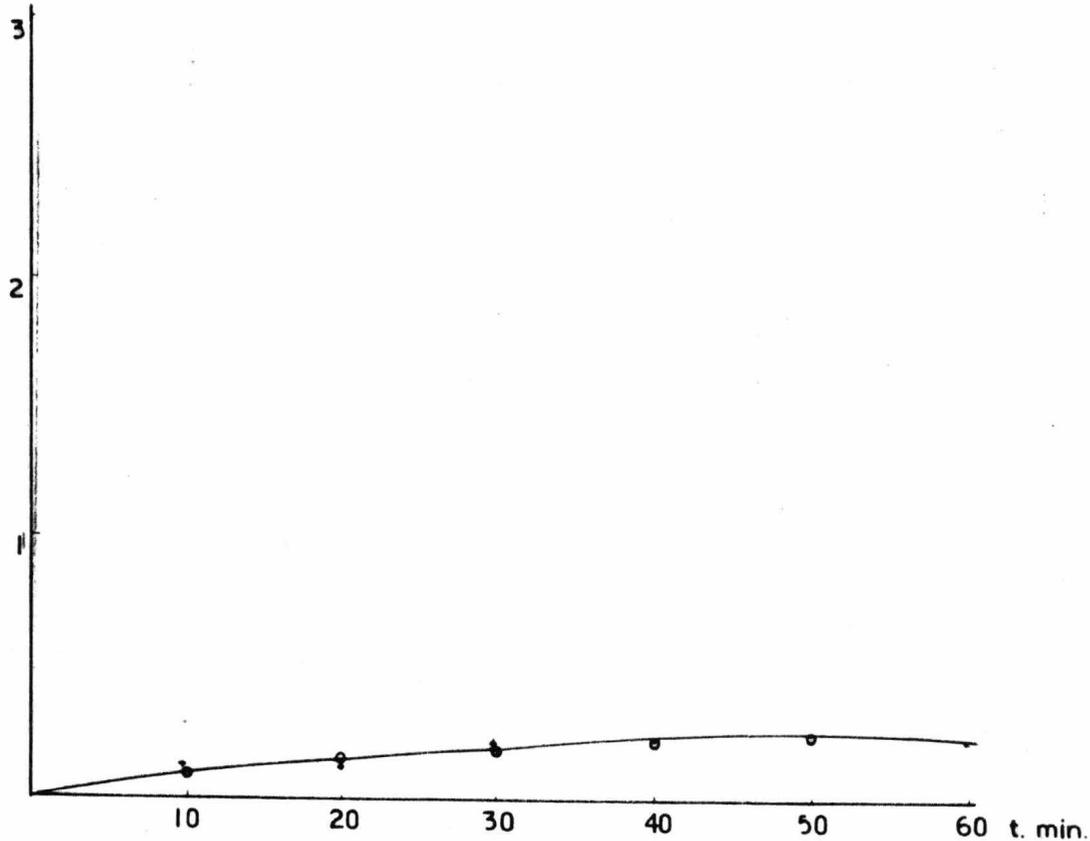


FIG. E CATALIZADOR C

TABLA F CATALIZADOR D.- GRANULADOS ACTAL 4-8 MALLA 8

Tiempo de Operación min.	Corrida 1 Pérdida		Corrida 2 Pérdida		Corrida 3 Pérdida		Corrida 4 Pérdida		Corrida 5 Pérdida	
	g	% peso								
10	0.1	0.20	0.12	0.24	0.08	0.16	0.15	0.30	0.10	0.20
20	0.12	0.24	0.13	0.26	0.08	0.16	0.18	0.36	0.12	0.24
30	0.15	0.30	0.15	0.30	0.11	0.22	0.19	0.38	0.14	0.28
40	0.16	0.32	0.15	0.30	0.12	0.24	0.19	0.38	0.14	0.28
50	0.17	0.34	0.15	0.30	0.15	0.30	0.19	0.38	0.15	0.30
60	0.17	0.34	0.15	0.30	0.15	0.30	0.19	0.38	0.17	0.34

% peso  
perdido

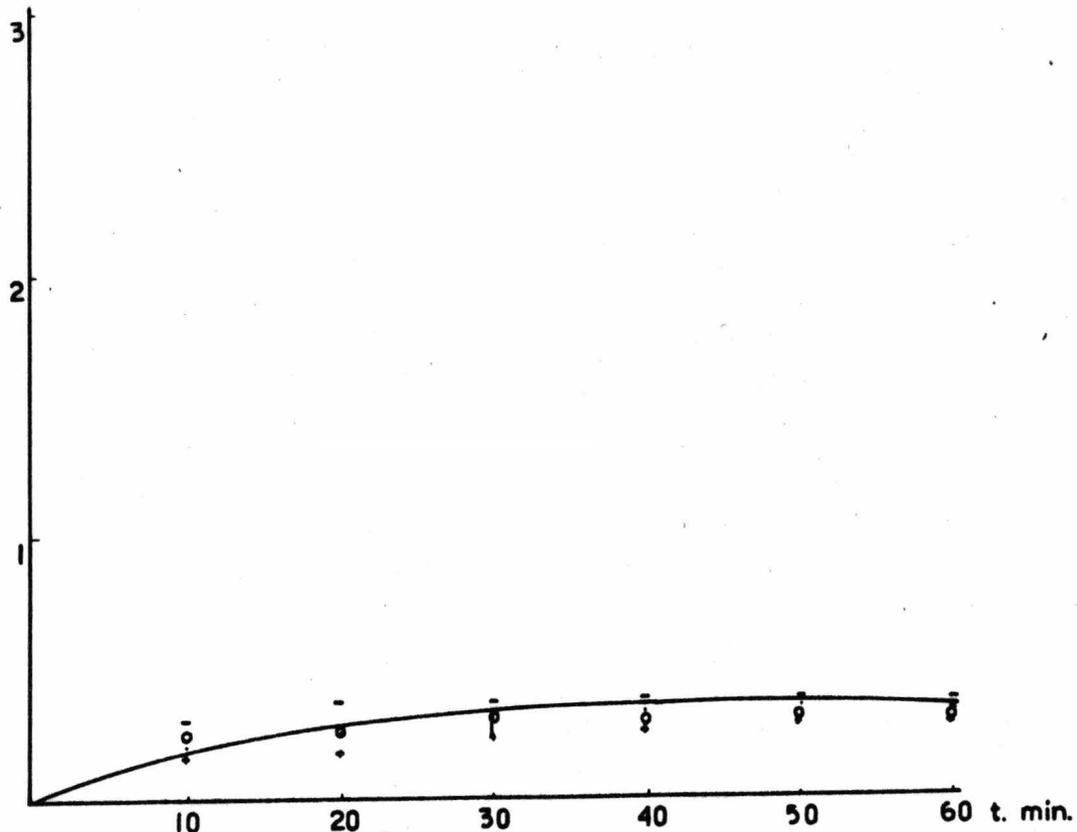


FIG. F CATALIZADOR D

TABLA G.- CATALIZADORE GRANULADOS ACTAL 2-4 MALLA 6

Tiempo de Operación min.	Corrida 1		Corrida 2		Corrida 3		Corrida 4		Corrida 5	
	Pérdida g	% peso								
10	0.82	1.64	0.84	1.68	0.68	1.36	0.78	1.56	0.70	1.40
20	0.84	1.68	0.87	1.74	0.78	1.56	0.80	1.60	0.82	1.64
30	0.88	1.76	0.91	1.82	0.82	1.64	0.90	1.80	0.85	1.70
40	0.90	1.80	0.93	1.86	0.92	1.84	0.97	1.94	0.97	1.94
50	1.00	2.00	0.98	1.96	0.99	1.98	1.00	2.00	1.12	2.24
60	1.07	2.14	1.10	2.20	1.11	2.22	1.02	2.04	1.25	2.50

% peso  
perdido

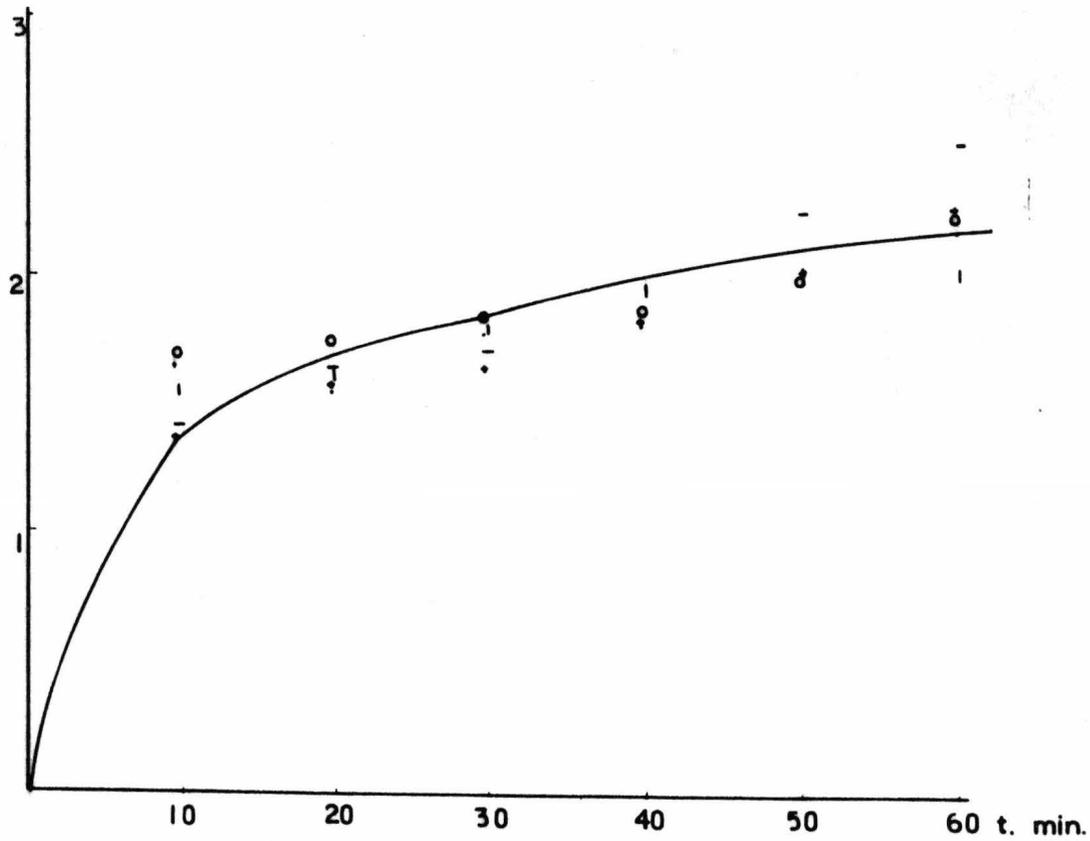


FIG. 6 CATALIZADOR E

TABLA H.- CATALIZADOR F.- BAUXITA PEMEX MALLA 12

Tiempo de Operación min.	Corrida 1		Corrida 2	
	Pérdida g	% peso	Pérdida g	% peso
10	5.56	11.12	5.68	11.36
20	6.54	13.08	6.65	13.30
30	6.79	13.58	6.85	13.70
40	6.95	13.90	6.90	13.80
50	7.03	14.06	7.01	14.02
60	7.12	14.24	7.10	14.20

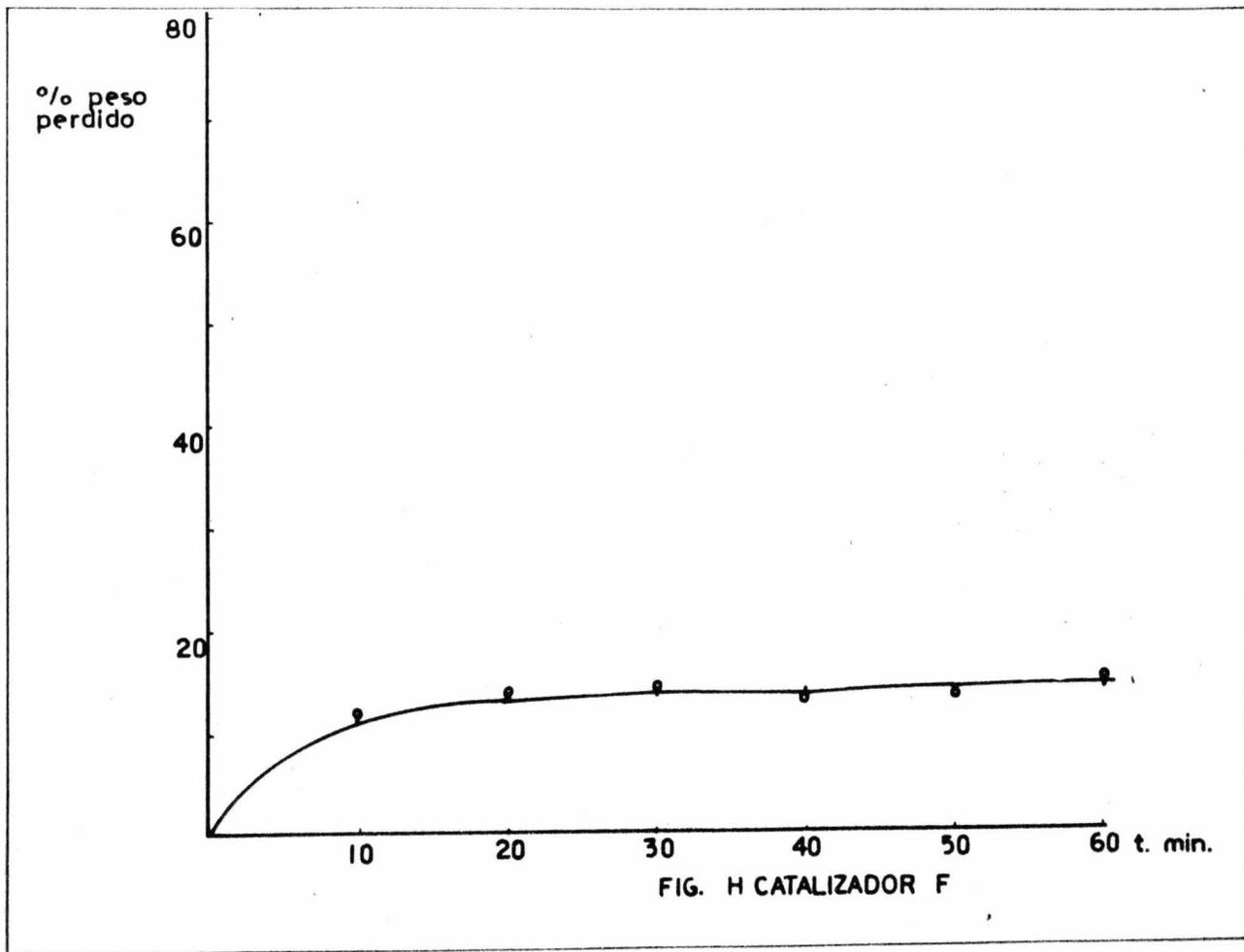


TABLA I CATALIZADOR G.- PASTILLAS DE ALUMINIO SIN CALCINAR

Tiempo de Operación Min.	Corrida 1 Pérdida		Corrida 2 Pérdida		Corrida 3 Pérdida		Corrida 4 Pérdida		Corrida 5 Pérdida	
	g	% peso								
10	2.83	5.66	2.78	5.56	2.85	5.70	2.87	5.74	2.85	5.71
20	5.42	10.84	5.10	10.20	5.55	11.10	5.61	11.22	5.49	10.98
30	7.60	15.20	7.40	14.80	7.62	15.24	7.71	15.42	7.56	15.13
40	9.88	19.76	9.78	19.56	9.85	19.70	9.90	19.80	9.89	19.78
50	10.05	20.10	10.01	20.02	10.00	20.00	9.98	19.96	10.01	20.03
60	10.23	20.46	10.12	20.24	10.07	20.14	10.02	20.04	10.05	20.10

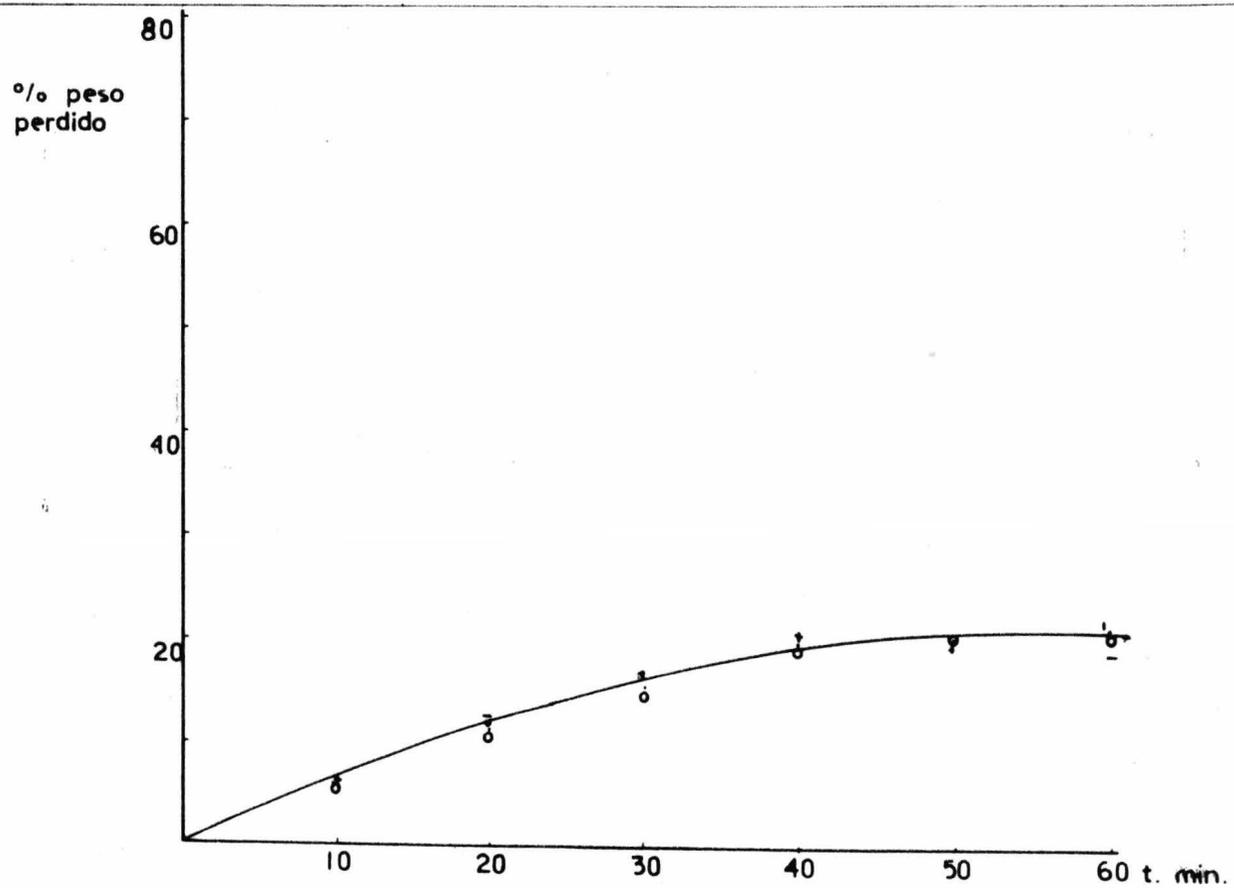


FIG. I CATALIZADOR G

TABLA J.- CATALIZADOR H.- ALUMINIO DENSIDAD 1.7912

Tiempo de Operación min.	Corrida 1 Pérdida		Corrida 2 Pérdida		Corrida 3 Pérdida		Corrida 4 Pérdida		Corrida 5 Pérdida	
	g	% peso								
10	17.91	35.82	17.80	35.60	17.90	35.80	17.72	35.44	17.77	35.54
20	25.68	51.36	25.65	51.30	25.70	51.40	25.72	51.44	25.62	51.24
30	28.74	57.48	28.74	57.48	28.71	57.42	28.65	57.30	28.68	57.36
40	30.79	61.58	30.78	61.56	30.62	61.24	30.67	61.34	30.73	61.46
50	32.48	64.96	32.46	64.92	32.50	65.00	32.52	65.04	32.48	64.90
60	33.04	66.08	33.02	66.04	33.01	66.02	33.11	66.22	33.01	66.02

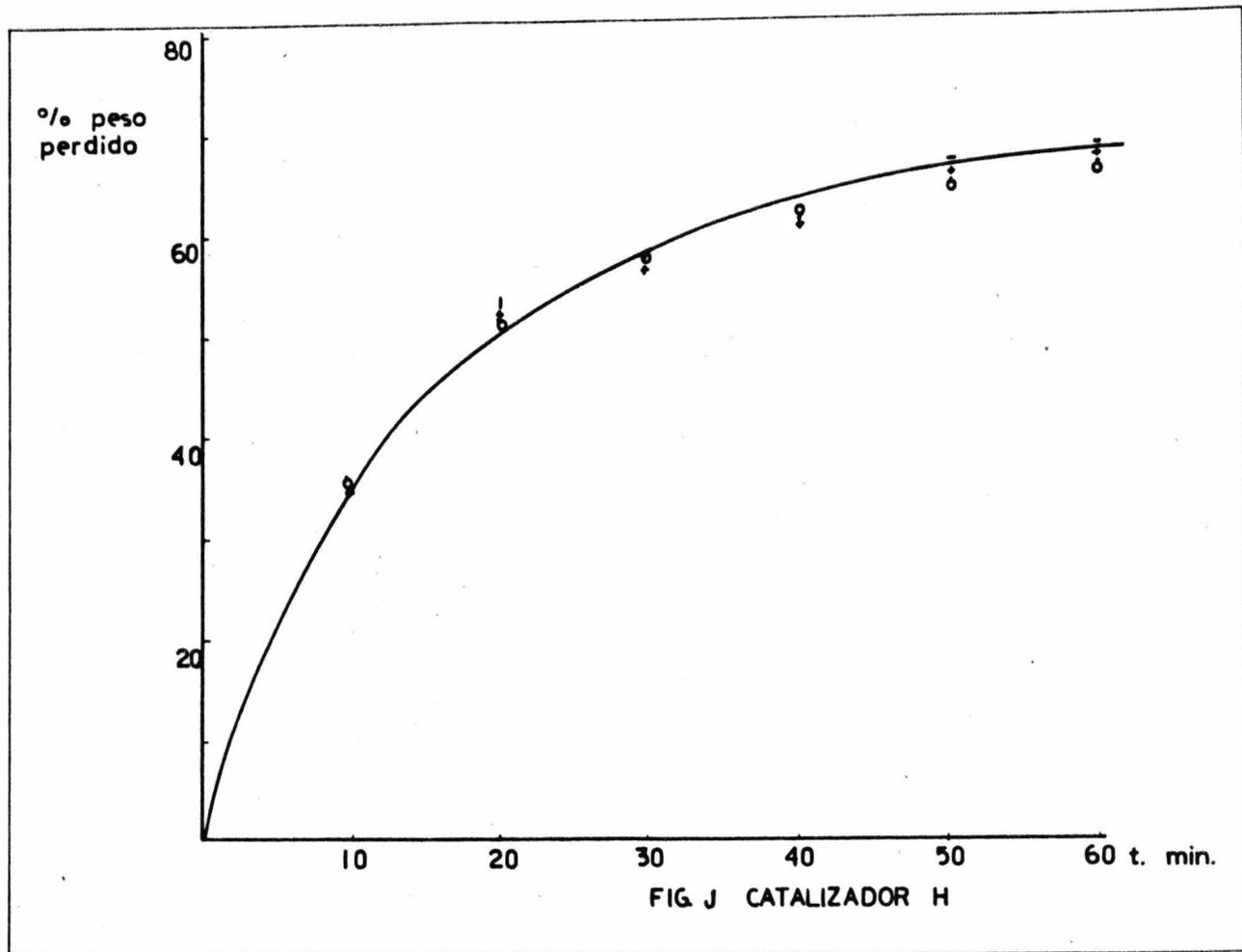


FIG J CATALIZADOR H

TABLA K.- CATALIZADOR I.- ALUMINIO DENSIDAD 1.9057

Tiempo de Operación min.	Corrida 1		Corrida 2		Corrida 3		Corrida 4		Corrida 5	
	Pérdida g	% peso								
10	16.08	32.16	16.02	52.04	15.99	31.98	16.01	32.02	16.02	32.04
20	22.99	45.98	22.95	45.90	23.01	46.02	23.01	46.02	22.94	45.88
30	25.72	51.44	25.68	51.36	25.67	51.34	25.71	51.42	25.68	51.36
40	28.02	56.04	28.01	56.02	27.02	54.04	28.00	56.00	28.00	56.00
50	29.02	58.04	29.01	58.02	29.01	58.02	29.02	58.04	29.02	58.02
60	29.79	59.58	29.71	59.42	29.70	59.40	29.69	59.38	29.70	59.40

% peso  
perdido

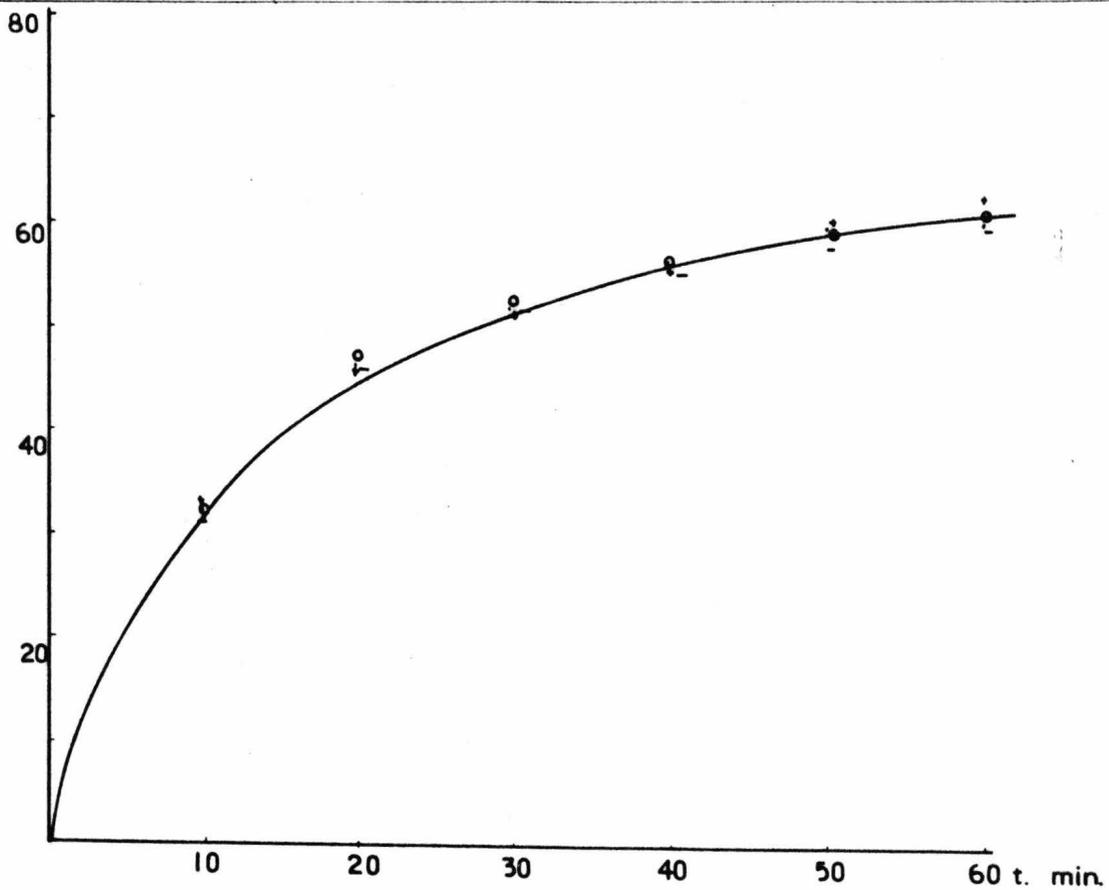
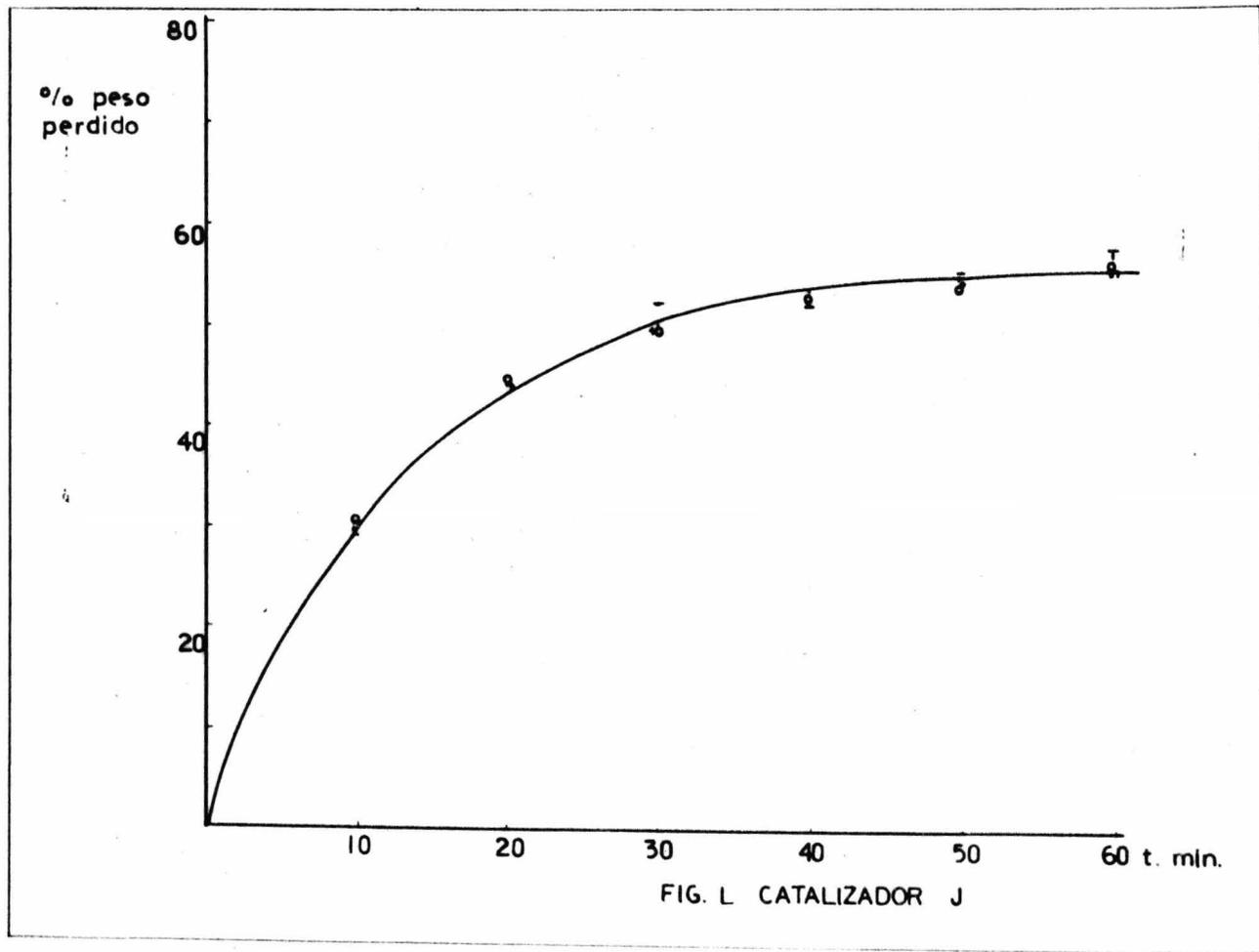


FIG. K CATALIZADOR I

TABLA L.- CATALIZADOR J.- ALUMINIO DENSIDAD 1.9723

Tiempo de Operación min.	Corrida 1		Corrida 2		Corrida 3		Corrida 4		Corrida 5	
	Pérdida g	% peso								
10	14.97	29.58	13.90	27.80	13.78	27.56	14.10	28.20	14.11	28.22
20	21.68	43.36	21.60	43.20	21.59	43.18	21.55	43.10	21.55	43.10
30	24.79	49.58	24.63	49.26	24.65	49.30	24.62	49.24	24.71	49.42
40	26.63	53.26	26.61	53.22	26.58	53.16	26.65	53.30	26.63	53.26
50	27.01	54.02	27.02	54.02	27.10	54.20	27.05	54.10	27.02	54.04
60	27.59	54.98	27.47	54.94	27.94	54.98	27.45	54.90	27.51	55.02



5.3.- Discusión de resultados.- Existe un sinfín de juegos de variables en las partículas de catalizador que se pueden probar en la columna de disgregación acelerada. En el presente trabajo solo se prueban algunas de ellas como son: forma, tamaño, densidad y tratamiento técnico. Estas características se probaron solo independientemente, es decir, en función de una sola variable.

Forma.- Esta característica no tuvo punto de comparación, ya que a pesar de haber sido sometidas a prueba gran variedad de formas, cada lote tuvo diferente preparación; pero en general la disgregación fué menos severa en partículas esféricas o casi esféricas, en cambio en aquellas partículas que no poseían dicha forma tendían a adquirirla en el transcurso de la prueba.

Tamaño.- De la medición del tamaño, se vió que es directamente proporcional a la disgregación. Se presentan los resultados obtenidos en las gráficas E, F, y G.

Densidad.- En las gráficas J, K, L se dan los resultados de las diferentes densidades probadas y puede notarse una relación directamente proporcional entre la densidad y la resistencia a la disgregación.

Tratamiento término.- Se presentan los resultados de esta variable en las graficas C y D.

#### 5.4.- Reproducibilidad de resultados

Un método de evaluación de alguna característica, ya sea física o química, donde no exista reproducibilidad de resultados, es un método inoperante. Se considera en general, un resultado reproducible cuando hay variaciones de 0 a 5 % dependiendo de la sensibilidad requerida en los resultados. Además cuando un método es propuesto por vez primera, los resultados están sujetos a un examen más riguroso, ya que dan la confiabilidad sobre el fundamento del mismo. Igualmente y en la medida en que se hayan podido escalar las condiciones comerciales al laboratorio, se tendrá un mayor o menor grado de validez.

En el caso del presente trabajo, se escalaron condiciones hidrodinámicas severas, de tal manera que el método propuesto, es la prueba más consistente dentro de los métodos actuales de disgregación de catalizadores sólidos. Por otro lado, la evidente reproducibilidad de resultados, hace más aceptable dicho método ya en ninguno de los casos, el catalizador sometido a prueba tuvo una variación en la disgregación mayor del 1.5 % respecto al mismo catalizador en diferentes pruebas. Esta reproducibilidad depende de la versatilidad de la operación en la columna. En la tabla 5 se presentan resultados de algunas corridas que demuestran este hecho.

Un hecho significativo dentro de la reproducibilidad de resultados radica en que al colocar a la salida del segundo ciclón, una malla en forma de bolsa para recibir el polvo que se logra escapar, los resultados variaron sensiblemente, disminuyendo en gran proporción la disgregación de los catalizadores sólidos. Tales resultados se observan en las gráficas A y B.

TABLA 5.-

Catalizador: B

Tiempo min.	Corrida 2 Pérdida		Corrida 3 Pérdida	
	en g	en % en peso	en g	en % en peso
10	4.20	8.40	4.60	9.20
20	7.40	14.80	7.77	15.54
30	10.12	20.24	10.71	21.42
40	12.84	25.68	13.00	26.00
50	14.66	29.32	14.79	29.58
60	15.23	30.46	15.21	30.42

Catalizador D

Tiempo min.	Corrida 1 Pérdida		Corrida 5 Pérdida	
	en g	en % en peso	en g	en % en peso
10	0.10	0.10	0.10	0.20
20	0.12	0.24	0.12	0.24
30	0.15	0.30	0.14	0.28
40	0.16	0.32	0.14	0.28
50	0.17	0.24	0.15	0.30
60	0.17	0.34	0.17	0.34

## Catalizador F

Tiempo min.	Corrida 1		Corrida 2	
	Pérdida en g	Pérdida en % en peso	Pérdida en g	Pérdida en % en peso
10	5.56	11.12	5.68	11.36
20	6.54	13.08	6.65	13.30
30	6.79	13.58	6.85	13.70
40	6.95	13.90	6.90	13.80
50	7.03	14.06	7.01	14.02
60	7.12	14.24	7.10	14.20

## C O N C L U S I O N E S.

El método propuesto en el presente trabajo para evaluar la resistencia a la disgregación de sólidos catalíticos, ofrece ventajas sobre todos ya existentes. Entre ellos, provee de una herramienta útil en el laboratorio de catálisis, puesto que el catalizador que se estudia puede ser sometido, además de a las pruebas de actividad ya conocidas, a esta severa prueba de consistencia sin tener que recurrir a los métodos tradicionales que en general consisten solo en medir la fuerza necesaria para romper una pastilla de catalizador, sometiéndola a tensión, compresión o flexión; conducta que, aunque refleja la consistencia de una pastilla, posee el inconveniente de conocerla individualmente, en cambio el método propuesto mide la resistencia a la disgregación de una muestra más representativa de ellas.

En la columna de disgregación acelerada se obtiene una medida de la resistencia a la disgregación, que es precisamente el dato que mayor información proporciona sobre el tiempo de vida de un catalizador sólido, sin necesidad de interrumpir la operación.

Por otro lado, la columna ofrece gran versatilidad para su operación, ya que la carga y descarga del catalizador es sencilla, así como su manipulación al arrancar y concluir la operación.

Otra ventaja consiste en el uso de menores cantidades de catalizador siendo, sin embargo, altamente representativos de la totalidad del catalizador.

Existe la desventaja en el método de la necesidad de conectar y desconectar las ramas del manómetro diferencial, pues dado su diseño, el mecanismo de desmontar la columna así lo requiere en cada corrida. Además, el golpeteo excesivo de las partículas catalizador de entre sí mismas, es un aspecto que no se pudo suprimir en el funcionamiento de la columna.

La síntesis de las consideraciones teóricas de la compactación muestra que al compactar partículas adyacentes para producir una sola de mayor tamaño, juegan un papel importante en la producción de una nueva entidad estable tanto áreas de contacto interfaciales como fuerzas de superficie (atómicas, moleculares y electrostáticas) (compactado). Esta estabilidad se manifiesta como consistencia de la pastilla y depende principalmente del tipo de fuerzas de atracción y el área sobre la cual ellas actúan. La calidad de las fuerzas de atracción está íntimamente ligada a las propiedades fisicoquímicas del material a comprimir o bien del material auxiliar para compactar, dándose diferente tipo de mecanismo según se realice una polimerización térmica o química o bien ambas.

En la medida en que se produzcan áreas de contacto interfaciales se obtendrá mayor consistencia en la partícula de catalizador. En esta forma todo material que se intente compactar debe cumplir con los requisitos fundamentales de fluidez y compresibilidad. La fluidez se logra con partículas esféricas o casi esféricas, una distribución amplia del tamaño de partículas así como una buena distribución de componentes cuando la mezcla cuenta con dos o más. Es necesario asegurarse de que al

menos uno de los componentes tenga buenas propiedades de cohesión o en su defecto utilizar algún adhesivo conocido. Se obtiene una buena consistencia cuando en el momento de aplicar la fuerza máxima de compactación, se provoca además una ligera rotación, ya sea en la matriz o bien en el punzón.

En la actualidad no se cuenta con una teoría lo suficientemente desarrollada y sólida que permita predecir las condiciones más convenientes de compactación de cada sólido en particular.

## B I B L I O G R A F I A.

- 1.- Bowden, F.P., Tabor, D, The friction and lubrication of solids. 1954 (Oxford: Clarendon Press).
- 2.- Gregory, H.R. Proceeding of Symposium on the handling of solids. Ed. by Rottenburg P.A., Pag 7 London; Tran-  
saction of Institution of Chemical Engineering. 40 -  
(1962).
- 3.- Cass, W., G. Nature, 1955 17621, 495.21, 163.
- 4.- Griffith, A A. Phil Trans 1921, A221 163.
- 5.- Drowan, E. Report Progress Physics 12 185 (1949).
- 6.- Shotton, E., Gardenton, D. Journal of Pharmacy and -  
Pharmacology 15: 106 T (1963).
- 7.- Knudsen, F.P. Journal of American Ceramic Society.  
42 326 (1959).
- 8.- Komarek. Industrial and Engineering Chemical. 74 (25)  
154 (1967).
- 9.- Shaxey, J.H., Evans, J.C. Transaction Faraday Society  
19: 60 ( 1923).
- 10.- Unckel, H. Farmacia Práctica. Arch. Eisenhütten m, 18  
161 ( 1945 ).
- 11.- Trari, D., Lewis, C.J. Transaction of Institution of  
Chemical Engineering. 35 258 ( 1957 ).

- 12.- Bowden, F.P., Moore, A.J.N., Tabor, D.J. Journal of Applied Physics. 14 80 ( 1943 ).
- 13.- Bangham, D.M., Berkowitz, N. Research, London, 1 86 (1947).
- 14.- Cooper, A.R., L.E. Journal of the American Ceramic-Society. 45 3 (1962). 97-101.
- 15.- Griffith, R.M. The Extrusion of Silica Alumina Powders. The Canadian Journal of Chemical Engineering. 44 108 ( 1966 ).
- 16.- Walker, E.E. Transaction Faraday Society. 19 73 --- (1923).
- 17.- Balshin, M.Y. Farmaci. Vestnik Metallofrom. 18 124 ( 1938 ).
- 18.- Rigunt, T., Marsimaha Rao, A. Journal of the American Pharmaceutical Association Scientific edition, - 42 4 194-200 ( 1953).
- 19.- Train. D Poceeding of Symposium of the handling of-solids Ed. by Rottenburg P.A. pag 7 London. Transac-tion of Institution of Chemical Engineering. (1962)
- 20.- Huffine, C.L. Farmacia Tesis Columbia University - ( 1953).
- 21.- WL FORSYTHE, JR, WR HERITWING.  
Lindustial and Engeneering Clemistrig 41 6 (1949) - attrition claracteristics of fleind cracking cata--lysts 1200-6

- 22.- A R COOPER, JR, LE EATON.  
J. of the American Ceramic Society 45 3 ( 1962 ) 97-101  
Compaction Behaviors of several ceramic powders.
- 23.- The Canadian Journal of Chemical Engineering 44 (1966)  
198 "The Extrusion of silica and Alumina Powders.
- 24.- Gregory HR The compaction of powders transition of -  
Institution of chemical eng 40 (1962).
- 25.- SHOTTON, E. HERSEY, J.A.  
Compaction and compression cap 9 pharmaceutical technology  
1970.
- 26.- GUNSEL CW, SWARTZ J  
KANIG J.L. Tablets  
cap 12 pharmaceutical technology
- 27.- REMINGTON Cap 36 37  
tablets capsules y pildoras  
farmacia industrial.
- 28.- TRAIN D HERSEY J A.  
powder metallurgy 6 20 (1960)
- 29.- BENNER R A, THOMPSON A P.  
Pat 1778517 oct 14 1930
- 30.- BACALKOTE BB POWDER METALLURGY  
of catalyst preparations
- 31.- JAFFE J, ROSS N.E.  
compression of crystalline substances y american  
Pharmaceutical association scientific ed. 48 4 (1959)

- 32.- PLECHAS R. GUSTAVO H  
sintenzación de cata Rev. del Inst de invest tecno  
logicas de Bogota. 77 14 (1972).
- 33.- PONDER METALLURGY 16
- 34.- PERRY, R.H. CHILCTON, C.H. CHENICAL ENGINEERS'S HAND  
BOOK 5a Edición (1973)  
MC GRAN HILL INTERNATIONAL.