



95  
2ej

# Universidad Nacional Autónoma de México

FACULTAD DE QUIMICA



EXAMENES PROFESIONALES  
FAC. DE QUIMICA

ESTUDIO DE LA EVOLUCION DEL TAMAÑO DE  
PARTICULAS EN MOLIENDA MECANICA DE METALES

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO

P R E S E N T A :

MEDINA HUERTA ALICIA

MEXICO, D. F.

1993

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN



## **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 está 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.

## INDICE

	Página
INTRODUCCION	3
<b>CAPITULO I. ASPECTOS GENERALES</b>	5
Pigmentos	5
Pigmentos Metálicos	5
Polvos de Aluminio	6
Polvos de Bronce	9
Polvos de Plomo	10
Polvos de Cinc	10
Polvos de Cobre	11
Características de los Polvos Metálicos	13
Métodos de Producción de los Polvos Metálicos	20
Métodos Mecánicos	20
Métodos Fisicoquímicos	23
<b>CAPITULO II. MOLIENDA</b>	25
Molino de Piedras	27
Molino de Rodillos	28
Molino de Bolas	31
Molino de Perlas	33
Molino Coloidal	40
Molino de Baker Perkins	40
Molino Vibratorio	42
Molino Kady	42

<b>CAPITULO III.</b>	<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	<b>44</b>
	Molienda de polvos de latón	44
	Determinación del tamaño de partícula a través de microscopía óptica	46
	Determinación del espesor de la partícula del pigmento	48
	Determinación del ácido esteárico "no adherido al pigmento" por extracción y titulación	49
<b>CAPITULO IV.</b>	<b>RESULTADOS Y DISCUSIONES</b>	<b>52</b>
<b>CAPITULO V.</b>	<b>CONCLUSIONES</b>	<b>84</b>
	ANEXO 1	87
	ANEXO 2	96
	BIBLIOGRAFIA	99

## INTRODUCCION

Los productos de la industria de recubrimientos de superficie son indispensables para la preservación de todo tipo de estructuras.

Las maderas y metales no recubiertos, en particular, son susceptibles al deterioro, especialmente en ciudades donde el hollín y dióxido de azufre aceleran dicha acción.

Las pinturas, barnices y lacas, además de una función meramente protectora, añaden atractivo a los bienes manufacturados, por ejemplo la apariencia estética de un conjunto de hogares y sus interiores. Los recubrimientos que se utilizan para cubrir edificios, mobiliarios y materiales semejantes se conocen como recubrimientos comerciales o arquitectónicos, en contraste con los recubrimientos industriales que comprenden los diversos acabados que se emplean en la multitud de productos de la industria moderna.

En los recubrimientos de superficie se usan, mucho, diferentes metales y aleaciones en forma de polvo.

Los polvos metálicos más importantes usados en los recubrimientos de superficies son aquellos obtenidos de aluminio, cobre, bronce, latón y cinc.

El estaño, níquel, plomo, oro, plata y acero inoxidable se usan solamente en una menor cantidad para acabados especiales.

El interés de este trabajo es **estimar** las condiciones óptimas de una tinta metálica (dorada) y de esta manera, examinar cuál es la mejor dispersión del pigmento, con el propósito de atender a las necesidades de ciertas industrias, como son: pinturas, lacas, etcétera.

Para lograr lo anterior, se tiene que determinar el tiempo de molienda óptimo, así como la concentración de aditivo empleado.

**En el desarrollo experimental, el presente trabajo se ocupa de la molienda mecánica de polvos de latón, debido a sus propiedades y economía.**

# **CAPITULO I**

## **ASPECTOS GENERALES**

### **PIGMENTOS**

Los pigmentos son sustancias finamente divididas, insolubles en el medio en el cual se emplean, que pueden ser blancos, negros o de color, se clasifican en inorgánicos y orgánicos. Son ampliamente utilizados para el recubrimiento de superficies, pero también se han empleado en las industrias de la tinta, plásticos, hule, cerámica, papel y linóleo para impartir color. Una gran cantidad de colorantes y pigmentos se consumen porque ciertos productos requieren una elección particular de materiales que den una máxima cobertura, economía, opacidad, color, durabilidad y capacidad de reflejo deseada, entre otras aplicaciones.

Dentro del grupo de pigmentos inorgánicos, tenemos a los pigmentos metálicos de los cuales, nos ocuparemos en este trabajo.

### **PIGMENTOS METALICOS**

El grupo de los pigmentos metálicos incluye los polvos de aluminio, cobre, bronce, cinc, plomo, latón y otros metales.

Los polvos metálicos se suministran en forma de polvo impalpable o en pasta y constan de partículas metálicas sumamente finas. Poseen la capacidad de ocultar u oscurecer superficies cuando se usan en vehículos especiales para pinturas.

## **POLVOS DE ALUMINIO**

Los pigmentos de aluminio se usan desde hace más de 60 años [2]. Tuvieron su origen en Alemania y se fabrican por diversos procedimientos semejantes a los usados para preparar los polvos de cobre-bronce usados en los dorados y los bronceados decorativos. El polvo de aluminio es gris con lustre metálico, con vehiculos adecuados produce acabados típicos de aluminio con el color y el lustre blanco-gris característico, que varía entre un acabado gris mate y un lustre metálico brillante.

Los pigmentos de aluminio consisten en aluminio relativamente puro, se suministran en diferentes calidades que difieren en las dimensiones de las partículas. Estas son escamas planas y delgadas. Los pigmentos comerciales de aluminio tienen una capacidad media de cubrimiento de 2000-5000 [3] centímetros cuadrados por gramo de pigmento.

### **Manufactura**

Los polvos de aluminio se fabricaban antes de la patente de Hall [2] en una serie de molinos de pisonos o martillos con aluminio metálico en forma de pequeños trozos de lámina o papel. Se cargan los molinos con granalla de aluminio, juntamente con el metal se introduce un lubricante, por lo general ácido esteárico, para mantener separadas las partículas e impedir que se suelden de nuevo durante la operación del martillado. Los molinos están completamente cerrados para evitar que se escape el polvo fino que se forma. Los primeros molinos de la serie son pesados y sirven para romper la carga. A medida que las partículas van siendo más pequeñas, se usan molinos más ligeros hasta que se obtiene el tamaño de partículas deseado. El material que sale del último molino se tamiza y las partículas gruesas vuelven a los molinos para mayor pulverización.

Los polvos tamizados y clasificados se pulen finalmente en grandes tambores que contienen cepillos de cerda montados sobre el eje de rotación. Las superficies interiores de los



tambores son irregulares o provistas de costillas y los extremos de las cerdas de los cepillos tocan a la pared interior del tambor. El polvo se introduce en el tambor, se añade lubricante, y las partículas se pulen por la acción de los cepillos. El lubricante reviste las superficies, que se alisan gradualmente e impide que se suelden unas a otras. Suele ser necesario envejecer el polvo pulido durante varias semanas para producir pigmentos que cubran bien por imbricación.

En un método moderno el metal finamente dividido se introduce en un molino que contiene pequeñas bolas de acero, sílice o cerámica dentro de un cilindro que tiene una flecha con discos que giran. Se añade el lubricante usual y una cantidad de espíritu mineral suficiente para formar una pasta. Cuando el pigmento se ha reducido a la finura adecuada, se saca del molino la pasta y se separa del exceso del espíritu mineral para obtener una pasta que contiene entre 60% y 70% en peso de metal.

El procedimiento de Hametag [2] es otra modificación del procedimiento antiguo del molino de bolas. El aluminio metálico, en estado finamente dividido, se introduce con un lubricante por el extremo de un molino de bolas en el que se hace circular un gas inerte. Las partículas metálicas son reducidas en su tamaño y salen arrastradas por el gas que circula y llevadas a un separador, que separa las partículas de tamaño excesivo para hacerlas volver al molino. Las partículas de un grado de finura adecuado van al pulidor, por el cual pasan continuamente, y son descargados como pigmento terminado.

Cuando las escamas de aluminio son suficientemente pequeñas y tienen un revestimiento adecuado de lubricante, poseen la propiedad de imbricación cuando se incorporan en líquidos formadores de películas adecuados, como ciertos barnices. Cuando se aplica una pintura de aluminio de este tipo, la mayor parte de las partículas de pigmento próximas a la superficie de la película están orientadas en capas paralelas de escamas imbricadas.

Los pigmentos de aluminio se producen en varios grados de finura, como polvos secos y como pastas en espíritu mineral. Además, se ofrecen calidades especiales, dos de las calidades más comunes de aluminio en polvo o en pasta son la Standard y la Extra Fina.

#### Usos

Es muy variado y puede darse una idea en la tabla 1.1.

**TABLA 1.1**

<b>USO DE LOS POLVOS DE ALUMINIO</b>	
<b>Pinturas</b>	Metales estructurales (fábricas, puentes, techos, etc.). Tanques de almacenamiento (petróleo). Exteriores en hormigón, ladrillos, maderas, yeso, minas, granjas, equipo agrícola. Calderas, motores, chimeneas. Decorativas.
<b>Lacas</b>	Policromados para automóviles, aparatos diversos. Protección. Decorativas.
<b>Tintas</b>	Rotografía. Serigrafía. Litografía
<b>Revestimientos</b>	Papel, tejados, relleno de caucho.

## **POLVOS DE BRONCE**

Los polvos de bronce tienen el aspecto del oro y se preparan en centenares de tonos y tamaños de partículas. La mayoría de ellos son aleaciones de cobre con cantidades menores de cinc y aluminio. Para colores y tonos especiales, pueden modificarse las aleaciones básicas con estaño y níquel, o bien se calientan los polvos en el aire a 150 C en condiciones minuciosamente controladas desde el punto de vista de la mezcla, del tiempo de calentamiento y del enfriamiento. Además, hay polvos teñidos por un procedimiento muy complicado con gran número de colores sintéticos. Así se obtienen diversos tonos de violeta, azul, verde, morado y rojo.

### **Manufactura**

La fabricación de los polvos de bronce es semejante a la de los pigmentos de aluminio.

### **Usos**

Los pigmentos de bronce se utilizan casi exclusivamente para fines decorativos, porque son más caros que los de aluminio, a veces son menos fijos a la luz y suelen ser menos duraderos en la intemperie. Tabla 1.2.

**TABLA 1.2**

<b>USOS DE LOS POLVOS DE BRONCE</b>	
<b>Barnices</b>	Decoraciones de interiores.
<b>Lacas</b>	Decoración (partículas de ferretería, guarniciones, aparatos domésticos, etc.) Revestimientos de papel, textiles.
<b>Tintas</b>	Serigrafía. Litografía. Papel tapiz (producto).

## **POLVOS DE PLOMO**

El plomo metálico se produce también en forma de escamas para usarlo como pigmento. Se prepara convirtiendo en escamas plomo atomizado en un molino de bolas de acero, con ácido esteárico como lubricante y con suficiente espíritu mineral para producir una pasta. En virtud de que el plomo finamente dividido se oxida fácilmente, es necesario adoptar precauciones especiales en los diferentes pasos de la fabricación.

Cuando se usa con vehículos adecuados para barnices, la pasta de pigmento de plomo tiene una cualidad protectora bastante buena, pero es inferior al pigmento de aluminio para producir acabados atractivos. Por sus propiedades se adapta mejor a la imprimación sobre hierro galvanizado y plomo. Puede usarse también como minio o con amarillo de cinc y óxido de hierro en imprimaciones para superficies ferrosas en industrias donde los problemas de corrosión son especialmente serios.

## **POLVOS DE CINC**

Es un pigmento gris, que difiere de la mayoría de los pigmentos de polvos metálicos en que sus partículas no son escamas, sino que tienen forma redondeada irregular.

### **Manufactura**

El polvo de cinc se hace vaporizando cinc metálico en condiciones que impiden la oxidación y el desarrollo de partículas grandes de metal en el condensador. El polvo gris resultante consiste en partículas de 5 a 10 micras con una capa superficial de óxido de cinc, que por lo general no representa más de 4%.

### **Usos**

El polvo de cinc se aplica como pigmento para revestimientos protectores. Ejemplos: en pinturas de imprimación para superficies galvanizadas a las cuales no se adhieren la mayoría de las pinturas, en imprimaciones resistentes a la corrosión, en revestimientos de acabado para acero, en pinturas especiales para superficies de acero calentadas, etc.

### **POLVOS DE COBRE**

El polvo de cobre se usa de manera moderada en el recubrimiento de superficies en dos formas, la dendrítica y la llamada de cobre bronceado.

#### **Polvo de cobre dendrítico**

Este polvo se obtiene mediante una deposición electrolítica de las soluciones de sales de cobre, siendo el sulfato de cobre el más común. Tiene un color castaño rojizo debido a los óxidos que se forman rápidamente en las superficies de cobre fresco cuando existe humedad. Se pueden ver, bajo un microscopio, las partículas del pigmento que consiste en numerosos brazos o ramas que le dan una naturaleza esponjosa.

El pigmento tiene un escaso poder cubriente y capacidad de espesamiento de la pintura. A causa de las propiedades fungicidas del cobre se usa principalmente en pinturas de gran calidad antiincrustantes para los fondos de las embarcaciones y yates de placer. El alto costo de la pinturas que se venden para este fin no afecta seriamente su demanda.

#### **Polvo de cobre bronceado**

Este polvo es una aleación que contiene un alto contenido de cobre. Su composición media es la siguiente:

**COMPOSICION**

	<b>%</b>
Cobre	97.9
Cinc.	2.0
Hierro.	0.1

Se obtiene en formas de escamas muy similares a las de polvo de aluminio mediante una molienda con disolventes en molinos de bolas y evaporando después el disolvente. Se pule y recubre con ácido esteárico como el polvo de aluminio para un gran resplandor metálico. El ácido esteárico le proporciona propiedades peliculantes y le protege del aire y de la humedad que es la causa de la decoloración o enmohecimiento por la formación de óxido.

El polvo de cobre bronceado se obtiene solamente en calidades peliculantes bastantes gruesas. Sus cifras de recubrimiento de agua en el mercado oscilan de 1000 a 5000 cm /g. Como en los polvos de aluminio, cuando más grande es el tamaño medio de las partículas, más pronunciada es la apariencia metálica del recubrimiento. Su poder cubriente, más alto que el tipo dendrítico, es aproximadamente igual al del polvo de aluminio con tamaño de partícula similar. Como todos los pigmentos que contiene cobre tienen una alta acción fungicida, bien en forma metálica o en compuestos químicos.

Las pinturas de cobre, cuando se aplican directamente al acero sin aparejos, aumentan la corrosión mediante una acción electrolytica. Son similares a las pinturas de aluminio a este respecto, aunque como ellos, tienen un alto grado de integridad de películas sobre superficies debidamente protegidas.

Los mejores tipos de polvos de cobre son bastante estables en los recubrimientos envasados y altamente resistentes a los cambios de color cuando se exponen a la interperie.

## CARACTERISTICAS DE LOS POLVOS METALICOS

La mayoría de los polvos metálicos tienen gran poder cubriente y poder colorante. Son extraordinariamente duraderos en cuanto a integridad de película, protección de la superficie, y duración, aunque algunos de ellos no mantienen bien su aspecto metálico a causa de la oxidación superficial.

Los polvos metálicos no parecen aglomerarse tanto como la mayoría de los otros pigmentos, ni formar conglomerados de partículas de los pigmentos secos. Con ellos se pueden obtener pinturas, lacas y esmaltes suficientemente aceptables mediante un mezclado concienzudo, aunque algunas de las calidades superiores de los acabados industriales se muelen mecánicamente o se dispersan en una extensión limitada. A continuación mencionaremos, algunas de las principales características de los polvos metálicos.

a) Forma.- Depende básicamente del método de fabricación, obteniéndose formas esféricas, aciculares, irregulares, dendríticas, fragmentadas, escamas, etc., teniendo influencia en la densidad, área superficial, permeabilidad, fluidez, etc. La tabla 1.3, relaciona y lista la forma de partículas y sus procesos de fabricación; las figs. 1.1 a 1.6 muestran algunas formas de partículas.

b) Tamaño.- Varían mucho en tamaño de partícula en las tres dimensiones, es un problema difícil de resolver, pues está influenciado por muchos factores, aunque usualmente el intervalo del tamaño de partícula varía entre 0.1 a 100 micras. La tabla 1.4 lista diversos métodos de medición de tamaño y sus aplicaciones.

c) Porosidad.- Variable de acuerdo al proceso y en naturaleza, ya que puede ser aislada ó interconectada y ser superficial ó interna e influir ó no en la actividad superficial de la partícula, además, determinar la densidad de la misma y del producto.

d) Area Superficial .- Es una característica que depende de la forma y porosidad, teniendo una partícula irregular mayor área que una esférica de igual tamaño.

e) Actividad (reactividad) .- Es una propiedad que determina la velocidad de difusión, la velocidad de absorción y reacciones similares; es incrementada por la disminución de tamaño y depende de la forma, rugosidad, porosidad, etc.

f) Pureza.- Los polvos comerciales están disponibles en varios grados de pureza; pero generalmente el metal base tiene una pureza mínima de 97.5% y para la mayoría de las aplicaciones los rangos van desde 98,5% hasta 99.5% ó más.

g) Piroforicidad.- Debido a la elevada superficie presentada por los polvos, respecto a su volumen, se puede presentar el problema de piroforicidad, es decir una ignición u oxidación espontánea sumamente exotérmica hasta niveles de explosión; ésto representa un inconveniente en el manejo de los polvos y requiere de medidas de seguridad adecuadas.

h) Toxicidad.- La toxicidad de algunos metales ha sido reconocida y estudiada ampliamente, pero ahora con el empleo masivo de los polvos metálicos, esta característica cobra una mayor importancia. No sólo afecta la naturaleza tóxica del metal, sino también su estado físico; ya que las partículas finas tienen la habilidad de quedar suspendidas en la atmósfera, durante



cierto tiempo. Este hecho manifiesta la necesidad de un control estricto de la atmósfera de trabajo, porque el efecto de algunos polvos es acumulativo.

**TABLA 1.3**

<b>FORMA DE LA PARTICULA DE ACUERDO CON EL METODO DE FABRICACION</b>	
<b>FORMA</b>	<b>PROCESO</b>
a) Acicular	Descomposición química
b) Dendrítica	Electrólisis
c) Esférica	Descomposición de carbonilo, emulsificación, enfriamiento, evaporación de líquidos pulverizados.
d) Angular	Desintegración mecánica, descomposición de Ni (CO) <sub>4</sub>
e) Irregular	Atomización, descomposición química.
f) Irregular Alargada	Descomposición química, desintegración mecánica.
g) Escama	Desintegración mecánica.
h) Redondeada	Atomización, descomposición química.
i) Porosa	Reducción de óxidos.

**TABLA 1.4**

<b>METODOS DE MEDICION DEL TAMAÑO DE PARTICULA Y SU RANGO DE APLICACION</b>			
<b>CLASE</b>	<b>METODO</b>	<b>RANGO (Micras)</b>	<b>MEDIDA</b>
1) Mallas	Malleo con agitación mecánica	44 - 800	Distribución
	Micro mallas	5 - 50	
2) Microscopio	Luz visible	1 - 100	Distribución
	Electrónico	0.001 - 5	
3) Sedimentación	Gravitacional	1 - 250	Distribución
	Centrífuga	0.05 - 60	
4) Turbidimetría	Turbidimetría*	0.05 - 500	Diámetro medio
5) Elutriación	Elutriación	5 - 50	Distribución
6) Resistividad electrolítica	Contador Coulter	0.5 - 800	
7) Permeabilidad	Medidor Fisher	0.2 - 50	Diámetro medio
8) Area superficial	Absorción de una fase gaseosa	0.01 - 20	Diámetro medio
	Absorción de una fase líquida	0.01 - 50	

\* Medición de la atenuación de la intensidad de la luz.

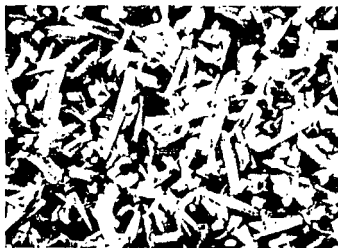


Fig. 1.1 Partículas de polvo acicular.[4]

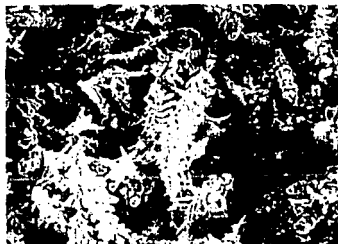
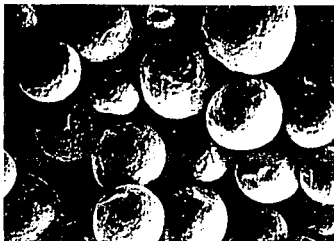


Fig. 1.2 Partículas de polvo dendrítica.[4]

[4] Fotocopias tomadas del libro: Fritz V. Lenel, Power Metallurgy: Principles and applications metal powder. Industries federation; Princeton, New Jersey, 1980.

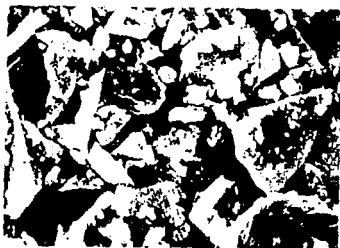


**Fig. 1.3 Partículas de polvo esférica.[4]**



**Fig. 1.4 Partículas de polvo angular.[4]**

**[4] Fotocopias tomadas del libro: Fritz V. Lenel, Power Metallurgy: Principles and applications metal powder. Industries federation; Princeton, New Jersey, 1980.**



**Fig. 1.5 Partículas de polvo irregular.[4]**



**Fig. 1.6 Partículas de polvo en escama.[4]**

**[4] Fotocopias tomadas del libro: Fritz V. Lenel, Power Metallurgy: Principles and applications metal powder. Industries federation; Princeton, New Jersey, 1980.**

## **METODOS DE PRODUCCION DE POLVOS METALICOS**

Cada uno de los métodos de producción de polvos tiene peculiaridades propias tales como: economía, limpieza, propiedades fisicoquímicas, etc., que los hacen adecuados para diferentes propósitos.

Los métodos empleados en la producción de polvos se pueden dividir en dos grandes grupos:

### **1) METODOS MECANICOS**

- a. Pulverización mecánica de metales sólidos.
- b. Pulverización mecánica de metales fundidos.

### **2) METODOS FISICOQUIMICOS**

- a. Reducción directa de compuestos metálicos.
- b. Deposición electrolítica.
- c. Hidrometalúrgicos.
- d. Descomposición térmica.

### **METODOS MECANICOS**

El principio básico de estos métodos, es suministrar energía por medios mecánicos, para producir la separación del metal en partículas.

#### **Pulverización Mecánica de Metales Sólidos**

Es comúnmente empleada para la obtención de granulometrías específicas como segunda operación unitaria después de obtener el polvo metálico por otro proceso.

El metal a utilizar, puede tener una naturaleza frágil ó dúctil; generalmente cuando se trata de metales dúctiles el propósito más que una reducción de tamaño , es un cambio de forma como es la producción de escamas de Au, Zn, Ni, Ag, Sn, Al, Cu, Pd, Er, etc.

#### **Pulverización Mecánica de Metales Fundidos**

La desintegración mecánica del material en estado líquido, se ha aplicado con éxito a una gran variedad de metales y aleaciones. Los métodos usados son :

1. Granulación
2. Choque Térmico
3. Atomización
  - a) Líquido
  - b) Gas
4. Electrodo Rotatorio

#### **Granulación**

Consiste en agitar continuamente por medio de un dispositivo mecánico el baño metálico, mientras éste se enfría. Las condiciones de agitación determinan la granulometría; se emplea para metales de bajo punto de fusión, actualmente no se usa en la producción masiva de polvos.

#### **Choque térmico**

Se puede considerar como el antecedente de la atomización, ya que tiene ciertas similitudes. La desintegración de un chorro de metal al entrar en contacto con agua contenida en un recipiente. Este método fue estudiado para Cu, Zn, Ni, Au, Ag, latón y aleaciones de níquel. No se usa comercialmente.

### **Atomización**

Consiste en general, en empujar un metal fundido a través de una boquilla utilizando como propelente gas inerte.

La atomización ha sido aplicada a la producción de polvos de hierro, aceros, aleaciones especiales de níquel, cobalto, estaño, plomo, cinc, cobre, bronce, etc.

Las principales ventajas y facilidades que han hecho de la atomización un proceso común son:

1. Composición aproximadamente uniforme, cada una de las partículas tiene una composición similar, eliminando los problemas de segregación y de variación del tamaño de grano.
2. Facilidad para producir aleaciones, prácticamente cualquier tipo de aleación se puede hacer con esta técnica.
3. Mayor pureza; es un método limpio que reduce la cantidad de inclusiones no metálicas, mejorando las propiedades de los contenidos de oxígeno ( hasta 30 ppm ) , se emplea para aleaciones especiales.

### **Electrodo rotatorio**

El material al ser pulverizado, se encuentra en forma de barra, la cual se hace rotar, siendo fundida en el frente por un arco de plasma, el metal fundido es dispersado dentro de una cámara llena de helio, las partículas son esféricas, libres de porosidad y defectos superficiales, el rango de tamaños es de 30 a 500 micras, bajo contenido de oxígeno (hasta 30ppm), se emplea para aleaciones especiales, la pureza depende de la barra original, fig. 1.7.





**Fig. 1.7 Proceso del electrodo rotatorio.[5]**

### **METODOS FISICOQUIMICOS**

Son procesos que de una u otra manera involucran cambios fisicoquímicos, reacciones, descomposiciones, etc.

#### **Reducción directa de compuestos metálicos**

Este método generalmente se utiliza para, la reducción de óxidos, puede realizarse con un agente reductor sólido ó gaseosa.

Los reductores empleados son gas natural reformado y carbón; cuando el producto lo justifique; hidrógeno.

Los polvos producidos, presentan un aspecto poroso típico, ya que las reacciones se llevan a cabo por difusión a través del sólido. Se puede producir polvos de hierro, cobre, wolframio, molibdeno. etc..

#### **Deposición Electrolytica**

La deposición electrolytica es empleada principalmente para producir polvos de Fe, Cu, Be, Ni, Ag, etc.. Los procesos de deposición de metales en el cátodo de una celda electrolytica

son fáciles de controlar, pero más costosos. Cuando se requiere un depósito poroso, fácilmente desprendible; se logra con una alta densidad de corriente; concentraciones bajas de cation, alta concentración de ácido, adición de coloides, bajas temperaturas, altas viscosidades, eliminar la agitación y la convección. El polvo depositado se extrae y se lava para eliminar el electrolito; es recocido en atmósfera reductora, alimentado a molinos de impacto de alta velocidad para desintegrar aglomerados y clasificarlo. El polvo obtenido es de alta pureza y adecuado para la pulvimetalurgia, su estructura es dendrítica. Sin embargo es un proceso largo y costoso.

### **Procesos Hidrometalúrgicos**

La hidrometalurgia ha ido en constante aumento de importancia en la recuperación de metales ó materiales de los que sean fácilmente extraíbles. Por su naturaleza, abre un extenso campo para la producción de una gran variedad de polvos metálicos, económicamente.

### **Descomposición Térmica**

Se pueden agrupar bajo este título, diferentes técnicas como son:

- a) Evaporación y condensación.
- b) Descomposición de carbonilos.
- c) Precipitación desde sales fundidas.
- d) Descomposición de hidruros metálicos.
- e) Precipitación desde gases.

## **CAPITULO II**

### **MOLIENDA**

Es una operación cuyo objetivo es obtener un producto con determinado tamaño granular, comprendido entre límites preestablecidos, para satisfacer las necesidades industriales.

Dependiendo de la industria de que se trate, será el tipo de molino que se use de acuerdo a sus necesidades de reducción de tamaño. En base a ésto para seleccionar la maquinaria de molienda se debe tener en cuenta los siguientes puntos:

- 1) Propiedades físicas del material.
- 2) Tamaño de la alimentación.
- 3) Tamaño del producto a obtener.
- 4) Cantidad que se debe moler.

De acuerdo con el tamaño de la alimentación y del producto, la maquinaria de molienda queda dividida en la siguiente forma:

- 1) Reducción de tamaño primaria; con alimentación de piezas de 5 a 250 cm. o más. Se emplean:
  - a) Trituradores de mandíbulas (Quebrantadoras).
    - i) Blake
    - ii) Dodge

2) Reducción intermedia o secundaria de tamaño; con alimentación de 2 a 8 cm. y producto que pasa a través de malla 10. Se emplean:

- a) Trituradores de rodillos
- b) Trituradores de discos
- c) Molinos de muelas verticales
- d) Molinos desintegradores
- e) Molino de rodillos

3) Reducción fina de tamaño; con alimentación de 0.5 a 1.5 cm. y producto que pasa a través de malla 200. Se emplean molinos de:

- a) Centrífugos
  - i) Raymond.
- b) Piedras
- c) Rodillos
- d) Bolas y de Tubo.

4) Reducción superfina de tamaño; con alimentación de partículas de malla 80 y con un producto fino de media micra. Se emplean molinos de:

- a) coloides

De acuerdo al tipo de fuerza que se aplica para desintegrar las partículas, las máquinas de molienda pueden clasificarse así:

1) Las que quiebran por aplicación de presión continua, ejemplo: Quebrantadoras de mandíbulas, de discos, giratorias, etc..

- 2) Las que desintegran por impacto o golpe, ejemplo: Molino de bolas, de martillos, etc..
- 3) Las que desintegran por abrasión o que muelen por fuerza constante, ejemplo: Molinos de dientes, de discos, etc..

A continuación se describen, algunos molinos utilizados en la fabricación de pinturas y tintas. Por lo cual se menciona a grandes rasgos, la manufactura de los revestimientos industriales.

El procedimiento general es mezclar el pigmento, con una parte de aglutinante y con el disolvente hasta formar una pasta; molerla en un molino, posteriormente adelgazar la pasta molida con más aglutinante y colarla por muselina o clarificarla con una centrifuga. Muchos revestimientos coloreados tienen que teñirse, y todos los lotes se comprueban en el laboratorio para ver si satisfacen los requisitos físicos y dan el resultado apetecido.

#### **MOLINO DE PIEDRAS**

El molino de piedras es el tipo más antiguo que aun permanece en uso; da una dispersión excelente, pero exige manejo y cuidados especiales. Puede usarse para moler en seco (por ejemplo, granos) y para molienda húmeda (pinturas).

En los últimos años se han construido varios molinos de alta velocidad (3600 a 5400 rpm), basada en el principio rotor-estator en los cuales el material por dispersarse se alimenta por un cono colocado en el centro del molino y sale forzado entre el rotor y el estator. La mezcla pigmento vehículo es forzado sobre la superficie del rotor y sale hacia afuera por canales estrechos del centro del estator.

Actualmente, estos molinos usan piedras artificiales de gran duración y rendimiento de las cuales una es fija y la otra móvil; se basan en la gran acción de desmenuzamiento lograda por las

piedras al girar. Para que den un rendimiento máximo, es necesaria una premezcla y controlar la viscosidad de la pasta que no debe de ser muy pesada.

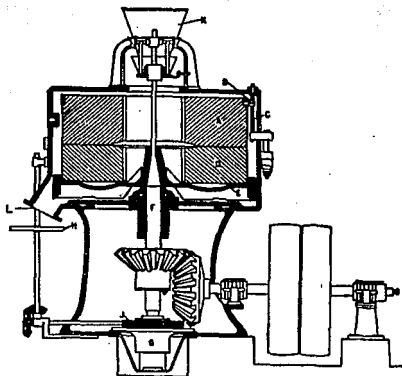
En el caso de pigmentos de bajo índice de absorción de aceite, se calibra la distancia entre el rotor y estator que es lo que determina el grado de dispersión del pigmento. Son muy empleados para producir pinturas, tintas para textiles, imprenta, flexográficas, esmaltes de pigmentos suaves y fáciles de moler, cosméticos y productos farmacéuticos. La Fig.2.1 muestra el diagrama del Molino de piedras.

En los últimos años los molinos de piedras para molienda de pintura se han sustituido por el molino de rodillos.

### **MOLINO DE RODILLOS**

Estos pueden tener generalmente 2, 3 y 5 rodillos los cuales funcionan a velocidades diferentes entre sí, para que el desmenuado sea más efectivo; giran sobre sí mismos en sentidos opuestos y con velocidades que van duplicándose de uno a otro, fig. 2.2. El material por dispersarse se alimenta entre los dos primeros rodillos, que son de velocidad baja, y se descarga después del último rodillo, de alta velocidad que aplica también un esfuerzo cortante a la película del material que pasa por ellos. Necesitan vehículos de muy alta viscosidad para tener la pegajosidad necesaria y así efectuar el desmenuado que necesite.

Para estos tipos de molinos es necesaria una buena premezcla ya que si esta premezcla no es la adecuada, el rendimiento de los molinos es muy bajo. El molino de tres rodillos se utilizan grandemente para la producción de los llamados chips, que no son otra cosa que dispersiones de pigmentos en un vehículo sólido. Producen esmaltes de alto brillo y gran estabilidad, además presentan un gran efecto desmenuador.



**Fig.2.1 Molino de piedras: A, piedra superior; B, banda metálica; C, espárragos; D, piedra inferior; E, soporte de patas de araña; F, eje principal; G, rangua; H, volante de ajuste; J, engranaje de ajuste; K, alimentador; L, salida del producto.[6]**

[6] Fotocopia tomada del libro: Walter L. Badger, Introducción a la ingeniería química, editorial Mc Graw-Hill, 1984.

Los molinos de tres y de cinco rodillos se usan mucho por su buena capacidad de producción y por su adaptabilidad al cambio de un revestimiento a otro.

El molino de cinco rodillos es apropiado para moler pastas que tengan poca premezcla, en esmaltes tipo caseros.

El molino de tres rodillos, producen dispersiones de pigmentos en sistemas húmedos.

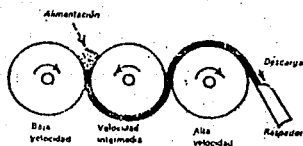


Fig. 2.2 Molino de rodillos.[7]

[7] Fotocopia tomada del libro: Robert H. Perry Don Green, Chemical

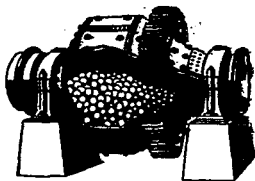


## **MOLINO DE BOLAS**

Este tipo de molino es uno de los más antiguos y más usados en la industria de pinturas. Son máquinas industriales ideadas especialmente para la molienda para vía seca o húmeda.

Estos molinos no requieren premezcla de material y se pueden usar haciendo el proceso casi continuo, cuando se trabajan lotes iguales o muy parecidos.

Esencialmente, un molino de bolas consiste en un tambor con movimiento de rotación, en cuyo interior se encuentran las bolas y el material a moler, fig. 2.3. Debido al movimiento rotatorio, las bolas ascienden hasta una cierta altura y caen golpeándose entre sí. El trabajo de choque y fricción así desarrollado actúa sobre el provocando su molienda.



**Fig. 2.3 Molino cónico de bolas (Harding Company, Inc.).[2]**

[2] Fotocopia tomada del libro: Kirk E Raymond and Othmer F. Dodd,  
editorial Hispano-América.

Generalmente, las bolas son de acero o de porcelana. Las de porcelana se usan para colores blancos y tonos pastel debido a que no contaminan el color de la pasta; para estos colores es necesario también forrar el molino de porcelana. Cuando se emplean bolas de acero, debido al desgaste de éstas y de la coraza del molino, las pastas sufren una contaminación natural en su color, por lo tanto estas bolas se usan en colores oscuros o para colores donde no importa dicha contaminación.

Actualmente, se emplea cerámica (esteatita ) para el revestimiento de los molinos de bolas. La ventaja que presenta con relación a la porcelana, es que la esteatita tiene una dureza tres veces superior y su peso específico excede en un 20%. Debido a estas características, no comunica impurezas al producto tratado por más sensible y delicada que sea su coloración, al propio tiempo que su mayor densidad produce una molturación más energética.

Este tipo de molino se adapta bien a la producción en gran escala, además de que consume poca energía. Estos molinos se limpian con dificultad cuando se cambia la fórmula, y combinan las operaciones de mezcla y molienda.

La finura de la molienda depende de la rapidez de los deslizamientos mutuos y del número de choques. De ello depende también el rendimiento . El aumento de la velocidad de giro del tambor queda limitado por el hecho de que llegará un momento en que las bolas sometidas a la acción de la fuerza centrífuga dejarán de caer cuando la velocidad de giro sobrepase a un determinado valor. El número de revoluciones más adecuado es considerablemente inferior a este. También la pastosidad de la alimentación influye en el proceso de molienda. Los resultados de la molienda crecen particularmente al aumentar la presión. Las bolas de una sustancia de peso específico alto, permite trabajar con un intervalo más corto que los materiales duros.

El relleno de bolas suele abarcar hasta  $1/3$  de la capacidad del molino en el caso de que las bolas sean de acero, y hasta  $1/2$  cuando las bolas sean de porcelana o de piedra. En seguida mencionaremos algunas principales variables del molino de bolas.

#### **Algunas variables para el proceso con molino de bolas**

1. Tamaño del molino.
2. Velocidad del molino ( RPM ).
3. Tiempo de molienda.
4. Material de las bolas.
5. Cantidad de bolas.
6. Tamaño de bolas.
7. Cantidad de material a moler.
8. Medio de la molienda:
  - a) En seco ( tipo y pureza de la atmósfera ).
  - b) En húmedo ( tipo y pureza del medio ).
9. Tamaño original del material.
10. Cociente de cantidad de material a volumen del molino.
11. Cantidad de material a cantidad de bolas.

#### **MOLINO DE PERLAS**

Estos tipos de molinos emplean como elementos de molienda perillas redondas de vidrio duro ó acero fino, de un diámetro comprendido entre 0.75 y 5 mm. que actúan como cuerpos molturadores. Una bomba regulable externa transporta el material desde el depósito a la parte inferior del recipiente de molienda cilíndrico y angosto, cargado con las perillas molturadoras. En

el recipiente de molienda gira un mecanismo agitador de discos que se mueve intensamente (desde 1200 a 3600 RPM) la mezcla material entre elementos de molienda. Presenta un dispositivo de separación situado en la parte superior del recipiente, tamiz o hendidura de trituración cuya función es retener las perillas y así dejar pasar el material finamente molido que fluye finalmente a través de una abertura lateral, fig. 2.4.

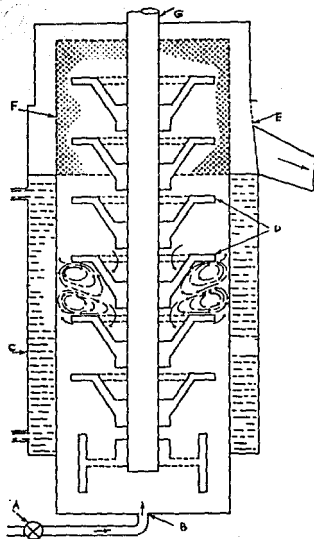
El efecto de molienda se basa en la acción conjunta de diversos componentes:

- 1.- Gran Número de puntos de molienda. La trituración y pulverización tiene lugar entre las perillas al rodar y deslizarse unas sobre otras, entre los órganos agitadores y los cuerpos molidores, así como en mucho menor grado entre las perillas y la pared del recipiente.
- 2.- Fuerzas de cizallamiento debidas a las velocidades diferenciales. Las magnitudes aquí influyentes son la velocidad de trabajo del agitador, el tamaño, forma y peso específico de los elementos de molienda, así como la viscosidad, es decir, viscosidad estructural del material que se muele.
- 3.- Adhesión entre los componentes líquidos y sólidos de la carga, o bien la adhesión del material a los cuerpos molidores y a los elementos agitadores.

El grado de finura deseado se obtiene regulando el tiempo de permanencia del material en el recipiente de molienda (prescindiendo ahora del dimensionamiento de la máquina y la elección del relleno de perillas). Para obtener un mayor rendimiento en la molienda es necesario el premezclado de la carga.

#### **Selección del medio de molienda**

Además del costo, los tres factores que determinan la elección del medio de molienda son: tamaño, densidad y composición química.



**Fig. 2.4 Molino de perlas: A, valvula de control de alimentación; B, entrada de alimentación; C, chaqueta de enfriamiento; D, discos impulsores; E, salida del producto; F, dispositivo de separación (tamiz o hendidura); G, armadura rotacional. [8]**

[8] Fotocopia tomada del libro: Temple C. Patton, *Paint flow and 1979*.

Todos los molinos de bolas y perlas tienen un mecanismo de separación por lo cual, generalmente la elección del tamaño de perla, es tal que su diámetro exceda las dimensiones máximas de la abertura del separador por un mínimo de 50%. Otro factor importante es:

El uso de las perlas reduce su tamaño con el tiempo, estas pueden ser remplazadas o cambiar el separador con aberturas más pequeñas. Pero, las perlas más pequeñas tienen la ventaja de crear más puntos de contacto de molienda.

### **Composición Química.**

Todas las perlas, de cualquier composición son extremadamente resistentes a romperse [8]. La fuerza normal desarrollada durante la operación de molienda es incapaz de romperlas por separado. La presencia de alguna perla rota en la base del molino, usualmente indica algún mal funcionamiento o alguna parte rota bajo el mismo molino. El desgaste de los discos impulsores, pueden algunas veces fijar las perlas en una posición donde ellas pueden ser fracturadas.

De los medios de molienda de densidades bajas, se obtienen productos relativamente limpios, no son muy abrasivos, no causan exceso de peso en el molino. Los medios de molienda de alta densidad (acero, plomo, cromo-ferro, vidrio, etc.), son moderadamente abrasivos y introducen colorido a la base de molienda. Se concluye que el medio de molienda, con el más pequeño diámetro, la densidad más baja y el más bajo costo realiza un adecuado trabajo de molienda.

Otro factor importante es la temperatura. Las altas temperaturas (120 a 150 F), permiten cargas altas de pigmento, por que la viscosidad es reducida [8], también ayuda a mojar mejor al pigmento.

### **Porcentaje de producción**

Un porcentaje de producción típica puede ser tomado igual a:

$$Q = 6S \quad (1)$$

donde:

S = Tamaño de la cámara de molienda de el molino de perlas.

Q = Porcentaje de producción.

$$P(\text{caballos de fuerza}) = 5.5 (S(\text{gal})) \quad (2)$$

La ecuación 2 aproximada [8], expresa la relación entre la fuerza requerida y el tamaño del molino.

Dividiendo la ecuación 1 por la ecuación 2, se obtiene el volumen V(gal) de la base de molienda dispersada, producida por 1 caballo de fuerza para un término medio de la operación del molino.

$$V(\text{gal/HP-hr}) = 1.09(S)$$

en unidades de energía eléctrica nos da:

$$V(\text{gal/kw-hr}) = 1.45(S)$$

### **Ventajas del molino de perlas**

1. Inversión inicial relativamente baja, baja energía consumida, requerimiento de espacios pequeños, construcción de fabricación fácil y costos mínimos de mantenimiento.
2. No requiere una supervisión por expertos, no es requerida por la seguridad y simplicidad del equipo. El colocamiento de la válvula que determina el flujo de la base de molienda dentro de la cámara de molienda es el control central para la operación del molino de perlas.
3. La flexibilidad en la producción de volumen es dado por la naturaleza continua de el proceso.

4. El molino de perlas es efectivo especialmente para proveer dispersiones ultrafinas de pigmentos que tienen colores limpios brillantes y para darnos capas con lustres mejorados, máximo poder de cubrimiento.

#### **Desventajas del molino de perlas**

1. La carga al molino debe ser una premezcla homogénea.
2. El dispositivo de separación (tamiz) tapado puede ocasionalmente llegar a ser dificultoso.
3. No es un equipo de largos procesos o aglomerados demasiado grandes.
4. La limpieza entre cambios de color drástico (rojo a amarillo) es difícil.
5. Procesos con bases de molienda dilatadas, normalmente deben ser evitados.

Estos tipos de molinos se emplean principalmente en las industrias de barnices, lacas, pinturas y tintas.

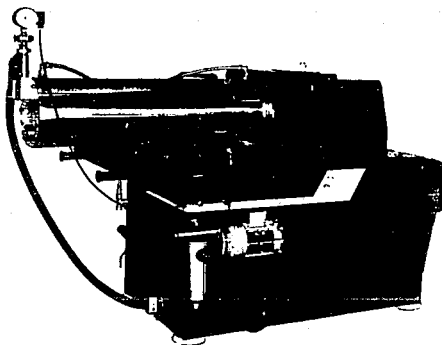
#### **Molino horizontal de perlas**

En este diseño de molino los medios de molienda, se quedan distribuidos uniformemente a lo largo de la unidad horizontal, todo el tiempo. La utilización máxima es tomada de la cámara de molienda (como un 80 a 85% es ocupado por los medios de molienda). Estas unidades horizontales son muy compactas, fáciles de montar y desmontar, son completamente sellados y incluyen distintos arreglos del dispositivo de separación (tamiz). fig. 2.5

Los molinos horizontales son fabricados en un diverso número de tamaños, desde el menor tamaño 1 gal (nivel laboratorio) hasta 50 gal (unidad de producción).

En este tipo de molinos se pueden procesar materiales de viscosidad arriba de 50 poise [8].





**Fig.2.5 Molino de perlas horizontal.[10]**

**[10] Fotocopia tomada del libro: W. M. Morgans, Out lines of paint**

La demanda es tomada de que los molinos horizontales tienen una sobre producción con respecto al molino vertical por un factor de 2 o 3, basado en algunas capacidades de volumen [8].

## **MOLINO COLOIDAL**

Los molinos coloidales se utilizan para suspensiones coloidales, emulsiones y dispersión de sólidos. Pueden obtenerse partículas de tamaño extra fino, del orden de una micra y suspensiones de sólidos que consisten de partículas discretas. Son obtenidos con una alimentación de 200 micras (malla 80) de tamaño de partícula.

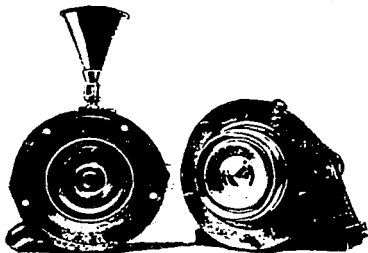
Estos tipos de molinos son muy semejantes a los molinos de piedras, con la diferencia de que sus partes rotor-estator son metálicas, fig. 2.6. El espacio entre el rotor y estator es comunmente de 51 micras, pero puede operar a un espacio máximo de 0.125in (3.18mm) y un mínimo de 0.001 in (25 micras).

El principio de su funcionamiento es crear una corriente de fluido de alta velocidad, en el que se ejerzan fuerzas cortantes extraordinarias dentro del fluido, que sirven para dividir las partículas. Amenudo se recurre al uso de auxiliares químicos en la forma de agentes de dispersión, que son de gran utilidad.

La concentración de energía en los molinos de esta clase es alta, y se tiene una cantidad considerable de calentamiento, efecto que se reduce casi siempre mediante el uso de una cubierta enfriada con agua. Entre otras cosas, como sucede cuando las emulsiones se calientan, la cubierta sirve para efectuar dicho calentamiento.

## **MOLINO DE BAKER PERKINS**

Los molinos de Baker Perkins, como el Bambury son de alto poder desmenuzante, trabajan a alta temperatura y con resinas sin solventes, dispersan únicamente pigmentos suaves y de gran finura. Se usan casi siempre para hacer pastas blancas usadas en esmaltes horneados o para lacas tipo automotriz. Dan acabados de muy buen brillo y gran estabilidad. Su uso es ahora más limitado



Rotor y estator de un molino coloidal.

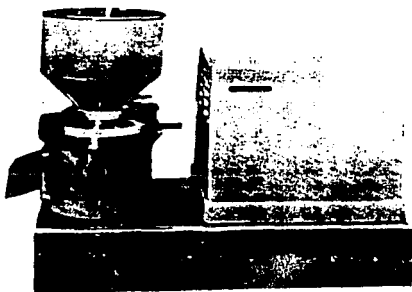


Fig. 2.6 Molino coloidal. [9]

[9] Fotocopia tomada del libro: Coulson J. M. and J. F. Richardson, Chemical engineering, volume 2, fourth edition, pergamon press, 1991.

por estar siendo desplazados por los agitadores compulsores de alta velocidad tipo Cowles, que se autocalicentan y son muy eficientes en su trabajo.

### **MOLINO VIBRATORIO**

Este molino consiste en una cámara de molienda acoplada directamente a un motor, este acoplamiento es excéntrico y como ambos están montados sobre resortes, vibran con gran rapidez. Se cargan en la parte superior y pueden moler en seco, fig. 2.7.

La trituración se lleva a cabo por medio de la vibración tridimensional a una frecuencia aproximada de 20 hertz de los medios contenidos, que generalmente son esferas, cilindros de alúmina y acero. Los medios de molienda varían de tamaño aproximadamente de 1/2 pulg. hasta una malla de 325.

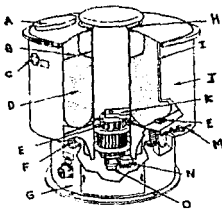
El molino se descarga por medio de una válvula de control manual localizada en la base de la cámara.

Este tipo de molino es de gran rendimiento cuando se carga adecuadamente y con pigmentos suaves. Da esmaltes de buen brillo y se presta para productos caseros e implementos agrícolas.

### **MOLINO KADY**

Entre los nuevos sistemas de dispersión hay el de energía cinética Kady Mill. Es un molino de altas revoluciones con una velocidad periférica de aproximadamente 8,700 pies por minuto, trabaja por impacto y atrición. En este molino un rotor hace pasar por unos canales y a gran velocidad una mezcla de pigmento y vehículo, la gran energía creada es la que rompe los agregados del pigmento. Generalmente conviene trabajarlos con vehículos de muy poca viscosidad y bajos sólidos (a menos sólidos menor probabilidad de floculación). Una gran ventaja de estos

molinos es que no requieren premezclas y que casi se puede completar el lote en el mismo molino para descargar y ajustar. El grado de molienda deseada se obtiene regulando el tiempo de permanencia del material en el recipiente molturador. El Kady Mill es bastante aceptable para la manufactura de tintas para polietileno, tintas flexográficas, etc.



**Fig. 2.7 Molino vibratorio (Sweco Inc.): A, abertura para carga; B, cámara de molienda; C, entrada de molienda en serie; D, medios de molienda; E, motor; F, resortes; G, base; H, columna central; I, revestimientos resistentes a la abrasi3n; J, cubierta del tanque exterior; K, peso superior; L, reten de los medios; M, valvula manual de descarga del producto; N, peso inferior; O, aguste graduado del avance angular. [7]**

[7] Fotocopia tomada del libro: Robert H Perry Don Green, chemical engineerings handbook, sixth edition, editorial Mc Graw-Hill, 1968.

## **CAPITULO III**

### **DESARROLLO EXPERIMENTAL**

- 1. MOLIENDA DEL PIGMENTO (LATON).**
- 2. DETERMINACION DEL TAMAÑO DE PARTICULA A TRAVES DE MICROSCOPIA OPTICA.**
- 3. DETERMINACION DEL ESPESOR DE LA PARTICULA DEL PIGMENTO.**
- 4. DETERMINACION DEL ACIDO ESTEARICO "NO ADHERIDO AL PIGMENTO" POR EXTRACCION Y TITULACION.**

#### **MOLIENDA DEL PIGMENTO (LATON)**

##### **Equipo y Material :**

1. Molino de perlas (tamaño laboratorio).
2. Latón.
3. Vaselina NF85.
4. Acido esteárico.

##### **Molino de Perlas**

Este molino consta de un eje rotacional (1650 RPM), discos impulsores (diámetro 12 cm), elementos de molienda perillas redondas de acero (diámetro 3/32in, nuevas), dispositivo de separación (tamiz), chaqueta de enfriamiento, bomba externa de diafragma (regulable cuando se

para), de 2HP, que transporta la base de molienda al cilindro de molienda , bomba para el agua de enfriamiento de 0.5HP . Una descripción más amplia del molino de perlas fue ya descrita en el capítulo 2.

#### **Técnica :**

En un depósito se prepara una premezcla (base de molienda), con un 31.82% (peso) del pigmento más 35 litros de vaselina NF85 , variando la cantidad de aditivo ácido esteárico para las cuatro moliendas, en las moliendas se agregaron 38gr, 94gr, 188gr y 564gr, sucesivamente, manteniendo constante, la cantidad de pigmento y vaselina. Tomando muestras a varios intervalos de tiempo: 30 minutos, 1 hora, 2 horas, 3 horas y 5 horas.

El proceso de molienda consistió, en transportar la base de molienda hasta la base del recipiente de molienda cilíndrico, cargado con las perillas mouluradoras. El recipiente de molienda gira un mecanismo agitador de discos que se mueve intensamente (1650 RPM) la premezcla entre elementos de molienda.

La base de molienda pasa hacia la parte superior a través de la agitación y finalmente el producto sale por la parte superior, la cual tiene un dispositivo de separación, cuya función es retener las perillas y así dejar pasar el producto finamente molido; que fluye finalmente por una abertura lateral.

## **DETERMINACION DEL TAMAÑO DE PARTICULA A TRAVES DE MICROSCOPIA OPTICA**

### **Equipo y Material:**

1. Microscopio óptico (Metalux MT-TISL).
2. Cámara de video (Color cámara CCD Kyowa).
3. Monitor de color (TM-14).
4. Portaobjetos.
5. Cubreobjetos.
6. Muestra (pigmento, vaselina, ácido esteárico).

Se utilizó un microscopio óptico (Metalux MT-TISL), con una amplificación 2000X asociado a una cámara de video (Color cámara CCD Kyowa) y la señal recibida se observa en un monitor de color (TM-14), en donde  $100\mu$  de muestra equivale a 8cm de imagen en el monitor, fig. 3.1.

### **Técnica:**

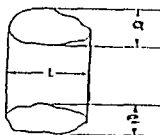
Para realizar las medidas se enfoca el microscopio de forma normal sobre la muestra, en el modo de luz reflejada y después se mide la imagen aumentada existente en el monitor.

Las partículas obtenidas tienen forma de escama (irregular), fig.3.2; por lo cual se tomó como "a" y "L" las dimensiones máximas de la escama aproximándola a un rectángulo, "e" es el espesor de la partícula, como la partícula es plana, "e" no es visible en este tipo de microscopio óptico, por lo que se determina de otra manera, que se explica a continuación.





Fig.3.1. Microscopio asociado a una cámara de video y un monitor.



$$L > a > e$$

Fig.3.2 Dimensiones de la partícula.

## DETERMINACION DEL ESPESOR DE LA PARTICULA DEL PIGMENTO

### Equipo y Material:

1. Balanza analítica (Sartorius 2000X).
2. Vidrio de reloj.
3. vaso de precipitados.
4. Pisseta de plástico.
5. Agua.

### Técnica:

Se toma una gota de la muestra (pigmento + vaselina), con una pisseta de plástico y se deja caer sobre un vaso de precipitados de 500ml lleno de agua, extendiéndose esta sobre la superficie de agua, fig.3.3.

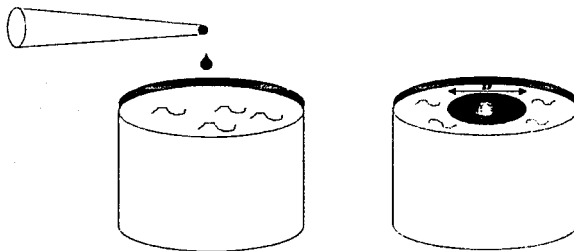


Fig.3.3 Determinación del espesor de la partículas del pigmento.

Se mide con una regla, el diámetro del área del pigmento dispersado sobre la superficie de agua. El peso de la gota de la muestra, se determinó por diferencia de peso del lugar de donde se tomó, pesando ésta antes y después con una balanza analítica. Se hicieron varias mediciones con el objeto de tener un dato más preciso

### **DETERMINACION DEL ACIDO ESTEARICO "NO ADHERIDO AL PIGMENTO" POR EXTRACCION Y TITULACION**

#### **Equipo y Material:**

1. Embudo de separación de 100ml.
2. Bureta graduada de 50ml.
3. Balanza analítica (Sartorius 2006 MP).
4. Vaso de precipitados de 50 y 100ml.
5. Papel filtro (Whatman, 2 qualitative, diámetro 8.5cm).
6. Termómetro graduado de 0 a 100 C.
7. Soporte universal.
8. Pinzas de tres dedos c/nuez.
9. Anillo metálico.
10. Matraz aforado de 500ml.
11. Vidrio de reloj.
12. Espátula.
13. Parrilla con agitador magnético.
14. Vaselina NF85.
15. Acido esteárico.
16. NaOH (0.01N).
17. Etanol.
18. Fenolftaleína.

**Técnica:**

Se mezcló perfectamente la muestra (pigmento + vaselina), filtrando la vaselina del pigmento.

**Extracción y Titulación**

Para extraer el ácido esteárico "no adherido al pigmento", se empleó como disolvente etanol, utilizando un embudo de separación de 100ml. Extraído el ácido esteárico se titula con una solución de NaOH 0.01N a 45 C, empleando fenolftaleína como indicador. La primera aproximación de extracción fue con base teórica al coeficiente de distribución, posteriormente se hicieron extracciones adicionales para ver si efectivamente después de titular habíamos llegado a un límite.

**Coefficiente de Distribución**

Cuando se agita una solución acuosa de una sustancia con un disolvente orgánico X en el que la sustancia es al menos algo soluble, el compuesto se disuelve parcialmente en cada disolvente. La relación de las concentraciones en ambos ( $C_1$  y  $C_2$ ) proporcionales a las solubilidades respectivas,  $S_1$  y  $S_2$ , cuando se alcanza el estado de equilibrio a una temperatura determinada, se llama coeficiente de distribución o de reparto, K.

$$K = C_1/C_2$$

**Determinación:**

Se disolvieron 0.0543gr de ácido esteárico en 50ml de vaselina calentando hasta 50 C durante 40 minutos con el objeto de disolver perfectamente, posteriormente se extrae el ácido

esteárico de la vaselina con etanol, extraído el ácido esteárico se titula con una solución de NaOH 0.05N empleando fenolftaleína como indicador, conocida la cantidad de ácido esteárico extraído se determina el coeficiente de distribución.

Dando:

$$K = 3.6649$$

Obteniendo el número de extracciones de :

$$P1 = P0(V1/(KV2 + V1))^n$$

donde:

P1 = Peso del soluto en el disolvente 1 luego de n extracciones, gr.

P0 = Peso inicial del soluto en el disolvente 1, gr.

V1 = Volumen del disolvente 1, ml.

V2 = Volumen del disolvente 2 para cada extracción, ml.

## CAPITULO IV

### RESULTADOS Y DISCUSION

En la tabla 4.1. se muestran los datos que son constantes para los 4 tipos de molienda.

En las tablas 4.2, 4.3, y 4.4 se observan los resultados obtenidos en la molienda 1, en la cual se agregó 38 gramos de ácido esteárico. En la tabla 4.3 se ve como el porcentaje de ácido esteárico adherido al pigmento aumenta con el tiempo de molienda. De los 30 minutos a 1 hora de molienda aumenta un 8.11% y de 1 hora a 2 horas un 7.18% y en las siguientes 3 y 5 horas de molienda el porcentaje que aumenta es muy poco. Por lo que no tiene caso alguno seguir moliendo.

En la fig.4.1 se observa que el área superficial por número de moléculas de ácido esteárico adherido al pigmento, disminuye hasta las 2 horas de molienda (en donde se encuentra el punto óptimo para esta molienda), posteriormente esta tiende a aumentar y finalmente se observa una tendencia a seguir constante, esto es debido a que la cantidad de ácido esteárico (número de moléculas adheridas al pigmento) no es suficiente para el tamaño de partícula del pigmento.

Las tablas 4.5, 4.6 y 4.7 muestran los resultados de la molienda 2, en la cual se agregaron 94 gramos de ácido esteárico, en este caso se ve el cambio más alto de porcentaje de ácido esteárico adherido al pigmento entre los 30 minutos y 1 hora, con un aumento de 12.03%, que los demás tiempos de molienda, donde el porcentaje adherido aumenta poco.

En la fig. 4.2 podemos observar la tendencia de la curva, similar a la fig. 4.1. En este caso el punto óptimo para esta molienda se encuentra en 1 hora de molienda, esto es debido a que la cantidad de ácido esteárico por molienda, aumentó.

En las tablas 4.8, 4.9 y 4.10 se dan los resultados de la molienda 3, en la cual se adicionaron 188 gramos de ácido esteárico, en este caso el porcentaje de ácido esteárico adherido al pigmento aumenta poco con el tiempo de molienda, se puede ver un cambio mayor entre 1 hora y 2 horas de un 3.64% más y entre 2 horas y 3 horas un 3.93% más. Esto es debido a que la cantidad de ácido esteárico adherido al pigmento esta llegando a un límite en el que si posteriormente seguimos agregando ácido esteárico al pigmento, ésta se adhiere pero poco sólo se estaría mal gastando el ácido esteárico.

En la fig.4.3 se observa que la curva no tiene la tendencia que las moliendas anteriores, en este caso el área superficial aumenta y posteriormente tiende a ser constante en un determinado tiempo, no tiene la tendencia que las anteriores, debido a que la cantidad de ácido esteárico es suficiente para las partículas del pigmento.

Las tablas 4.11, 4.12 y 4.13 muestran los resultados de la molienda 4, en la que se agregaron 564 gramos de ácido esteárico, en este caso el porcentaje de ácido esteárico adherido al pigmento es muy baja con relación a la cantidad total agregada, se puede ver que se pierde casi la mitad de esta. Por lo cual no es conveniente agregar esta cantidad, por economía.

En la fig.4.4 se observa que la tendencia de la curva es similar a la fig. 4.3 (molienda 3). Debido a que el límite de ácido esteárico adherido al pigmento se encuentra entre 188 y 564 gramos de ácido esteárico por molienda.

En la fig.4.5 podemos comparar el área superficial por moléculas de ácido esteárico de las 4 molindas. El área superficial disminuye a medida que aumenta la cantidad de ácido esteárico adicionado por molienda, en esta gráfica podemos observar más claramente que las curvas de 188 y 564 gramos de ácido esteárico, tienden a ser similares por lo que ya se mencionó. Esto significa que a menor área superficial mayor adherencia de ácido esteárico al pigmento y menor tamaño de partícula del pigmento, pero hasta cierto límite.

En la fig.4.6 se observa como el número de moléculas de ácido esteárico adheridas al pigmento aumenta al aumentar la cantidad de ácido esteárico por molienda, así como con el tiempo de molienda asta cierto tiempo, en las cuatro molindas se ve la tendencia de permanecer casi constante después de las 3 horas, aunque en la molienda 4 se ve una mayor cantidad de moléculas adheridas al pigmento no es conveniente ya que del ácido total se pierde casi la mitad.

En la fig.4.7 se muestra como el espesor de las partículas disminuye con el tiempo de molienda y con la cantidad de ácido esteárico agregado por molienda; esto no significa que la partícula del pigmento sea menor, ya que está se determinó con un método en el cual se consideró que todas las partículas tienen el mismo espesor.

En la fig.4.8 se observa como el área total por gramo de pigmento depende del espesor de la partícula ,se puede ver que estas curvas son el recíproco de las del espesor; estas gráficas no son 100% reales ya que no se considera el espesor de cada partícula.

En la fig. 4.9 y 4.10 se muestra la distribución del tamaño de partícula para la molienda 1; se observa como el tamaño de partícula disminuye con el tiempo de molienda hasta las 2 horas, posteriormente el tamaño de estas aumenta (entre 3 y 5 horas). Se ve como el punto óptimo efectivamente en esta molienda es a las 2 horas. El aumento del diámetro de las partículas es



debido a que el tiempo de molienda es demasiado comparado con la cantidad de ácido esteárico, por lo cual las partículas tienden a soldarse en vez de dividirse.

En la fig. 4.11 y 4.12 se muestra la distribución de tamaño de partícula para la molienda 2, se observa como el tamaño de partícula disminuye con el tiempo de molienda hasta las 1 horas, posteriormente el tamaño aumenta (entre 3 y 5 horas). Se ve como el punto óptimo realmente se encuentra en 1 hora de molienda. A las 2 horas de molienda se observa que la distribución del diámetro de partícula es similar a la de 1 hora.

En la fig. 4.13 y 4.14 se muestra la distribución del tamaño de partícula para la molienda 3, se observa como el diámetro de partícula disminuye con el tiempo de molienda hasta las 3 horas, a las 5 horas el tamaño es similar a la anterior. En esta molienda el tiempo óptimo se encuentra a las 3 horas de molienda, en este caso el tamaño de partícula no tiende a aumentar como en los casos anteriores, porque la cantidad de ácido esteárico agregada es suficiente.

En la fig. 4.15 y 4.16 se muestra la distribución del tamaño de partícula para la molienda 4, se observa como la distribución de tamaño es similar a la molienda 3.

En las figs. 4.17, 4.18, 4.19, 4.20 y 4.21 se muestra como el tamaño de partícula disminuye con la cantidad de ácido esteárico agregado hasta los 188 gramos de este, en las moliendas 3 y 4 se observa que la distribución del diámetro de partícula es similar.

La fig. 4.22 muestra la distribución del diámetro de partícula del pigmento sin moler, con un rango de partícula de  $35\mu$  a  $116\mu$ , y en los casos anteriores de  $10\mu$  a  $95\mu$ . Se observa que el tamaño de partícula efectivamente reduce su tamaño.

Un ejemplo de cálculo de los resultados se puede ver en el anexo 1.

**TABLA 4.1**

<b>DATOS</b>	
VASELINA NFR5	35 LITROS POR MOLIENDA
DENSIDAD DEL PIGMENTO (LATON)	8.47 gr/cm
DENSIDAD DE LA VASELINA NFR5	0.862 gr/cm
% DEL PIGMENTO (PESO)	31.82

**TABLA 4.2**

<b>MOLIENDA No. 1</b>				
<b>Acido esteárico 38 gramos por molienda</b>				
No. de muestra	Tiempo (Hrs.)	Vaselina después del filtrado (ml).	Pigmento del cual se filtró la vaselina (grs.).	Acido estiárico no adherido al pigmento (mg).
1	0.5	20	8.0455	7.8123
2	1	20	8.0455	6.0506
3	2	20	8.0455	4.4905
4	3	20	8.0455	3.8434
5	5	20	8.0455	3.4134

**TABLA 4.3**

<b>MOLIENDA No. 1</b>				
<b>Acido esteárico 38 gramos por molienda</b>				
No. de muestra	Acido esteárico en la muestra antes del filtrado (mg).	Acido esteárico adherido al pigmento (mg).	% Acido estiárico adherido al pigmento (peso).	Número de moléculas de ácido estiárico adheridas por gramo de pigmento.
1	21.7140	13.9017	64.0217	6.33 E+18
2	21.7140	15.6634	72.1352	4.12 E+18
3	21.7140	17.2235	79.32	4.53 E+18
4	21.7140	17.8706	82.30	4.70 E+18
5	21.7140	18.3006	84.28	4.82 E+18

**TABLA 4.4**

<b>MOLIENDA No. 1</b>						
No. de muestra	Espesor (micras).	Pigmento en la muestra (gr).	NM	At/m (cm <sup>2</sup> /gr)	Atm (cm <sup>2</sup> )	Ata (Å <sup>2</sup> )
1	0.4634	8.0455	3.66 E+18	2547.7720	20498.01	6.9617
2	0.4143	8.0455	4.12 E+18	2849.7165	22927.39	6.9101
3	0.3874	8.0455	4.53 E+18	3047.5930	24519.41	6.7214
4	0.3644	8.0455	4.70 E+18	3239.9494	26067.01	6.8869
5	0.3535	8.0455	4.82 E+18	3339.8516	26870.78	6.9325

At Area total por las dos caras de la partícula  
 m Masa de la partícula  
 Atm Area total por gramo de pigmento (muestra)  
 Ata Area total por moléculas de ácido esteárico

**TABLA 4.5**

<b>MOLIENDA No. 2</b>				
<b>Acido esteárico 94 gramos por molienda</b>				
No. de muestra	Tiempo (Hrs.)	Vaselina después del filtrado (ml).	Pigmento del cual se filtró la vaselina (grs.).	Acido esteárico no adherido al pigmento (mg).
6	0.5	20	8.0455	14.02180
7	1	20	8.0455	7.7554
8	2	20	8.0455	7.1094
9	3	20	8.0455	6.3168
10	5	20	8.0455	5.2586

**TABLA 4.6**

MOLIENDA No. 2				
Acido esteárico 94 gramos por molienda				
No. de muestra	Acido esteárico en la muestra antes del filtrado (mg).	Acido esteárico adherido al pigmento (mg).	% Acido esteárico adherido al pigmento (peso).	Número de moléculas de ácido esteárico adheridas por gramo de pigmento.
6	53.7140	39.4960	73.5302	1.04 E+19
7	53.7140	45.9586	85.5616	1.21 E+19
8	53.7140	46.6046	86.7340	1.23 E+19
9	53.7140	47.3972	88.24	1.25 E+19
10	53.7140	48.4554	90.21	1.28 E+19

**TABLA 4.7**

MOLIENDA No. 2						
No. de muestra	Espesor (micras).	Pigmento en la muestra (gr).	NM	At/m (cm <sup>2</sup> /gr)	Atm (cm <sup>2</sup> )	Ata (Å <sup>2</sup> )
6	0.04472	8.0455	1.04 E+19	2640.0661	21240.65	2.05391
7	0.3992	8.0455	1.21 E+19	2957.5089	23794.64	2.4445
8	0.3657	8.0455	1.23 E+19	3228.4319	25974.35	2.6314
9	0.3587	8.0455	1.25 E+19	3291.4345	26481.24	2.6379
10	0.3528	8.0455	1.28 E+19	3346.4783	26924.09	2.6234

At    Area total por las dos caras de la partícula  
m      Masa de la partícula  
Atm    Area total por gramo de pigmento (muestra)  
Ata    Area total por moléculas de ácido esteárico

**TABLA 4.8**

<b>MOLIENDA No. 3</b>				
<b>Acido esteárico 188 gramos por molienda</b>				
<b>No. de muestra</b>	<b>Tiempo (Hrs.)</b>	<b>Vaselina después del filtrado (ml).</b>	<b>Pigmento del cual se filtró la vaselina (grs.).</b>	<b>Acido estárico no adherido al pigmento (mg).</b>
11	0.5	20	8.0455	21.3245
12	1	20	8.0455	20.3128
13	2	20	8.0455	16.4043
14	3	20	8.0455	12.1872
15	5	20	8.0455	11.66

**TABLA 4.9**

<b>MOLIENDA No. 3</b>				
<b>Acido esteárico 188 gramos por molienda</b>				
<b>No. de muestra</b>	<b>Acido esteárico en la muestra antes del filtrado (mg).</b>	<b>Acido esteárico adherido al pigmento (mg).</b>	<b>% Acido estárico adherido al pigmento (peso).</b>	<b>Número de moléculas de ácido estárico adheridas por gramo de pigmento.</b>
11	107.4280	86.1635	80.15	2.27 E+19
12	107.4280	87.0917	81.0917	2.29 E+19
13	107.4280	91.0237	84.73	2.40 E+19
14	107.4280	95.2408	88.6555	2.51 E+19
15	107.4280	95.7680	89.1462	2.52 E+19

**TABLA 4.10**

<b>MOLIENDA No. 3</b>						
No. de muestra	Espesor (micras).	Pigmento en la muestra (gr).	NM	At/m (cm <sup>2</sup> /gr)	Atm (cm <sup>2</sup> )	Ata (Å <sup>2</sup> )
11	0.4368	8.0455	2.27 E+19	2702.9248	21746.38	1.1924
12	0.3414	8.0455	2.29 E+19	3458.2236	27823.14	1.5079
13	0.3099	8.0455	2.40 E+19	3809.7372	30651.26	1.5899
14	0.3044	8.0455	2.51 E+19	4010.3177	32265.001	1.5995
15	0.2947	8.0455	2.52 E+19	4006.2353	32232.17	1.5891

At Area total por las dos caras de la partícula  
 m Masa de la partícula  
 Atm Area total por gramo de pigmento (muestra)  
 Ata Area total por moléculas de ácido esteárico

**TABLA 4.11**

<b>MOLIENDA No. 4</b>				
<b>Acido esteárico 564 gramos por molienda</b>				
No. de muestra	Tiempo (Hrs.)	Vaselina después del filtrado (ml).	Pigmento del cual se filtró la vaselina (grs.).	Acido esteárico no adherido al pigmento (mg).
16	0.5	20	8.0455	200.2041
17	1	20	8.0455	196.2151
18	2	20	8.0455	190.6966
19	3	20	8.0455	162.4966
20	5	20	8.0455	149.0099

**TABLA 4.12**

<b>MOLIENDA No. 4</b>				
<b>Acido esteárico 564 gramos por molienda</b>				
<b>No. de muestra</b>	<b>Acido esteárico en la muestra antes del filtrado (mg).</b>	<b>Acido esteárico adherido al pigmento (mg).</b>	<b>% Acido esteárico adherido al pigmento (peso).</b>	<b>Número de moléculas de ácido esteárico adheridas por gramo de pigmento.</b>
16	322.2860	122.0819	37.88	3.21 E+19
17	322.2860	126.709	39.1177	3.32 E+19
18	322.2860	131.5894	40.83	3.46 E+19
19	322.2860	159.7894	49.58	4.21 E+19
20	322.2860	173.2761	53.7647	4.56 E+19

**TABLA 4.13**

<b>MOLIENDA No. 4</b>						
<b>No. de muestra</b>	<b>Espesor (micras).</b>	<b>Pigmento en la muestra (gr).</b>	<b>NM</b>	<b>At/m (cm<sup>2</sup>/gr)</b>	<b>Atm (cm<sup>2</sup>)</b>	<b>Ata (A<sup>2</sup>)</b>
16	0.4280	8.0455	3.21 E+19	2758.4989	22193.50	0.8583
17	0.3358	8.0455	3.32 E+19	3515.8950	28289.13	1.0594
18	0.3087	8.0455	3.46 E+19	3824.5466	30770.39	1.1040
19	0.2605	8.0455	4.21 E+19	4532.1979	36463.80	1.0774
20	0.2433	8.0455	4.56 E+19	4852.5999	39041.59	1.0638

At Area total por las dos caras de la partícula  
 m Masa de la partícula  
 Atm Area total por gramo de pigmento (muestra)  
 Ata Area total por moléculas de ácido esteárico

Fig. 4.1 AREA SUPERFICIAL POR MOLECULA DE AC. EST.

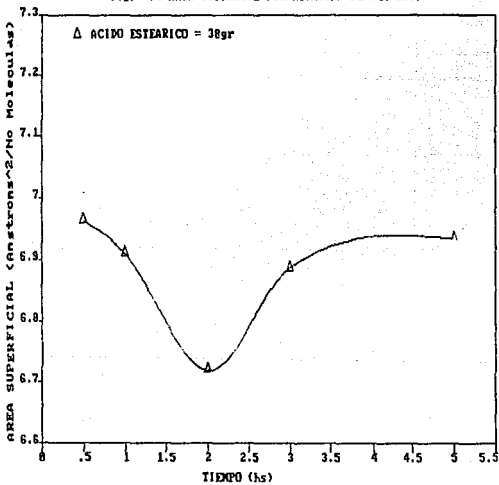




Fig.4.2 AREA SUPERFICIAL POR MOLECULA DE AC. EST.

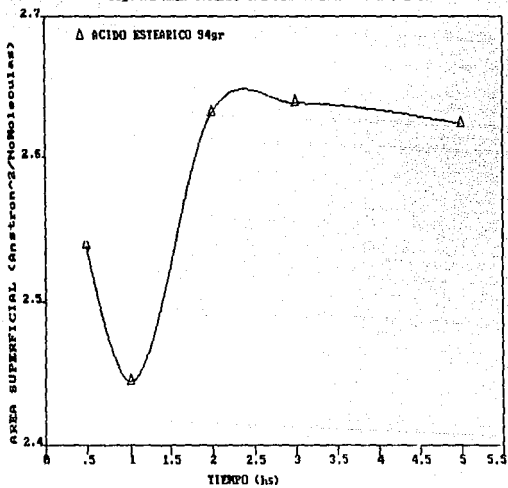


Fig.4.3 AREA SUPERFICIAL POR MOLECULA DE AC. EST.

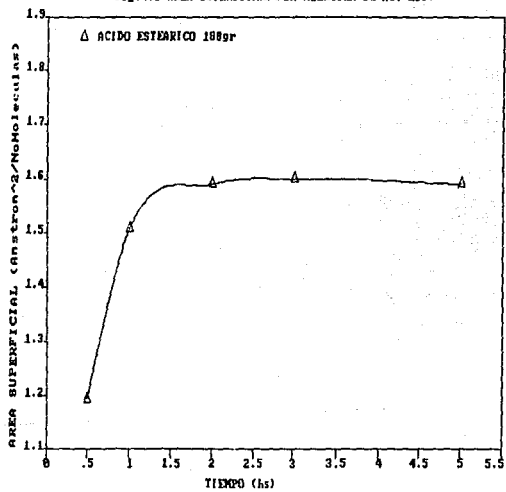


Fig.4.4 AREA SUPERFICIAL POR MOLECULA DE AC. EST.

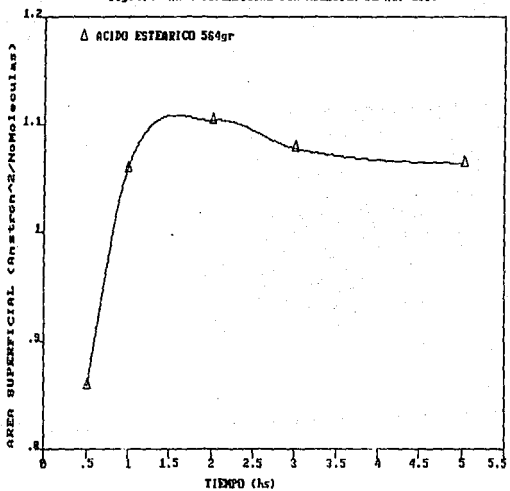
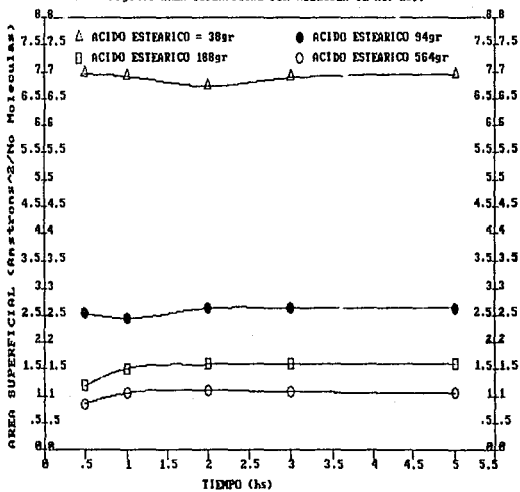


Fig.4.5 AREA SUPERFICIAL POR MOLECULA DE AC. EST.



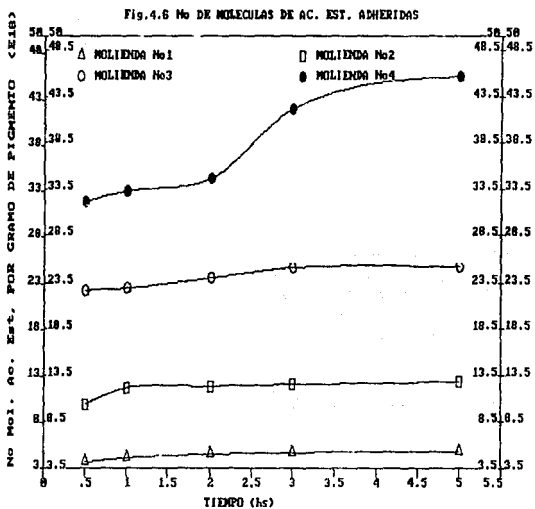


Fig.4.7 ESPESOR DE LAS PARTICULAS DEL PIGMENTO

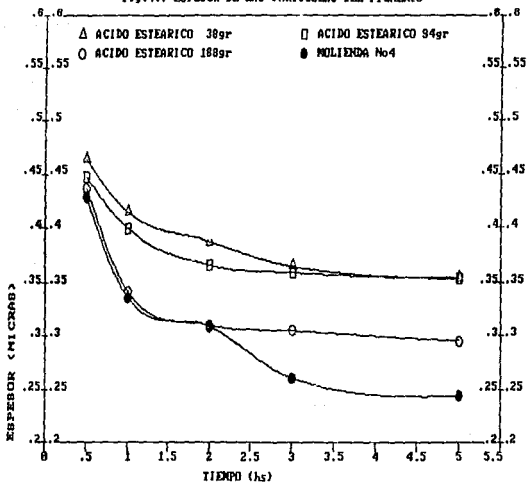


Fig.4.8 AREA POR GRANO DE PIGMENTO

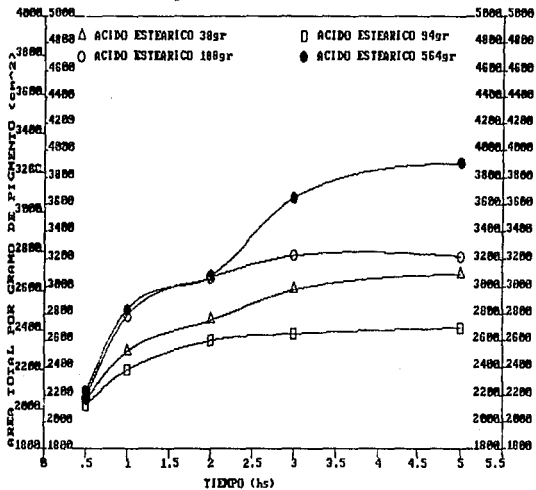
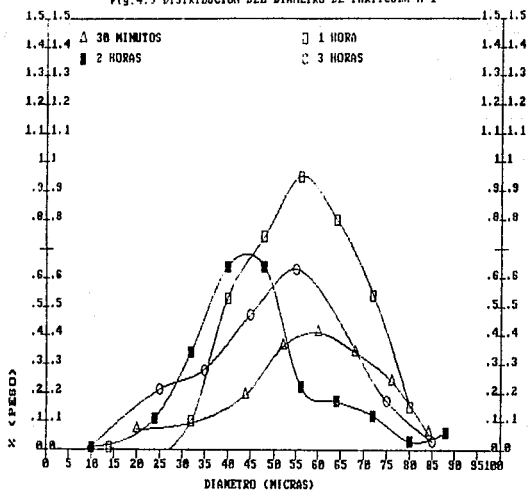


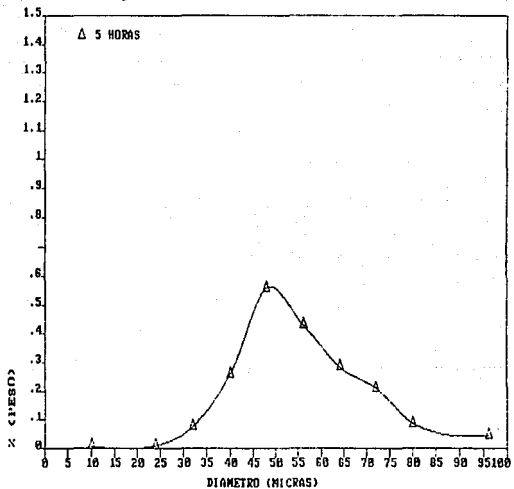
Fig. 4.9 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULA M-1



M - 1 = Molienda 1 (38 gramos de ácido esteárico)

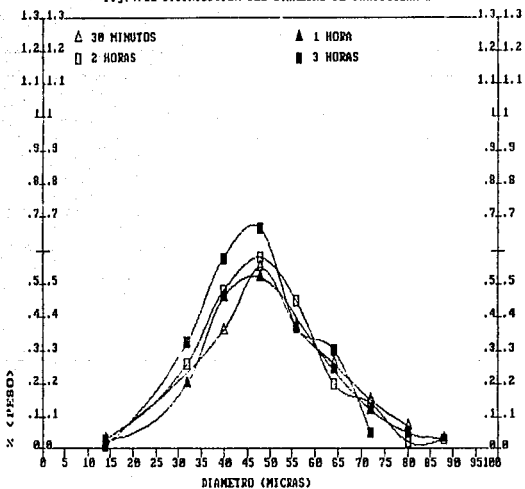


Fig.4.10 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULAS-1



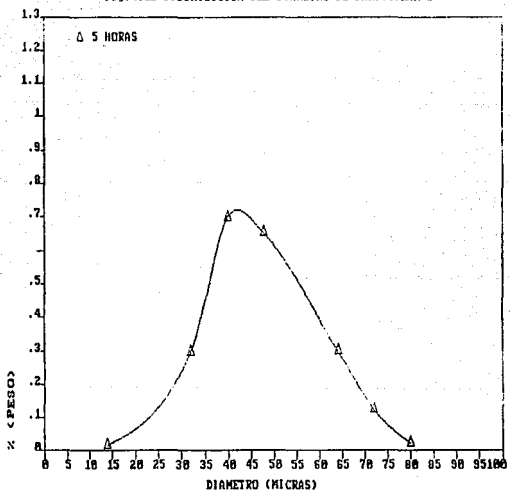
M - 1 = Molienda 1 (38 gramos de ácido esteárico)

Fig.4.11 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULAN-2



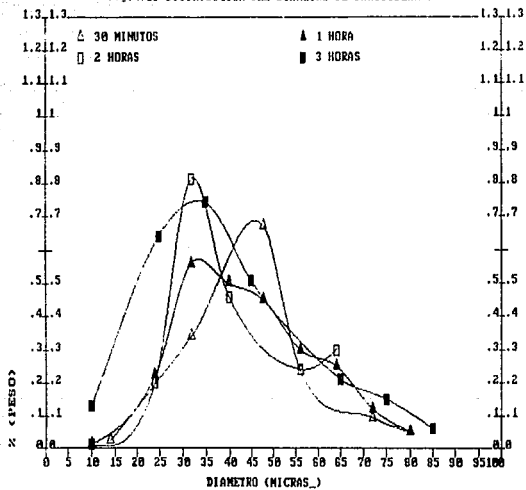
M - 2 = Molienda 2 (94 gramos de ácido estárico)

Fig. 4.12 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULAN-2



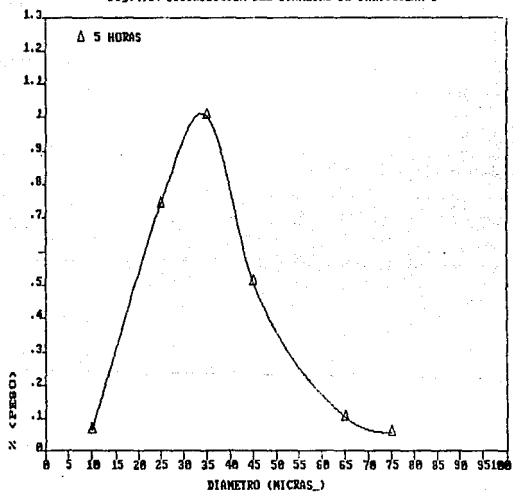
M - 2 = Molienda 2 (94 gramos de ácido estéarico)

Fig. 4.13 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULAS-3



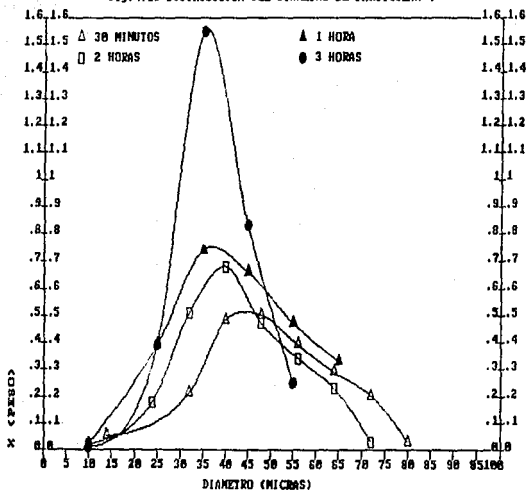
M - 3 = Molienda 3 (188 gramos de ácido esteárico)

Fig.4.14 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULAM-3



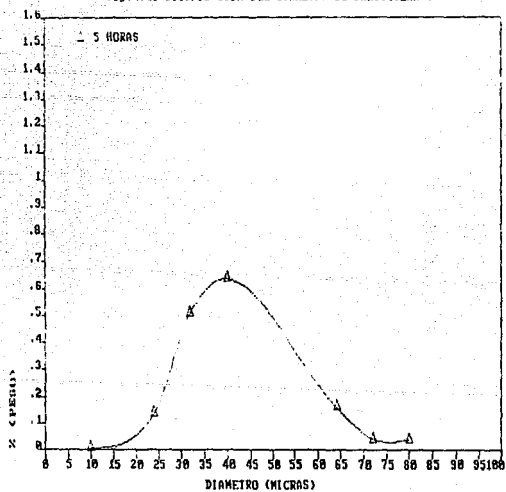
M - 3 = Molienda 3 (188 gramos de ácido esteárico)

Fig.4.15 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULAS-4



M - 4 = Molienda 4 (564 gramos de ácido esteárico)

Fig. 4.16 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULAS-4



M - 4 = Molienda 4 (564 gramos de ácido esteárico)

Fig. 4.17 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULA

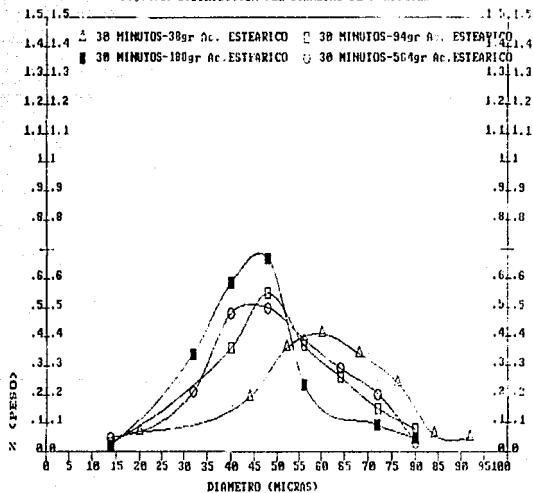
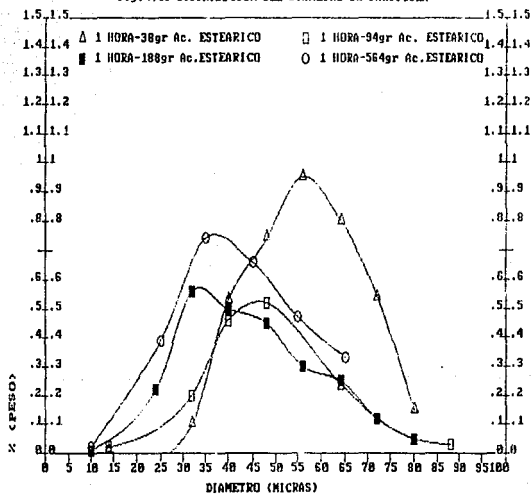




Fig. 4.18 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULA



ESTA TESIS NO DEBE  
SALIR DE LA BIBLIOTECA

Fig. 4.19 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULA

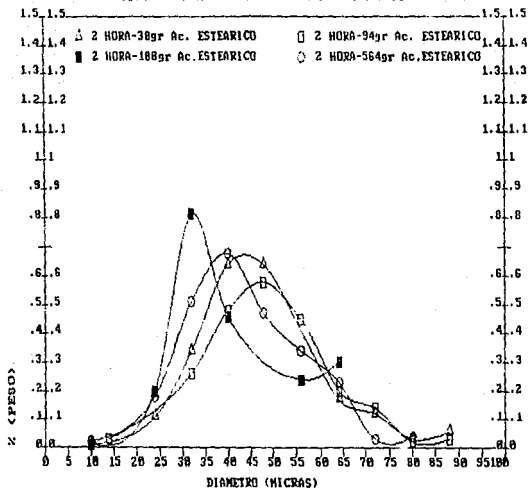


Fig. 4.2B DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULA

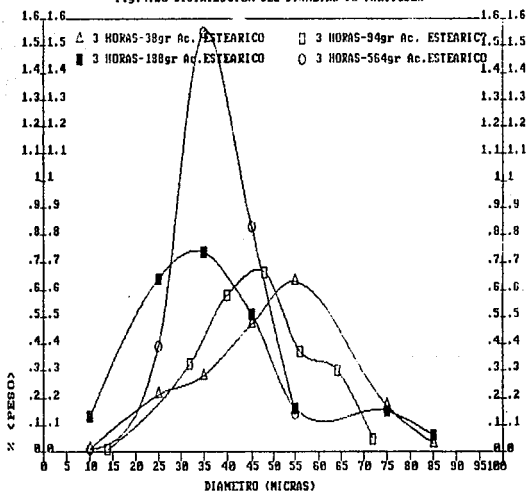


Fig. 4.21 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULA

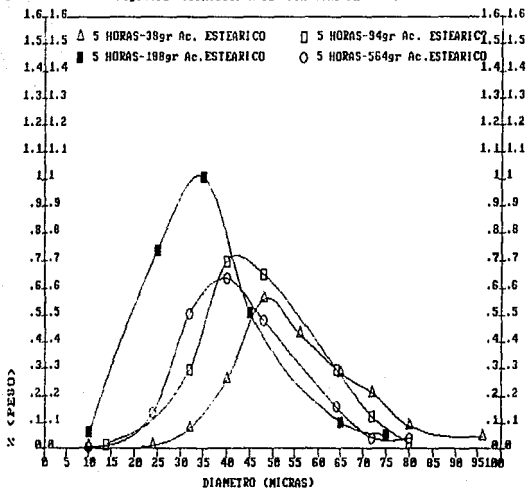
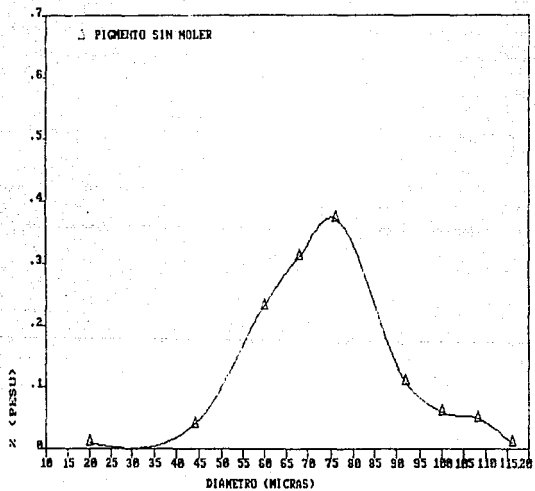


Fig 4.22 DISTRIBUCION DEL DIAMETRO DE PARTICULA



## CAPITULO V

### CONCLUSIONES

Se llevaron a cabo una serie de moliendas en un molino de perlas, utilizando 35 litros de vaselina y 31.82% de pigmento (latón), variando en cada molienda la cantidad de ácido esteárico y el tiempo de molienda; posteriormente se determinó el tamaño y forma de partícula a través de microscopía óptica, el espesor de la partícula se obtuvo experimentalmente considerando que todas las partículas del pigmento tienen el mismo espesor. El porcentaje de ácido esteárico adherido al pigmento se determinó por medio de extracciones y titulaciones. A continuación se mencionan las conclusiones más importantes de este trabajo.

1. Para éste pigmento el nivel óptimo de ácido esteárico agregado por molienda es de 188 gramos (0.0134 gramos de ácido esteárico por gramo de pigmento); obteniendo un tamaño de partícula menor que las demás moliendas.
2. El tiempo de molienda óptimo es de 3 horas para minimizar el tamaño de partícula y la energía mínima necesaria es de  $0.32 \frac{\text{Kw} \cdot \text{h}}{\text{Kg}}$ . Obteniéndose una buena dispersión del pigmento.
3. La distribución del diámetro de partícula minimizada se encuentra entre  $10\mu$ - $85\mu$  siendo la moda en  $30\mu$ .

4. La distribución del diámetro de partícula del pigmento sin moler se encuentra entre  $35\mu$ - $116\mu$  siendo la moda en  $75\mu$ . Se observa que la reducción del tamaño de partícula es apreciable.

5. Los resultados de la molienda en la cual se minimiza más el tamaño de partícula son los siguientes:

% de ácido esteárico adherido al pigmento = 88,66%

No. de moléculas de ácido esteárico adheridas  
por gramo de pigmento. =  $2.52E19$

Area total por las dos caras de la partícula entre  
masa de la partícula. =  $4010.32 \frac{cm^2}{g}$

Area total por molécula de ácido esteárico (área  
que ocupa cada molécula de ácido esteárico en el  
pigmento. =  $1.5995 \text{ \AA}^2$  ( $0.015995nm$ ).

6. Las moliendas 1 y 2 en las cuales se adicionaron 38 y 94 gramos de ácido esteárico sucesivamente, no son convenientes porque esta cantidad agregada, no es suficiente para evitar que las partículas del pigmento se suelden entre sí, teniendo como parametro el tiempo de molienda.

7. La molienda 3 en la cual se agregaron 564 gramos de ácido esteárico por molienda no es conveniente, porque se desperdicia el 50% de la cantidad total, además de que la distribución del diámetro de partícula del pigmento es similar a la molienda en la que se adicionó 188 gramos de ácido esteárico.

8. El ácido esteárico es un aditivo muy importante para la reducción de tamaño de partícula, ya que evita que la fuerza mecánica de molienda suelde las partículas del pigmento entre sí. Además de que sirve como agente surfactivo (que actúa como dispersante).

9. Las técnicas empleadas para este trabajo, resultan ser fáciles, económicas y con buenos resultados. Pero si se requiere obtener el espesor de cada partícula del pigmento, se puede medir a través de un microscopio electrónico de barrido, de esta manera se obtienen resultados mucho más exactos; en este trabajo se consideró el espesor igual para todas las partículas.

10. El pigmento (latón) empleado es muy importante para este trabajo debido a sus propiedades físico-químicas y a su economía.

### **Sugerencias**

Este trabajo puede ser útil para una segunda tesis o investigación, ya que falta realizar pruebas de humedad, brillo, poder cubriente, resistencia a ácidos, álcalis, detergentes, etcétera.



## ANEXO I

### EJEMPLO DE CALCULO DE LA MUESTRA 15

#### CALCULO: PORCENTAJE DEL PIGMENTO (LATON) EN LA MUESTRA

TABLA I

DATOS					
Pf (gr)	Pfv (gr)	Pfa (gr)	Pfv <sub>m</sub> (gr)	$\rho_a$ (gr/cm <sup>3</sup> )	$\rho_p$ (gr/cm <sup>3</sup> )
7	32	36	42	1.0	8.47

$$M_a = P_{fa} - P_f$$

$$V_f = \frac{M_a}{\rho_a}$$

$$M_v = P_{fv} - P_f$$

**P<sub>f</sub>** = peso del frasco vacío con el cual se preparó la muestra.

**P<sub>fv</sub>** = Peso del frasco con vaselina.

**P<sub>fa</sub>** = peso del frasco con agua.

**P<sub>fv<sub>m</sub></sub>** = peso del frasco con vaselina más metal.

**$\rho_a$**  = densidad del agua.

**$\rho_p$**  = densidad del pigmento.

**M<sub>a</sub>** = masa del agua en el frasco.

**v** = volumen del frasco.

**M<sub>v</sub>** = masa de vaselina en la muestra.

$$\rho v = \frac{Mv}{Vf}$$

$$Mvm = Pfvm - Pf$$

$$Mvas + Mmet = Mvm \quad (1)$$

$$Vvas + Vmet = Vf \quad (2)$$

sabemos que:

$$V = \frac{M}{\rho}$$

$$\frac{Mvas}{\rho v} + \frac{Mmet}{\rho p} = Vf \quad (3)$$

De ecuación (1) :

$$Mvas = Mvm - Mmet \quad (4)$$

Sustituyendo de (4) en (3)

$$\frac{(Mvm - Mmet)}{\rho v} + \frac{Mmet}{\rho p} = Vf \quad (5)$$

$$Mmet = \frac{(Vf)(\rho v)(\rho p) - (Mvm)(\rho p)}{(\rho v - \rho p)}$$

$$\% P = \frac{Mmet}{Mvm} \cdot 100$$

$\rho$  = densidad de vaselina.

$Mvm$  = masa de vaselina más pigmento.

$Mvas$  = masa de la vaselina.

$Mmet$  = masa del pigmento

$Vvas$  = volumen de vaselina.

$Vmet$  = volumen del pigmento.

**TABLA 2**

<b>RESULTADOS</b>						
<b>Ma (gr)</b>	<b>Vf (ml)</b>	<b>Mv (gr)</b>	<b><math>\rho_v</math> (gr/cm<sup>3</sup>)</b>	<b>Mvm (gr)</b>	<b>Mmet (gr)</b>	<b>%P (peso)</b>
29	29	25	0.862	35	11.1352	31.82

**DETERMINACION DEL ACIDO ESTEARICO "NO ADHERIDO AL PIGMENTO",  
VIA EXTRACCION Y TITULACION.**

**TABLA 3**

<b>DATOS</b>				
<b>Vvf (ml)</b>	<b>n</b>	<b>Vt (ml)</b>	<b>CNaOH</b>	<b>PMae mg/mmol</b>
20	7	4.1	0.01N	284.37

$$Anp = (Vt)(CNaOH)(PMae)$$

<b>RESULTADO</b>
Anp = 11.66 mg

% P = % del pigmento en peso.

Vvf = volumen de vasijas después del filtrado de la muestra.

n = número de extracciones.

vt = volumen total del cilindro.

CNaOH = concentración del titulante.

PMae = peso molecular del ácido estearico.

Anp = ácido estearico no adherido al pigmento.

**ACIDO ESTEARICO "ADHERIDO AL PIGMENTO"**

**TABLA 4**

<b>DATOS</b>		
<b>%P</b>	<b>Vvt (ml)</b>	<b>Aem (mg)</b>
31.82	35000	188000

$$f = \frac{Aem}{Vvt}$$

BASE 1 gr de muestra (vaselina + latón)

$$Mp = (1gr)(\%P)$$

$$Mv = (1gr)(1 - \%P)$$

$$Vp = \frac{Mp}{\rho p}$$

$$Vv = \frac{Mv}{\rho v}$$

$$Pm = Vvf * \frac{Mp}{Vv}$$

$$Tac = (Vvf)(f)$$

$$Esp = Tac - Anp$$

Vvt = Volumen de la vaselina por molienda.

Mp = masa del pigmento en la muestra.

Vp = volumen del pigmento en la muestra.

Pm = gramos del pigmento en la muestra.

Tac = ácido esteárico total en la muestra antes del filtrado.

Aem = ácido esteárico por molienda.

Mv = masa de la vaselina en la muestra.

Vv = volumen de la vaselina en la muestra

Eap = ácido esteárico adherido al pigmento.

**TABLA 5**

<b>RESULTADOS</b>							
<b>f (mg/ml)</b>	<b>Mp (gr)</b>	<b>Mv (gr)</b>	<b>Vp (ml)</b>	<b>Vv (ml)</b>	<b>Pm (gr)</b>	<b>Tae (mg)</b>	<b>Eap (mg)</b>
5.3714	0.3182	0.6818	0.0376	0.7910	8.0455	107.4280	95.7680

**% DE ACIDO ESTEARICO ADHERIDO AL PIGMENTO**

$$\% = \frac{Eap}{Tae}$$

<b>RESULTADO</b>
% = 89.1462

**MOLECULAS DE ACIDO ESTEARICO EN LA MUESTRA POR GRAMO DE PIGMENTO**

$$NM = ((Eap)/(PMAe)(An))/Pm$$

<b>RESULTADO</b>
NM = 2.52 E+19

## DETERMINACION DEL ESPESOR DE PARTICULA (APROXIMADO)

TABLA 6

DATOS	
gp (gf)	Dg (cm)
0.0074	3.5

$$gm = (gp) (\%P)$$

$$Ag = \pi * (Dg/2)^2$$

$$Vpart = \frac{gm}{\rho p}$$

$$Vpart = Ag * e$$

$$e = \frac{Vpart}{Ag}$$

gp = peso de la gota (vaselina + metal)

Dg = diámetro del área ocupada al caer la gota sobre la superficie.

gm = masa del pigmento en la gota.

Ag = área que ocupa la gota al caer sobre la superficie del agua.

Vpart = volumen que ocupa las partículas del pigmento.

e = espesor de la partícula del pigmento.

Nota: Se tomaron las siguientes mediciones de espesor, con el objeto de tener un dato más preciso. Obteniéndose un espesor medio con un 94.18 % de seguridad.

**TABLA 7**

MEDICION	ESPESOR $\mu$
1	0.2889
2	0.2775
3	0.2952
4	0.2889
5	0.3232
<b>promedio 0.2947</b>	

**TABLA 8**

<b>RESULTADOS</b>			
gm (gr)	Ag (cm <sup>2</sup> )	Vpart (cm <sup>2</sup> )	e ( $\mu$ )
0.0024	9.6211	0.0003	0.2947

**DETERMINACION DEL TAMAÑO DE PARTICULA DEL PIGMENTO POR MEDIO  
DE MICROSCOPIA OPTICA**

**TABLA 9**

<b>DATOS</b>		
<b>a (cm)</b>	<b>L (cm)</b>	<b>Aumento en pantalla</b>
2	4	8 cm = 100μ

$$Ae = \frac{(a)(L)(100^2)}{(8^2)}$$

$$Re = \frac{\sqrt{Ae}}{\pi}$$

$$At = 2\pi(Re)^2$$

$$V = At * e$$

**a = ancho de la partícula.**

**L = largo de la partícula**

**Ae = área equivalente de la partícula.**

**Re = radio equivalente de la partícula**

**At = área total de la partícula (2 caras).**

**v = volumen.**



$$\frac{At}{m} = \frac{(2\pi)(Re^2)}{(\rho p)(V)} = \frac{1}{(\rho p)(c)}$$

$$Atm = \frac{At}{m} \cdot Pm$$

$$Aia = \frac{Atm}{(NM)(Pm)}$$

TABLA 10

RESULTADOS						
Ae ( $\mu^2$ )	Re ( $\mu$ )	At ( $\mu^2$ )	V ( $\mu^3$ )	At/m ( $cm^2/gr$ )	Atm ( $cm^2$ )	Aia ( $\text{\AA}^2$ )
625	14.10	1250	368.375	4006.24	32232.166	1.5891

m = masa de la partícula.

Atm = área total por gramo de pigmento.

Aia = área total por molécula de ácido esteárico adherido al pigmento.

1  $\text{\AA}$  = 1E-8 cm.

1  $\mu$  = 1E-4 cm.

## ANEXO 2

### NOTACION

<b>a</b>	Ancho de la partícula
<b>Ae</b>	Area equivalente de la partícula
<b>Aem</b>	Acido esteárico por molienda
<b>Ag</b>	Area que ocupa la gota al caer sobre la superficie del agua
<b>An</b>	Número de Avogadro
<b>Anp</b>	Acido esteárico no adherido al pigmento
<b>At</b>	Area total de la partícula (por las dos caras)
<b>Atm</b>	Area total por gramo de pigmento
<b>Ata</b>	Area total por molécula de ácido esteárico adherido al pigmento
<b>C<sub>NaOH</sub></b>	Concentración del titulante
<b>Dg</b>	Diaméto del area ocupada al caer la gota sobre la superficie
<b>e</b>	Espesor de la partícula del pigmento
<b>Eap</b>	Acido esteárico adherido al pigmento
<b>f</b>	Acido esteárico total por molienda entre vaselina total por molienda
<b>gm</b>	Masa del pigmento en la gota
<b>gp</b>	Peso de la gota (vaselina más metal)
<b>L</b>	Largo de la partícula
<b>m</b>	Masa de la partícula
<b>M</b>	Masa
<b>Ma</b>	Masa del agua en el frasco

## NOTACION

<b>Mmet</b>	Masa del pigmento
<b>Mp</b>	Masa del pigmento en la muestra
<b>Mv</b>	Masa de la vaselina en la muestra
<b>Mvas</b>	Masa de la vaselina
<b>Mvf</b>	Masa de vaselina en el frasco
<b>Mvm</b>	Masa de vaselina más pigmento
<b>nm</b>	Nanometro
<b>n</b>	Número de extracciones
<b>NM</b>	Número de moléculas de ácido esteárico por gramo de muestra
<b>Pf</b>	Peso del frasco vacío con el cual se preparo la muestra
<b>Pfa</b>	Peso del frasco con agua
<b>Pfv</b>	Peso del frasco con vaselina
<b>Pfvm</b>	Peso del frasco con vaselina más metal
<b>Pm</b>	Gramos del pigmento en la muestra
<b>PMae</b>	Peso molecular del ácido esteárico
<b>Re</b>	Radio equivalente de la partícula
<b>Tae</b>	Acido esteárico total en la muestra antes del filtrado
<b>V</b>	Volumen
<b>Vf</b>	Volumen del frasco
<b>met</b>	Volumen del pigmento
<b>V<sub>NaOH</sub></b>	Volumen del titulante para cada extraccion
<b>Vp</b>	Volumen del pigmento en la muestra

## NOTACION

<b>V<sub>part</sub></b>	Volumen que ocupan las partículas del pigmento
<b>V<sub>t</sub></b>	Volumen total del titulante
<b>V<sub>v</sub></b>	Volumen de la vaselina en la muestra
<b>V<sub>vas</sub></b>	Volumen de vaselina
<b>V<sub>vf</sub></b>	Volumen de vaselina despues del filtrado de la muestra
<b>V<sub>vt</sub></b>	Volumen de la vaselina por molienda
<b><math>\rho</math></b>	Densidad
<b><math>\rho_a</math></b>	Densidad del agua
<b><math>\rho_p</math></b>	Densidad del pigmento (fatón)
<b><math>\rho_v</math></b>	Densidad de vaselina
<b>% P</b>	% del pigmento en peso
<b>Å</b>	Angstrom

## BIBLIOGRAFIA

1. Patton C. Temple  
Pigment Handbook  
Ed. John Wily & Sons New York 1985
2. Kirk E. Raymond and Othmer F. Dondd  
Enciclopedia de tecnología química  
Tomo, XIV, XIII, XVI.  
Primera edición en español  
Editorial Hispano-America, México.
3. Dr. Fritz Ullman  
Enciclopedia de química industrial  
Segunda edición. Sección IV  
Editorial Gustavo Gil, S.A. Barcelona, 1978.
4. Fritz V. Lenel.  
Powder metallurgy: Principles and aplicaciones metal powder  
industries federation.  
Princeton, New Jersey 1980.

5. **Becerril Ortega Benito**  
**Aspectos generales de la metalurgia de polvos**  
**Tesis, México D.F. 1978.**
  
6. **Walter L. Badger**  
**Introducción a la Ingeniería Química**  
**Editorial Mc Graw-Hill, 1984**
  
7. **Robert H. Perry Don Green**  
**Chemical Engineerings' Handbook**  
**Sixth edition**  
**Editorial Mc Graw-Hill, 1988**
  
8. **Temple C. Patton**  
**Paint flow and pigment dispersion**  
**Second edition**  
**John Wiley & Sons, New York 1979.**
  
9. **Coulson J. M. and J.F. Richardson**  
**Chemical engineering**  
**Volume 2**  
**Fourt edition: Particle technology and separation processes**  
**Pergamon press 1991.**

10. **W. M. Morgans**  
Out lines of paint technology  
Third edition  
Editorial Edward Arnol, 1990
  
11. **Farré Semitiel, Alba Xochiquetzal**  
Pastas esmaltes y pigmentos metálicos  
Tesis, México D.F. 1985.
  
12. **Barragán Ortega Angel**  
Importancia del balance hidrofílico-lipofílico en la dispersión de pigmentos en molino de tres rodillos.  
Tesis, México D.F. 1977.
  
13. **Enrique Granados**  
Química industrial inorgánica  
Editorial Gustavo Gill, S.A.  
Barcelona
  
14. **Karl Winnacker and Ernst Weingaertner**  
Tomo II :Química industrial inorgánica.  
Editorial Gustavo Gill, S.A.  
Barcelona

15. **Parker Dean**  
Enciclopedia de la química industrial  
Editorial Urmo 1965.
  
16. **George T. Austin**  
Manual de procesos químicos en la industria  
Quinta edición en inglés (primera en español)  
Editorial Mc Graw-Hill
  
17. **Ortega Rodríguez Arturo**  
Metalurgia de polvos de cobre, bronce, latón y aluminio  
Tesis, México D.F. 1986.
  
18. **James W. Evans and Lutgard C. Jonghe.**  
The production of inorganic materials  
Ed. Macmillan publishing company  
New York, 1991
  
19. **Singer, F. Y Singer, S.S.**  
Enciclopedia de la química industrial  
Volumen 9  
Editorial Urmo 1971



20. Brown Granger George  
Unit Operations  
New York. London.  
Eight printing, february 1964.
  
21. Raymond A. Higgins  
Ingenieria Metalurgia  
Tomo 2  
Tecnologia de los procesos industriales  
Editorial continental, S.A., México, 1978.
  
22. R. A. Day, Jr. y A. L. Underwood.  
Química analítica cuantitativa.  
Quinta edición.  
Editorial Prentice-Hall Hispanoamerica S. A. , 1989.
  
23. J. G. Dick  
Química analítica.  
Editorial El manual moderno S. A., 1979.
  
24. A. P. Kreshkov, A. A. Yaroslavtsev.  
Curso de química analítica analisis cuantitativo.  
Editorial Mir, 1985.

25. **James S. Fritz.**  
**Química analítica cuantitativa.**  
**Tercera edición.**  
**Editorial Limusa, 1986.**
26. **Fernando Orozco D.**  
**Análisis químico cuantitativo.**  
**Desimosexta edición.**  
**Editorial Porrúa S. A., 1985.**
27. **María Teresa Toral.**  
**Fisicoquímica de superficies y sistemas dispersos.**  
**Primera edición en español.**  
**Editorial Urmo, 1978.**