

GRANULACIÓN VÍA HÚMEDA DE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICE PIROGÉNICA
Y CÁLCULO DE SU RESISTENCIA MECÁNICA POR MEDIO DE UN ENSAYO
DE COMPRESIÓN UNIAXIAL DE LECHO

NELLY JOHANA MARTÍNEZ CÁRDENAS

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA
2018

GRANULACIÓN VÍA HÚMEDA DE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICE PIROGÉNICA
Y CÁLCULO DE SU RESISTENCIA MECÁNICA POR MEDIO DE UN ENSAYO
DE COMPRESIÓN UNIAXIAL DE LECHO

NELLY JOHANA MARTÍNEZ CÁRDENAS

Trabajo de grado en modalidad de proyecto de investigación para optar al título de
Ingeniera Metalúrgica

Directora UIS

ELCY MARÍA CÓRDOBA TUTA

Doctora en Ciencia y Tecnología de Materiales

Director UFMG

PhD. WANDER LUIZ VASCONCELOS

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA

2018

*A Dios,
Mi madre y mi padre,
Mis hermanas y hermanos,
Y al movimiento social que lucha por otro mundo posible.*

AGRADECIMIENTOS

Agradezco primeramente a Dios, por ser esencial en mi vida, autor de mi destino, por las fuerzas y el coraje durante todo este camino.

A mi padre Aristides Ávila, a mi madre Blanca L. Cárdenas, a mis hermanas y a mis hermanos, por ser el motor de mi vida.

A la Universidad Industrial de Santander por mi formación profesional y a mis profesores de la carrera, quienes han sido muy importantes en este proceso académico.

Al profesor Luis Orlando Aguirre por el ejercicio de defensa de la Educación Superior Pública y por permitirme acompañar el inicio de otros y otras compañeras en éste maravilloso mundo de la metalúrgica.

A la profesora Dr. Elcy María Córdoba por su dirección en la sustentación de este trabajo.

Al Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Federal de Minas Gerais por abrirme sus puertas y aceptarme como estudiante de intercambio.

A los investigadores del Laboratorio de Materiales Cerámicos, especialmente al profesor Dr. Wander L. Vasconcelos por su confianza y orientación en esta investigación.

A Gabriela Magalhães por su amistad, enseñanzas y dirección en el desarrollo de esta monografía.

Al movimiento social, que sueña y construye otro mundo posible, un mundo desde abajo.

A las mujeres que exigieron su derecho a la educación y posterior ingreso a las carreras vistas comúnmente para hombres como las ingenierías.

A las y los estudiantes y docentes que mediante diversos procesos de resistencia han mantenido las puertas de la universidad pública abiertas para quienes tenemos condiciones económicas más complejas, sepan compañeros y compañeras que continuaremos resistiendo.

CONTENIDO

	Pág
INTRODUCCIÓN	15
1. ESTADO DEL ARTE.....	17
1.1. Utilización de las zeolitas como tamiz molecular	17
1.2. Sílice Pirogénica	18
1.2.1. Membranas inorgánicas.....	20
2. OBJETIVOS.....	22
3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	23
3.1. ADAPTACIÓN DE EQUIPOS	23
3.1.1. Extrusor:	23
3.1.2. Esferoidizador:.....	24
3.1.3. Celda para el ensayo de compresión:	24
3.2. ELABORACIÓN DE LOS MONOLITOS Y CÁLCULO DE SU RESISTENCIA MECÁNICA	25
3.2.1. Proceso de Extrusión-Esferoidización:	26
3.2.2. Tratamiento Térmico:.....	26
3.2.3. Cálculo de la Resistencia Mecánica:	28
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	30
4.1. ADAPTACIÓN DE EQUIPOS	30
4.2. ELABORACIÓN DE LOS MONOLITOS Y CÁLCULO DE SU RESISTENCIA MECÁNICA	31
4.2.1. Proceso de Extrusión – Esferoidización.....	31
4.2.2. Cálculo y análisis de la Resistencia Mecánica.....	35
5. CONCLUSIONES	42
6. RECOMENDACIONES.....	43
7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS	44
8. BIBLIOGRAFÍA.....	46

9. ANEXOS.....48

LISTA DE TABLAS

Tabla 1 - Descripción de las muestras realizadas.....	27
Tabla 2 - Ecuaciones correspondientes a la regresión lineal.....	38
Tabla 3 - Descripción de las muestras.....	51

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Unidad tetraédrica de la estructura T04	17
Figura 2 - Diagramas de los tratamientos térmicos.....	27
Figura 3 - Proceso de mezcla, a) Mezcla de sólidos, b) Mezcla con el agua como líquido aglutinante, c) Masa homogénea.	31
Figura 4 - Proceso de Extrusión, a) obtención de cilindros tipo espagueti, b) corte, c) monolitos cilíndricos.....	32
Figura 5 - Proceso de esferoidización, a) cilindros, b) cilindros en proceso de esferoidización, c) monolitos esféricos obtenidos.	32
Figura 6 - Grietas internas después del proceso de extrusión.....	32
Figura 7 - Irregularidades en la conformación de los monolitos cilíndricos.....	33
Figura 8 - Irregularidades en la conformación de los monolitos esféricos.	33
Figura 9 - Defectos en los monolitos esféricos.	34
Figura 10 - Mecanismo de esferoidización.	35
Figura 11 - Clasificación de las muestras.	36
Figura 12 - Resultado del proceso de tamizado.....	36
Figura 13 - Relación entre % de finos y carga aplicada.....	37
Figura 14 - Resistencia mecánica del lecho de partículas versus porcentaje de finos.	37
Figura 15 - Detalle de la resistencia mecánica de las muestras con 1% de finos..	38
Figura 16 - Resultado FITR, realizado en el laboratorio LMC.....	41
Figura 17 - EDS realizado en el laboratorio LMC, Muestra SF_15_A4M_800_esf. Resolución de 500 μm y 173x.....	41
Figura 18 - Extrusor adquirido con dimensiones en [mm].....	48
Figura 19 - Discos intercambiables.....	48
Figura 20 - Extrusor.	48
Figura 21 - Esferoidizador.....	49
Figura 22 - Vista interna del Esferoidizador.....	49

Figura 23 - Celda de compresión.....	50
Figura 24 - Soporte proyectado.	50
Figura 25 - Ilustración del Ensayo.....	50
Figura 26 - Descripción geométrica del soporte adaptado de la norma ASTM D7084-04 en [mm].	50
Figura 27 - Geometría de la zeolita Grace utilizada en el LMC, UFMG.	53

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A - Montaje del Extrusor	48
ANEXO B - Montaje del Esferoidizador	49
ANEXO C - Montaje de la celda para el ensayo de compresión.....	50
ANEXO D - Instrumento de Colecta de Datos	51
ANEXO E - Morfología y composición de la zeolita Grace	53

RESUMEN

TÍTULO: GRANULACIÓN VÍA HÚMEDA DE NANOPARTÍCULAS DE SÍLICE PIROGÉNICA Y CÁLCULO DE SU RESISTENCIA MECÁNICA POR MEDIO DE UN ENSAYO DE COMPRESIÓN UNIAXIAL DE LECHO*

AUTORA: Martínez Cárdenas, Nelly Johana**

PALABRAS CLAVES: Sílice Pirogénica, Compresión Uniaxial de lecho, granulación, esferoidización, nanopartículas.

DESCRIPCIÓN:

La temperatura de la Tierra viene creciendo notablemente y los científicos prevén aumentos más indeseables, cambios climáticos que afectarían principalmente a los países subdesarrollados. La concentración de gases en la atmosfera es importante para mantener el equilibrio energético de la misma, pero la deforestación y quema de combustibles fósiles aumentan esas concentraciones en valores muy preocupantes generando el efecto invernadero, uno de esos gases es el dióxido de carbono cuyo origen es principalmente antropogénico. Varias tecnologías para el tratamiento de gases de combustión utilizan procesos de adsorción en las principales fuentes de emisión, especialmente donde el combustible fósil es usado. Algunos de los materiales adsorbentes que se destacan son las zeolitas y sílices; la eficiencia de los procesos de adsorción está directamente relacionada con su alta porosidad y elevada área superficial. La conformación nanométrica de estos materiales adsorbentes dificulta el aprovechamiento de sus propiedades, granular las nanopartículas y otorgarles una adecuada resistencia permitiría utilizarlas en ambientes exigentes. En este proyecto de investigación fue realizado un proceso de aglomeración por vía húmeda para obtener monolitos de sílice pirogénica en formato cilíndrico y esférico para diferentes concentraciones de aglutinante. Para la obtención de los cuerpos cilíndricos se utilizó la técnica de extrusión, y para los cuerpos esféricos fue utilizada la técnica de extrusión-esferoidización. Posteriormente, la resistencia mecánica fue calculada por medio de un ensayo de compresión uniaxial de lecho. Los cuerpos esféricos presentaron mayor resistencia mecánica que los cuerpos cilíndricos. Los monolitos obtenidos no contienen aglutinante después del tratamiento térmico. Entre mayor fuese la cantidad de aglutinante mezclado con las muestras, mayor fue la resistencia mecánica obtenida. La muestra tratada térmicamente a 500 °C (6 horas) presentó mejor resistencia mecánica que la muestra tratada a 800 °C (1 hora). La muestra sin tratamiento térmico presentó mejor resistencia mecánica que la zeolita.

*Proyecto de grado en modalidad de proyecto de investigación.

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Directores: Elcy María Córdoba Tuta y Wander Luiz Vasconcelos.

ABSTRACT

TITLE: GRANULATION OF THE HUMID VIA OF NANOPARTICLES OF PIROGENIC SILICA AND CALCULATION OF ITS MECHANICAL RESISTANCE THROUGH A BED UNIAXIAL COMPRESSION TEST *

AUTHOR: Martínez Cárdenas, Nelly Johana**

KEYWORDS: Silica Fumed, Uniaxial bed compression, granulation, spheronization, porous monoliths, nanoparticles.

DESCRIPCIÓN:

The temperature of the earth comes, mainly, to the most undesirable previous elements, climatic changes that mainly affect the underdeveloped countries. The concentration of gases in the atmosphere is important to maintain its energy balance, but deforestation and burning of fossil fuels increase the concentrations of gases in very worrying amounts generating the greenhouse effect in the atmosphere, one of the gases is the carbon dioxide which origin is mainly anthropogenic. Several technologies for combustion gas treatment use adsorption processes as a very promising start and the use of membranes in the main emission sources, especially where the fossil fuel is used. Some of the highlighted microporous and mesoporous materials are zeolites and silicas; The efficiency of these absorption processes is due to high surface area and adsorption capacity of many soaked. The nanometric conformation of these adsorbent materials makes it difficult to take advantage of their properties, to granulate the nanoparticles and to grant them an adequate resistance would allow them to be used in demanding environments. In this work, a wet agglomeration process was performed to obtain fumed silica monoliths in a cylindrical and spherical format for different concentrations of binder. In order to obtain the cylindrical bodies, the extrusion technique was used, while for the spherical bodies the extrusion-spheronization technique was used. Subsequently, the mechanical strength was evaluated by a uniaxial bed compression test. The spherical bodies presented greater mechanical resistance in comparison to the cylindrical bodies. The obtained monoliths do not contain binder after the heat treatment. The greater the amount of binder mixed with the samples, the greater the mechanical strength obtained. The sample treated thermally at 500°C (6 hours) presented better mechanical resistance than the sample treated at 800°C (1 hour). The sample without thermal treatment showed better mechanical resistance than the zeolite.

*Proyecto de grado en modalidad de proyecto de investigación.

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Directores: Elcy María Córdoba Tuta y Wander Luiz Vasconcelos.

INTRODUCCIÓN

De acuerdo con la Administración Nacional Oceánica y Atmosférica [1], la concentración global de dióxido de carbono en julio de 2018 fue de 406,39 ppm, que es un valor muy próximo al "punto de no retorno". Con el problema creciente de los gases de efecto invernadero y el consecuente calentamiento global, la captación y adsorción de dióxido de carbono (CAC) por medio de tamices moleculares es una de las tecnologías que podría facilitar los objetivos de estabilización [2], [3]; por ende han aumentado las investigaciones en materiales con altas capacidades de adsorción.

La elevada área superficial hace a los materiales micro y meso porosos apropiados para esta tarea. Entre tales materiales se destacan las zeolitas y sílices, las primeras poseen un tamaño de poro muy pequeño, en un rango de 13 a 20 Armstrong (Å) y un área superficial de $900 \text{ m}^2/\text{g}$ [4], en su composición se encuentra una cantidad no despreciable de residuos orgánicos lo que disminuye su pureza [5].

Los esfuerzos en actuales investigaciones tienen por objetivo aumentar la gama de tamaños de los poros de las zeolitas, y paralelamente, disminuir los diámetros de poros de materiales alternativos para acercarlos a la gama "cerca del tamaño de poros de las zeolitas".

Las nanopartículas de sílice cuentan con alta área superficial $400 \text{ m}^2/\text{g}$ y elevada pureza ($> 99.8 \%$) pero con la característica de no ser porosa [6]. No obstante, tal limitante de la sílice pirogénica puede ser sobrepasada con un adecuado proceso de aglomeración y conformado de cuerpos cerámicos porosos, de tal manera que se aprovechen sus propiedades adsorbentes en ambientes exigentes.

Con base en lo anterior, en este trabajo fue realizado un proceso de aglomeración por vía húmeda para obtener monolitos de sílice pirogénica en formato cilíndrico y esférico para diferentes concentraciones de aglutinante. Posteriormente, la resistencia mecánica fue calculada por medio de un ensayo de compresión uniaxial de lechos.

La elaboración de este trabajo fue dividida en tres etapas: adaptación de equipos, elaboración de los monolitos y cálculo de su resistencia mecánica, y, análisis de resultados.

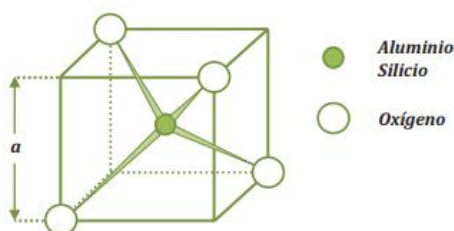
El desarrollo de este proyecto investigativo permitió obtener los monolitos proyectados y el análisis de la influencia en la resistencia mecánica de parámetros como: cantidad de aglutinante, temperatura de calcinación y geometría de los monolitos. Para futuros trabajos en esta área se sugiere el estudio de la porosidad de los monolitos obtenidos.

1. ESTADO DEL ARTE

1.1. Utilización de las zeolitas como tamiz molecular

Las zeolitas abarcan un amplio grupo de materiales de aluminosilicatos de naturaleza cristalina, con cavidades definidas y homogéneas. Estas estructuras están constituidas por unidades tetraédricas representadas como (TO_4) , donde el átomo T puede ser silicio o aluminio y se encuentra coordinado con cuatro átomos de oxígeno, de tal manera que forman marcos tridimensionales de AlO_4 y SiO_4 y éstos a su vez se encuentran unidos entre sí, a través de los átomos de oxígeno ubicados en los vértices de la estructura tetraédrica.

Figura 1 - Unidad tetraédrica de la estructura T₀₄



El contenido del catión Si^{+4} le otorga un carácter eléctricamente neutro al coordinarse con el oxígeno, sin embargo, el catión Al^{+3} que también coordina tetraédricamente, genera una carga neta negativa, lo cual tiene un efecto profundo en la estructura y en su composición. Para compensar ésta carga negativa se requiere la presencia de un catión dentro de la estructura (un catión orgánico o inorgánico, y mono, di o trivalente), que mantenga una carga neutral en la misma; los cationes que estabilizan la carga global pueden ser intercambiables, siendo de gran utilidad esta propiedad de intercambio iónico en el proceso de adsorción de moléculas [7]. La estructura de la zeolita depende del tipo y la cantidad de cationes libres presentes para estabilizar la carga total y de la relación Si/Al, las propiedades pueden asociarse al tipo de estructura, generalmente son: alto grado

de hidratación, baja densidad y gran volumen libre cuando se deshidratan, estabilidad de la estructura cristalina en la mayoría zeolitas cuando se deshidratan, propiedades de intercambio iónico, canales de tamaño molecular uniforme en los cristales deshidratados, adsorción de gases y vapores, y, propiedades catalíticas de carácter ácido-base.

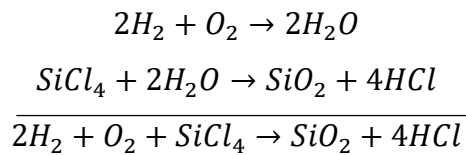
La naturaleza cristalina de estas estructuras implica uniformidad en el tamaño de los poros a través de todo el cristal, propiedad estructural que constituye lo que se conoce como tamices moleculares. Los tamices moleculares son sólidos con porosidad definida y uniforme, con la capacidad de seleccionar moléculas según sus dimensiones y geometría. Los tamices moleculares pueden ser material microporosos (hasta 2 nm), meso-porosos (de 2 a 50 nm) o macro-porosos (mayores a 50 nm); utilizados como adsorbentes para gases y líquidos.

Su uso es amplio en la industria del petróleo, especialmente para la purificación de corrientes de gas, y en los laboratorios de química para separar compuestos y para el desecado de los reactivos. El mercurio que contiene el gas natural es extremadamente perjudicial para las tuberías de aluminio (promueve la fragilidad) y otras partes de los equipos de licuefacción, por lo que se emplea gel de sílice en este caso.

1.2. Sílice Pirogénica

Las partículas de Sílice pirogénica son blancas, de estructura amorfa y fueron preparadas por primera vez en 1940 por el Químico Alemán, Dr. Harry Klopfer. Esas nanopartículas de tamaño variable (7-50 [nm]), morfología esférica, elevada área superficial (50 – 400 m^2/g), superficie química única y elevada pureza son utilizadas en diferentes aplicaciones industriales.

La sílice pirogénica es preparada por hidrólisis de vapor de tetracloruro de silicio a temperaturas iguales o superiores a 1800°C.



Las primeras partículas de sílice son formadas cuando el tetracloruro de silicio se quema en una llama de hidrógeno y oxígeno. Estando todavía fundidas, las primeras partículas se funden de manera irreversible en partículas secundarias llamadas agregados. A medida que las partículas secundarias (agregados) se enfrían por debajo de la temperatura de fusión de la sílice (aproximadamente 1710 ° C), otras colisiones resultan en la formación de partículas terciarias, llamadas aglomerados. Debido al poco tiempo de permanencia en la llama, la estructura cristalina de la sílice no es formada; Por tanto, la sílice pirogénica, tal como otra sílice sintética, posee estructura amorfa [8].

Las propiedades importantes, como el tamaño de partícula y el área superficial de la sílice pirogénica son controladas variando la proporción de reactantes: tetracloruro de silicio, hidrógeno y oxígeno (como aire seco). [9], [10].

Contrario a lo que ocurre con las zeolitas, cuya porosidad se extiende hasta los 2 nm, la sílice pirogénica no es porosa, dicha porosidad es generada y controlada en el proceso de conformado, y depende de la cantidad de agua y de aglutinante suministrados en el proceso de aglomeración, los cuales, luego del tratamiento térmico se evaporan dejando espacios vacíos en la estructura de los monolitos. Otra propiedad estructural de la que se tiene control en el proceso de conformación es el tamaño y geometría del cuerpo poroso, lo cual ha permitido su amplia utilización en nanodispositivos altamente especializados para un número creciente de aplicaciones como: catálisis, adsorción, administración de fármacos, detección, bioimagen [11] y también en nanocompuestos [10]. En el campo biomédico y biotecnológico también han abierto camino debido a su alta estabilidad química y térmica, gran área superficial, alta estabilidad en suspensiones acuosas y su inercia para el ambiente. Además, son poco apetecidas por los microbios y pueden actuar como una barrera, limitando el

efecto del ambiente exterior en el núcleo de la partícula. Por lo tanto, se han encontrado infinidad de aplicaciones innovadoras, por ejemplo, como medios de diagnóstico [9].

En la captura de CO₂ en las emisiones de las centrales eléctricas por medio de la separación por membranas [12], mejora de las propiedades mecánicas del concreto [13] y a la vez aprovechamiento de sus propiedades descontaminantes [14].

1.2.1. Membranas inorgánicas: Las membranas inorgánicas micro y mesoporosas han atraído una atención considerable para la separación de gases debido a su excelente estabilidad térmica y química, buena resistencia a la erosión y estabilidad a alta presión en comparación con las membranas poliméricas convencionales. Un sistema de membrana inorgánica generalmente consiste en un soporte macroporoso que proporciona resistencia mecánica para una membrana de separación delgada, ya sea densa o porosa. Las membranas densas preparadas a partir de paladio o perovskita solo permiten que ciertos gases (como el H₂ o el O₂) se transporten a través de mecanismos tales como la solución-difusión o la conducción iónica en estado sólido.

Tales membranas requieren una alta inversión de capital debido al uso de metales preciosos y/o condiciones de síntesis extremas. En contraste, las membranas de sílice porosas con tamaños de poros ajustables pueden procesarse fácilmente y tienen un potencial uso en una gran variedad de separaciones de gases. Se ha demostrado en diversas investigaciones que las membranas de sílice porosas muestran características de tamizado molecular prometedoras; sin embargo, la mejora del rendimiento de la membrana (flujo y selectividad), la procesabilidad y la estabilidad siguen siendo un desafío.

Con la combinación de alto flujo y alta selectividad, investigaciones arrojan que por medio de la doble capa de membrana de sílice es posible obtener mejores resultados en la separación de una mezcla de 50/50 (v/v) de CO₂/CH₄. Además, luego del proceso de calcinación, es posible mejorar la eficacia de la separación

de H_2 de los gases constituyentes debido a la contracción de poros más grandes. La membrana separó selectivamente el hidrógeno de una mezcla simulada (33.98% N_2 , 15.00% CO_2 , 0.997% CO , balance H_2) para la aplicación en celdas de combustible como lo demuestra la alta concentración de hidrógeno recuperado (92% en moles de pureza de H_2) en la corriente lateral tamizada. La concentración de CO luego de pasar por las membranas se redujo a por lo menos 50 veces más del suministrado. Además de la purificación de H_2 , la membrana también se puede aplicar a la eliminación de Óxidos de Nitrógeno (NO_x) de los gases de combustión. Las estrategias combinadas han demostrado ser eficaces para lograr el tamizado molecular en membranas de sílice inorgánica. La membrana de sílice de doble capa del sujeto podría encontrar un gran uso en aplicaciones tales como la purificación de gases naturales de baja calidad, la eliminación de NO_x de los gases de combustión de las centrales eléctricas, la reducción de gases de efecto invernadero (por ejemplo, CO_2) y la recuperación de hidrógeno de los gases de procesamiento o hidrógeno. Purificación para aplicaciones en celdas de combustible. [15] [16].

2. OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Obtener monolitos de nanopartículas de sílice pirogénica en formato esférico y cilíndrico y evaluar su resistencia mecánica por medio de un ensayo de compresión uniaxial de lecho.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Adaptar el equipo necesario para la conformación de los monolitos y para el ensayo de compresión.
- ✓ Elaborar monolitos de sílice pirogénica en formato esférico y cilíndrico utilizando granulación por vía húmeda y aplicando las técnicas de extrusión y extrusión-esferoidización.
- ✓ Analizar la influencia de: la cantidad de aglutinante, la temperatura de calcinación y la geometría de los monolitos; en la resistencia mecánica del lecho de gránulos.

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología de este trabajo se focaliza en la resolución del problema de investigación y la búsqueda de los objetivos proyectados, por lo tanto, está dividida en dos grandes partes: adaptación de equipos, y, elaboración de los monolitos y cálculo de su resistencia mecánica. Luego se procedió a analizar los resultados obtenidos.

3.1. ADAPTACIÓN DE EQUIPOS

Para la realización de este proyecto fue necesario adaptar el equipo que permitiese la conformación de los monolitos de sílice pirogénica y la realización del ensayo de compresión. Fue necesaria la adaptación de: el extrusor, el esferoidizador y la celda para el ensayo de compresión.

3.1.1. Extrusor: Debido a que los extrusores metálicos presentan mayor capacidad mecánica con relación a los extrusores poliméricos, se optó por un extrusor fabricado de una aleación de aluminio y de operación manual, adquirido en el comercio virtual. El extrusor compuesto principalmente por un cuerpo cilíndrico, un pistón y el asegurador de la boquilla; contaba con 20 discos intercambiables para darle diferentes formas al material (Anexo 1), pero ninguno de ellos se ajustó al trabajo requerido debido a que la geometría de los discos era muy variada y aquellos que tenían orificios circulares no permitían una extrusión adecuada porque la masa homogénea se acumulaba en la salida del extrusor impidiendo que se formara el cilindro tipo espagueti debido a que los discos no tenían un cono de acoplamiento o boquilla entre el cuerpo de la extrusor y la salida de la masa, por lo tanto se optó por adecuar el extrusor con la boquilla de una jeringa plástica convencional; se utilizaron tres jeringas con capacidad de 5, 10 y 20 [ml], y se procedió a probar que diámetro de boquilla permitía la conformación del cilindro tipo espagueti.

3.1.2. Esferoidizador: Para la adaptación del esferoidizador se tomó como base un agitador-calentador FANEM Modelo 258 con capacidad para trabajar un rango de velocidad de 300 a 3000 rpm, se cambió la placa de soporte por una lata metálica de pared lisa y fija, y para la base se colocó una lija rugosa de hierro p36 (Anexo 2), estas características físicas del esferoidizador permiten la deformación plástica de los cuerpos monolíticos; la superficie rugosa de la base impulsa la rotación de los cuerpos y al mismo tiempo por acción mecánica promueve el redondeo de los bordes de los cilindros, mientras que el rozamiento con la pared lisa del esferoidizador moldea los cuerpos porosos [17], [18]. Las variables a determinar en la investigación es la cantidad de cilindros con los que puede trabajar el esferoidizador y la velocidad o rango de velocidad en la cual es posible la conformación de los cuerpos cilíndricos.

3.1.3. Celda para el ensayo de compresión: Con base en la Norma ASTM D7084-04 se desarrolló un soporte cilíndrico con un pistón, teniendo en cuenta que se trabajó con un tamaño de muestra menor a la descrita en la norma, el cual tiene por función comprimir uniformemente el lecho de las partículas en el momento de aplicar la carga [19].

Con base en la norma ASTM D7084-04 fue desarrollado un soporte cilíndrico con un pistón (Anexo 3) de un tubo macizo y otro extruido de una aleación no ferrosa compuesta mayoritariamente por cobre y zinc (58% Cu, 38.15% Zn, 0.2% Sn, 0.2% Ni, 3% P, 0.2% Fe, 0.05% Al y 0.2% de otros), fabricado por la empresa Cem brass Argentina y distribuido en Brasil por Termomecánica Br. En la Figura 27 se muestra la descripción geométrica del soporte, cuyo radio interno y la altura del lecho de las partículas tienen un valor de 12,7 [mm]. El pistón tiene por función comprimir uniformemente el lecho de las partículas cuando se fuese a aplicar la carga.

3.2. ELABORACIÓN DE LOS MONOLITOS Y CÁLCULO DE SU RESISTENCIA MECÁNICA

La sílice pirogénica a utilizar en el desarrollo de esta monografía fue proveída por la empresa Aldrich Chemical Company, mientras que el aglutinante (Methocel A4M) fue proporcionado por la empresa Dow Chemical Company. En el proceso, el Methocel fue utilizado como polvo seco e como líquido de granulación se utilizó agua desionizada con la finalidad de darle la humedad necesaria para que la masa se mantenga homogénea en todas las etapas de fabricación [20].

El proceso de granulación vía húmeda de sílice pirogénica se inició con la mezcla homogénea de los polvos secos (sílice pirogénica y Methocel A4M). En seguida, se adicionó cautelosamente el mínimo posible de agua a la mezcla, con ayuda de una pipeta de 100 [μ l] en fracciones pequeñas y manteniendo la agitación constante hasta obtener una masa homogénea, consistente y firme para el proceso siguiente, luego se precedió con la conformación correspondiente para obtener monolitos porosos en formato cilíndrico y esférico, variando la cantidad de aglutinante, Methocel A4M, entre 10, 15 y 20%; y adicionando agua desionizada como líquido de granulación. Después, los gránulos fueron sometidos a un tratamiento térmico con el propósito de eliminar el aglutinante, además de mejorar su resistencia mecánica. El tratamiento térmico fue realizado en dos temperaturas diferentes, 500 y 800°C. El ensayo de compresión uniaxial de lecho fue realizado con tres valores diferentes de carga (50, 100 y 150 kg), el test también fue aplicado a un lecho de gránulos de una muestra comercial de zeolita de la marca Grace, con el propósito de hacer una comparación de los valores obtenidos en la medición de la resistencia mecánica.

Para evaluar la presencia de aglutinante en los gránulos finales, las muestras fueron analizadas con espectroscopia de infrarrojo antes y después del tratamiento térmico.

El desarrollo de esta parte de trabajo de investigación está dividido en tres etapas: proceso de extrusión-esferoidización, tratamiento térmico y cálculo de la resistencia mecánica.

3.2.1. Proceso de Extrusión-Esferoidización: Con la masa optima, se procedió con la conformación de los cuerpos cilíndricos y esféricos. Para los primeros se usó solamente la técnica de extrusión, mientras que para los últimos se añadió la técnica de esferoidización.

Cuerpos cilíndricos por Extrusión. La masa homogénea se hizo pasar por el extrusor, el cual fue accionado manualmente, obteniéndose una conformación tipo espagueti, seguidamente se realizó un proceso de corte para obtener los monolitos cilíndricos de 3,8 mm de diámetro por 6 mm de altura.

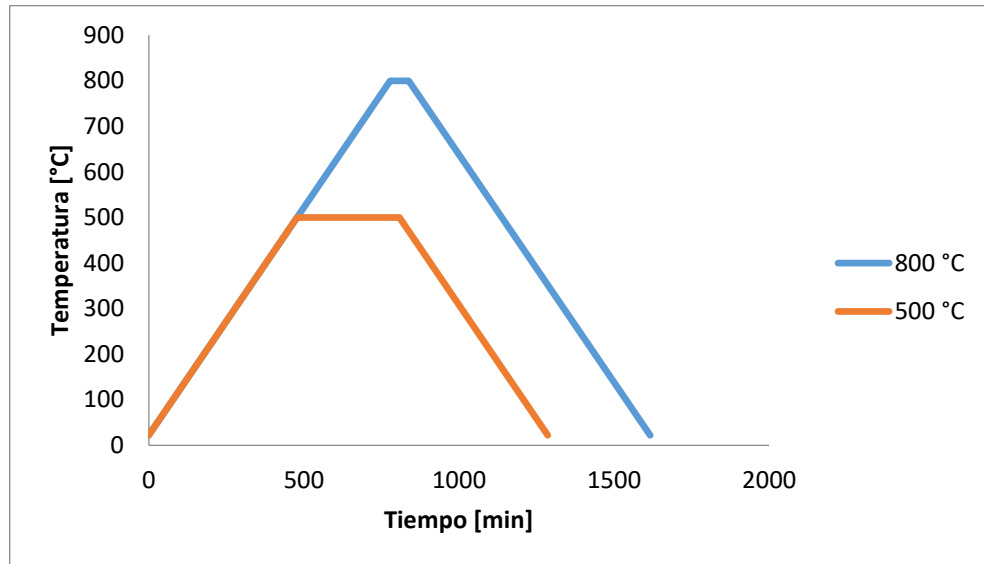
Cuerpos esféricos por Esferoidización. En este caso, se tiene como base los cuerpos cilíndricos conformados previamente en el proceso de extrusión, los cuales fueron colocados en el esferoidizador, a una velocidad de 1200 rpm durante un tiempo aproximado de 10 minutos.

El secado de los cuerpos cilíndricos y esféricos producidos en esta fase se realizó en una estufa a 60°C durante 24 horas, con el objetivo de remover la humedad superficial de las partículas y prepararlas para el tratamiento térmico.

3.2.2. Tratamiento Térmico: El tratamiento térmico se realizó en un horno mufla a dos temperaturas, 500 y 800 °C, durante 6 y 1 hora, respectivamente, con una tasa de calentamiento y enfriamiento de 1°/min.

El tratamiento térmico se realizó en un horno mufla a dos temperaturas, 500 y 800 °C, durante 6 y 1 hora, respectivamente, con una tasa de calentamiento y enfriamiento de 1°/min. Los diagramas térmicos se muestran en la Figura 9.

Figura 2 - Diagramas de los tratamientos térmicos.



En la tabla 2 se presenta un resumen de las muestras obtenidas y se describe la relación del aglutinante utilizado para preparar una mezcla de 5 gramos de sílice pirogénica con una media de 14 – 18 [ml] de agua, la correspondiente temperatura del tratamiento térmico y geometría de los monolitos.

Tabla 1 - Descripción de las muestras realizadas.

Referencia de la muestra	Descripción
SP_10%A4M_800°C	Gránulos cilíndricos de sílice pirogénica con 10% de Methocel A4M como aglutinante y tratada térmicamente a 800°C.
SP_15%A4M_800°C	Gránulos cilíndricos de sílice pirogénica con 15% de Methocel A4M como aglutinante y tratada térmicamente a 800°C.
SP_15%A4M_800°C_esf	Gránulos esféricos de sílice pirogénica con 15% de Methocel A4M como aglutinante y tratada térmicamente a 800°C.
SP_15%A4M	Gránulos cilíndricos de sílice pirogénica con 15% de Methocel A4M como aglutinante y no fue tratada térmicamente.
SP_20%A4M_500°C	Gránulos cilíndricos de sílice pirogénica con 20% de Methocel A4M como aglutinante e tratada térmicamente a 500°C.

SP_20%A4M_800°C	Gránulos cilíndricos de sílice pirogénica con 20% de Methocel A4M como aglutinante y tratada térmicamente a 800°C.
SP_20%A4M_800°C_esf	Gránulos esféricos de sílice pirogénica con 20% de Methocel A4M como aglutinante y tratada térmicamente a 800°C.

3.2.3. Cálculo de la Resistencia Mecánica: El cálculo de la resistencia mecánica con relación a la disgregación de las muestras se realizó por medio del ensayo de compresión uniaxial de lecho con base en la Norma ASTM D7084-04. Los ensayos se realizaron en duplicado en una máquina universal de ensayo, de la marca Instron serie 5590. Los gránulos fueron ubicados homogéneamente en la celda previamente adaptada para este procedimiento y se sometidos a tres valores diferentes de carga (50, 100 y 150 kg), el test también se aplicó a un lecho de gránulos de una muestra comercial de zeolita de la marca Grace, bajo una tasa de aplicación de 0.5 [*mm/min*].

La tasa de aplicación de la presión fue de 2 [*mm/min*] hasta llegar a la carga deseada en la cual fue mantenida por 30 segundos.

Se retiró la totalidad de las partes disgregadas de la muestra en el soporte y en la extremidad inferior del pistón para cada análisis. El proceso de tamizado fue realizado durante 60 segundos utilizando una malla ASTM 30, teniendo cuidado de no producir finos adicionales.

Posteriormente, se realizó el pesado de los finos (partes de la muestra que atravesó el tamiz ASTM 30) y su respectivo porcentaje generado durante el ensayo fue obtenido usando la siguiente ecuación.

$$F = (PW/DW) \times 100$$

Dónde:

F = Porcentaje en peso de los finos;

PW = Peso de los finos después del tamizado; y

DW = Peso seco de la muestra colocada en la celda.

Realizando regresión lineal se calculó la resistencia mecánica para cada una de las muestras a un porcentaje de finos de 1% y se analizaron los resultados

obtenidos teniendo en cuenta parámetros como la cantidad de aglutinante, la temperatura de calcinación y la geometría de los monolitos.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. ADAPTACIÓN DE EQUIPOS

Los equipos adaptados para el desarrollo de éste proyecto de investigación fueron: el extrusor, el esferoidizador y la celda para el ensayo de compresión.

El **extrusor metálico** consiste en un cuerpo cilíndrico con un pistón dentro que por acción manual presiona la masa húmeda, forzándola a atravesar el orificio de extrusión. Este sistema opera de manera no continua (Figuras 17, 18 y 19 en el Anexo 1) [17].

Se utilizó uno de los discos de orificio circular de diámetro 4 [mm], en la cual se soportó la boquilla de la jeringa. Al accionar el extrusor con la boquilla de 5 [ml] el diámetro del cilindro obtenido era de 2 [mm] dificultando su manipulación, cuando se probó la boquilla de la jeringa de 15 [ml] el cilindro tipo espagueti no lograba conformarse de manera continua probablemente porque al ser mayor el grosor del cilindro extruido la presencia de vacíos en la masa aumentaba, generando que se propagarán grietas transversales y produciendo el corte total del cilindro extruido. La boquilla que mostró los resultados esperados fue la de capacidad de 10 [ml], a la cual se le realizó un corte de forma que el diámetro de del orificio fue de 3,8 [mm].

El montaje del **esferoidizador** se muestra en las Figuras 20 y 21 del Anexo 2. La cantidad del esferoidizador fue de dos gramos de cuerpos cilíndricos, a mayores cantidades ocurrían enlaces entre los monolitos impidiendo su conformación esférica. La velocidad optima fue de 1200 rpm, a menores valores no se lograba la conformación de los cuerpos esféricos y a valores mayores los monolitos sufrían deformaciones y rupturas.

La **celda para el ensayo de compresión** permitió la realización completa de la prueba.

4.2. ELABORACIÓN DE LOS MONOLITOS Y CÁLCULO DE SU RESISTENCIA MECÁNICA

4.2.1. Proceso de Extrusión – Esferoidización: A través del proceso de granulación vía húmeda fue obtenida la masa húmeda y homogénea, lo que facilitó la manipulación de las nanopartículas durante los procesos posteriores. Mezclar despacio y constantemente en el menor tiempo posible evitó pérdidas significativas en la humedad de la masa y garantizó una distribución homogénea del líquido de granulación, permitiendo la obtención de una buena plasticidad y rigidez en la masa (Figura 3).

La muestra con 10% de aglutinante tuvo menor plasticidad comparada con las muestras de 15 y 20%. A mayor cantidad de aglutinante mejor la plasticidad de la masa, propiedad importante en el proceso de extrusión-esferoidización.

Figura 3 - Proceso de mezcla, a) Mezcla de sólidos, b) Mezcla con el agua como líquido aglutinante, c) Masa homogénea.



La obtención de los monolitos cilíndricos y esféricos es mostrada en las Figuras 2 y 3. Después de la extrusión, algunos cilindros tipo espagueti presentaron inicios de formación de grietas (Figura 6), que pudieron haber sido causadas en el proceso de extrusión o también, en el endurecimiento del material. La altura aproximada de los cuerpos cilíndricos fue de 6 [mm].

Figura 4 - Proceso de Extrusión, a) obtención de cilindros tipo espagueti, b) corte, c) monolitos cilíndricos.

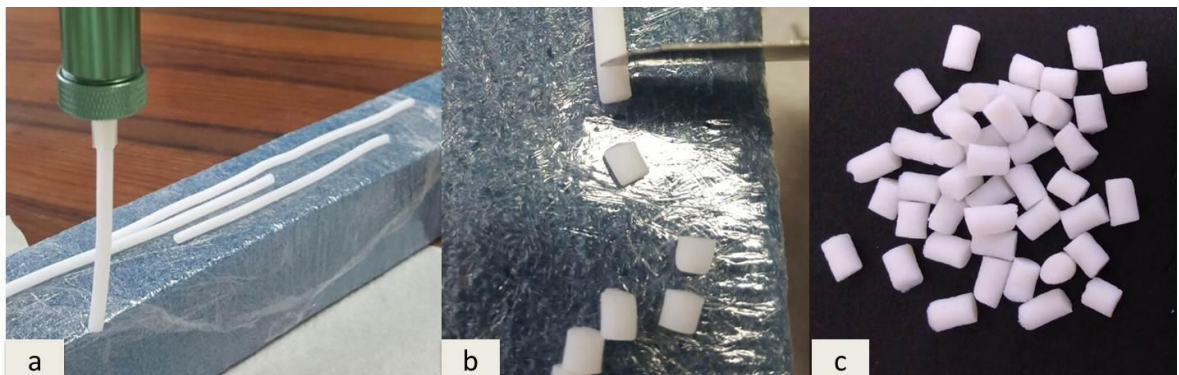


Figura 5 - Proceso de esferoidización, a) cilindros, b) cilindros en proceso de esferoidización, c) monolitos esféricos obtenidos.

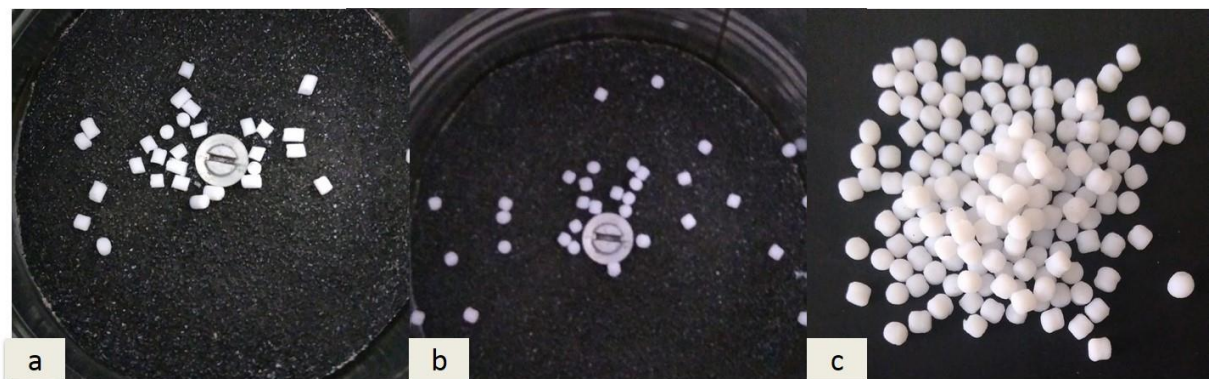


Figura 6 - Grietas internas después del proceso de extrusión.



Las irregularidades presentadas en los cuerpos monolíticos cilíndricos (Figura 7) fueron generadas durante el proceso de corte. En este trabajo la aplicación de las

técnicas de conformación fue de manera manual, en cambio, en una planta industrial es posible disminuir ese margen de errores, una vez que las extrusoras trabajen al vacío y los cortes sean hechos de manera sistematizada.

Se procuró cortar las muestras antes de que se secaran totalmente, porque la masa quedaba mas dura y el corte aumentaba el riesgo de aparición de grietas.

En los monolitos esféricos se tuvo que trabajar con pequeña cantidad de masa debido a la capacidad de trabajo del esferoidizador. Si se trabajaba con grandes cantidades no era posible obtener la esfericidad en los monolitos.

Figura 7 - Irregularidades en la conformación de los monolitos cilíndricos.

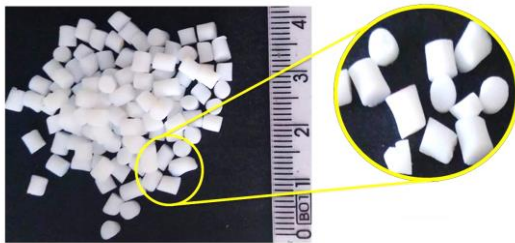
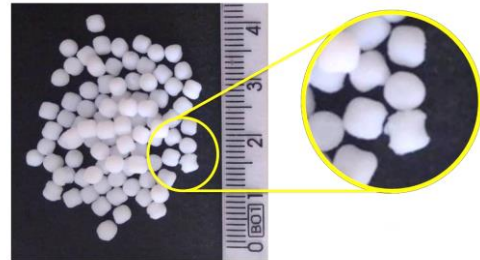


Figura 8 - Irregularidades en la conformación de los monolitos esféricos.



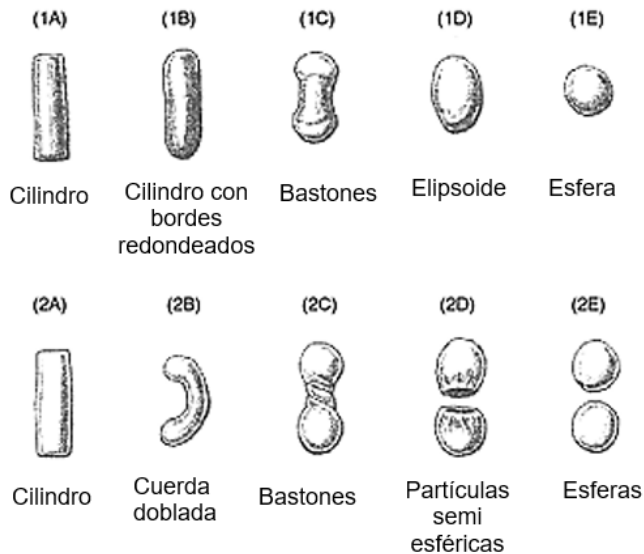
En las Figuras 9 se muestran los defectos en los cuerpos esféricos, algunos de ellos causados por la presencia de vacíos en la pasta, lo cual era de esperarse dado que no se utilizó un equipo altamente tecnificado con cámara de vacío; otra causa pudo ser la propagación de la grieta interna generada en la extrusión y otros por las diferencias en la longitud de los cilindros realizados en el corte. El aumento de la velocidad de esferoidización y el exceso de tiempo en este proceso, también son factores generadores de grietas. Se observó que con el aumento de la velocidad las esferas se rompían por la mitad.

Figura 9 - Defectos en los monolitos esféricos.



En la transformación de los monolitos cilíndricos a esféricos se observó el mecanismo propuesto por Rawe (1985) (Figura 10), a través del cual las partículas cilíndricas tienen sus bordes redondeados y forman partículas en forma de bastones, después elipsoides y finalmente esferas. La presencia de este mecanismo fue favorecida porque el corte de la longitud de los cuerpos cilíndricos fue aproximadamente igual al diámetro de los mismos, en cambio que para que ocurriese el mecanismo propuesto por Baert (1993) era necesario que los cilindros tuviesen una longitud mayor [17].

Figura 10 - Mecanismo de esferoidización.



Luego del proceso de secado, mientras los monolitos perdían humedad, su coloración se hacía más blanca.

Después del tratamiento térmico, se observó una disminución del tamaño de los gránulos y una coloración más blanca todavía, provocada por la eliminación de la humedad y del aglutinante.

4.2.2. Cálculo y análisis de la Resistencia Mecánica: Se observó que en cada tipo de muestra era producida una cantidad diferente de finos. La clasificación granulométrica hecha por el tamizado (Figura 11 y 12) permitió determinar los diferentes porcentajes de finos producidos durante el ensayo de compresión del lecho de partículas, y su influencia fue observada en los valores de la resistencia mecánica.

La limpieza del tamiz antes de iniciar cada ensayo fue muy importante para evitar imprecisiones en los resultados.

Figura 11 - Clasificación de las muestras.

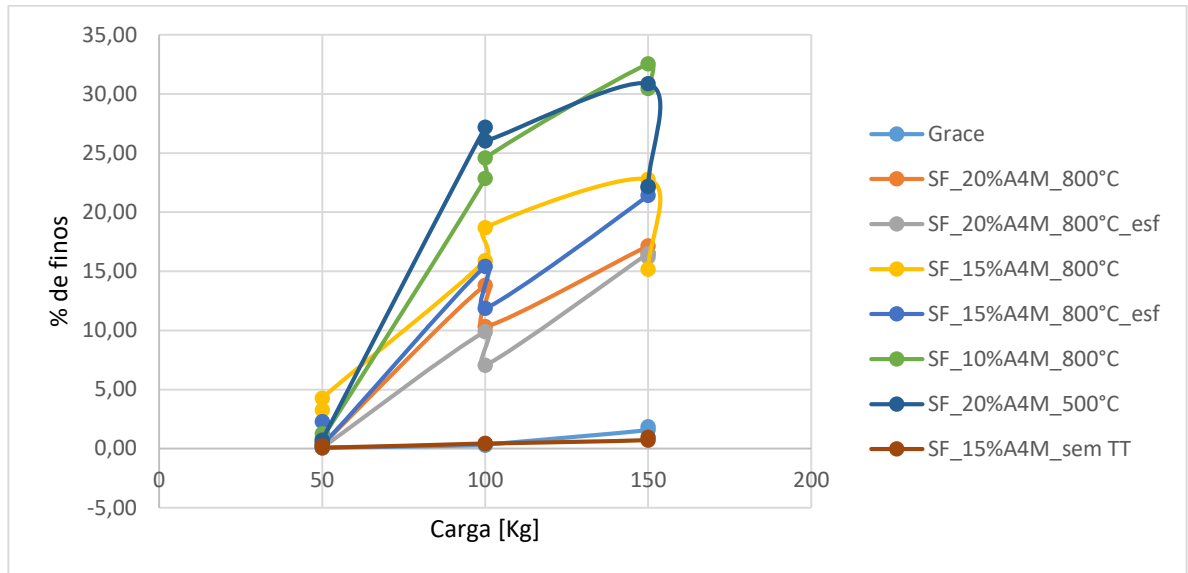


Figura 12 - Resultado del proceso de tamizado.



La Figura 13 muestra la relación entre el porcentaje de finos y la carga aplicada, en la mayoría de las muestras a medida que aumentó la carga el porcentaje de finos aumentó, contrario a lo reflejan la gráfica para las muestras cilíndricas con 15% Methocel A4M tratada a 800°C y con 20% de Methocel A4M tratada térmicamente a 500 °C, para una de las pruebas realizadas con 150 kg presentan menores porcentajes de finos (15,15 % y 22,18% respectivamente) que para el caso en que se aplicó 100 kg (18,68% y 26,03% respectivamente), los anteriores datos son considerados errores y una razón principal pudo ser que se presentó pérdida de finos en el proceso de tamizado.

Figura 13 - Relación entre % de finos y carga aplicada.



La regresión lineal realizada para analizar la resistencia mecánica de las muestras está ilustrada en las Figura 14 y 15, y las correspondientes ecuaciones se encuentran en la Tabla 2.

Figura 14 - Resistencia mecánica del lecho de partículas versus porcentaje de finos.

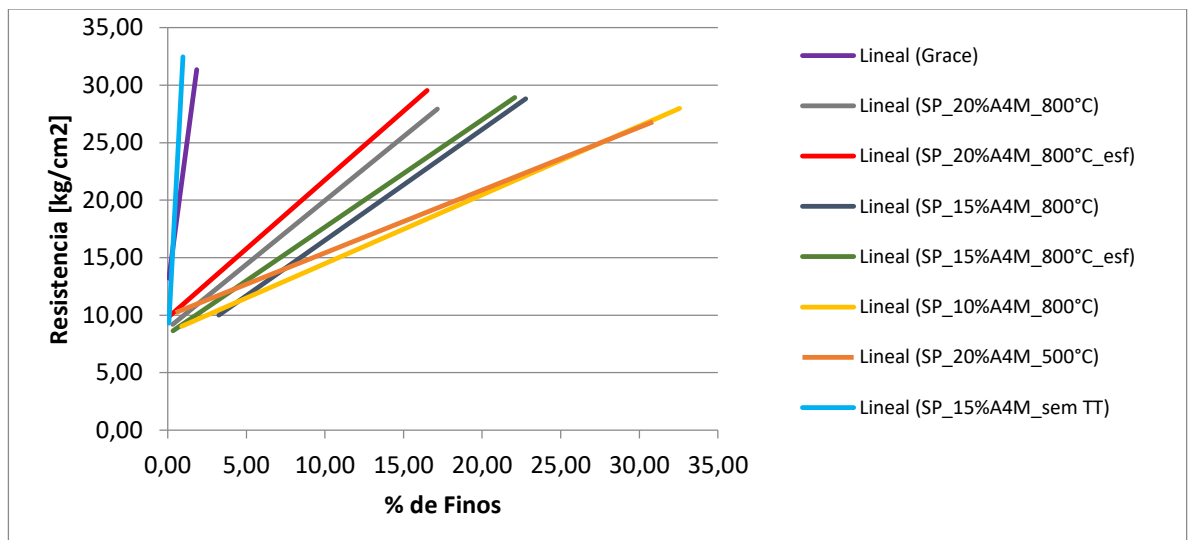


Figura 15 - Detalle de la resistencia mecánica de las muestras con 1% de finos.

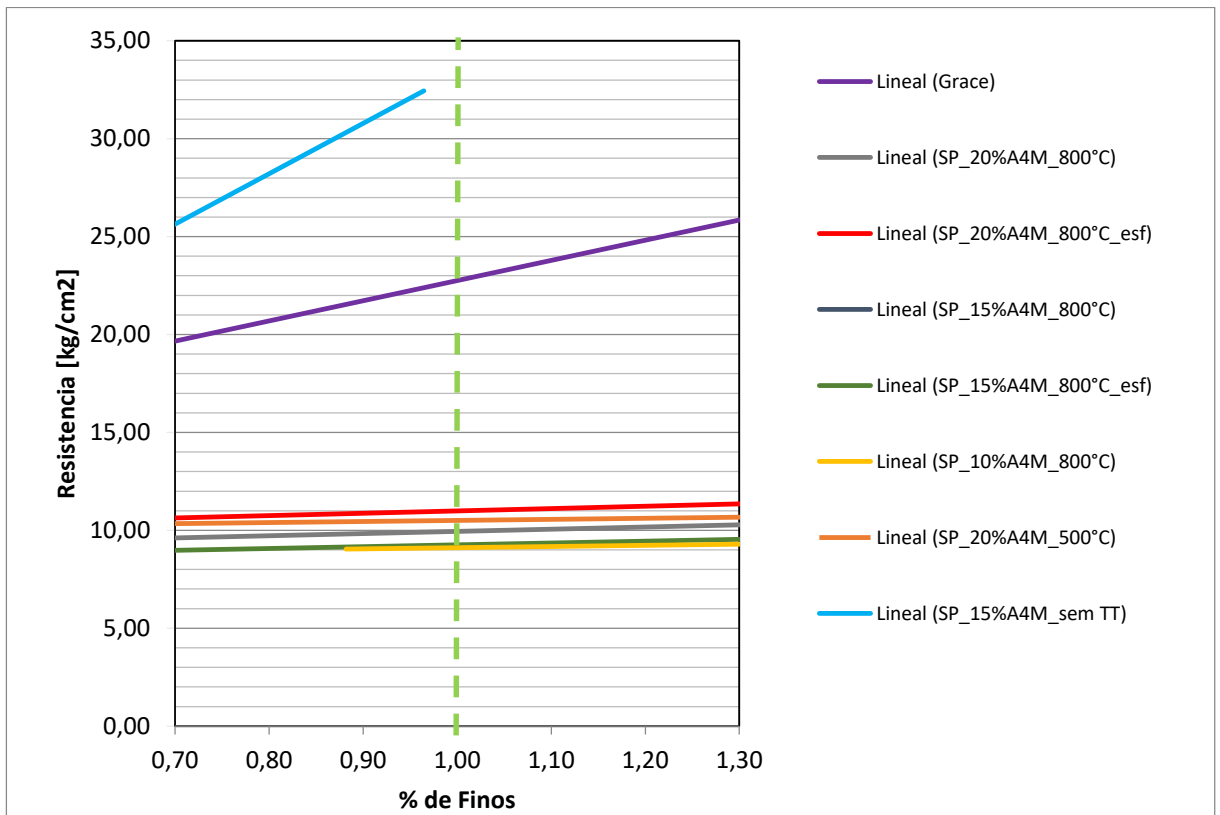


Tabla 2 - Ecuaciones correspondientes a la regresión lineal.

Descripción de la muestra	Ecuación de la regresión lineal	R^2	Resistencia [kg/m ²]
SP_10%A4M_800°C	$y = 0,5982x + 8,5121$	0,9227	9,1
SP_15%A4M_800°C	$y = 0,9631x + 6,895$	0,7423	(8,5)
SP_15%A4M_800°C_esf	$y = 0,9337x + 8,3198$	0,9669	9,2
SP_15%A4M	$y = 25,748x + 7,6166$	0,9034	33,2
SP_20%A4M_500°C	$y = 0,5459x + 9,9564$	0,7169	10,5
SP_20%A4M_800°C	$y = 1,1148x + 8,8239$	0,9241	10
SP_20%A4M_800°C_esf	$y = 1,1962x + 9,7943$	0,9845	11
Zeólita_Grace	$y = 10,308x + 12,448$	0,8291	20,3

La resistencia mecánica aumentó correspondientemente como aumentaba la cantidad de aglutinante, lo anterior podemos notarlo más detalladamente cuando realizamos un paralelo entre los monolitos esféricos tratados a 800 °C con aglutinante de 15 y 20%, los valores obtenidos en la resistencia son respectivamente de 9,2 y 11 [kg/m^2]. Ahora, si observamos lo que sucede en los monolitos cilíndricos con 10, 15 y 20% de aglutinante tratados a la misma temperatura tenemos que la resistencia es de 9,1, (8,5) y 10 [kg/m^2]; el valor de la resistencia para la muestra SP_15%A4M_800°C se encuentra en paréntesis debido a que para el cálculo de su resistencia con relación a un porcentaje de finos de 1% se debió hacer una proyección de la línea de tendencia de la muestra. El valor de la resistencia de la muestra SP_10%A4M_800°C (9,1 [kg/m^2]) es muy cercano al de la muestra SP_15%A4M_800°C_esf (9,2 [kg/m^2]), se consideró que ese valor (9,1 [kg/m^2]) puede ser incorrecto y tener tres posibles causas de error: imprecisión en la medida del porcentaje del aglutinante, falta de homogenización de los gránulos en el soporte cilíndrico previamente a la realización del ensayo y/o pérdida de finos después del ensayo o en el tamizado. Se recomienda hacer ese ensayo de nuevo para constatar los resultados.

Con relación a la geometría podemos observar que la resistencia mecánica fue mayor en las esferas que en los cilindros. Así, la muestra SP_15%A4M_800°C (cilíndrica) presentó 8,5 [kg/m^2], mientras que la muestra SP_15%A4M_800°C_esf tuvo una resistencia de 9,2 [kg/m^2]; de igual forma ocurre con las muestras con 20% de aglutinante, SP_20%A4M_800°C (cilíndrica) presentó una resistencia de 10 [kg/m^2] y la muestra SP_20%A4M_800°C_esf de 11[kg/m^2]. Una justificación es que este resultado puede ser dado por el redondeo de los bordes de las esferas, mientras que las muestras cilíndricas tienen bordes más angulares. Los bordes angulares son posibles concentradores de tensión lo que puede generar mayor cantidad de finos después de la aplicación de un esfuerzo mecánico, sea por presión o cizallamiento.

Con relación al tratamiento térmico, podemos analizar la resistencia mecánica de las muestras SP_20%A4M_500°C y SP_20%A4M_800°C en las que se mantiene

el porcentaje de aglutinante y la misma geometría de los cuerpos porosos, con el ánimo de dejar como única variable el cambio en la temperatura del tratamiento térmico. Los valores de la resistencia mecánica son, respectivamente, 10.5 y 10 $[kg/m^2]$, mostrando que el tratamiento térmico que favorece la resistencia mecánica es el de 500°C por un tiempo de 6 horas.

La resistencia de la zeolita comercial de marca Grace presentó un valor de 20,3 $[kg/m^2]$, bastante alto en comparación de la resistencia obtenida en las demás muestras, este hecho puede tener varias razones, entre ellas: el proceso industrial por el cual fue fabricada la zeolita versus el trabajo realizado en esta investigación y la conformación geométrica de los monolitos de la zeolita (Anexo 5) claramente es más definida y prolija que la de los cuerpos porosos de sílice pirogénica. Además, una desventaja que presentan las zeolitas en comparación con la sílice pirogénica es que en su composición hay presencia de óxidos metálicos [21], los cuales también pueden aportar al aumento de la resistencia pero disminuyen la capacidad de adsorción.

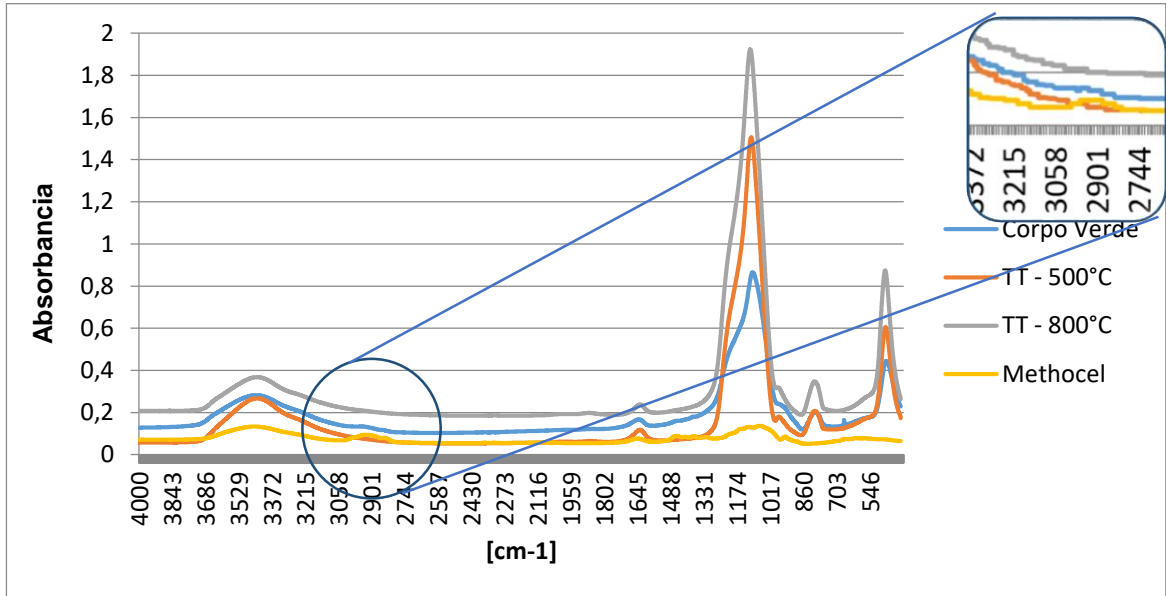
La muestra con aglutinante (sin calcinación) presentó aún más resistencia (33,2 $[kg/m^2]$) que la zeolita Grace (20,3 $[kg/m^2]$), este valor no es nada despreciable y puede ser un dato necesario para seleccionar la sílice pirogénica como un material capaz de soportar ambientes exigentes.

Finalmente, los resultados de espectroscopia de infrarrojo y de energía dispersiva demostraron que el aglutinante fue removido totalmente de las muestras después del tratamiento térmico.

En la Figura 29, se muestra los espectros generados por FTIR para un cuerpo verde, una muestra tratada térmicamente hasta 500 y 800°C y para el Methocel.

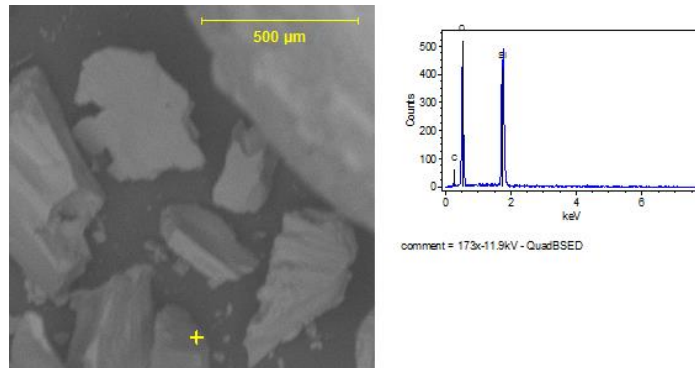
El espectro de FTIR del Methocel mostró una banda característica en 2850 a 2960 cm^{-1} la cual está presente en el cuerpo verde y no en las muestras tratadas térmicamente, mostrando así la eliminación del aglutinante.

Figura 16 - Resultado FITR, realizado en el laboratorio LMC.



El análisis realizado por Espectroscopia de Energía Dispersiva (EDS) de la muestra SF_15_A4M_800_esf es observado en la Figura 17, tal espectro indica la presencia de silicio y oxígeno, constituyentes de la sílice pirogénica. La presencia de carbono se debe a la cinta de carbono adherida a la porta muestra. Estos resultados confirman la eliminación del aglutinante durante la calcinación de la muestra.

Figura 17 - EDS realizado en el laboratorio LMC, Muestra SF_15_A4M_800_esf. Resolución de 500 μm y 173x.



5. CONCLUSIONES

Con base en la consulta bibliográfica realizada, se adaptó el extrusor de pistón, el esferoidizador y la celda para el ensayo de compresión, equipos necesarios para el desarrollo de esta investigación y la obtención de los resultados anteriores. El desarrollo manual de los procesos es considerado una causal en la variación de los resultados obtenidos.

El desarrollo del trabajo permitió obtener los monolitos de nanopartículas de sílice pirogénica en formato esférico y cilíndrico, por medio de la granulación vía húmeda y aplicando técnicas de extrusión-esferoidización. La forma de los gránulos fue variable debido a la realización manual del proceso de corte. Las grietas internas generadas en el proceso de extrusión facilitaron la abertura de los gránulos en el proceso de esferoidización.

Entre mayor fuese la cantidad de aglutinante mezclado con las muestras, mayor fue la resistencia mecánica obtenida. Los cuerpos monolíticos en formato esférico presentaron mayor capacidad de soportar esfuerzos que los cuerpos cilíndricos. La muestra tratada térmicamente a 500 °C durante 6 horas presentó mejor resistencia mecánica que la muestra tratada a 800 °C durante 1 hora. La muestra sin tratamiento térmico presentó mejor resistencia mecánica que la zeolita.

Los monolitos obtenidos y tratados térmicamente no presentan aglutinante, siendo eso una ventaja frente a las zeolitas que presentan en su composición óxidos metálicos que disminuyen su capacidad de adsorción.

6. RECOMENDACIONES

La resistencia mecánica que las muestras presentaron fue mayor a medida que aumentaba la cantidad de aglutinante en ellas, se recomienda para futuros trabajos variar la cantidad de aglutinante a valores mayores y analizar si esa tendencia es lineal o tiene un límite. Las partículas de sílice pirogénica no son porosas, por lo tanto, la porosidad es generada por la evaporación del aglutinante, con futuros trabajos se podría evaluar la relación de la porosidad con la resistencia mecánica del material.

Otra variable que se pudiese tener en cuenta para nuevas investigaciones es utilizar otros tipos de aglutinantes, analizando la efectividad y relación con su respectivo costo.

Los resultados obtenidos pueden ser complementados por medio de otras técnicas que permitan analizar la microestructura y la porosidad de las muestras, como microscopia electrónica de barrido y el porosímetro de mercurio.

Así mismo, se deben plantear trabajos futuros enfocados en evaluar la capacidad adsorbente de los cuerpos porosos desarrollados, centrando importancia en aquellos monolitos que no tuvieron tratamiento térmico pero cuya resistencia mecánica sobrepasó la de las zeolitas.

7. REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] N. E. S. R. L. US Department of Commerce, "ESRL Global Monitoring Division - Global Greenhouse Gas Reference Network."
- [2] M. L. Bert M., Ogunlade D., Coninck H., Loos M., *La captación y el almacenamiento de dióxido de carbono*, vol. 17, no. 4. 2005.
- [3] P. Pandey and R. S. Chauhan, "Membranes for gas separation," *Prog. Polym. Sci.*, vol. 26, no. 6, pp. 853–893, 2001.
- [4] P. a Jacobs, R. a V. S. Editors, Z. Focts, J. Biswas, I. E. Maxwell, and K. Shell-laboratorium, "Zeolites and other microporous materials.," vol. 5, no. 1, 1989.
- [5] M. F. Ribeiro and A. Fernandes, "Zeólitos: O fascínio da natureza e da ciência," *Química*, vol. 134, p. 35, 2014.
- [6] IARC, "Silica," *IARC Monogr. Eval. Carcinog. Risks to Humans*, vol. 68, no. June 1986, pp. 41–242, 1997.
- [7] A. Garcia, "Síntesis, Caracterización y Evaluación de un Tamiz Molecular para la Deshidratación de Etanol Azeotrópico.," 2012.
- [8] H. S. Katz and J. . Mileski, *Handbook of fillers for plastics*, 1st ed. Springer US, 1988.
- [9] N. I. Jaramillo, "Encapsulación de un fármaco en nanopartículas de sílice sinterizadas vía sol-gel asistido por microemulsión de micelas inversas.," 2013.
- [10] H. Zou, S. Wu, and J. Shen, "Polymer/Silica Nanocomposites: Preparation, Characterization, Propertie, and Aplications.," pp. 3893–3957, 2008.
- [11] I. I. Slowing, J. L. Vivero-Escoto, B. G. Trewyn, and V. S.-Y. Lin, "Mesoporous silica nanoparticles: structural design and applications," *J. Mater. Chem.*, vol. 20, no. 37, pp. 7924–7937, 2010.
- [12] A. Brunetti, F. Scura, G. Barbieri, and E. Drioli, "Membrane technologies for CO2 separation," *J. Memb. Sci.*, vol. 359, no. 1–2, pp. 115–125, 2010.
- [13] Memphis, "Fly ash, Slag, silica fume, and natural Pozzolans," *Des. Control*

Concr. Mix., no. 54048, pp. 57–72, 1996.

- [14] M. A. Rasol, “Effect of Silica Fume on Concrete Properties and Advantages for Kurdistan Region, Iraq,” *Int. J. Sci. Eng. Res.*, vol. 6, no. 1, 2015.
- [15] C. Y. Tsai, S. Y. Tam, Y. Lu, and C. J. Brinker, “Dual-layer asymmetric microporous silica membranes,” *J. Memb. Sci.*, vol. 169, no. 2, pp. 255–268, 2000.
- [16] R. M. De Vos and H. Verweij, “Improved performance of silica membranes for gas separation,” *Science (80-.)*, vol. 143, no. March, pp. 37–51, 1998.
- [17] H. M. M. Santos, F. J. B. Veiga, M. E. T. De Pina, and J. J. M. S. De Sousa, “Obtenção de pellets por extrusão e esferonização farmacêutica: parte I. Avaliação das características físicas de pellets,” *Rev. Bras. Ciências Farm.*, vol. 42, no. 3, pp. 309–318, 2006.
- [18] a. G. Couto, G. González Ortega, and P. R. Petrovick, “Granulação,” *Cad. Farmácia*, vol. 16, no. 1, pp. 13–20, 2000.
- [19] ASTM, “Standard Test Method for determination of bulk crush strength of catalysts and catalyst carries.,” vol. 71, no. Reapproved 2009, pp. 35–37, 2009.
- [20] P. Dittrich and L. Gomes de Souza, “Desenvolvimento e recobrimento polimérico de pellets contendo nifedipino.,” pp. 127–131, 2010.
- [21] G. W. & Co, “Synthetic Non-fibrous Zeolites Product Stewardship Summary,” pp. 1–5, 2014.

8. BIBLIOGRAFÍA

- ADAMS, M. J. Agglomerate compression strength measurement test using a uniaxial confined. *Most*, v. 78, p. 5–13, 1994.
- BAERLOCHER, C.; MCCUSKER, L.; OLSON, D. Atlas of zeolite framework types. 2007.
- BERNARDES, L. A Granulação de Materiais. *Cerâmica Industrial*, p. 17–22, 2006. Disponível em: <<http://www.ceramicaindustrial.org.br/pdf/v11n03/a03v11n3a325.pdf>>. .
- DIAS, V. H. R. Produção de grânulos em leito fluidizado de acordo com uma concepção experimental. , p. 109, 2007.
- DOW. Chemistry of METHOCEL™ Cellulose Ethers - A Technical Review Chemistry of METHOCEL™ Cellulose Ethers. , p. 16, 2013. Disponível em: <http://msdssearch.dow.com/PublishedLiteratureDOWCOM/dh_08e5/0901b803808e5f58.pdf?filepath=dowwolff/pdfs/noreg/198-02289.pdf&fromPage=GetDoc>. .
- FAZAN, A. N.; IKEGAMI, R. A.; VINÍCIUS, M.; et al. Aditivos para compactação por prensagem a verde de corpos cerâmicos. , p. 5, 2013.
- HOLLAND, T. C. Silica Fume User's Manual. -Fhwa-lf-0 5-016, p. 194, 2005.
- K. SCHBNERT. The influence or particle bed configurations and confinements on particle breakage. , v. 516, n. 95, 1996.
- KNAPP, H. Sylobead Adsorbents for Natural Gas Processing. *Gas Separation & Purification*, v. 4, p. 123–136, 1990.
- KULKARNI, P. A.; KULKARNI, A. D.; GANDHI, J. A.; SHIROLKAR, S. V.; KASTURE, P. V. Pelletization Techniques as a pharmaceutical tool in the multiparticulate drug delivery system: a review. *International Journal of Drug Formulation & Research*, v. 1, n. 1, p. 89–118. Disponível em: <www.ordonearresearchlibrary.org>. Acesso em: 30/11/2016.
- KULKARNI, R. G. Properties and applications of Zeolites. *Asian Journal of Physics*, v. 6, n. 1 & 2, p. 204–211, 1997.

- LENGSFELD, C. S.; SHOURESHI, R. A. Patent Application Publication CHOI et al. , v. 1, n. 19, 2008.
- LITSTER, J.; ENNIS, B. The Science and Engineering of Granulation Processes. 1º ed. Springer Netherlands, 2004.
- LLINÀS, M. C.; SÁNCHEZ-GARCÍA, D. Nanopartículas de sílice: preparación y aplicaciones en biomedicina. , p. 20–31, 2014.
- MALINOWSKI, H. J.; SMITH, W. E. Use of Factorial Design to Evaluate Granulations Prepared by Spheronization. Journal of Pharmaceutical Sciences, v. 64, n. 10, p. 1688–1692, 1975. Elsevier.
- MEHTA, K. A.; REKHI, G. S.; PARIKH, D. M. Handbook of Pharmaceutical Granulation Technology. Handbook of Pharmaceutical Granulation Technology, p. 333–363, 2005. Disponível em: <<http://books.google.com/books?id=at26LZUP9MIC>>. .
- PANJEHPOUR, M.; ABDULLAH, A.; ALI, A.; DEMIRBOGA, R.; FACULTY, E. A review for characterization of Silica Fume and its effects on concrete properties. , v. 2, n. 2, p. 1–7, 2011.
- UMPRAYN, K.; CHITROPAS, P.; AMAREKAJORN, S. Influence of process variables on physical properties of the pellets using extruder and spheronizer. Drug development and industrial pharmacy, v. 25, n. 1, p. 45–61, 1999. Disponível em: <<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/10028418>>. Acesso em: 30/11/2016.
- WAN, L. S. C.; HENG, P. W. S.; LIEW, C. V. Spheronization conditions on spheroid shape and size. International Journal of Pharmaceutics, v. 96, n. 1–3, p. 59–65, 1993. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/037851739390212X>>. Acesso em: 30/11/2016.
- ZORNOZA, B. Membranas híbridas polímero-material nanoestructurado poroso para la separación de mezclas gaseosas. , , n. 1, 2011.

9. ANEXOS

ANEXO A - Montaje del Extrusor

Figura 18 - Extrusor adquirido con dimensiones en [mm].

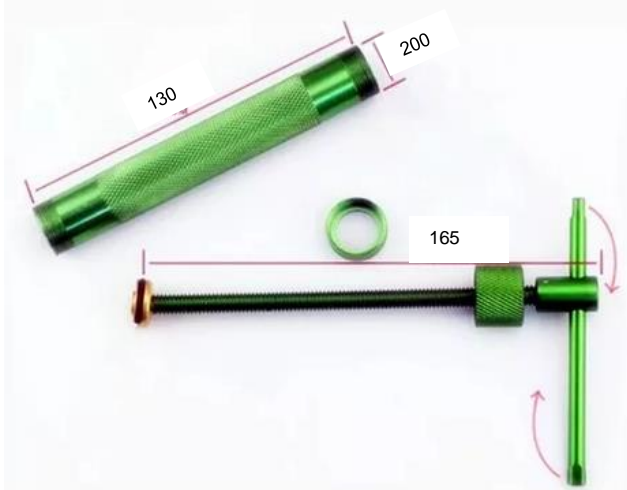
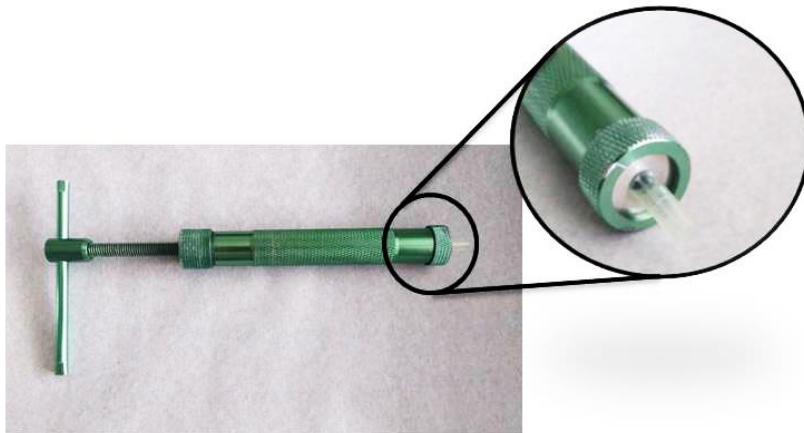


Figura 19 - Discos intercambiables.



Figura 20 - Extrusor.

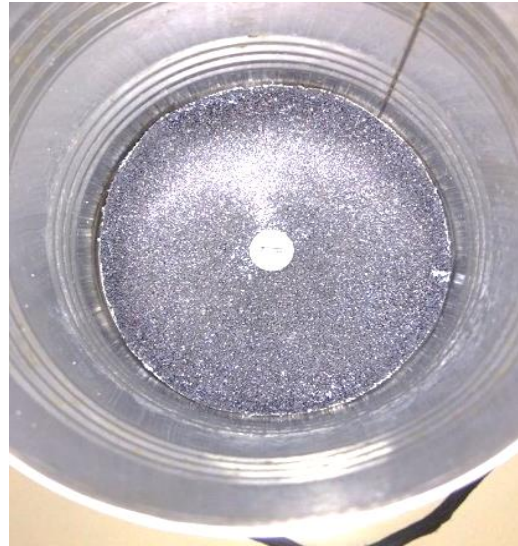


ANEXO B - Montaje del Esferoidizador

Figura 21 - Esferoidizador.



Figura 22 - Vista interna del Esferoidizador.



ANEXO C - Montaje de la celda para el ensayo de compresión

Figura 23 - Celda de compresión.



Figura 24 - Soporte proyectado.



Figura 25 - Ilustración del Ensayo.

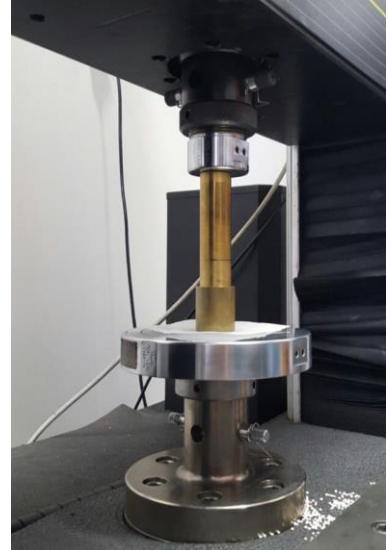
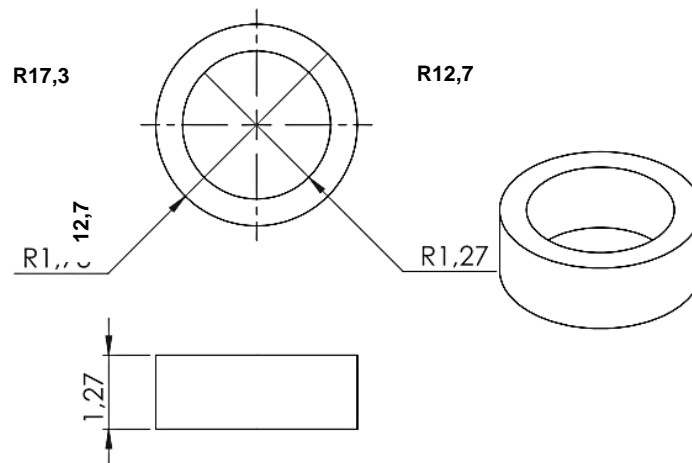


Figura 26 - Descripción geométrica del soporte adaptado de la norma ASTM D7084-04 en [mm].



ANEXO D - Instrumento de Colecta de Datos

En la Tabla 3 se registra la carga aplicada a las muestras durante el ensayo de compresión uniaxial de lecho, con relación a la masa inicial de las mismas y su correspondiente masa y porcentaje en peso de finos.

Tabla 3 - Descripción de las muestras.

Descripción de la muestra	Masa Inicial	Carga (kg)	Masa Finos	% finos
Grace	5,3204	50	0,0082	0,15
Grace	5,679	50	0,0041	0,07
Grace	5,275	100	0,0152	0,29
Grace	5,5192	100	0,018	0,33
Grace	5,2836	150	0,0828	1,57
Grace	5,245	150	0,0962	1,83
SF_20%A4M_800°C	2,7123	50	0,0167	0,62
SF_20%A4M_800°C	2,6447	50	0,0085	0,32
SF_20%A4M_800°C	2,413	100	0,3335	13,82
SF_20%A4M_800°C	2,5376	100	0,2617	10,31
SF_20%A4M_800°C	2,7835	150	0,4772	17,14
SF_20%A4M_800°C	2,642	150	0,4363	16,51
SF_20%A4M_800°C_esf	2,7346	50	0,0044	0,16
SF_20%A4M_800°C_esf	2,6603	50	0,0018	0,07
SF_20%A4M_800°C_esf	2,762	100	0,273	9,88
SF_20%A4M_800°C_esf	2,8202	100	0,1985	7,04
SF_20%A4M_800°C_esf	2,7586	150	0,4553	16,50
SF_20%A4M_800°C_esf	2,8253	150	0,4579	16,21
SF_15%A4M_800°C	2,5795	50	0,0836	3,24
SF_15%A4M_800°C	2,5767	50	0,1096	4,25
SF_15%A4M_800°C	2,5343	100	0,4032	15,91

SF_15%A4M_800°C	2,4987	100	0,4667	18,68
SF_15%A4M_800°C	2,4541	150	0,5586	22,76
SF_15%A4M_800°C	2,5035	150	0,3794	15,15
SF_15%A4M_800°C_esf	2,8359	50	0,0648	2,28
SF_15%A4M_800°C_esf	2,6029	50	0,0086	0,33
SF_15%A4M_800°C_esf	2,8292	100	0,4358	15,40
SF_15%A4M_800°C_esf	2,706	100	0,3207	11,85
SF_15%A4M_800°C_esf	2,7833	150	0,5962	21,42
SF_15%A4M_800°C_esf	2,5988	150	0,5735	22,07
SF_10%A4M_800°C	2,4696	50	0,0306	1,24
SF_10%A4M_800°C	2,3816	50	0,021	0,88
SF_10%A4M_800°C	2,5147	100	0,5747	22,85
SF_10%A4M_800°C	2,458	100	0,6044	24,59
SF_10%A4M_800°C	2,4217	150	0,7883	32,55
SF_10%A4M_800°C	2,394	150	0,729	30,45
SF_20%A4M_500°C	2,4543	50	0,0124	0,51
SF_20%A4M_500°C	2,3699	50	0,0168	0,71
SF_20%A4M_500°C	2,4835	100	0,6751	27,18
SF_20%A4M_500°C	2,3554	100	0,6132	26,03
SF_20%A4M_500°C	2,2925	150	0,7076	30,87
SF_20%A4M_500°C	2,3214	150	0,5149	22,18
SF_15%A4M_sem TT	2,679	50	0,0062	0,23
SF_15%A4M_sem TT	2,5988	50	0,0017	0,07
SF_15%A4M_sem TT	2,6448	100	0,0113	0,43
SF_15%A4M_sem TT	2,5345	100	0,0106	0,42
SF_15%A4M_sem TT	2,7466	150	0,0197	0,72
SF_15%A4M_sem TT	2,6543	150	0,0256	0,96

ANEXO E - Morfología y composición de la zeolita Grace

Figura 27 - Geometría de la zeolita Grace utilizada en el LMC, UFMG.



Composición de la zeolita Grace: Sílice (SiO_2), Alúmina (Al_2O_3) además de varias proporciones de óxidos metálicos (Na_2O , ZnO , MgO , CaO , K_2O) [21].