

# Diseño y Construcción de un Molino de Atricción con Sistema de Control Atmosférico y de Temperatura para la Obtención de Compuestos Aleados Mecánicamente

César G. Reyes  
LANUM

Escuela Politécnica Nacional  
Quito, Ecuador  
[cecgio@msn.com](mailto:cecgio@msn.com)

José L. Guerra  
LANUM

Escuela Politécnica Nacional  
Quito, Ecuador  
[jose.luis.guerra@hotmail.com](mailto:jose.luis.guerra@hotmail.com)

Víctor H. Guerrero  
LANUM

Escuela Politécnica Nacional  
Quito, Ecuador  
[victor.guerrero@epn.edu.ec](mailto:victor.guerrero@epn.edu.ec)

José L. Dávila  
LANUM

Escuela Politécnica Nacional  
Quito, Ecuador  
[jose.davila@epn.edu.ec](mailto:jose.davila@epn.edu.ec)

**Resumen—** En este artículo se describe el diseño, la construcción y las pruebas de funcionamiento de un molino de atricción que incorpora sistemas de variación de velocidad, control atmosférico y de temperatura en la cámara de molienda. Este molino de alta energía permite reducir el tamaño de polvos metálicos y alearlos mecánicamente, con la menor contaminación posible. El molino consta de un motor eléctrico que mueve el eje-agitador y las bolas de molienda. La velocidad de giro está controlada por un variador de frecuencia que se programa según el material a moler, ya que la atricción de alta velocidad tiene lugar entre 320 y 1700 rpm. El sistema de control atmosférico genera vacío dentro del tanque para evitar que se formen óxidos con los polvos metálicos. Asimismo, pueden emplearse gases inertes para proteger a la molienda de la contaminación. Los posibles incrementos de temperatura, debidos a los impactos entre el polvo y las bolas, se controlan mediante un sistema de refrigeración por recirculación de líquido refrigerante. Este sistema asegura que el material no se aglomere en las paredes del tanque debido a los efectos térmicos. Finalmente, se presentan los resultados obtenidos al evaluar funcionalmente el molino diseñado mediante pruebas de vacío, control de temperatura y molienda.

**Palabras Clave:** atricción; aleación mecánica; polvos metálicos; agitador; molienda

## I. INTRODUCCIÓN

La aleación mecánica es un método muy importante de obtención de compuestos metálicos. La síntesis de materiales por este método se centra en la reducción del tamaño de partícula de polvos metálicos, para después mezclar estequiométricamente los componentes en molinos de alta energía, donde se generan microsoldaduras que producen aleaciones [1]. Al polvo aleado es posible compactarlo y sinterizarlo, obteniendo así materiales metálicos con propiedades diferentes y superiores a las aleaciones tradicionales. Este método ha sido aplicado ampliamente para mejorar propiedades como la resistencia a la tracción, dureza, resistencia a la fatiga, desgaste, resistencia a la corrosión y oxidación a altas temperaturas, etc. [2]. El molino diseñado y

construido en este trabajo funciona con el principio de atricción mecánica. Es decir, es un molino que genera esfuerzos de impacto y corte sobre los polvos metálicos, lo que reduce el tamaño de partícula, y en el caso de mezcla de polvos, produce microsoldaduras que a su vez generan compuestos aleados [3]. La principal ventaja de la utilización de molinos de atricción para el proceso de aleación mecánica es una notable disminución en el tiempo de procesamiento. Asimismo, es posible obtener partículas finas empleando una menor cantidad de energía [4,5].

## II. FUNDAMENTOS DE LA ALEACIÓN MECÁNICA

La ciencia e ingeniería de los materiales ha evolucionado de manera considerable en las últimas décadas. Esto se debe a que las aplicaciones ingenieriles cada día requieren de materiales con mejor desempeño bajo condiciones adversas. Es decir, es necesario cumplir con exigencias cada vez más rigurosas, como elevada rigidez, alta resistencia mecánica, baja densidad, resistencia a la corrosión y a la fatiga, etc. [2]. De esta manera, se hace imprescindible buscar la sinergia entre nuevos procesos productivos, las propiedades de los materiales y las aplicaciones específicas. Es así como surgen procesos innovadores como la tecnología de polvos sinterizados, la aleación mecánica, la molienda de alta energía, entre otros [6]. El objetivo en estos casos es obtener nuevos materiales con propiedades mejoradas de manera significativa.

La aleación mecánica es un método relativamente sencillo cuando se aborda la síntesis de polvos metálicos finos. Este método resulta atractivo ya que puede realizarse con diferentes métodos de molienda de alta energía [6]. En este trabajo, para la obtención de compuestos aleados mecánicamente, se emplea a la atricción como método de molienda, ya que permite obtener partículas finas y compuestos aleados mecánicamente en menores tiempos y empleando una menor cantidad de recursos energéticos [4,5]. La aleación mecánica por atricción se fundamenta en mezclar polvos metálicos finos, en las proporciones requeridas para cada componente, dentro de un molino. Conjuntamente, se aplican elementos moleadores,

siendo los más comunes los de forma esférica (bolas de molienda). El molino de atricción cuenta con un eje agitador, en este caso de brazos, para así producir los efectos de impacto y corte sobre las partículas metálicas. Es así que dichas partículas están sometidas a un proceso constante de fractura, aglomeración y mezclado [1]. Por esto, además de producirse una reacción en estado sólido también disminuye considerablemente el tamaño de partícula pudiendo obtenerse con facilidad materiales de tamaños submicrónicos, y en mayores tiempos de molienda, nanométricos.

Es usual que el proceso de aleación mecánica se lleve a cabo en vacío o en una atmósfera controlada, de manera que se pueda proteger a la aleación de la formación de óxido, nitruros, etc., incluso de la contaminación generada debido a la interacción entre las bolas y las partículas de polvo. La aleación mecánica puede caracterizarse por procesos como la soldadura en frío o la deformación plástica y posterior fragmentación de las partículas [1,7]. Se espera que se produzca un polvo en el que cada partícula quede constituida por la composición porcentual de la mezcla de polvo inicial. Las continuas y repetidas soldaduras y fracturas son los más importantes procesos implicados, y que conducen a la transformación material de la estructura cristalina por reacciones en estado sólido [7].

Durante la molienda de alta energía, gran cantidad de esta se convierte en calor debido a las colisiones entre las bolas, los polvos y los brazos del agitador. La temperatura de molienda es un parámetro importante para definir la constitución de polvo molido. Si la temperatura generada es alta, la difusividad asociada se incrementa (mayor movilidad atómica), lo que conduce a los procesos de recristalización. En tal caso, constituiría una fase estable. La temperatura de los polvos durante la molienda puede ser alta debido a dos razones diferentes: en primer lugar, debido a la energía cinética del medio de molienda y en segundo lugar, es posible que ocurran procesos exotérmicos durante el proceso, es decir, que generen calor [6]. El control de temperatura es importante debido a que con altas temperaturas, los polvos tienden a aglomerarse en las paredes del tanque del molino, lo que sacaría de funcionamiento al mismo. Por este motivo, es importante refrigerar las paredes del tanque para que en esta zona el incremento de temperatura no sea significativo a tal punto de afectar el proceso [8].

Los tres sistemas que se suelen producir mediante aleación mecánica se citan a continuación [1]:

#### A. Sistemas dúctil-dúctil

En la molienda de estos sistemas hay un predominio de la soldadura frente a la fractura. La utilización de materiales de esta naturaleza resulta ser la combinación ideal para la aleación mecánica. La aleación de los componentes se alcanza tras la acción repetida de la soldadura en frío y de la fractura que sufren las partículas de polvo. La Fig. 1 muestra el esquema del proceso de aleación mecánica de sistemas dúctil – dúctil.

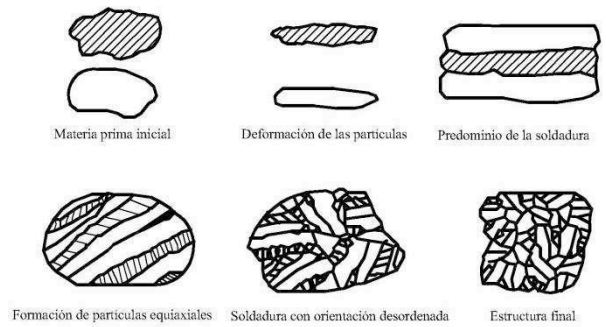


Figura 1. Sistema de aleación dúctil – dúctil [1].

#### B. Sistemas dúctil-frágil

En este caso se produce un proceso rápido de dispersión y posterior difusión, donde las partículas frágiles van fracturándose y van introduciéndose dentro del material dúctil. La difusión se ve favorecida por el calentamiento inherente a la técnica. Al final, la homogenización del producto puede ser parcial o total, dependiendo de la dispersión y, en su caso, de la solubilidad del elemento frágil en la matriz del elemento dúctil. La aleación mecánica se considera un buen método para introducir partículas de refuerzo en una matriz, y permite asegurar una distribución homogénea de las partículas en el material consolidado, además de incrementar su resistencia mecánica y su dureza.

En las etapas iniciales de molienda, las partículas del metal dúctil se aplanan por acción de la colisión entre bolas, mientras que las partículas frágiles se fragmentan. Estos fragmentos de partículas frágiles tienden a quedar atrapados entre las láminas formadas por la deformación de las partículas dúctiles. Al aumentar el tiempo de molienda, los fragmentos de las partículas frágiles quedan uniformemente distribuidos entre las láminas de material dúctil. En la Fig. 2 se muestra un esquema del proceso de aleación dúctil – frágil.

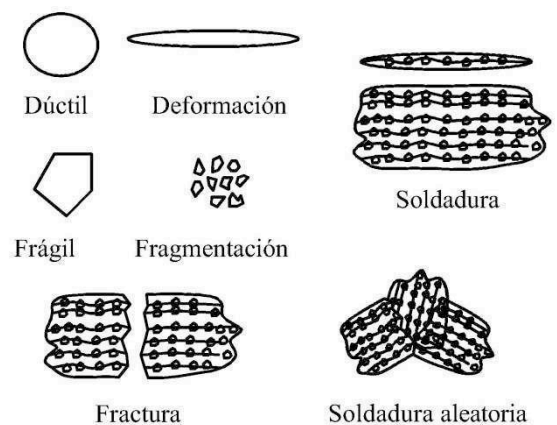


Figura 2. Sistema de aleación dúctil-frágil [1].

### C. Sistemas frágil-frágil

En este tipo de sistemas se produce un claro predominio de la fractura, se puede pensar que la ausencia de componentes dúctiles evita la soldadura de las partículas y, por tanto, estas no llegan a alearse. Los componentes frágiles se fragmentan durante el proceso de molienda y su tamaño de partícula se reduce continuamente. Al alcanzar un tamaño muy pequeño, estas partículas se comportan de manera dúctil y llega un momento a partir del cual no es posible reducir su tamaño. Durante la molienda de estos sistemas, el componente más duro (más frágil) queda impregnado en el menos frágil.

### III. FUNDAMENTOS DE LA MOLIENDA POR ATRICCIÓN

El funcionamiento de un molino de atricción es relativamente simple y eficaz. Básicamente está compuesto por un tanque estacionario, elementos moledores (generalmente bolas de molienda) y un eje agitador acoplado a un motor. El concepto más importante en el molino de atricción es que la entrada de fuerza, y por ende energía, es usada directamente para la agitación de las esferas, para obtener la molienda y no es utilizada para girar ni vibrar un estanque grande y pesado además de las esferas [4,5,9].

El material a ser molido se coloca en el interior del tanque conjuntamente con las esferas, teniendo en cuenta una relación esferas/material adecuada. En el caso de aleación mecánica, es común usar una relación material – bolas 1:20 [1]. El agitador es el encargado de generar un movimiento aleatorio, lo que hace que las esferas ejerzan fuerzas de corte y de impacto sobre el material. Como resultado se obtiene un producto de molienda sumamente fino, del orden de las micras, fracciones de micras o tamaños nanométricos, aspecto que depende directamente de la velocidad de giro del eje del molino y del tiempo de permanencia en el mismo. Un molino de atricción muele aproximadamente diez veces más rápido que los molinos de bolas convencionales, ya que el tamaño de partícula disminuye exponencialmente con el tiempo [1,4].

El eje central rotatorio, denominado eje agitador debe estar equipado con un mecanismo que ejerza la suficiente acción de agitado para forzar a las esferas a chocar entre sí de forma aleatoria a través de todo el volumen interno del tanque. Para aleación mecánica el mecanismo óptimo de agitado son brazos, ya que permiten generar impacto en mayor cantidad que corte. El objetivo es causar un movimiento irregular. Los movimientos aleatorios generados durante la molienda ocurren tanto en el material a moler como en las bolas. Estos movimientos causan los choques que harán que el tamaño de las partículas del material se reduzca. En la Fig. 3 se muestran las posibles trayectorias de las partículas del material a moler dentro de la cámara de molienda de un molino de atricción equipado con un eje de brazos. Los principales movimientos de estas partículas se deben a la gravedad y al contacto con el agitador y las bolas [8].

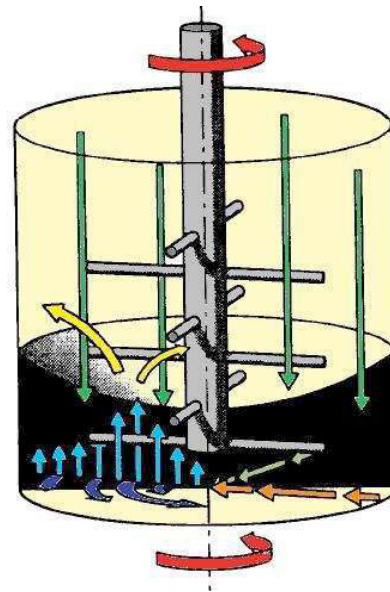


Figura 3. Flujo del material y las bolas dentro de un molino de atricción [8].

### IV. ESPECIFICACIONES PREVIAS AL DISEÑO

El molino de atricción para obtención de compuestos metálicos está orientado a tareas de investigación en el Laboratorio de Nuevos Materiales (LANUM) de la Escuela Politécnica Nacional (EPN). Tomando en cuenta este aspecto, se garantiza que los requerimientos de diseño del molino, a partir de la selección de los elementos constitutivos, asimismo, con los materiales de dichos elementos y el control de las variables del proceso de molienda (temperatura, tiempo, control de atmosfera, etc.). De acuerdo con estas consideraciones, los parámetros más importantes para el correcto funcionamiento del molino son los mostrados a continuación:

- Debe existir facilidad para acoplar y desacoplar el agitador con el motor.
- El molino debe ser de fácil operación y fácilmente transportable.
- Se deben considerar materiales que no afecten al producto de molienda; es decir, se deben evitar materiales contaminantes.
- El molino de atricción debe ser de fácil montaje, principalmente para la carga de los polvos a procesar así como para la descarga del producto de molienda.
- La estructura del molino debe ser robusta para evitar las vibraciones.
- El sistema de control atmosférico debe ser hermético para que la molienda obtenida se encuentre en óptimas condiciones.

- El sistema de control de velocidad debe permitir programar distintas velocidades de acuerdo al tipo de materiales a moler.

#### A. Especificaciones requeridas

Las principales especificaciones de diseño se resumen a continuación:

- Capacidad máxima de carga de material a moler: 50 g
- Capacidad mínima de carga a moler: 25 g
- Materiales a moler: Polvos metálicos finos
- Tamaño de alimentación máximo para aleación: 100  $\mu\text{m}$
- Tamaño de alimentación máximo para reducción: 2 mm
- Tamaño del material molido:  $[0,1 - 1] \mu\text{m}$
- Velocidad angular de trabajo: 60 - 1700 rpm

#### B. Características del material a ser molido

Las características del polvo inicial son las que determinan la evolución específica del proceso. Habitualmente se parte de materiales en forma de polvos elementales o compuestos como polvos prealeados, carburos, óxidos, intermetálicos, etc. La presencia de defectos estructurales mejora la difusión de los elementos minoritarios en la matriz. Además, las nuevas características de la microestructura hacen que las distancias de difusión sean menores. Un ligero aumento de la temperatura durante el proceso de molienda ayuda a los procesos de difusión, y como consecuencia, tiene lugar una verdadera aleación de los elementos constituyentes [6]. Todo esto hace que la aleación mecánica sea ampliamente empleada en la actualidad para la producción de una gran variedad de polvos, ya que posibilita obtener combinaciones de diferentes metales y aleaciones que son imposibles de procesar por otras técnicas.

Los polvos que se utilizan como materia prima entran en las categorías generales de metales puros, aleaciones madre, polvo previamente aleado, y compuestos refractarios. La dispersión de materiales endurecidos generalmente contiene adiciones de carburos, nitruros y óxidos. A estas aleaciones se las conoce como materiales endurecidos por dispersión de óxidos (ODS). En los inicios de la aleación mecánica, la carga del polvo consistía en al menos un 15% de polvo dúctil, con el fin de que éste sirva para actuar como base o aglutinante. Sin embargo, dentro de los últimos años, las mezclas de materiales completamente frágiles se han molido con éxito dando por resultado la formación de diferentes aleaciones [1].

#### C. Sistemas a diseñar.

Una vez definidas las especificaciones de diseño y los fundamentos básicos de la aleación mecánica y del método de molienda de atricción. Se definen cuatro sistemas principales: (i) sistema de molienda, (ii) sistema de desplazamiento del tanque y transmisión de potencia, (iii) sistema de refrigeración y (iv) control de atmósfera de molienda. Para cada sistema se realizó una selección de la mejor alternativa, para

posteriormente realizar los cálculos para el diseño y selección tanto de elementos normalizados como de materiales.

Para el sistema de molienda, la alternativa seleccionada fue un agitador de brazos. Existen otros tipos de agitadores (discos centrados, discos descentrados, etc.), sin embargo, la principal ventaja de los agitadores de brazos es la alta energía de impacto que pueden generar sobre el material [4,5]. En la Fig. 4 se puede visualizar un esquema del agitador que forma parte del sistema de molienda.

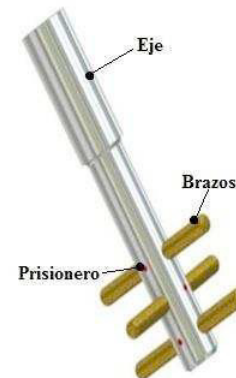


Figura 4. Configuración básica de un agitador de brazos.

El sistema de desplazamiento del tanque y de transmisión de potencia es de suma importancia en un molino de atricción. Si bien es cierto que un molino de atricción presenta una gran cantidad de ventajas en su desempeño, uno de los principales inconvenientes es que las tareas de carga y descarga del material y las bolas dentro del tanque pueden resultar complicadas debido a la configuración de los componentes. Es decir, para este sistema se selecciona una alternativa que minimice el grado de dificultad para el operario del molino. De esta forma, se seleccionó trabajar con un sistema de desplazamiento del tanque con una guía vertical, de manera que en la posición inferior se pueda destapar el tanque y en la superior se pueda conectarlo mediante un acople flexible al eje del motor. En la Fig. 5 se muestra la configuración básica de este sistema.

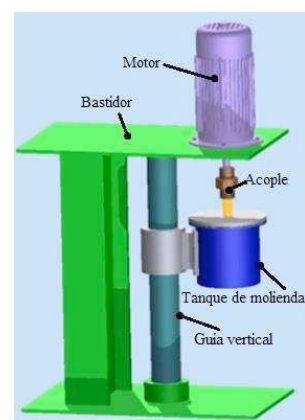


Figura 5. Configuración básica del sistema de desplazamiento del tanque y transmisión de potencia.



Para el sistema de refrigeración se consideraron varias alternativas, de las cuales se seleccionó un sistema de refrigeración que trabaja con una mezcla de agua y refrigerante impulsada por una bomba de recirculación. El flujo del fluido de refrigeración proviene de un tanque de almacenamiento e ingresa a un tanque encamisado, de manera que se transfiera el calor desde las paredes del tanque interno, disminuyendo así la temperatura en las paredes de la cámara de molienda, para evitar aglomeración del material en esta zona. En la Fig. 6 se muestra la configuración de este sistema [8].

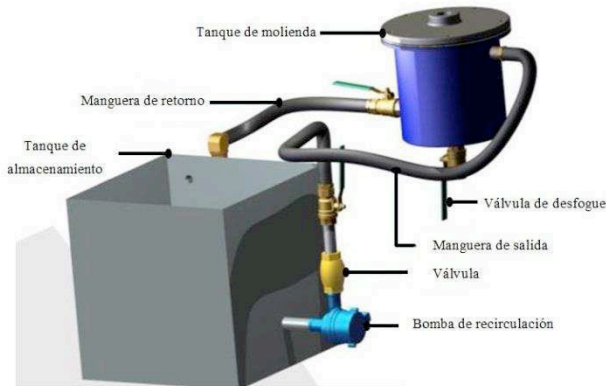


Figura 6. Configuración básica del sistema de refrigeración.

Finalmente, se seleccionó el sistema a diseñar para el control de atmósfera de molienda. En este sistema se consideró que debe existir la posibilidad de crear vacío dentro del tanque, y de ingresar un gas inerte. Es decir, para cargar el tanque con un gas inerte, siempre será necesario que primero se cree vacío. Para esto es necesario tener una salida y una entrada de gases en el tanque de molienda, la cual puede hacerse por la misma vía o por dos vías diferentes. Además, es necesario incorporar un filtro que evite que al crear vacío, se extraigan las bolas de molienda y los materiales cargados dentro del tanque. Para crear vacío se empleó una bomba de paletas, la misma que se encuentra disponible en el LANUM. En la Fig. 7 se muestra un esquema básico de este sistema.

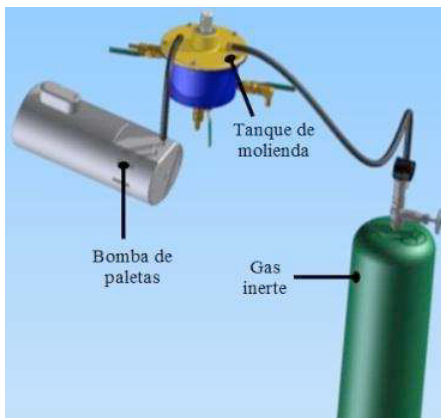


Figura 7. Configuración básica del sistema de control de atmósfera.

Definidos los principales sistemas se realizó un ensamble de las alternativas, con el fin de obtener un primer esquema de la máquina. En la Fig. 8 se muestra la configuración del molino de atrición para la obtención de compuestos aleados mecánicamente.

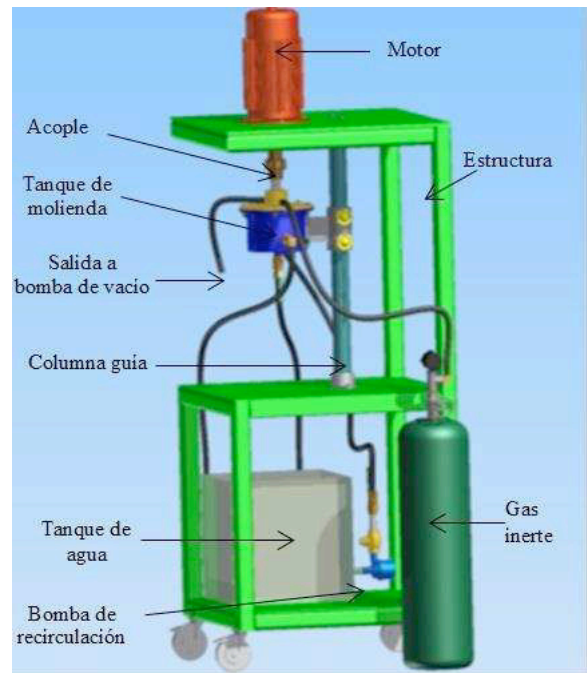


Figura 8. Molino de atrición a diseñarse.

## V. DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN

### A. Diseño

Después de definir los sistemas que componen al molino, se procedió al dimensionamiento, cálculo y selección tanto de elementos mecánicos como elementos normalizados. En un inicio se definió la relación material bolas a emplearse y la cantidad máxima de material a moler. Según las especificaciones requeridas se estableció una cantidad máxima de material a moler de 50 g y una relación material – bolas (máxima) de 1: 20, la misma que es comúnmente empleada para el proceso de aleación mecánica. Con estos datos es posible definir las dimensiones del tanque interno, para lo que se debe considerar principalmente la siguiente relación para tanques agitados [10]:

$$\frac{D_T}{H_T} \geq 0,5 \quad (1)$$

Donde:

$D_T$ : Diámetro del tanque

$H_T$ : Altura del tanque

De esta manera, el tanque diseñado tiene un volumen de 515 cm<sup>3</sup>, trabaja con una presión de 206,85 kPa (30 psi) y está destinado a una fabricación en acero inoxidable AISI 304. La Fig. 9 muestra el tanque interno y su geometría.



Figura 9. Tanque interno (cámara de molienda).

Para el cálculo de la potencia requerida para la agitación dentro del tanque del molino de atricción, se hace referencia a la siguiente expresión (potencia en tanques agitados) [10]:

$$P = 0,092v_{\infty} \cdot g \cdot \left(\frac{D_T}{D_a}\right) \left(\frac{1-\varepsilon}{\varepsilon}\right)^{1/2} \exp\left(\frac{5,3Ha}{D_T}\right) (\rho_s - \rho_l) \cdot V_T \quad (2)$$

Donde:

P: Potencia (w)

$v_{\infty}$ : velocidad final (m/s)

g: gravedad (9,8 m/s<sup>2</sup>)

$V_T$ : Volumen del tanque (m<sup>3</sup>)

$D_T$ : Diámetro del tanque (m)

$D_a$ : Diámetro del agitador (m)

$\varepsilon$ : Fracción del volumen total ocupada por sólidos.

$H_a$ : Altura del 1<sup>er</sup> agitador medida desde el fondo (m)

$\rho_s$ : Densidad del sólido (kg/m<sup>3</sup>)

$\rho_l$ : Densidad del líquido (kg/m<sup>3</sup>) ( $\rho_l=0$ , molienda seca)

Considerando un diseño con cuatro filas de agitadores de brazos, se obtuvo una potencia de 203,07 W (0,276 hp). Con estos datos y considerando la eficiencia del motor, se seleccionó un motor de 249 W (1/3 hp). El mismo que será controlado por un variador de velocidades que va a permitir un arranque suave y una aceleración progresiva hasta alcanzar la velocidad de funcionamiento programada. Además, para la transmisión de movimiento se seleccionó un acople flexible de mandíbulas, de manera que permita acoplar y desacoplar con facilidad el eje del motor con el eje agitador.

El diseño del eje agitador y los brazos se realizó de manera estática y dinámica, el mismo que se fundamentó en varias consideraciones:

- Debe existir un espacio suficiente entre el brazo agitador y la pared y fondo del tanque, de manera que los materiales cargados y las bolas de molienda puedan circular con facilidad.
- Para el diseño estático se asumió que todas las fuerzas se aplican en el extremo del brazo agitador (condición crítica).

Para el diseño dinámico se asumieron dos condiciones de carga distribuida. La primera, una carga uniformemente

distribuida, y la segunda, una carga triangular con mayor intensidad en el extremo de los brazos.

En la Figs. 10 y 11 se muestran las condiciones de carga para los diseños estático y dinámico. De esta forma, y aplicando teorías de diseño se obtuvieron factores de seguridad confiables para el correcto funcionamiento del molino.

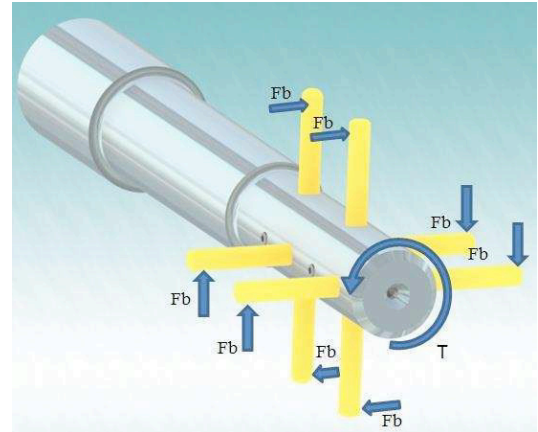


Figura 10. Condiciones de carga estática para el eje y los agitadores.

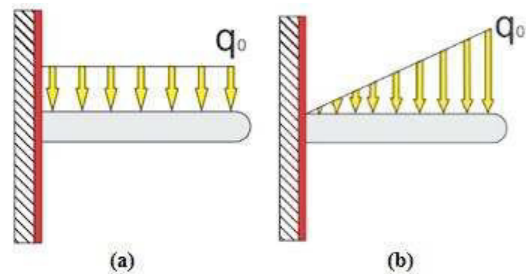


Figura 11. Condiciones de carga dinámica: (a) carga distribuida y (b) carga triangular.

Empleando el método de la energía de deformación, se dedujeron las ecuaciones (3) y (4), para el cálculo de la fuerza cíclica de impacto para los casos de carga uniforme y triangular respectivamente.

$$F_i = \sqrt{\frac{16 \cdot E_c \cdot E \cdot I}{L^3}} \quad (3)$$

$$F_i = \sqrt{\frac{120 \cdot E_c \cdot E \cdot I}{11 \cdot L^3}} \quad (4)$$

Donde:

$E_c$ : Energía cinética

E: Módulo de elasticidad

I: Momento de inercia de la viga (brazo)

L: Longitud en voladizo de la viga (brazo)

Para el sistema de refrigeración, se seleccionó una bomba de recirculación sumergible, la misma que está colocada dentro del tanque de reserva de fluido refrigerante. En la Fig. 12 se muestra la curva de desempeño que presenta esta bomba.

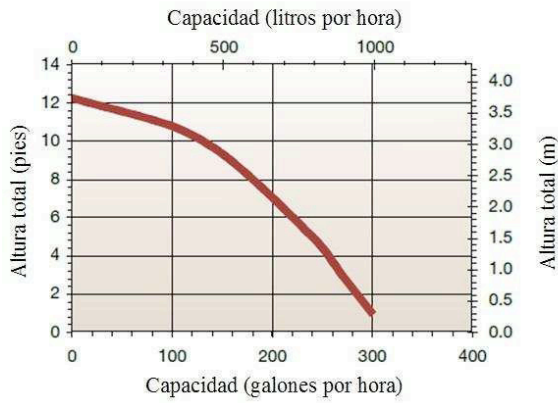


Figura 12. Curva de desempeño de la bomba sumergible.

Para la tapa del tanque de molienda, se trabajó con seis pernos, los mismos que tienen la función de mantener la presión dentro del tanque conjuntamente con un sistema de sellos mecánicos. En la Fig. 12 se observa la configuración de la tapa del tanque, donde se muestra el sistema de sellado, de manera que se garantice hermeticidad.

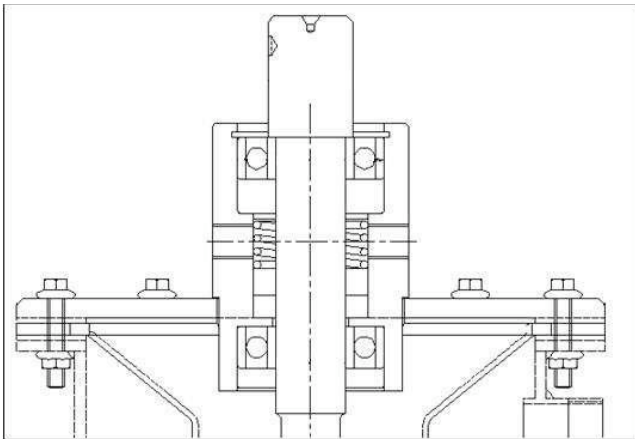


Figura 12. Configuración del sistema de sellado.

### B. Construcción

Para la construcción del molino de atrición se emplearon procesos y materiales disponibles en el medio. Mediante los planos y hojas de procesos elaborados se fabricaron los elementos mecánicos, considerando las tolerancias involucradas. De esta manera, se tomó especial atención a la alineación de los ejes del motor, el eje agitador, la guía vertical y el tanque. Estos elementos deben estar correctamente alineados para evitar excesivas vibraciones, fuga de gases del tanque, dificultad de conexión entre ejes al efectuar las tareas de carga y descarga del material, entre otros. En la Fig. 13 se muestra el molino construido.



Figura 13. Molino de atrición para aleaciones mecánicas.

## VI. PRUEBAS DE FUNCIONAMIENTO Y RESULTADOS OBTENIDOS

Una vez construido el molino se puntualizó el protocolo de pruebas de funcionamiento. Inicialmente se definieron las pruebas de presión y de temperatura, para así verificar la capacidad del molino de mantener la presión dentro del tanque durante la molienda, así como para asegurarse que el incremento de temperatura en el fluido refrigerante no es excesivo. En la Fig. 14 se muestran los resultados de la prueba de presión y temperatura. Esta prueba se realizó en un tiempo de 225 minutos con una presión de 262 kPa (38 psi). Los primeros 160 minutos se trabajó con una velocidad de giro de 1000 rpm y el tiempo restante con 1450 rpm.

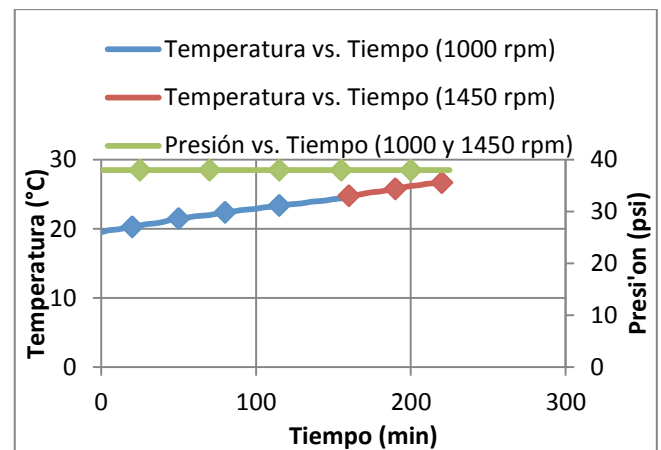


Figura 14. Resultados de las pruebas de presión y temperatura.

En la gráfica anterior se puede visualizar que la presión dentro del tanque del molino se mantuvo constante, lo que garantiza la capacidad de crear una atmósfera controlada dentro del molino. Así se verificó que los elementos como los sellos mecánicos y las tolerancias empleadas son adecuados, evitando fugas de gases inertes durante el proceso de molienda. En el caso de la variación de temperatura en el fluido refrigerante, se observó una tendencia lineal con un  $\Delta T_{\max} = 7,2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Esta pequeña variación hace posible que no se aglomere el material en las paredes del tanque interno del molino.

Asimismo, se realizó la prueba de temperatura y vacío. Esta prueba fue realizada con una presión de  $-51\text{ kPa}$  ( $15,5\text{ in Hg}$ ) dentro de la cámara de molienda, con una duración de  $330\text{ min}$  a  $1450\text{ rpm}$ . Durante el transcurso de la prueba se observó que la temperatura incrementa hasta un valor máximo de  $31,6\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la cual es permisible para las condiciones de molienda ( $\Delta T_{\max} = 12,4\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), mientras que la presión de vacío se mantiene con un valor constante. En la Fig. 15 se muestran los resultados de esta prueba.

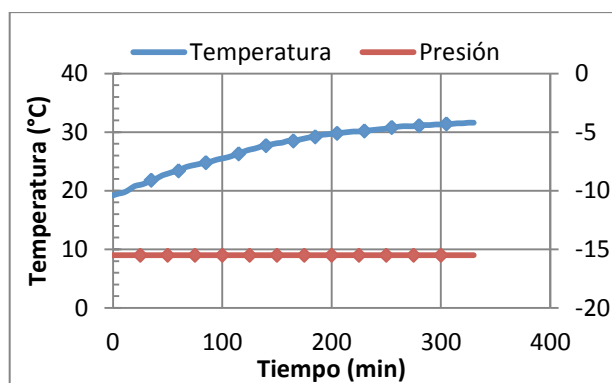


Figura 15. Resultados de las pruebas de vacío y temperatura.

Con las dos pruebas anteriores se evidenció el correcto funcionamiento del molino en lo que se refiere a pruebas de fugas. Seguidamente, se realizaron dos pruebas de reducción de tamaño de partícula, empleando  $50\text{ g}$  de gránulos de cinc de pureza analítica en cada prueba. Los gránulos de cinc ingresados tenían dimensiones aproximadas de  $2\text{ mm}$ . Se empleó una relación material bolas  $1:10$ , cada carga se procesó con un vacío de  $-68\text{ kPa}$  ( $-20\text{ in Hg}$ ), durante el lapso de  $80\text{ horas}$ . El cinc molido fue extraído del molino para posteriormente ser tamizado. El polvo de cinc obtenido consiguió pasar a través del tamiz número  $270$  y tamaño de malla de  $53\text{ }\mu\text{m}$ . Sin embargo, para realizar una correcta medición del tamaño de partícula, en la que se descarten las aglomeraciones, se empleó la técnica de microscopía electrónica de barrido, donde se encontraron tamaños de partícula en un rango aproximado de  $5\text{ a }64\text{ }\mu\text{m}$ . En la Fig. 16 se pueden visualizar los resultados obtenidos en el microscopio electrónico de barrido.

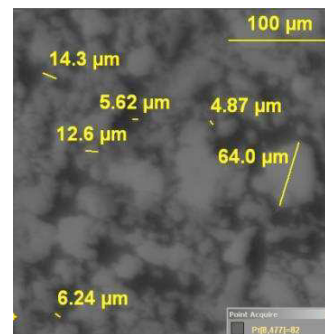


Figura 16. Resultados obtenidos en la prueba de reducción de tamaño de Zn de pureza analítica.

Seguidamente se realizaron pruebas para obtener la aleación Binaria  $\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$  [6]. De esta forma, en la Tabla 1 se muestran las cantidades empleadas para una aleación  $\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$  de  $50\text{ g}$  de aleación.

Tabla 1. Cálculo de masas a combinar para formar una aleación de  $50\text{ g}$  gramos.

Elemento	Masa atómica (g/mol)	Cantidad (mol)	Masa total (g)	%	Masa 50 g de aleación
Fe	55,847	11	614,317	19,02	9,51
Zn	65,37	40	2614,800	80,98	40,49
<b>Total</b>			<b>3229,117</b>	<b>100</b>	<b>50</b>

Una vez reducido el tamaño de partícula del cinc (Zn), se mezcló dentro del tanque con el hierro (Fe). El hierro adquirido presenta un tamaño promedio de partícula de  $10\text{ }\mu\text{m}$ , tiene pureza analítica y fue obtenido por reducción. Los polvos fueron pesados en una balanza analítica para luego ser colocados dentro del tanque del molino de atricción. En la Tabla 2 se muestran los parámetros empleados para esta prueba:

Tabla 2. Parámetros empleados para la obtención de la aleación  $\text{Fe}_{11}\text{Zn}_{40}$ .

Parámetro	Valor
Cantidad de hierro	9,51 g
Tamaño inicial polvo de hierro	$\approx 10\text{ }\mu\text{m}$
Cantidad de zinc	40,49 g
Tamaño inicial de polvo de zinc	5- 64 $\mu\text{m}$
Cantidad total de muestra	50 g
Relación material – bolas	1/10
Cantidad de bolas ( $\phi = 2\text{ mm}$ ) (Ac. inoxidable)	500 g
Tipo de agitador	Brazos
Número de agitadores	4 filas
rpm	1580
Tiempo de molienda 1	24 h
Tiempo de molienda 2	40 h

Después de  $24\text{ horas}$  de molienda bajo las condiciones anteriormente establecidas, se extrajo una muestra de  $0,5\text{ g}$  del polvo para analizarla. Seguidamente, se continuó moliendo el material hasta completar  $40\text{ horas}$ . Al finalizar el proceso de molienda por atricción, se analizaron los resultados obtenidos



de igual forma que la muestra anteriormente extraída. Del análisis de tamaño de partícula, se obtuvieron los resultados mostrados en la Tabla 3. Estos resultados se obtuvieron empleando la técnica de análisis por difracción de luz láser, los mismos que se muestran en la Fig. 17.

Tabla 3. Resultados para el análisis de tamaño de partícula.

Muestra	Diámetro promedio (nm)	Diámetro efectivo (nm)	Ancho promedio (nm)
Muestra 1 (24 h)	2759,1	3106,1	1471,4
Muestra 2 (40 h)	1608,7	1603,4	945,6

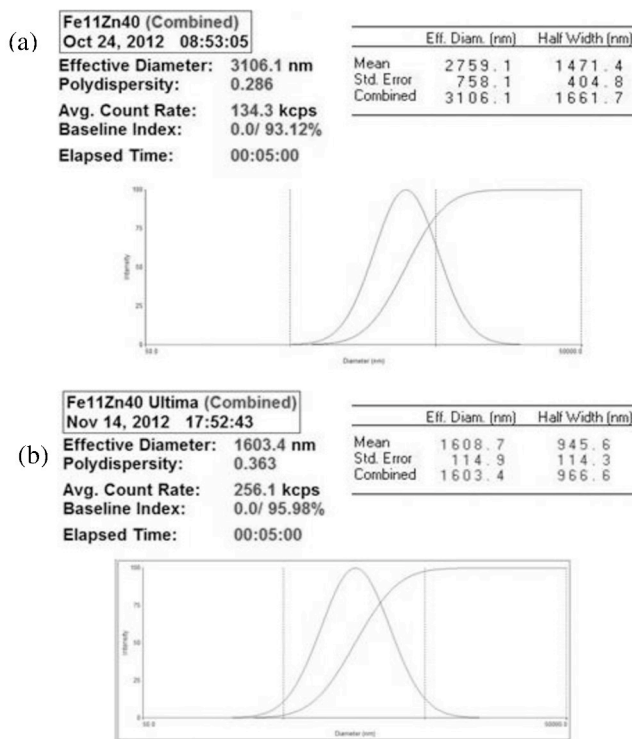


Figura 17. Resultados obtenidos mediante el análisis de tamaño de partícula por luz láser. (a) 24h y (b) 40 h.

En las gráficas anteriormente mostradas, se visualiza para los dos casos la distribución de diámetros del material molido. Durante las primeras 24 horas se alcanzó un diámetro efectivo de 3106,1 nm, mientras que al finalizar las 40 horas se logró un diámetro de 1603,4 nm. Asimismo, los resultados muestran que las partículas analizadas son polidispersas en lugar de monodispersas. Es decir que no hay un alto grado de uniformidad en las partículas obtenidas, lo cual es una característica del proceso de aleación mecánica, considerando además que el proceso de atricción así como otros procesos de molienda de alta energía se caracterizan por la aleatoriedad dentro de la cámara de molienda. Este efecto se reduce al elevar el número de horas de permanencia en el molino.

Posteriormente, se realizó el análisis químico elemental en el microscopio electrónico de barrido y se obtuvieron los resultados mostrados en la Tabla 4.

Tabla 4. Resultados obtenidos para la composición química de las muestras.

Muestra	Fe (%)	Zn (%)	Otros (%)
Muestra 1 (24 h)	3,2	82,5	14,3
Muestra 2 (40 h)	22,3	73,7	4%
Composición ideal	19,02	80,98	0%

En la Fig. 18 se muestran las micrografías de las muestras 1 y 2, obtenidas con el microscopio electrónico de barrido.

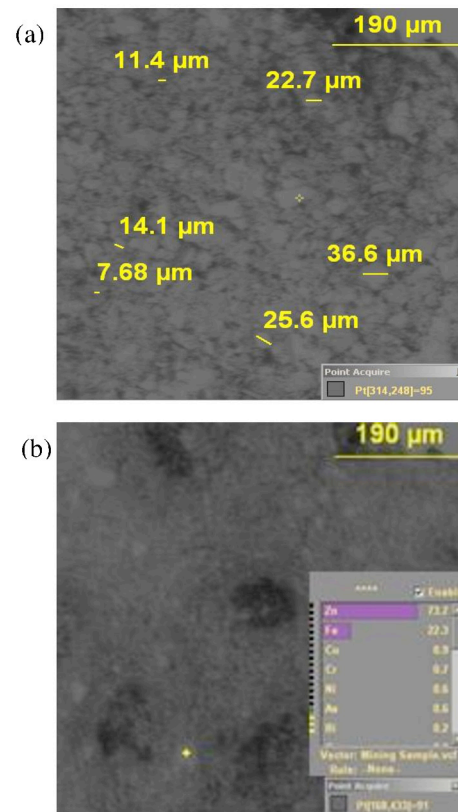


Figura 18. Micrografías SEM de los materiales obtenidos: (a) 24 horas de molienda y (b) 40 horas de molienda.

En la micrografía a) se puede ver con claridad que el tamaño de partícula obtenido a las 24 horas de molienda es mayor al obtenido luego de transcurridas las 40 horas del proceso. Cabe indicar que por efecto de la reducción de tamaño, las partículas de las muestras 1 y 2 presentan una tendencia a formar aglomeraciones, ello se puede observar en las micrografías a) y b), respectivamente. Por este motivo, se empleó ultrasonido y el análisis de luz láser como un método más confiable para caracterizar el tamaño de las partículas. En cuanto a la composición química de las muestras, el análisis elemental realizado exhibe un alto porcentaje de hierro y zinc;

sin embargo, también muestra trazas de elementos como el cobre y el cromo extraños a la aleación. Dado que la composición química obtenida presenta valores cercanos a los porcentajes estequiométricos de la aleación  $Fe_{11}Zn_{40}$ , se puede considerar que dicha contaminación puede haber sido causada por efecto de la columna del microscopio electrónico de barrido durante el análisis. Finalmente, como el objetivo principal del proyecto es el diseño del molino, los resultados obtenidos de la caracterización son aceptables y de mucha ayuda para posteriores estudios en esta área.

## VII. CONCLUSIONES

- En cuanto a la molienda de alta energía por el método de atricción mecánica, se puede observar que los resultados obtenidos permiten reducir de manera considerable las dimensiones tanto de polvos metálicos puros como de la aleación mecánica. Como se puede observar, con mayor permanencia en el molino se pueden alcanzar tamaños muy finos, para lo cual es muy necesario trabajar con un sistema de enfriamiento, ya que en ninguno de los casos analizados se observó aglomeración de partículas en las paredes del tanque de molienda.
- Si se analizan los sistemas de control de atmósfera y de temperatura, se puede decir que los resultados obtenidos son favorables. El tanque es completamente hermético y el sistema de filtrado evita fugas de material y de molienda al momento de crear vacío en el tanque. Además, durante el funcionamiento, el sistema refrigeración no reportó incrementos de temperatura considerables.
- Los elementos y materiales considerados en el diseño y construcción de la máquina de molienda cumplen satisfactoriamente los objetivos, ya que no se evidencia una mayor contaminación en los resultados de obtenidos como óxidos y agentes externos a la aleación.
- Mediante la máquina diseñada se logró obtener los porcentajes aproximados de la aleación ( $Fe_{11}Zn_{40}$ ) los mismos que se calcularon estequiométricamente, Para lo cual es necesario considerar dos factores, los materiales empleados no son completamente puros, y hay una mínima contaminación en el proceso.

## REFERENCIAS

- [1] C. Suryanarayana, Mechanical Alloying and Milling, Colorado: Marcel Dekker, 2004.
- [2] V. Guerrero, J. Dávila, S. Galeas, P. Pontón, N. Rosas, V. Sotomayor y C. Valdivieso, Nuevos Materiales- Aplicaciones Estructurales e Industriales, Quito: Imprefepp, 2011.
- [3] S. El-Eskandarany, Mechanical Alloying for Fabrication of Advanced Engineering Materials, Egipto: Noyes, 2001.
- [4] A. Szegvari y M. Yang, Equipo de molienda por atricción y dispersión; trabajo presentado en el seminario “Dispersion of pigments and resins in fluid media” en la “Kent State University” departamento de reología – Kent, Ohio, 1999.
- [5] A. Szegvari, Dispositivos de molienda y control de flujo, Patente alemana 1782066, Alemania, 1974.
- [6] M. Sopicka-Lizer, High Energy Ball Milling - Mechanochemical processing of nanopowders, Florida: CRC Press, 2010.
- [7] C. Koch, Nanostructured Materials- Processing, properties, and Applications, North Carolina: William Andrew, Inc., 2007.
- [8] R.W. Rydin, D. Maurice y T.H. Courtney, Milling dynamics: Part I. Attritor dynamics: Results of a cinematographic study, Michigan; 1993.
- [9] R. Goodson, Energy input monitoring during attritor milling, California: Revista Refractory & hard metals, 1985.
- [10] K. Errol y D. Spottiswood, Introducción al procesamiento de minerales, México: Limusa, 1990.