

COMPARACIÓN DE LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS REOLÓGICOS ENTRE EL CONO DE MARSH Y CANALETA CON UN REÓMETRO ROTACIONAL EN SUSPENSIONES CONCENTRADAS DE CAOLÍN.

Gali Quitian^{1}, Néstor Rojas.²*

1: Ingeniero Mecánico, Universidad Nacional de Colombia. Instituto de Minerales CIMEX. Medellín, Colombia.

2: Doctor en Ingeniería, Universidad Nacional de Colombia. Instituto de Minerales CIMEX. Medellín, Colombia.

* Contacto: grquitianc@unal.edu.co

RESUMEN

El esfuerzo de fluencia es el valor umbral al cual una suspensión comienza a fluir, este valor es importante en la industria cerámica para mantener un control sobre la formulación de las suspensiones, al igual que su transporte y aplicación, para obtener este valor existen equipos como los reómetros que a través de técnicas y geometrías especiales permiten hallarlo, sin embargo, hay otras técnicas en la industria cementera de bajo costo y rápidas que permiten también obtenerlo, técnicas como el cono de Marsh y la canaleta. Este trabajo se enfoca en la aplicación de estos métodos a suspensiones de caolín y en su comparación con datos obtenidos en un reómetro rotacional, al final de la investigación se observa que los valores obtenidos por canaleta son más cercanos a los reales, que los obtenidos por medio del cono de Marsh, sin embargo, para este último ensayo se puede mejorar la aproximación por medio de parámetros propios de la suspensión como la fracción volumétrica, dichos parámetros son analizados en publicaciones futuras.

Palabras Clave: *Canaleta, Caolín, Cono de Marsh, Esfuerzo de fluencia, Reología*

ABSTRACT

The yield stress is the threshold value in which a suspension starts to flow. This value is important in ceramics industry to keep a control over formulation, transport and applications of suspensions. There are devices such as rheometers to obtain the yield stress, by means of techniques and special geometries. However, there are some other techniques such as the Marsh cone and the flume method. The aims of this work are study the foregoing techniques in kaolin suspensions and to compare results with those obtained from rotational rheometer. Finally, it is concluded that yield strength value obtained from flume's method are near to the real values than those obtained by Marsh cone. However, the values for this latter test can be improved by the suspension parameters as the volume fraction, these parameters will be analyzed in future publications.

Keywords: *Slum test, Marsh cone, Kaolin, yield stress, Rheology*

1 INTRODUCCIÓN

La caracterización reológica de suspensiones concentradas es fundamental para el desarrollo, optimización y control del procesamiento de materias primas y elaboradas. Las técnicas reológicas son industrialmente adecuadas para determinar el efecto de la formulación y de las variables y parámetros del procesamiento en el comportamiento de la suspensión y establecer relaciones con las propiedades y desempeño del cerámico resultante [1]. Para determinar algunos parámetros reológicos, como el esfuerzo de fluencia y la viscosidad, las suspensiones se someten a ensayos realizados en reómetros; sin embargo, debido a los tiempos de montaje y costos al realizar las mediciones, algunas veces su utilización durante procesos continuos donde la suspensión cambia rápidamente sus propiedades reológicas, se han diseñado técnicas alternativas de bajo costo y de rápido uso, como es el caso del cono de Marsh y de la canaleta. [2], [3]. El objetivo de esta investigación es obtener el esfuerzo de fluencia de suspensiones de caolín por medio del cono de Marsh y canaleta, y comparar estos datos con los obtenidos mediante mediciones de las mismas suspensiones en un reómetro rotacional.

2 MATERIALES Y EQUIPOS

2.1 Caolín

El Departamento de Antioquia – Colombia, sobresale a nivel nacional por la producción de caolín y arcillas que abastecen la industria cerámica de la región, de acuerdo con los registros del Ministerio de Minas y Energía, la producción de caolín alcanzó las 122,3 Mt en 2008 y la de arcilla estuvo alrededor de las 200,5 Mt, formando parte del agregado de la producción de materiales de construcción, siendo éste uno de los principales factores de la actividad minera nacional, sólo superada por la producción del carbón [4]. Se fabricaron diferentes suspensiones de caolín el cual posee una densidad de 2650 Kg/m^3 , la granulometría de este material presenta un 90% menor a $29,1 \mu\text{m}$, 50% menor a $8,638 \mu\text{m}$ y 10% menor a $2,69 \mu\text{m}$, datos obtenidos en un equipo de difracción láser (Mastersizer 2000). La concentración volumétrica de sólidos (Cv) analizada para ensayos en el cono de Marsh fue de 0,08; 0,10; 0,12 y 0,14; para los ensayos en canaleta los Cv trabajados fueron de 0,16; 0,165; 0,175; 0,18; 0,185; 0,19 y 0,195. Bajas concentraciones de sólidos presentan viscosidades tan bajas que los tiempos de flujo no se pueden relacionar [2].

2.2 Cono de Marsh

El ensayo en cono de Marsh consiste en tomar el tiempo de flujo de un volumen específico de suspensión que pasa a través de un cono, con terminación en una boquilla de geometría sencilla (Ver Figura 1A), este tiempo permite obtener el esfuerzo de fluencia de la suspensión [5], debido a que el tiempo de flujo es proporcional a la viscosidad [3]. Para este estudio se construyó un cono de Marsh en acrílico con el fin de disminuir la resistencia al flujo en las paredes, las especificaciones geométricas son realizadas de acuerdo a la norma ASTM C-939 [6]. Se trabajó con 1,5 litros de suspensión y el tiempo es tomado con cronómetro e inspección visual. Las ecuaciones que correlacionan los parámetros geométricos del cono con la viscosidad y el

esfuerzo de fluencia de la suspensión son desarrolladas por Le Roy y Roussel [2], [3], como se presenta a continuación:

$$Q = \frac{V}{t_v} = - \frac{\pi r^3 (8K_i r \text{LN}(H_0 \tan(\alpha) + r) - 8K_i r \text{LN}(r) - \tan(\alpha)(3\rho g r(h + H_0) - 8hK_i))(H_0 \tan(\alpha) + r)^3}{8\mu_p \tan(\alpha) (3h(H_0 \tan(\alpha) + r)^3 + H_0 r (H_0^2 \tan^2(\alpha) + 3H_0 r \tan(\alpha) + 3r^2))} \quad (1)$$

Donde; r radio de boquilla (m), h altura de boquilla (m), k_i esfuerzo de fluencia (Pa), V volumen del fluido que pasa durante un tiempo t (m^3), α ángulo cono, ρ masa volumen material, μ viscosidad (Pa.s), μ_p viscosidad plástica de Bingham (Pa.s) y τ esfuerzo de fluencia. Si el tiempo de flujo se coloca en función de la viscosidad y esfuerzo de fluencia, donde a y b son parámetros dependientes de la geometría del cono, la Ecuación 1 se transforma en

$$t_v = \frac{a\mu}{\rho - b\tau} \quad (2)$$

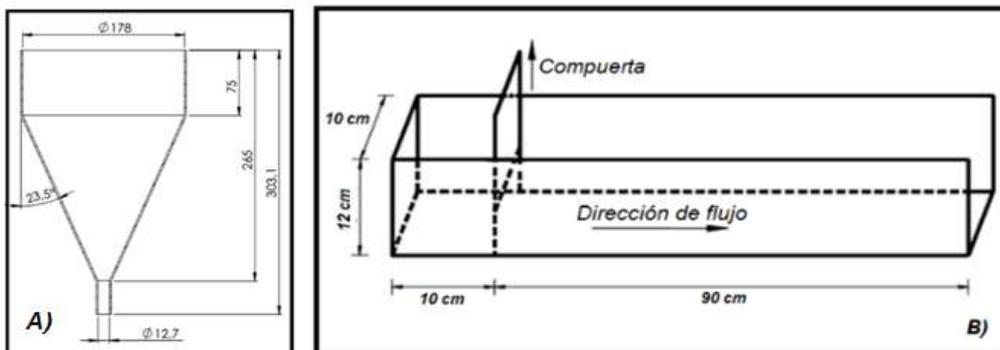


Figura 1. A) Cono de Marsh. B) canaleta [7].

2.3 Canaleta

La canaleta es un equipo utilizado para determinar el esfuerzo de fluencia a partir del recorrido y ángulo de reposo formado por una pasta que fluye cuando es liberada de un compartimento. Este instrumento es construido en materiales de bajo costo, madera barnizada y vidrio, este último con el fin de permitir la fácil toma de medidas, sus dimensiones son presentadas en la Figura 1 B.

Los ensayos fueron realizados con la canaleta horizontal, aunque existen estudios con canaleta inclinada [8]. El procedimiento inicia con el llenado del reservorio con la pasta, se deja un minuto de estabilización y posteriormente se abre la compuerta para su liberación hasta que se detiene por completo su flujo, en este punto son tomados los datos con los que se procederá a hallar el esfuerzo de fluencia. Los estudios de Sofra y Borger demuestran la relación existente entre el ángulo de reposo y parámetros relevantes, tales como: peso W , velocidad de flujo v , densidad del material ρ , esfuerzo de fluencia τ , viscosidad plástica η_p y gravedad g . El análisis demuestra que el número de Reynolds (Re), número de Freud (Fe) y esfuerzo de fluencia pueden ser relacionados como se presenta a continuación [5].

$$Re = \frac{Wv\rho}{\eta_p} \quad (3)$$

$$Fr = \frac{v^2}{Wg} \quad (4)$$

$$\theta_r = f\left(\frac{\tau_y F_r}{Re}\right) = f\left(\frac{\tau_y \eta_p}{\rho^2 W^2 g v}\right) \quad (5)$$

2.4 Reómetro Rotacional

Para la medición del esfuerzo de fluencia se utilizó un reómetro rotacional C-VOR, de marca Bohlin Instruments. Los ensayos se llevaron a cabo con dos tipos de geometrías; la primera: plato-plato con el fin de obtener esfuerzos de fluencia con ajustes a un modelo de Bingham, a una tasa de cizalladura de 0,001 hasta 80 s⁻¹, en 200 s. Y la segunda con la geometría Vane, donde esfuerzo de fluencia se muestra con un desbordamiento en la curva de esfuerzo, a una tasa de cizalladura desde 0,0001 hasta 5 s⁻¹ en 500 segundos [9].

3 RESULTADOS Y DISCUSIONES

En la Tabla 1 se presentan los valores de fluencia hallados por medio del reómetro en cada una de las suspensiones fabricadas, donde se observa que el valor de esfuerzo de fluencia aumenta proporcionalmente con el valor de la concentración volumétrica.

Tabla 1. Esfuerzos de fluencia hallados en el reómetro Bohlin.

Cv	0.08	0.1	0.12	0.14	0.16	0.165	0.175	0.18	0.185	0.19	0.195
τ_y (Pa)	0.59	1.08	2.126	2.748	23.28	27.68	39.76	54.8	59.6	83	82.33

Se realizó un ajuste de Bingham a cada una de las curvas de esfuerzo de fluencia para las suspensiones con concentraciones de 0.08 a 0.14, el coeficiente de determinación R² para todas las correlaciones siempre fue mayor a 0.9.

En la Figura 2 se muestra la comparación entre los esfuerzos de fluencia obtenidos en la canaleta y los obtenidos en el reómetro, el porcentaje de error existente entre los esfuerzos de fluencia hallados en la canaleta respecto a los hallados en el reómetro son de aproximadamente un 20%, a excepción de la suspensión con Cv 0.195, indicando que a concentraciones altas, la canaleta no otorga medidas confiables del esfuerzo de fluencia, esto principalmente debido a que a éstas concentraciones el ángulo de θ tiende a tomar valores cercanos a 90°, indicando que el material pasa de ser una suspensión a una pasta. Como el objetivo del presente trabajo es mostrar una comparación entre diferentes sistemas de medidas el error del 20% representa un dato alejado del valor real de operación en la industria cerámica, por tal motivo se propone que para trabajos futuros se debe calcular un factor de correlación que al introducirlo en la ecuación 2 sea capaz de disminuir este porcentaje de error, teniendo así valores más fiables para ser utilizados en los procesos cerámicos.

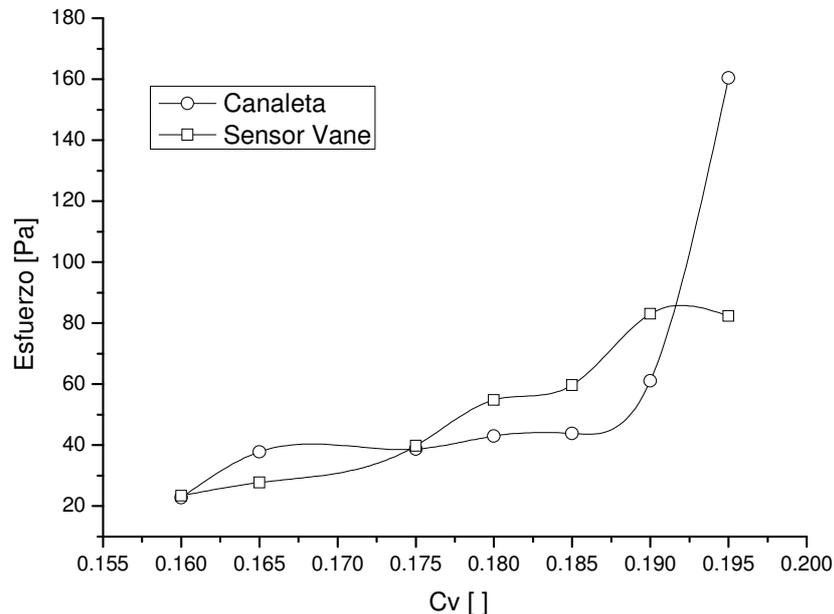


Figura 2. Esfuerzo de fluencia Canaleta y sensor Vane.

Para el cono de Marsh los resultados se presentan en la Figura 3, estos resultados no tienen gran precisión respecto a los datos obtenidos en el reómetro, se puede observar la tendencia de aumento del esfuerzo de fluencia en las dos curvas, para la curva del cono de Marsh se hace evidente que el tiempo si es una posible variable que determina del esfuerzo de fluencia, los errores posiblemente se deban al carácter pseudoplástico de la suspensión, error reportado para este tipo de mediciones por Le Roy [3]. Sin embargo, es de resaltar que con la integración de algunos parámetros en la Ecuación 1, como la concentración volumétrica, se puede lograr una mejor aproximación a los valores obtenidos en el reómetro, estos ajustes se dejan para publicaciones futuras.

El cono de Marsh y la canaleta son metodologías complementarias, a través del cono de Marsh se pueden hallar los esfuerzos de fluencia de suspensiones con baja concentración y en la canaleta los esfuerzos para suspensiones de alta concentración próximas a ser pastas, no obstante, queda por definir metodologías que permitan la determinación de parámetros reológicos en suspensiones a muy bajas y muy altas concentraciones, con características de pasta, también es fundamental que los instrumentos con los que se toman estas medidas (canaleta y cono) sean modificados hasta obtener herramientas fáciles de portar por un operario mientras hace un recorrido típico por la planta.

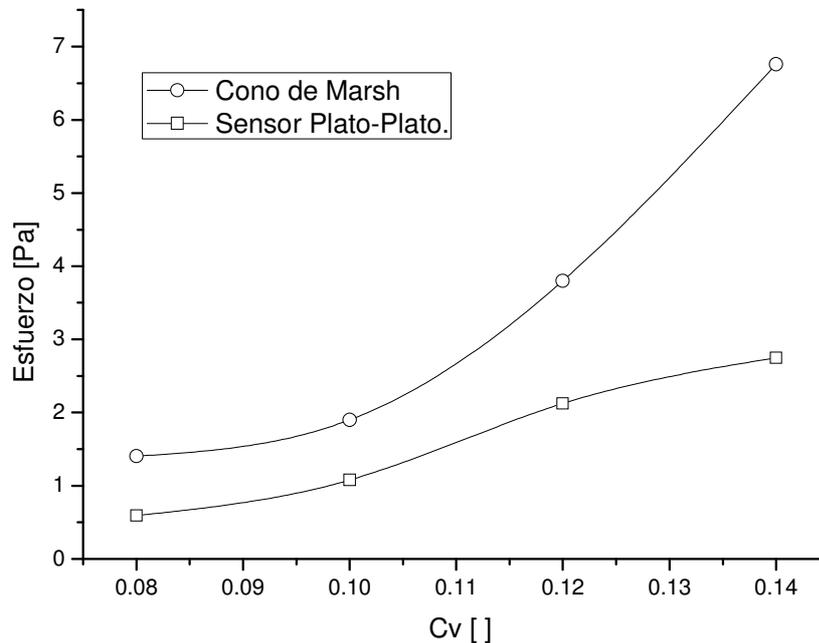


Figura 3. Esfuerzo de fluencia cono de Marsh y sensor PP40.

3 CONCLUSIONES

La canaleta es un instrumento que puede dar un acercamiento al esfuerzo real de la suspensión de caolín, sin embargo, se debe tener en cuenta que existe un intervalo de C_v donde esta metodología es aplicable, si la suspensión tiene una baja concentración de sólidos formara un ángulo muy pequeño, aproximadamente 0° , y sumado a ello la longitud de la lámina formada es bastante grande, lo cual involucraría tener una canaleta con longitud considerable; si la concentración es bastante alta los ángulos formados se aproximan a 90° , en este punto la suspensión tiende a ser pasta y ya no presenta fluencia.

Para el cono de Marsh los valores obtenidos se alejan en gran medida de los obtenidos por el reómetro, las ecuaciones aplicadas son destinadas a fluidos con comportamientos cercano al newtoniano, esta es una de las razones de que no se encuentre una concordancia entre los esfuerzos de fluencia obtenidos.

Los métodos utilizados en el reómetro para determinar los esfuerzos de fluencia de las suspensiones son fiables, sin embargo, se debe tener gran cuidado en la selección de los rangos de tasa de cizalladura.

Finalmente para las dos metodologías se deben relacionar los parámetros que caractericen a un más a la suspensión, tal como la fracción volumétrica.

4 AGRADECIMIENTOS

Instituto de minerales CIMEX, Laboratorio de sistemas particulados.

5 REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. L. B. Garrido and A. N. Califano, “Caracterización reológica de suspensiones acuosas concentradas de zirconia y almidón,” Congreso Latinoamericano de Ingeniería y Ciencias Aplicadas (*CLICAP*), 2009.
2. N. Roussel and R. Le Roy, “The Marsh cone: a test or a rheological apparatus?,” *Cement and Concrete Research*, Vol. 35, No. 5, páginas, 823–830, Mayo 2005.
3. R. Le Roy, “The Marsh Cone as a viscometer: theoretical analysis and practical limits,” *Materials and Structures*, Vol. 38, No. 275, páginas, 25–30, Diciembre, 2004.
4. V. V. Posada and G. F. Sepúlveda, “Sostenibilidad y repercusión en el medio ambiente . extraction of mineral resources in eastern antioquia: sustainability and environmental impact,” páginas, 97–106, 2012.
5. P. A. Garrido, “Analysis of the methodologies used for quantifying or setting the yield stress of copper tailings.” 12th International Seminar on Paste and Thickened Tailings. Viña del Mar - Chile, 2009.
6. I. ASTM, “Standard Test Method for Flow of Grout for Preplaced-Aggregate Concrete (Flow Cone.” páginas, 10–12, 2013.
7. M. Kwak, D. F. James, and K. a. Klein, “Flow behaviour of tailings paste for surface disposal,” *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 77, No. 3, páginas. 139–153, Noviembre. 2005.
8. C. Ancey and S. Cochard, “The dam-break problem for Herschel–Bulkley viscoplastic fluids down steep flumes,” *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, Vol. 158, No. 1–3, páginas. 18–35, May 2009.
9. H. A. Barnes, "An introduction to rheology", Tercera ed. Netherlands, 1993, páginas. 200.