



UNIVERSIDAD DE CHILE
FACULTAD DE CIENCIAS FÍSICAS Y MATEMÁTICAS
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA DE MINAS

MODELACIÓN DE LA SEDIMENTACIÓN EN LA REOLOGÍA DE SUSPENSIONES
DE PARTÍCULAS FINAS

MEMORIA PARA OPTAR AL TÍTULO DE
INGENIERO CIVIL DE MINAS

BRUNO CROVETTO KENT

PROFESOR GUÍA:
CHRISTIAN IHLE BASCUÑAN

MIEMBROS DE LA COMISIÓN:
CLAUDIA CASTILLO OCARANZA
HUMBERTO PALZA CORDERO

SANTIAGO DE CHILE
2019

RESUMEN DE LA MEMORIA PARA OPTAR
AL TÍTULO DE INGENIERO CIVIL DE MINAS
POR: BRUNO CROVETTO KENT
FECHA: 2019
PROF. GUÍA: CHRISTIAN IHLE BASCUÑAN

MODELACIÓN DE LA SEDIMENTACIÓN EN LA REOLOGÍA DE SUSPENSIONES DE PARTÍCULAS FINAS

Debido a la escasez de agua, cada vez se hace necesario movilizar pulpas con una mayor concentración de sólidos, lo que aumenta la viscosidad y por ende los costos energéticos debido a su transporte.

Para aumentar la eficiencia energética es necesario determinar cuánto es el esfuerzo requerido para que la pulpa fluya mediante un análisis de la viscosidad. La medición de la viscosidad de una suspensión sólido-líquido posee una serie de problemas, como el control de la temperatura, tixotropía y sedimentación de las partículas de sólido entre otros. Esta memoria se enfoca en estudiar la viscosidad de una suspensión dada la sedimentación que ocurre en el equipo a través de la modelación del fenómeno, de modo que se puedan aplicar correcciones en el procedimiento de la medición de la viscosidad de suspensiones y se pueda interpretar de mejor manera los datos. Para ello, se elaboró un modelo de sedimentación para suspensiones cuyo sólido es resina o microesferas de vidrio, y su líquido es glicerina o miel; cuyo objetivo es predecir lo que ocurrirá en el equipo a partir de los líquidos utilizados, la concentración en volumen de sólidos y el tamaño de las partículas sólidas que están entre los 100 y los 500 μm , donde se considerará que las partículas son esféricas.

Se realizaron pruebas con diferentes suspensiones sólido-líquido a tasas de deformación constante, analizando como el torque leído por el reómetro disminuía con el tiempo. Con las pruebas realizadas se logró comprobar que el modelo permite determinar cuando la sedimentación ocurrirá en el equipo con una exactitud del 15%. Por otra parte, el modelo tiene un error aproximado del 40% en cuanto a los valores obtenidos del torque, en que las mayores fuentes de error corresponden a las variaciones de temperatura y a una mala elaboración de muestras. Es por ello que también se buscó elaborar un protocolo, para disminuir la incertidumbre de las variables que afectan a la viscosidad. Futuros trabajos deben incorporar las diferencias de temperatura entre la muestra y el reómetro, además de los efectos de difusión hidrodinámica, con lo que el modelo quedaría más completo.

Le dedico esta memoria a mi padres, quienes me han enseñado a vivir y me han apoyado en los momentos más difíciles.

Agradecimientos

Primero a los que siempre han estado ahí, como son mi hermano Dante, a mis papás y a mis mejores amigos, que gracias a "Los K" he pasado días muy felices y espero que dure por siempre. En especial al Mauri, que además de amigo es un primo, siempre ha estado ahí y sé que jamás lo perderé. También quiero agradecer a mi polola Ivonne, por estar siempre cocinándome y cuidándome, lo que siempre levanta el ánimo cuando estaba muy ajetreado en la universidad, espero lo mejor para ti y que logres todo lo que te propongas.

También tengo que agradecer a los de la U, a Nicolás Mellado y a Samu Cortés, que fueron con los que más tiempo pasé y les agradezco toda esa sabiduría y ganas de vivir que me mostrarón todos estos años. Donde no todo en la vida es la U y en ellos lo veo más que en cualquier otro lado. También agradecer a mi profesor guía, Christian Ihle por haberme escuchado cuando estaba en mis peores momentos, y apoyarme para seguir adelante cuando los experimentos no resultaban. Y a mis compañeros de laboratorio, que cada vez que los veo me alegro y espero que siempre siga siendo así.

También quiero agradecer a esos amigos que hice casi saliendo de la U, que me aceptaron y me siento profundamente incorporado, en que me siento cómodo y a gusto lo que no es normal para mí en un grupo grande. En que el Seba, Tito, Hdz, Jupu, Ada, Selma, Oscar, Silver y Nachito han sido el primer grupo con el que me siento tan bien y que puedo ser yo, con silencios sin que incomoden y tirando la talla sin que nadie se moleste.

Tabla de Contenido

Índice de Tablas	ix
Índice de Ilustraciones	x
Introducción	1
1. Objetivos	5
2. Marco teórico	6
2.1. Definiciones	6
2.2. Reología de suspensiones	7
2.2.1. Modelos reológicos	7
2.2.2. Factores determinantes en la reología de suspensiones	9
2.2.3. Tixotropía	14
2.2.4. Números adimensionales	16
2.3. Reometría de suspensiones	17
2.3.1. Reómetros	18
2.3.2. Tipos de fuerza en reología de suspensiones	23
3. Materiales y métodos	27
3.1. Materiales	27
3.2. Instrumentos	28
3.2.1. Reómetro	28
3.2.2. Picnómetro	29
3.2.3. Balanza	30
3.2.4. Tamices y Rotap	31
3.3. Protocolos de medición	32
3.3.1. Medición de variables relevantes	32
3.3.2. Preparación de muestras	35
3.3.3. Pre-acondicionamiento	35
3.3.4. Pruebas de sedimentación	36
4. Resultados	38
4.1. Modelo conceptual simplificado de la sedimentación de partículas en el reómetro	38
4.2. Temperatura	46
4.3. Migración de partículas	47
4.4. Aplicaciones del modelo	48

4.4.1. Glicerina con microesferas de vidrio	48
4.4.2. Glicerina con partículas de resina	50
4.4.3. Miel con microesferas de vidrio	53
4.4.4. Comparación entre experimentos	54
4.4.5. Impacto de la sedimentación en las mediciones reológicas	60
Conclusiones	61
5. Bibliografía	64
6. Anexos	66
6.1. Resultados experimentales	66

Índice de Tablas

3.1. Densidad, tamaño y procedencia de los materiales utilizados	27
3.2. Granulometría de resina	28
3.3. Granulometría de microesferas de vidrio	28
3.4. Tabla de especificaciones técnicas del reómetro	29
3.5. Condiciones de los 4 experimentos utilizados para desarrollar el modelo de sedimentación	33
3.6. Geometría del reómetro	35
4.1. Números adimensionales para microesferas con miel, resina con glicerina y microesferas con glicerina. Las definiciones de estos números están en la sección 2.2.4	48

Índice de Ilustraciones

1.	Diagrama de procesos de concentrado de cobre	2
2.1.	Efecto de la concentración en volumen de partículas sobre la viscosidad	10
2.2.	Efecto de la granulometría en la viscosidad	11
2.3.	Distribución granulométrica de humo de sílice, ceniza, puzolana, caliza y cemento	11
2.4.	Efecto de la forma de partículas en la viscosidad	13
2.5.	Efecto de la temperatura sobre el movimiento	14
2.6.	Efecto de la tixotropía	15
2.7.	Reómetro cilindros concéntricos	19
2.8.	Reómetro de cilindros concéntricos, norma ISO 3219	20
2.9.	Reómetro de cono y placa	22
2.10.	Reometría en un tubo	23
3.1.	Reómetro Anton-Paar modelo RheolabQC con intercambiador de calor	29
3.2.	Picnómetro [Prolab de Michoacán]	30
3.3.	Balanza analítica [Grainger]	30
3.4.	Forma de un tamiz típico [Grainger]	31
3.5.	Rotap [Grainger]	31
3.6.	Diagrama de flujo de un análisis granulométrico	34
4.1.	Diagrama esquemático de migración de partículas	39
4.2.	Localización de partículas al cargar la copa en el reómetro	40
4.3.	Esquema del reómetro al inicio del experimento	40
4.4.	Esquema y diagrama del modelo de sedimentación	42
4.5.	Largo de contacto que tiene cada fase con el cilindro interno en el tiempo	43
4.6.	Área entre círculos concéntricos	44
4.7.	Efecto de cambio de temperatura en el torque medido	47
4.8.	Migración de partículas	47
4.9.	Sedimentación de microesferas de vidrio en glicerina	49
4.10.	Viscosidad de la suspensión formada por microesferas de vidrio y glicerina	50
4.11.	Sedimentación de resina en glicerina a una tasa de deformación de 10 s^{-1}	50
4.12.	Sedimentación de resina en glicerina a una tasa de deformación de 5 s^{-1}	51
4.13.	Viscosidad de la suspensión de resina con glicerina a una tasa de deformación de 5 s^{-1}	52
4.14.	Viscosidad de la suspensión de resina con glicerina a una tasa de deformación de 10 s^{-1}	52
4.15.	Sedimentación de microesferas en miel	53

4.16. Viscosidad de la mezcla de microesferas de vidrio y miel	54
4.17. Comparación entre experimentos	55
4.18. Comparación entre experimentos con concentración en volumen de resina modificado	56
4.19. Comparación entre experimentos y modelo calculado por Stokes	57
4.20. Viscosidad corregida para el caso de glicerina con microesferas a una tasa de deformación de 5 s^{-1}	58
4.21. Viscosidad corregida para el caso de resina con glicerina con tasa de deformación de 5 s^{-1}	59
4.22. Viscosidad corregida para el caso de resina con glicerina con tasa de deformación de 10 s^{-1}	59
4.23. Viscosidad corregida para el caso de miel con microesferas a una tasa de deformación de 5 s^{-1}	60
4.24. Modelo a tasa de deformación creciente	61
6.1. Sedimentación de microesferas en miel, sin modificaciones	66
6.2. Sedimentación de resina en glicerina a tasa de defomración de 5 s^{-1} , sin modificaciones	67
6.3. Sedimentación de resina en glicerina a tasa de defomración de 10 s^{-1} , sin modificaciones	67
6.4. Sedimentación de microesferas en glicerina con agua a tasa de defomración de 100 s^{-1} , sin modificaciones	68

Introducción

Minería y reología

La minería presenta una serie de desafíos en la actualidad debido a una decreciente disponibilidad de agua, una baja de las leyes, razones estéril/mineral mayores y restricciones ambientales más exigentes. Donde los cambios tecnológicos son la mejor forma de superar y aumentar el rendimiento de las operaciones.

En este contexto, la minería está continuamente mejorando sus procesos para reducir los costos y aumentar la producción, de modo que pueda afrontar los crecientes desafíos. Donde la planta tiene un rol fundamental para reducir sus costos, y así reducir las leyes de corte. Además, debe tratar con las crecientes restricciones ambientales, en que aumentar la recuperación de agua es vital para aumentar la disponibilidad de los recursos hídricos y reducir el espacio ocupado por los relaves.

Los procesos de la planta están bajo control automatizado, por ende, la única forma de mejorar la operación es aumentar el conocimiento que se tiene sobre cada etapa; y así optimizar las condiciones operacionales para incrementar la recuperación y reducir los costos. Es en este contexto en que entra la reología, como una ciencia que estudia la fluidez de los líquidos, cuya velocidad depende de la viscosidad de cada material, donde la viscosidad es entendida como la resistencia que presentan las moléculas de un líquido a cambiar su movimiento debido a las colisiones que existen entre éstas. Actualmente, esta ciencia es aplicada en la evaluación del consumo de energía que tendrá el transporte de pulpa y en el cálculo del diámetro que deben tener las cañerías y la potencia que requieren las bombas, donde mayores recuperaciones de agua requieren un incremento en la concentración de sólidos de la mezcla, volviéndose indispensable conocer el comportamiento reológico a fin de obtener un correcto funcionamiento.

Pero las aplicaciones de la reología en la minería son mucho mayores; en donde cada proceso metalúrgico cuenta con una fase líquida y sólida y como suspensión tiene un comportamiento reológico asociado que influye en la potencia requerida para que la molienda alcance su velocidad crítica de giro; la separación selectiva de sólidos en harneros e hidrociclones o bien en las colisiones partícula-burbuja en la etapa de flotación; entregando información relevante para una mayor comprensión de los fenómenos.

Aplicaciones en minería

En la figura 1 se puede ver un ejemplo de la minería del cobre para la producción de concentrado. En este flujo, el mineral pasa en primer lugar por el chancador primario y el acopio. Luego se le adiciona agua y pasa a la molienda (1).

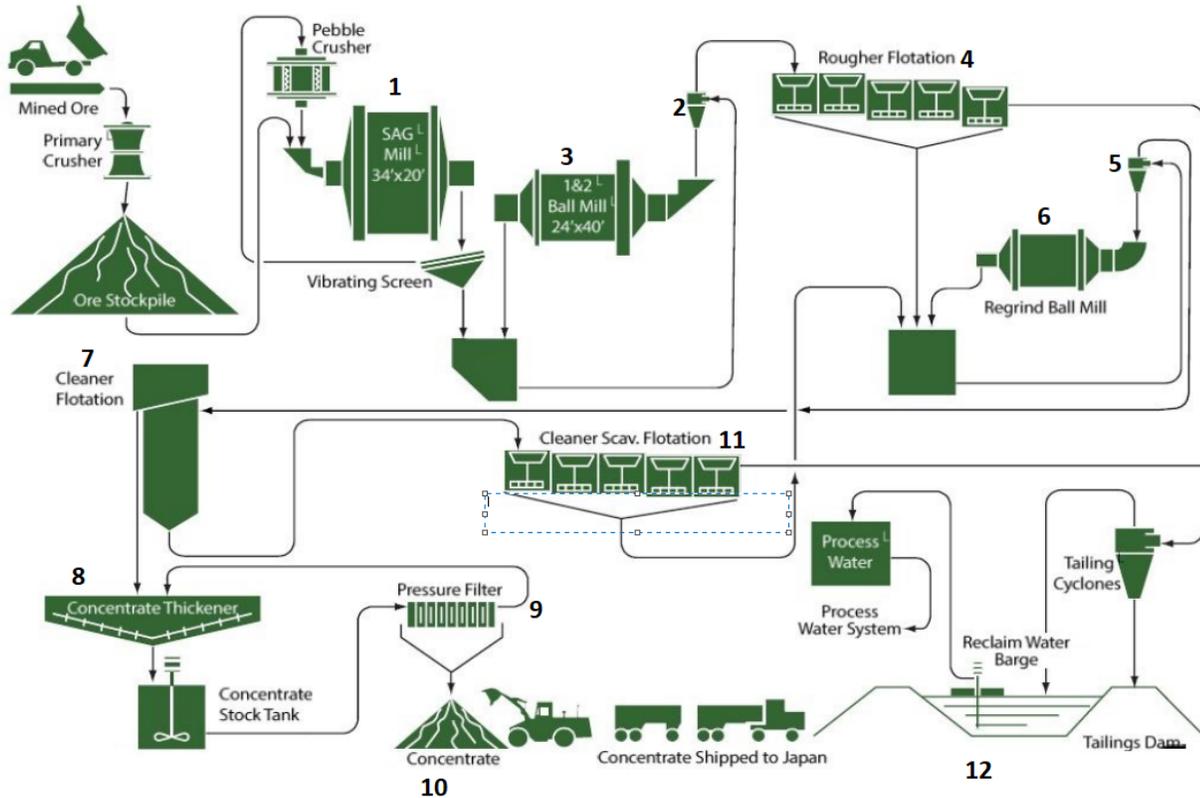


Figura 1: Diagrama de procesos de concentrado de cobre de la mina Copper Mountain [Rose et al.,], cuyos procesos son chancado primario, acopio, molienda SAG(1), harneado, hidrociclones (2 y 5), molienda de bolas (3), flotación rougher (4), remolienda (6), flotación cleaner (7), espesadores (8), filtros (9) y flotación scavenger (11). Donde el concentrado pasa por las etapas de la 1 a la 9, siendo la flotación scavenger (11) una forma de recuperar cobre antes de enviar el material a relave (12).

Es en la molienda (1) donde se tiene la primera oportunidad de mejorar el proceso mediante reología. En la cual el comportamiento reológico de la pulpa influye en el fracturamiento de la roca según Shi [Shi and Napier-Munn, 2002]. Este autor indica que se puede mejorar el fracturamiento de la roca (GI) si se conocen los esfuerzos dentro del molino y el comportamiento reológico de la pulpa, si es dilatante o bien pseudoplástica; y según esto se pueden tomar mejores decisiones para aumentar la productividad de molienda.

Después de la molienda el material es clasificado mediante hidrociclones (2), cuyo funcionamiento depende de la viscosidad de la fase líquida. Un aumento de la viscosidad aumenta el tamaño de corte dentro del hidrociclón, y a su vez reduce su eficiencia [Marthinussen et al., 2014].

El material que está por sobre el tamaño requerido es recirculado a un molino de bolas (3), mientras que el material que cumple las condiciones pasa a flotación rougher (4). En esta

etapa, Farrokhpay [Farrokhpay, 2012] explica la importancia de la viscosidad en la interacción partícula-burbuja y en la distribución de tamaño de las burbujas; una baja viscosidad del medio permite una mayor dispersión en la distribución de tamaño de burbujas, lo que reduce la turbulencia y por ende se facilita la interacción partícula burbuja, aumentando la flotación de partículas ultrafinas; por otro lado, una viscosidad mayor vuelve más estable el agregado partícula-burbuja, mejorando la adsorción y recuperando granulometrías gruesas. Además, la viscosidad del líquido también afecta la viscosidad de la espuma, teniendo implicancias en su estabilidad y movilidad, lo que modifica la ley y contenido de sólidos; pero no ha podido ser estudiada debido a la constante sedimentación de material particulado en las prueba de reología [Farrokhpay, 2012].

De la flotación rougher (4) salen dos flujos, uno es el material que logró flotar, el cuál es pasa al hidrociclón (5) para una clasificación en tamaño. El overflow del hidrociclón pasa a una etapa de flotación cleaner (7) y el underflow a remolienda (6) para disminuir su tamaño, lo cual vuelve a ser clasificado por los hidrociclones. Es en la remolienda (6) donde también afecta los parametros reológicos de la pulpa [He et al., 2004]. Donde Mingzhao He establece que el comportamiento reológico de la pulpa puede aumentar la capacidad, la eficiencia energética y la producción de partículas finas. Lo que flota de las celdas cleaner (7) pasa a una etapa de espesamiento (8), donde el underflow pasa a la etapa de filtrado (9) y el overflow es agua recuperada que se devuelve al proceso. De la etapa de filtrado (9) sale un concentrado que contiene entre un 3 y un 8 % de humedad que luego es llevado a fundiciones nacionales o bien es exportado a fundiciones extranjeras; y el agua filtrada se devuelve a los espesadores (8). Tanto los espesadores (8) como los filtros (9) requieren para su diseño y operación la viscosidad de la pulpa, siendo útil la reología en ambos procesos.

Las partículas que no lograron flotar en las celdas cleaner (7) pasan a etapas de flotación scavenger (11), donde lo que flota es devuelto al hidrociclón (5) para ser clasificado por tamaño, donde el underflow se dirige a remolienda (6) y el overflow se dirige hacia la celda cleaner (7). Y lo que no es logra flotar de la etapa scavenger (11) se junta con lo que no logro flotar de la etapa rougher (4) y es enviado a los tranques de relave (12).

En resumen, el comportamiento reológico de la pulpa influye en cada parte del proceso de planta en un proceso de concentrado de cobre, afectando las etapas de la (1) a la (12), exceptuando el transporte de concentrado de la etapa (10), cada proceso aguas abajo del acopio puede mejorarse mediante la comprensión del comportamiento reológico de las pulpas; y su importancia no sólo radica en los costes enegéticos de transporte y elaboración de equipos, también afecta la recuperación del mineral de interés y la disminución de costos operacionales.

Sedimentación en la reología de suspensiones

Ya explicada la importancia de la reología de suspensiones en la minería, se pasará a explicar el efecto que tiene la sedimentación en el estudio reológico. Tradicionalmente, se ha utilizado un reómetro rotacional de cilindros concéntricos, el cual asume que el material que esta midiendo es homogéneo y que los cilindros son placas infinitas donde uno es estático y el otro se mueve a velocidad constante; de modo que sigue un flujo de Couette que permite simplificar los cálculos, en que el equipo entrega la velocidad de giro y el torque aplicado,

transformando ambas variables a tasa de deformación y esfuerzo de corte respectivamente, donde la relación entre éstas últimas es la viscosidad.

Uno de los desafíos que se tienen para aplicar la reología a suspensiones es que las partículas sólidas sedimentan. Según Farrokhpay [Farrokhpay, 2012], la medición de la viscosidad de la pulpa es difícil de realizar, debido a la sedimentación de las partículas sólidas durante las mediciones. Varios autores han usado métodos como bombear la pulpa durante las mediciones o agitar la suspensión para solucionar este problema. Aunque, encontrar un método práctico para medir la reología sigue siendo un desafío para la investigación [Farrokhpay, 2012].

Tanto el bombeo como la agitación de la pulpa poseen un problema al agregar un componente de velocidad vertical y agregar turbulencia al flujo; lo que lleva a errores experimentales para la medición de la viscosidad, donde Akroyd [Akroyd, 2004] sugiere una corrección al nuevo flujo helicoidal que elimina la necesidad de calibraciones.

Aún así, los reómetros usados en la industria no son capaces de bombear su contenido para evitar la sedimentación, por lo que esta respuesta resulta poco práctica para reómetros que no inpongan un flujo.

Por otro lado, Klein [Klein et al., 1995] sugiere el uso de una copa alargada, de modo que el tiempo en que las partículas sedimentan sea lo suficientemente largo para poder realizar las mediciones requeridas. Donde se extiende, en forma práctica, el uso del equipo, pero nuevamente se realizan modificaciones a la geometría del equipo y no se soluciona la sedimentación de partículas.

Alderman [Alderman, 2008] hace una revisión bibliográfica de las diversas formas que los autores han solucionado la sedimentación, donde cada uno tiene sus limitantes; en resumen, se utilizan 4 formas diferentes de acoger el problema:

- Mantener las partículas en suspensión mediante el uso de reómetros rotacionales.
- El uso de un agitador, modificando la geometría tradicional de un reómetro.
- Extrapolación al tiempo cero de la curva de esfuerzo de corte en el tiempo mediante el uso de reómetros rotacionales.
- Reemplazo del líquido por uno con mayor viscosidad, disminuyendo la velocidad de sedimentación.

Donde cada una tiene sus propias limitaciones, y los dos primeros item modifican la geometría del reómetro. Lo que implica equipos que no cumplen la norma ISO 3219 de reómetros para asegurar la calidad de la prueba. Es en este contexto en que se realiza el presente estudio, para comprender el efecto de la sedimentación sin cambiar la geometría del equipo; utilizando diferentes líquidos y sólidos para comparar los resultados.

Capítulo 1

Objetivos

El objetivo general de este trabajo es identificar y modelar el efecto de la sedimentación de partículas en la medición de reología de suspensiones, donde se utilizará concentraciones en volumen de partículas entre 10 % y 20 %. Las mediciones se realizarán en el reómetro Anton Paar RheolabQC con geometría de cilindros concéntricos. la modelación de la sedimentación de partículas finas a concentraciones bajas en el reómetro, de modo que el torque ejercido por el reómetro pueda ser modelado a partir de la velocidad terminal de Stokes entre otras variables.

Los objetivos específicos del trabajo son:

- Desarrollar un protocolo de medición de reología que tenga en cuenta la sedimentación de partículas.
- Planificar y ejecutar una campaña de medición de reología.
- Proponer un modelo para describir el efecto de la sedimentación en la medición de viscosidad de mezclas sólido-líquido sedimentables.

Capítulo 2

Marco teórico

En este capítulo se describirá en qué consiste la reología de suspensiones en mayor detalle, explicando como la viscosidad, que es la resistencia a fluir, se ve afectada por diferentes fenómenos físico-químicos. Luego, se explicarán los factores que afectan la fluencia, entre ellos la temperatura, concentración en volumen y la difusión hidrodinámica. Finalmente, se explicará la medición de los parámetros reológicos y cuales son las mayores dificultades para medir.

2.1. Definiciones

Las definiciones de los términos utilizados en el presente informe se encuentran a continuación:

Boyancia: es la capacidad de un cuerpo de flotar en un fluido.

Concentración crítica de empaquetamiento: corresponde a una concentración en volumen de partículas, cuando estas están pegadas unas a otras y no es posible agregar otra partícula cuyo tamaño sea el menor del rango granulométrico presente en la solución.

Copa: recipiente metálico cilíndrico utilizado en el reómetro que tiene un diametro y altura precisas, el cual contiene la muestra para realizar la prueba.

Esfuerzo de corte: es la fuerza que se aplica de forma tangencial a la superficie del material.

Flujo laminar: cuando un líquido o suspensión fluye de manera ordenada, estratificada y suave.

Flujo turbulento: ocurre cuando el líquido o suspensión fluye de forma desordenada y caótica.

Molino de bolas: máquina de forma cilíndrica cuyo radio es mayor a su altura, tiene un motor que genera una rotación en su eje axial. Es eficiente utilizar este molino para moler materiales cuyo tamaños del orden de los 300 a 50 μm . La forma de moler es mediante un efecto cascada donde caen bolas de acero que están en su interior sobre

las partículas de manera constante.

Picnómetro: recipiente calibrado para la determinación de densidades mediante pesada.

Probeta: tubo de cristal, con pie o sin él, cerrado por un extremo y destinado a contener líquidos o gases.

Reología: parte de la física que estudia la viscosidad, la plasticidad, la elasticidad y el derrame de la materia.

Reometría: es la ciencia que describe tanto los métodos de medida como los instrumentos que permiten obtener datos reológicos de un material.

Reómetro: aparato con que se determina la velocidad de una corriente de agua.

Sedimento: materia que, habiendo estado suspensa en un líquido, se posa en el fondo por su mayor gravedad.

Tamiz: instrumento compuesto de un aro y de una tela de acero que cierra la parte inferior. Sirve para separar las partículas finas de las gruesas.

Tasa de deformación: corresponde a la deformación angular de un material que esta sometido a cizalle.

Vástago: barra utilizada en el reómetro como cilindro interior. El cual rota debido al motor del equipo para ejercer un torque sobre la mezcla.

Viscosidad: propiedad de los fluidos que caracteriza su resistencia a fluir, debida al rozamiento entre sus moléculas.

Viscosidad intrínseca: es la viscosidad del medio si existiese solo una partícula.

Vórtices de Taylor: es el flujo secundario que consiste en vórtices en forma de anillos asociados a una inestabilidad dada por en un flujo de Couette. Esta se genera porque la inercia tiende a desestabilizar el flujo, mientras que la viscosidad lo estabiliza.

2.2. Reología de suspensiones

Una suspensión es una mezcla heterogénea que esta compuesta por una fase sólida (mineral) y otra líquida (agua), donde el material particulado se encuentra disperso en el medio acuoso. La reología de suspensiones estudia la resistencia a fluir de estas mezclas, en que ambas fases son vistas como medios continuos y cada componente afecta a la viscosidad del fluido.

2.2.1. Modelos reológicos

Lo que hacen los modelos reológicos es relacionar variables como la viscosidad del líquido y la concentración en volumen de partículas con la viscosidad de una suspensión. Einstein

inició la modelación con su teoría, donde utiliza la viscosidad intrínseca $[\eta]$ y la concentración en volumen de los sólidos, ϕ , como puede verse en la ecuación 2.1 [Einstein, 1906].

$$\eta = \eta_l(1 + [\eta]\phi) \quad (2.1)$$

La teoría desarrollada por Einstein ([Barnes, 2000]) es el modelo teórico de mayor relevancia; el cual es válido para partículas esféricas que no interactúan entre sí; este modelo es capaz de predecir la viscosidad de una suspensión a concentraciones en volumen de partículas menores al 5%. Otro modelo teórico es el de Frankel & Acrivos, quienes asumen que existe una gran cantidad de partículas en el sistema, donde ϕ tiende a la concentración máxima de partículas ϕ_m [Frankel and Acrivos, 1967]. Este factor depende de la granulometría y de la forma que tienen los sólidos, donde mayores rangos de tamaños y mayor esfericidad de partícula causan un aumento en el valor de ϕ_m . En el modelo teórico de Frankel, las partículas siempre están colisionando entre sí, lo que provoca el aumento de la disipación de energía del sistema y por ende el aumento de la viscosidad. Este modelo puede verse en la ecuación 2.2 y es válido para concentraciones de partículas muy elevadas, cercanas a la concentración de empaquetamiento[Frankel and Acrivos, 1967].

$$\frac{\eta}{\eta_l} = C' \frac{\left(\frac{\phi}{\phi_m}\right)^{\frac{1}{3}}}{\left(1 - \left(\frac{\phi}{\phi_m}\right)^{\frac{1}{3}}\right)} \quad (2.2)$$

Donde C' corresponde a la geometría del empaquetamiento de partículas, lo que afecta la colisión entre éstas. En cuanto a los modelos empíricos, el de mayor relevancia es el de Kreiger-Dougherty, el cual aplica tanto para concentraciones bajas como para concentraciones altas. Éste modelo se muestra en la ecuación 2.3.

$$\eta = \eta_l \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-[\eta]\phi_m} \quad (2.3)$$

El modelo de Kreiger-Dougherty incorpora el término ϕ_m que corresponde a la concentración crítica de empaquetamiento. Este factor depende de la granulometría y de la forma que tienen los sólidos, donde mayores rangos de tamaños y mayor esfericidad de partícula causan un aumento en el valor de ϕ_m . Una predicción a priori de este valor sigue siendo una discusión abierta, al ser un empaquetamiento de partículas se pueden formar redes de forma cuadrada o hexagonal que predicen el valor de la concentración crítica, obteniendo valores de 0,54 en el caso de una estructura cuadrada y 0,7 en caso de una hexagonal [Stickel and Powell, 2003]. Un valor experimental de ϕ_m de 0,63 se puede ver al sedimentar las partículas, donde las partículas están en el fondo del lecho. La concentración en volumen crítica varía dependiendo de los esfuerzos que se aplican sobre las partículas, a mayores esfuerzos tenderá a tener una red hexagonal con valores más altos, mientras que si no se aplican esfuerzos se puede obtener valores de 0,63.

Debido a la variación del valor de ϕ_m se han publicado modelos que toman en cuenta esta variación, donde se deja de utilizar el término ϕ_m y se utiliza la cantidad de partículas, a , y

el esfuerzo de corte o la tasa de deformación para modelar la viscosidad de una suspensión. Kreiger & Dougherty (1959) y Cross (1970) [Stickel and Powell, 2003] proponen el modelo de viscosidad de la ecuación 2.4; donde D es el esfuerzo de corte para Kreiger & Dougherty (1959) y la tasa de deformación para Cross (1970).

$$\eta_r = \eta_\infty + \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + aD^n} \quad (2.4)$$

2.2.2. Factores determinantes en la reología de suspensiones

La reología de suspensiones depende de varios factores que están determinados por el material sólido utilizado y las propiedades del líquido en que está inmerso. Por un lado, la concentración en volumen de sólidos, granulometría y forma de las partículas afectan la viscosidad de la mezcla. Por otra parte, la temperatura, el tipo de flujo y la tixotropía del fluido son determinantes al momento de ver la resistencia a la fluencia. A continuación se explicará el efecto que tiene cada uno de estos factores en la reología de suspensiones.

Concentración en volumen

Existen dos efectos con el aumento en la concentración en volumen de partículas. El primero, descrito por Muller para concentraciones en partículas bajas, consiste en que se tiene una mayor cantidad de partículas en la mezcla que están disipando energía, por ende aumenta la viscosidad de la mezcla de forma lineal con la concentración[S. Mueller and Mader, 2009]. El segundo efecto es la distribución de las partículas en el medio fluido y como estas interactúan entre sí[S. Mueller and Mader, 2009].

Cada uno de los efectos que se ven en la figura 2.1 se describen a continuación:

- En la parte a, la concentración en volumen de partículas ϕ/ϕ_m es menor a 0,15, con una baja concentración de partículas, y por ende están aisladas entre sí, sin existir interacciones entre estas y por ello la viscosidad aumenta de forma lineal con la concentración.
- En el caso b la concentración de partículas ϕ/ϕ_m es menor a 0,5, comenzando a haber interacciones hidrodinámicas entre las partículas a través del fluido, sin que colisionen entre sí; esto conlleva a un aumento en la viscosidad que deja de ser lineal con respecto a la concentración.
- A partir de valores de ϕ/ϕ_m menores a 0,8, comienza a haber colisiones entre partículas. El aumento del torque ocasiona un incremento en la temperatura local, lubricando el material y ello causa una disminución en la viscosidad.
- Se forman cadenas de partículas que interactúan entre sí para el caso d, cuya concentración ϕ/ϕ_m es mayor a 0,8. Estas cadenas son capaces de acumular esfuerzo de forma elástica hasta alcanzar un esfuerzo de corte crítico, donde comienzan a fluir.
- En e las partículas se mueven en grupos, de modo que quedan planos libres donde estos grupos se movilizan. En esta forma deja de importar el aumento de temperatura local y comienza a ser relevante la relación de esfuerzo y deformación.

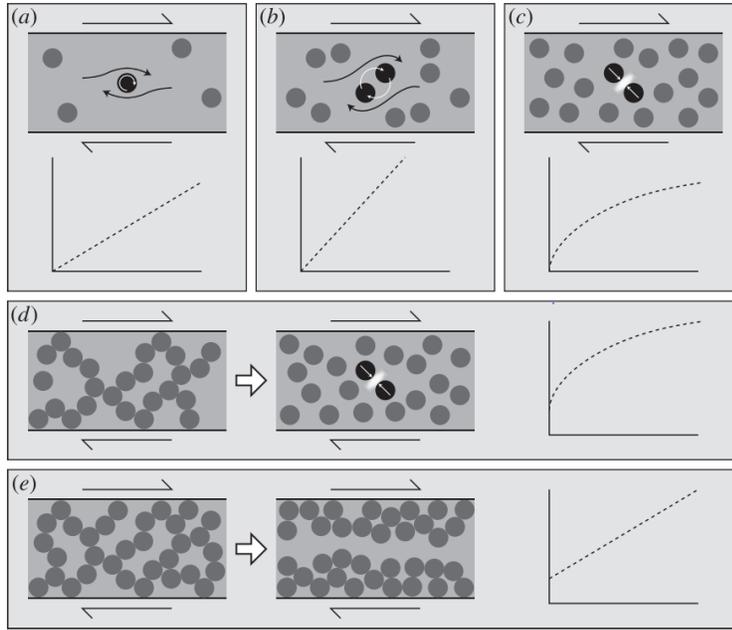


Figura 2.1: Efecto de la concentración en volumen de partículas sobre la viscosidad [Muller]. El caso (a) es para concentraciones bajas y la mezcla tiene un comportamiento Newtoniano. El caso (b) presenta una mayor concentración de partículas, sigue presentando flujo Newtoniano pero la viscosidad ya no aumenta de forma lineal con la concentración en partículas. El caso (c) posee una concentración de partículas mayor que el caso anterior y la viscosidad disminuye en la medida que aumenta el torque. En el caso (d) se da a una alta concentración de partículas, por lo que se requiere un esfuerzo inicial para que el medio empiece a fluir. El último caso (e) es a muy altas concentraciones de partículas, donde las partículas se agrupan y cambia la viscosidad de la muestra

Granulometría

El empaquetamiento máximo de partículas varía con la granulometría que tienen los sólidos de una suspensión. Al tener una granulometría variada, el parámetro ϕ_m aumenta su valor lo que conduce a una disminución de la viscosidad de la muestra. Un ejemplo de este efecto se presenta en el libro de Barnes donde se tienen partículas con dos tamaños diferentes cuya razón es 1 : 4; en este caso, se varía la fracción de partículas finas y partículas gruesas como se muestra en la figura 2.2, lo que produce un mínimo en la viscosidad cuando la fracción de partículas gruesas es un 80 % en volumen del total de partículas. El efecto es más pronunciado cuando se tiene una elevada concentración en volumen de partículas en la muestra, en que se puede ver que a concentraciones en volumen de 55 % o de 60 % de partículas en la muestra existen mayores efectos por una mezcla de partículas, reduciendo en mayor medida la viscosidad realtiva. Esto se debe a que se está alcanzando el máximo valor de empaquetamiento de partículas, lo que resulta en un incremento exponencial de la viscosidad relativa como se puede ver en la ecuación de Kreiger-Dougherty 2.3 [Barnes, 2000].

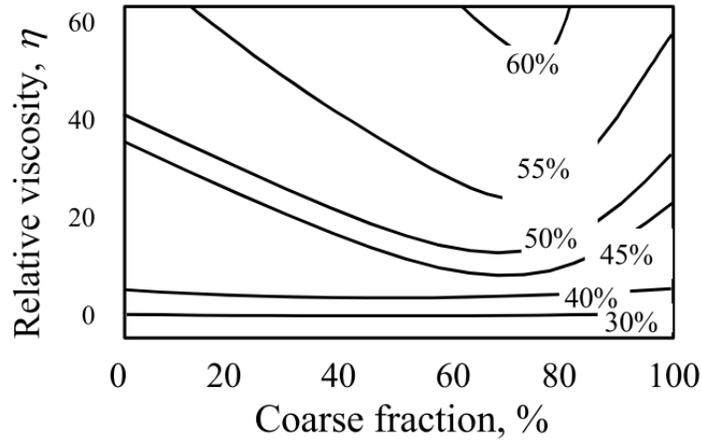


Figura 2.2: Efecto de la granulometría en la viscosidad [Barnes, 2000]. Existen dos tamaños de partículas, donde la relación entre la fracción gruesa y fracción fina se ve en el eje de las abscisas. Cada curva en el gráfico se realiza a concentración en volumen de sólidos diferente, variando entre 30 % y 60 %, donde a mayores concentraciones de sólido el efecto sobre la viscosidad relativa es más notorio

En el trabajo de N. Diamantonis et al. puede verse una aplicación directa de la granulometría y su relación con el empaquetamiento de la mezcla. En este estudio se realizaron 24 mezclas que contienen cemento y 1 o 2 aditivos en diferentes concentraciones, siendo estos aditivos humo de sílice, ceniza, puzolana, caliza y nanopartículas de sílice. El propósito era encontrar una mezcla que redujera la viscosidad y la porosidad, lo que se puede traducir en un aumento del empaquetamiento [Diamantonis et al., 2010].

La distribución granulométrica del cemento y de los aditivos se puede ver en el gráfico 2.3[Diamantonis et al., 2010], donde se muestra que la caliza tiene tamaños menores de partículas, la puzolana, humo de sílice y cemento tienen una granulometría similar y que la ceniza tiene la mayor granulometría.

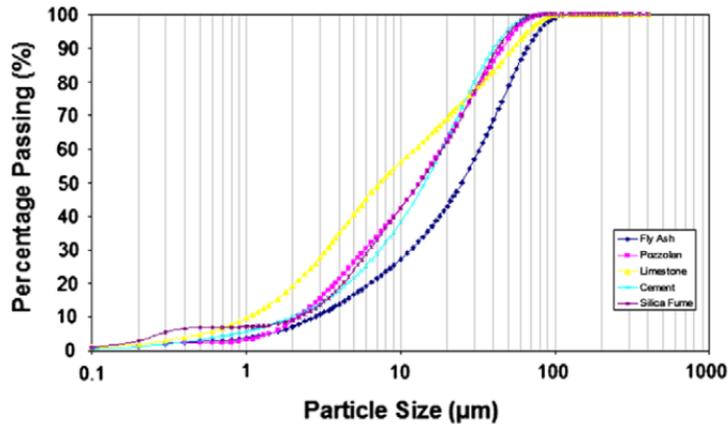


Figura 2.3: Distribución granulométrica de humo de sílice, ceniza, puzolana, caliza y cemento, cuyos colores son morado, azul, rosado, amarillo y celeste respectivamente

De las 24 mezclas realizadas, se encontró que la que reporta una mayor fluidez es la que

tiene un 60 % de cemento y un 40 % de caliza. Y la que tiene una menor porosidad es la mezcla de un 60 % de cemento, 20 % de caliza y 20 % de ceniza, lo que responde a que un mayor aumento en el empaquetamiento [Diamantonis et al., 2010]. Los resultados obtenidos en este trabajo prueban que al aumentar la distribución granulométrica es posible aumentar el valor de ϕ_m , donde la mezcla que tuvo una mayor distribución granulométrica por ser una combinación de caliza, ceniza y cemento produce la menor porosidad.

Forma de las partículas

El impedimento al flujo que cada partícula genera se debe a que el líquido tiene que dejar un espacio para que el sólido pueda pasar, requiriendo energía que es dispersada; donde el aumento de viscosidad, como resistencia a fluir, se traduce en esta disipación. Si las partículas cambian su forma, también alteran las corrientes de flujo alrededor de ellas y por ende las disipaciones energéticas. Es por ello que cuando las partículas son esféricas causan una menor pérdida energética que si fuesen cuadradas. A su vez, las partículas se pueden orientar en el fluido, disminuyendo o aumentando la viscosidad que estas producen si se está a favor o en contra del flujo, respectivamente. Por último, ante cambios en el factor de forma cambia también la interacción entre partículas, favoreciendo o impidiendo el flujo [S. Mueller and Mader, 2009]. Estos valores quedan representados por el factor de forma en la viscosidad intrínseca $[\eta]$, que representa la disipación energética por partícula cuyo valor en una suspensión muy diluida se puede ver en la ecuación 2.5, donde ν corresponde al factor de forma, N_A es el número de Avogadro, V_e es el volumen efectivo de las moléculas y M es el peso molecular. [Wargadalam et al., 2002].

$$[\eta] = \frac{\nu N_A}{M} V_e \quad (2.5)$$

En el trabajo de Wargadalam, se realizaron mediciones de viscosidad intrínseca y del coeficiente de difusión sobre partículas de carbón derivadas de asfaltenos en 3 solventes orgánicos, cuya comparación muestra que el factor de forma también depende del líquido que se está utilizando, donde las partículas tenían una forma más ovalada en el tolueno que en la piridina o en N-metil-2-pirrolidinona [Wargadalam et al., 2002]. Lo que implica que el líquido utilizado también afecta la forma que tienen las partículas.

El factor de forma también influye en el empaquetamiento máximo de partículas, en que una forma circular permite un mayor empaquetamiento que partículas más deformes. Este efecto se puede ver en la figura 2.4. En este ejemplo se presentan 3 formas de partículas diferentes, donde las redondas tienen un valor ϕ_m mayor que en los otros casos. El valor de ϕ_m también aumenta en el caso de tener granulometría polidispersa o monodispersa [S. Mueller and Mader, 2009].

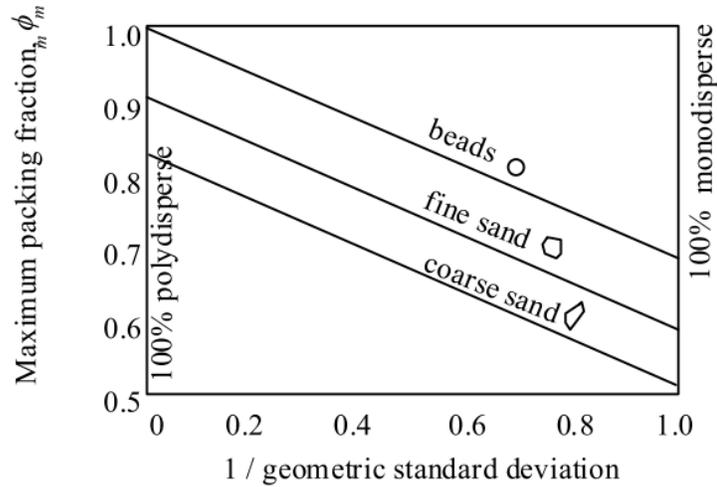


Figura 2.4: Efecto de la forma de partículas en la viscosidad [Barnes, 2000]. Existen tres formas de partículas, donde las más redondeadas poseen valores de ϕ_m mayores. En el eje de las abscisas se muestra la dispersión granulométrica de partículas, donde se puede ver que en el caso monodisperso el valor de ϕ_m es menor que en el polidisperso

Temperatura

Las partículas de tamaños menores a $1 \mu\text{m}$ son gobernadas por movimiento browniano, lo que quiere decir que la forma en que el sólido se mueve obedece a la temperatura que está en el sistema y a las cargas superficiales del sólido más que a los esfuerzos de corte que son aplicados.

Si se utilizan tasas de deformación bajas, las partículas se moverán por movimiento browniano y no seguirán el flujo del líquido, lo que produce mayor resistencia y por ende aumenta la viscosidad de la mezcla. Cuando la tasa de deformación es aumentada, las partículas son mayormente afectadas por los esfuerzos de corte y se ordenan para reducir la disipación energética que estas generan (ver figura 2.5[Barnes, 2000]), ajustando el parámetro ϕ_m que representa el empaquetamiento máximo de partículas.

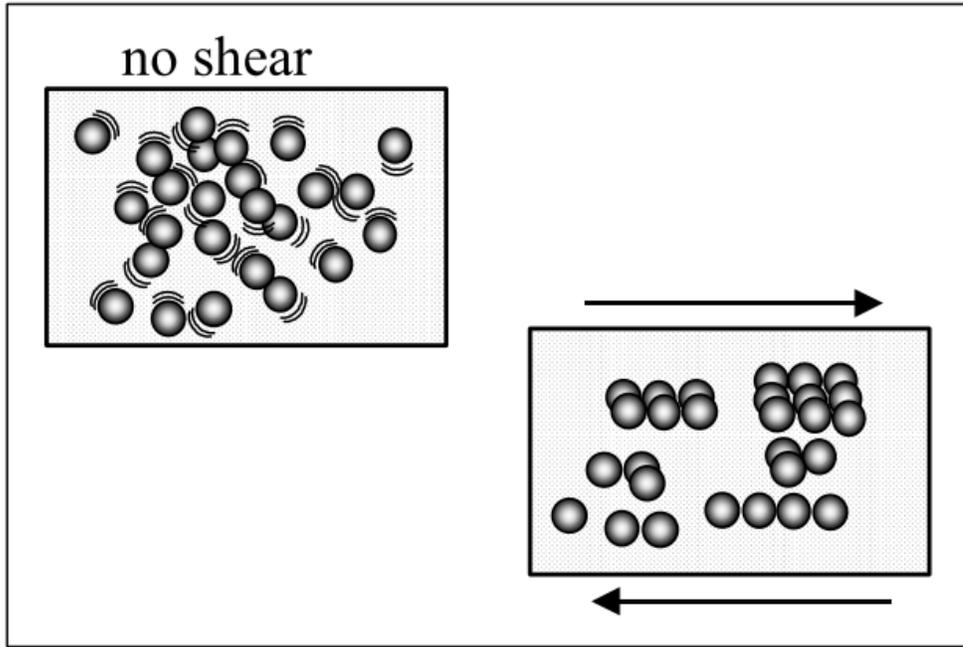


Figura 2.5: Efecto de la temperatura sobre el movimiento [Barnes, 2000], arriba a la izquierda esta representado el movimiento por efecto de la temperatura y abajo a la derecha se muestra el efecto de aplicar un esfuerzo de corte, cambiando la forma de moverse de las partículas

Además de afectar el desplazamiento de las partículas, también afecta la viscosidad de la fase líquida. Donde un aumento en la temperatura aumenta el movimiento browniano de las moléculas, repeliéndose entre sí y por ende disminuyendo la energía disipada por las fuerzas DLVO que presentan tanto las moléculas de agua como las partículas sólidas. Por ello, aumentos en la temperatura implican una disminución en la viscosidad de la mezcla, afectando tanto a los líquidos como a los sólidos.

El efecto de la temperatura sobre la viscosidad de una solución se puede ver en la ecuación de Arrhenius 2.6. Esta ecuación depende de la energía de activación E_a , la constante universal de los gases, R , la temperatura del sistema, T y una temperatura de referencia, T_0 . La energía de activación es la energía necesaria para poder vencer la barreras energeticas que se generan por las fuerzas de atracción entre las partículas, donde a mayor concentración en volumen de partículas mayor es la energía de activación requerida debido a la un incremento en la cantidad de partículas que están interactuando entre sí [Phillips et al., 1992].

$$\eta(T) = \eta(T_0) \exp \left[\frac{E_a}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0} \right) \right] \quad (2.6)$$

2.2.3. Tixotropía

La tixotropía es la variación de la viscosidad de una suspensión con el tiempo de cizalle. Según el libro de Barnes esta variación se debe a dos efectos, el primero consiste en que las colisiones entre partículas forman nuevos aglomerados, aumentando el esfuerzo de corte para mantener la misma tasa de deformación. El segundo efecto, es la fragmentación de estos

aglomerados por los esfuerzos presentes, disminuyendo los esfuerzos de corte para mantener la tasa de deformación [Barnes, 2000]. Estos procesos pueden tomar horas en llegar a un equilibrio, y por ende la única forma de reducir el error es agitando previamente; aunque esto no es capaz de reducir el error por completo, porque la agitación que se realiza no genera la misma tasa de deformación ni esfuerzos normales y por ello no se organizará de la misma forma que lo hará en el reómetro. En la figura 2.6 se ve el efecto de la tixotropía, donde se puede ver un tiempo de ajuste del esfuerzo de corte que es necesario para romper los aglomerados o bien formarlos.

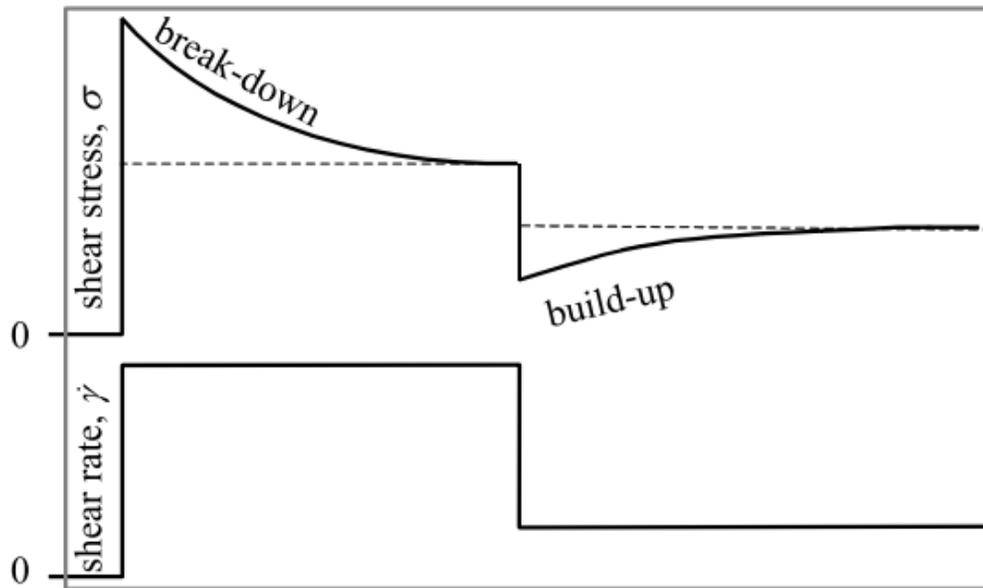


Figura 2.6: Efecto de la tixotropía [Barnes, 2000], la suspensión se encuentra en reposo en un inicio y se la somete a una tasa de deformación, en que el esfuerzo de corte que ocurre sobre el equipo disminuye en la medida que pasa el tiempo. Estabilizado el esfuerzo de corte, se somete a una nueva tasa de deformación, más baja que la anterior, y el esfuerzo de corte aumenta paulatinamente hasta encontrar el equilibrio

El efecto descrito anteriormente es completamente reversible, lo cual no siempre es cierto en efectos de tixotropía. En este sentido, también es de importancia la historia de la deformación que ha tenido la muestra, donde la histéresis de una curva esfuerzo de corte con tasa de deformación requiere varias repeticiones para alcanzar un equilibrio y que no cambie la forma de la histéresis. Por otra parte, el instrumento utilizado para medir la viscosidad cobra relevancia, dado que es esencial que la tasa de deformación sea uniforme en toda la mezcla debido a la aglomeración, colisión e historia de la deformación de la suspensión, caso que no se cumple en reómetros de cilindros concéntricos lo que puede llevar a errores en el análisis.[Mewis, 1979]

2.2.4. Números adimensionales

La viscosidad de una suspensión es dependiente de diversos factores, como son el tiempo, la temperatura, la densidad y viscosidad del líquido, el esfuerzo de corte, la tasa de deformación, el tamaño de las partículas, su densidad y el número de estas. Según Stickell y Powell, son 9 variables que se relacionan entre sí para determinar la viscosidad de una solución (ecuación 2.7 [Stickel and Powell, 2003]).

$$\eta = f(t, kT, \rho_l, \eta_l, \tau, \dot{\gamma}, a, \rho_s, n) \quad (2.7)$$

Donde:

- t es el tiempo de la medición.
- kT es la energía interna de las partículas debido a su temperatura, con k la constante de Boltzmann y T la temperatura.
- ρ_l es la densidad del líquido.
- η_l es la viscosidad intrínseca del líquido.
- τ es el esfuerzo de corte aplicado.
- $\dot{\gamma}$ es la tasa de deformación aplicada.
- a es el tamaño de las partículas.
- ρ_s es la densidad del sólido.
- n es la cantidad de partículas.

Lo que hace Stickel&Powell en la sección de análisis dimensional de su publicación es explicar como la viscosidad se relaciona con estas variables, simplificando la ecuación 2.7 que depende de 9 factores a 6; de modo que las comparaciones entre diversos experimentos sean más fáciles de realizar. Esta reducción de variables se hace a través de los números adimensionales, los cuales relacionan diversos factores dando explicación a diversos fenómenos físicos. A través de la manipulación de los parámetros vistos en la ecuación 2.7 se puede lograr que la viscosidad sólo este afectada por los parámetros de interés, de modo de facilitar el estudio de la viscosidad de las suspensiones[Stickel and Powell, 2003].

$$Pe = \frac{6\pi\eta_0 a^3 \dot{\gamma}}{kT} \quad (2.8)$$

$$Re_p = \frac{\rho_0 a^2 \dot{\gamma}}{\eta_0} \quad (2.9)$$

$$\phi = \frac{4}{3} \pi n a^3 \quad (2.10)$$

$$\eta_r = \frac{\eta}{\eta_l} \quad (2.11)$$

$$\rho_r = \frac{\rho_s}{\rho_l} \quad (2.12)$$

$$t_r = \frac{t k T}{\eta_l a^3} \quad (2.13)$$

Donde Pe es el número de Peclet, Re es el número de Reynolds, ϕ es la concentración en volumen de partículas, η_r es la viscosidad relativa entre el sólido y el líquido, ρ_r es la densidad relativa entre sólido y líquido; y t_r representa si se esta en estado transiente o en estado permanente.

Cabe destacar 3 números adimensionales, dando la explicación física de lo que representan. El primero es el número de Peclet en la ecuación 2.8, el cuál relaciona lo que son las fuerzas brownianas, representadas por la energía interna del sistema, y la fuerza externa que se realiza sobre las partículas, donde el movimiento de las partículas está regida por ambas fuerzas; para números de Peclet mayores a 1000, se considera que las fuerzas brownianas son despreciables frente a las hidrodinámicas. El segundo número adimensional es el de Reynolds de partículas (ecuación 2.9), el que representa si el flujo es turbulento, transiente o bien laminar; si el valor es menor a 0,001 se considera que es un régimen laminar. Por último, cabe destacar la concentración de partículas (ecuación 2.10), que si bien no es un número adimensional, representa el que tan empaquetadas están las partículas, y por ende, cuáles son las interacciones presentes; la explicación de los fenómenos físicos por esta variable fue explicada en la sección “Concentración en volumen”.

2.3. Reometría de suspensiones

El equipo que se encarga de medir el comportamiento reológico de una muestra se llama reómetro. Existen diversos tipos de reómetros, donde la viscosidad se deduce a partir de la geometría, la velocidad del vástago y la fuerza que es aplicada; tomando en cuenta principios que dependen del flujo dentro del instrumento dado por su forma geométrica.

En el reómetro se puede manipular el torque que se aplica, la velocidad de rotación del vástago y la geometría utilizada; en que la geometría siempre debe ser manipulada y se debe manipular una de las dos siguientes variables: velocidad de rotación o el torque; de modo que la variable no manipulada sea medida. La viscosidad es calculada a partir del esfuerzo

de corte y la tasa de deformación, deducidas de la fuerza, velocidad y geometría del vástago. Otras variables manipulables dependen del tipo de reómetro, donde algunos imponen un flujo el cual es controlado mediante bombas o bien poseen intercambiadores de calor que fijan la temperatura de trabajo.

En este capítulo se verán algunos tipos de reómetros que existen y cómo calculan las propiedades reológicas a partir de los datos que miden; lo que es necesario para evaluar que tipo de reómetro es útil para medir la sedimentación de partículas y como se puede desarrollar un modelo a partir de las variables que entrega el tipo de reómetro.

2.3.1. Reómetros

Existen tres geometrías simples para medir la viscosidad:

1. Cilindros concéntricos: el cilindro interior rota y mide el esfuerzo de corte y la tasa de deformación, la fase líquida va entre ambos cilindros.
2. Cono y plato: corresponde a un plato en la parte inferior y un cono casi plano (ángulo de 4 grados) en la parte superior, ambos en contacto, donde el que mide y rota es este último.
3. Flujo en un tubo: es un tubo con sección circular por el cual fluye el líquido. A diferencia de los anteriores, la viscosidad se calcula directamente a través del caudal y a la caída de presión respectivamente.

Cada geometría posee ventajas en cuanto a la medición de viscosidad. Por ejemplo, la geometría de cilindros concéntricos es mejor que la de cono y placa para la medición de reología de suspensiones donde el material sólido presenta sedimentación. Por otra parte, la geometría de cono y plato permite medir los esfuerzos normales que hay dentro del equipo, lo que no puede hacerse con la geometría de cilindros concéntricos. El caso de flujo en un tubo no es útil para evaluar la sedimentación de partículas, debido a que requiere que el flujo este en continuo movimiento.

Reómetro de cilindros concéntricos

Las partes relevantes del reómetro se pueden apreciar en la figura 2.7 donde existen 2 componentes principales. El primero es el cilindro interno, que es la pieza central cilíndrica que rota al interior del equipo a velocidad angular Ω . El segundo es la copa, correspondiente al cilindro exterior que contiene a la suspensión y es estático. Entre ambos cilindros existe un espacio al cuál se le denominará *gap*.

Estos tipos de reómetros utilizan el flujo de Couette para realizar sus mediciones, el cuál asume que hay dos placas paralelas donde solo una está en movimiento, lo que está representado por los cilindros concéntricos, donde la relación entre el gap y el radio de los cilindros es menor a 0,1. Para que existe un flujo de Couette, se deben cumplir las siguientes condiciones:

1. El cilindro interno debe tener un largo mayor que su diámetro para eliminar los efectos de borde, de modo de cumplir el principio de placas paralelas infinitas.
2. El gap debe ser 10 veces menor que el radio del cilindro interno.

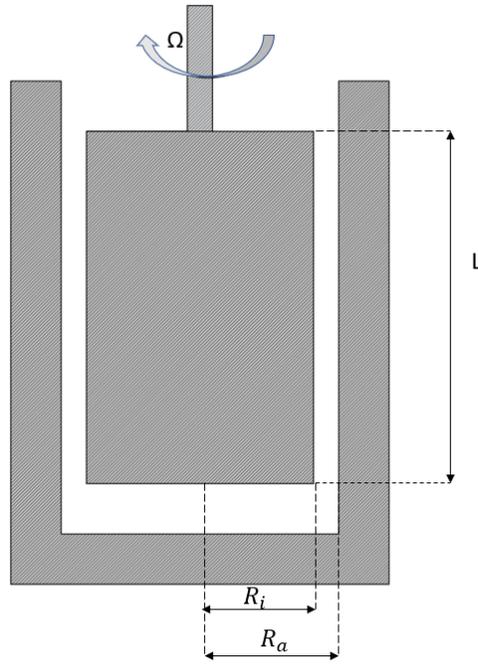


Figura 2.7: Reómetro cilindros concéntricos, R_i y R_a son los radios del cilindro interno y externo respectivamente. L es el largo del cilindro interno y Ω es la velocidad angular del cilindro interno

3. Simetría en el eje angular.
4. La gravedad debe ser despreciable.
5. Flujo laminar, isotérmico y sin vórtices de Taylor.

Para poder cumplir con las condiciones antes señaladas y crear un estándar de reómetro de cilindros concéntricos, se creó una norma ISO que estableciera la geometría del equipo. Esta geometría se muestra en la figura 2.8, donde se observan las distancias dentro del equipo. Se denominará gap a la letra δ , que representa a la razón entre los radios del cilindro externo y del cilindro interno, cuyo valor es de 1,0847 según la norma ISO.

A continuación, se muestran las razones geométricas del reómetro:

- La relación entre la altura del cilindro interno y su radio, L/r_i , es de 3; de modo que se cumpla el principio de placas paralelas.
- La relación entre L' y r_i es de 1, donde existe mezcla en este espacio de modo de cumplir la condición de borde inferior del problema.
- La razón entre L'' y r_i es de 1, donde existe mezcla en este espacio de modo de cumplir la condición de borde superior del problema.
- La razón entre el radio del vástago r_s y el radio del cilindro interno r_i es de 0,3.
- El ángulo α con que termina el cilindro interior debe ser de 120° .

Conocida la geometría del equipo, es posible calcular el esfuerzo de corte τ y la tasa de deformación $\dot{\gamma}$ a partir del torque del equipo T y de la velocidad angular Ω del cilindro interior. Para ello, es necesario ver la ecuación de movimiento en coordenadas cilíndricas para

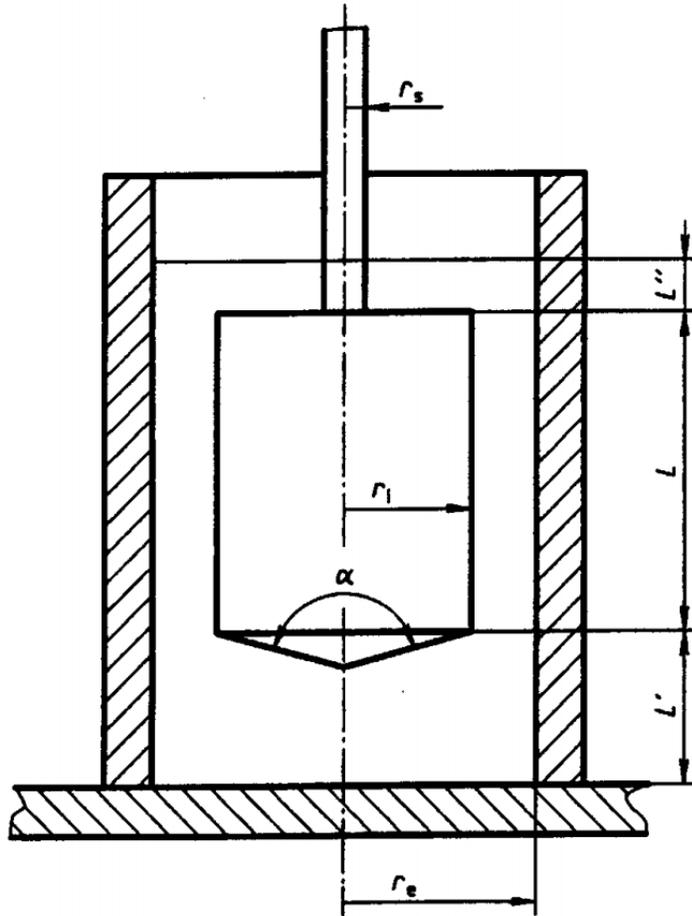


Figura 2.8: Reómetro de cilindros concéntricos [norma ISO 3219], donde r_s es el radio del vástago por sobre el cilindro interno, L'' es el largo por sobre el cilindro interno donde se debe llenar la muestra, L' es el largo que debe haber entre la parte inferior de la copa y el cilindro interno, L es el largo del cilindro interno, r_i es el radio del cilindro interno, r_e es el radio del cilindro externo y α corresponde al ángulo que debe tener la parte inferior del cilindro interno

el .

$$\theta : 0 = \frac{\delta(r^2\tau)}{\delta r} \quad (2.14)$$

Donde τ es el esfuerzo de corte y r es el radio. Al integrar la ecuación 2.14 con respecto al radio, se obtiene una expresión para el esfuerzo de corte como se muestra en la ecuación 2.15, donde se tiene una constante C_1 que esta dada por las condiciones de borde.

$$\tau = \frac{C_1}{r^2} \quad (2.15)$$

Se conoce el valor del esfuerzo de corte para el radio interno, r_i , del cilindro interno.

Donde el esfuerzo de corte es una fuerza dividida el área, en que la fuerza corresponde al torque ejercido por el cilindro interno y el área es el manto del cilindro, cuyo valor es $2\pi r_i L$.

$$R_i \tau = \frac{T}{2\pi r_i L} \quad (2.16)$$

Al igualar las ecuaciones 2.15 y 2.16 se obtiene un valor para la constante C_1 .

$$C_1 = \frac{T}{2\pi L} \quad (2.17)$$

Al reemplazar la constante C_1 en la ecuación 2.15 se obtiene una expresión de esfuerzo de corte.

$$\tau = \frac{T}{2\pi r^2 L} \quad (2.18)$$

Según la norma ISO3219 y el manual del equipo Aanton Paar RheometerQC, el esfuerzo de corte que entrega el programa tiene un factor de corrección por su geometría, donde el valor está definido por el promedio entre el esfuerzo de corte en el cilindro interno (τ_i) y el esfuerzo de corte del cilindro externo (τ_e).

$$\tau_i = \frac{T}{2\pi r_i^2 L} \quad (2.19)$$

$$\tau_e = \frac{T}{2\pi r_e^2 L} \quad (2.20)$$

$$\tau_{rep} = \frac{\tau_i + \tau_e}{2C_L} = \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2 C_L} \tau_i = \frac{1 + \delta^2}{2\delta^2 C_L} \frac{T}{2\pi r_i^2 L} \quad (2.21)$$

Donde δ corresponde al gap antes mencionado y C_L es un factor de corrección que se debe al torque que actúa sobre la parte superior e inferior del cilindro interno, cuyo valor depende de la geometría y propiedades del líquido.

La deformación de la mezcla está dado por el ángulo de deformación y el radio del cilindro externo, como se muestra en la ecuación 2.22.

$$\gamma = \frac{\Delta x}{\Delta r} = \frac{\theta(r_e + r)}{2(r_e - r)} \quad (2.22)$$

Al derivar esta expresión en el tiempo se obtiene la formula de la tasa de deformación.

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega(r_e + r_i)}{2(r_e - r_i)} = \Omega \frac{1 + \delta}{2(\delta - 1)} \quad (2.23)$$

La viscosidad del equipo estará dada por la división entre el esfuerzo de corte y la tasa de deformación.

Reómetro de cono y placa

Este reómetro se puede ver en la imagen 2.9. El cono va en la parte superior y tiene un radio R_c igual que la placa inferior; con un ángulo α de 4 grados o menos lo que permite simplificar la expresión de la distancia entre ambas partes. Al equipo se le quita la punta del cono con altura a para que se pueda medir reología con partículas finas.

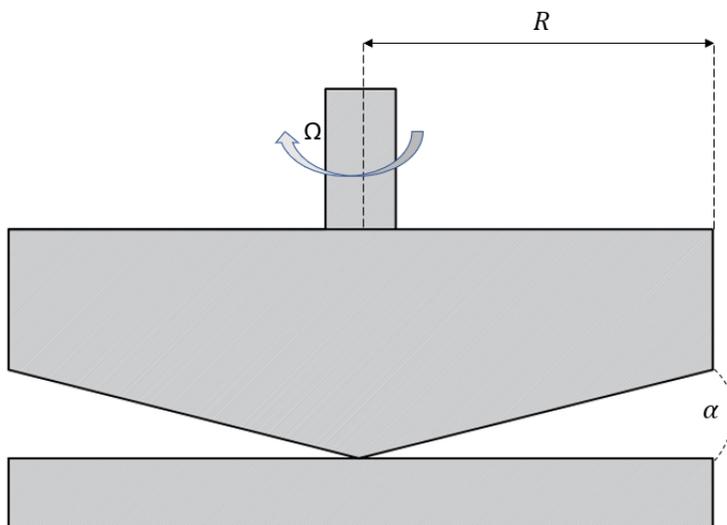


Figura 2.9: Reómetro de cono y placa

La forma del flujo es uniforme en este equipo, donde se deben asumir las siguientes condiciones para poder calcular la tasa de deformación y esfuerzo de corte:

1. El cono debe tener un pequeño ángulo con respecto al plano, para simplificar los cálculos.
2. La velocidad del fluido depende del ángulo y del radio solamente, y no de la distancia al cono.
3. Efectos de gravedad despreciables.
4. Flujo laminar, isotérmico y sin vórtices de Taylor.

La tasa de deformación es constante en toda la muestra, y su valor esta referenciada en la ecuación 2.24.

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\alpha} \tag{2.24}$$

El esfuerzo de corte está dado por la ecuación 2.25

$$\tau = \frac{3T}{2\pi R^3} \tag{2.25}$$

Reómetros dado el flujo en un tubo

Se puede ver la geometría en la figura 2.10. En esta, el flujo circula a través de un tubo en régimen laminar.

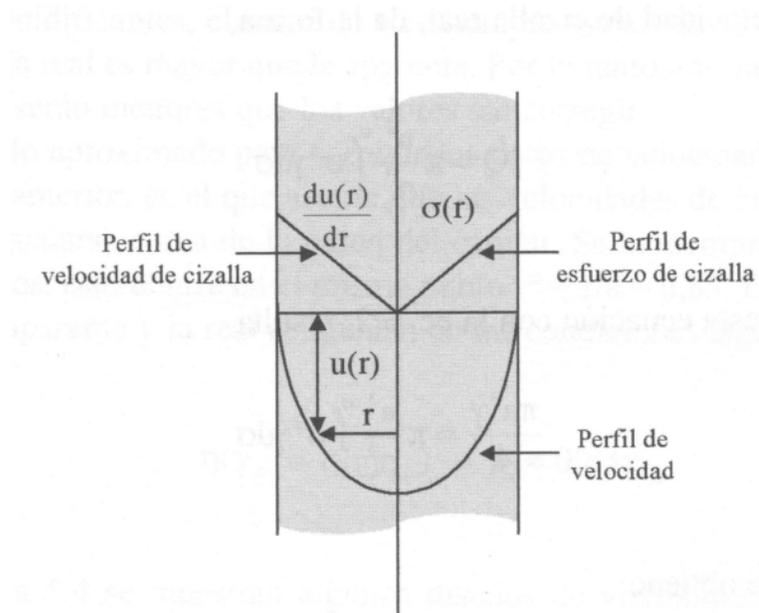


Figura 2.10: Reometría en un tubo, perfil de velocidad descendente y perfil de esfuerzo de corte en un tubo

La viscosidad del fluido en el tubo se calcula a partir del flujo de Poiseuille, el cual debe cumplir con las siguientes premisas:

1. El flujo debe ser laminar, estar en régimen estacionario y ser isoterma.
2. No hay deslizamiento en las paredes, lo que quiere decir que $v = 0$ en las paredes.
3. El fluido es incompresible.
4. La viscosidad es independiente de la presión.

La viscosidad se calcula a partir de las pérdidas de presión motriz en una tubería, asumiendo flujo de Poiseuille; esta propiedad reológica queda descrita por la ecuación 2.26

$$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} = \frac{\frac{Pa}{2L}}{\frac{4Q}{\pi a^3}} \quad (2.26)$$

2.3.2. Tipos de fuerza en reología de suspensiones

Boyancia

La boyancia corresponde al empuje, fundamentado en el principio de Arquímedes; “*Todo cuerpo sumergido total o parcialmente en un fluido recibe de éste una fuerza hacia arriba llamada empuje que es igual al peso del volumen de fluido desplazado por dicho cuerpo*”. Esta fuerza queda descrita en la ecuación 2.27.

$$F_E = \rho_l g V_r \quad (2.27)$$

Donde F_E es la fuerza de empuje, ρ_l es la densidad del líquido, g es la gravedad y V_r es la velocidad de sedimentación relativa entre la fase sólida y la fase líquida. Se dice de una muestra neutralmente boyante cuando la densidad del sólido y la del líquido son iguales, contrarrestando de esta forma la fuerza de empuje y la fuerza de gravedad.

Fuerza de arrastre

La fuerza de arrastre corresponde a la interacción que tienen las partículas sólidas con el medio en el que están. Esta se ve afectada por el el área transversal de la partícula, la velocidad relativa entre el sólido y el líquido, y el coeficiente de arrastre que depende del número de Reynold de partícula. En un regimen laminar, el coeficiente de arrastre queda descrito en la ecuación 2.28.

$$C_D = \frac{24}{Re_p} = \frac{24\eta_l}{\rho_l V_r d} \quad (2.28)$$

donde C_D es el coeficiente de arrastre, η_l es la viscosidad del líquido, V_r es la velocidad relativa entre la partícula y el líquido y d es el diametro de la partícula. La fuerza de arrastre queda descrita en la ecuación 2.29, con F_D la fuerza de arrastre y A_c el área de la partícula.

$$F_D = \frac{1}{2} C_D V_r^2 A_c \rho_l \quad (2.29)$$

Fuerza de gravedad

La fuerza de gravedad es la que causa el efecto de la sedimentación, una de las principales causas que impide una distribución homogénea del material particulado. Está fuerza queda expresada en la ecuación 2.30, como la multiplicación del volumen del sólido por su densidad y la aceleración de gravedad.

$$F_G = V_r \rho_s g \quad (2.30)$$

Con F_G la fuerza de gravedad y ρ_s la densidad del sólido. Al combinar la fuerza de gravedad, arrastre y boyancia se obtiene el término de velocidad terminal de sedimentación, donde una partícula acelera en forma descendente por la fuerza de gravedad, lo que aumenta la velocidad de la partícula y por ende la fuerza de arrastre; hasta que alcanza un valor que equilibra las otras fuerzas, quedando una velocidad terminal de sedimentación.

$$F_G = F_D + F_E \quad (2.31)$$

Reemplazando las tres fuerzas por las ecuaciones 2.30, 2.29 y 2.27 nos queda:

$$V_r \rho_s g = V_r \rho_l g + \frac{1}{2} C_D v^2 A_c \rho_f \quad (2.32)$$

donde se reemplaza el coeficiente de arrastre por la ecuación 2.28 y se despeja el término de velocidad, cuyo resultado es conocido como régimen de Stokes el cuál es válido para una partícula esférica.

$$V_r = \frac{g(\rho_s - \rho_f)d^2}{18\mu} \quad (2.33)$$

La ecuación 2.33 es una velocidad relativa entre el sólido y el líquido, lo cuál es una buena aproximación a la velocidad terminal de sedimentación cuando se tiene una sola partícula y el volumen de la partícula es mucho menor que el volumen del medio. Para poder aplicar la velocidad terminal de sedimentación en el presente trabajo es necesario conocer la velocidad absoluta del sólido y no solo la relativa con respecto al líquido, por lo que se analizará del punto de vista del movimiento de la mezcla:

$$V_{mezcla} = \phi V_s + (1 - \phi)V_l \quad (2.34)$$

donde V_{mezcla} es la velocidad de la mezcla, V_s es la velocidad del sólido, V_l es la velocidad del líquido y ϕ es la concentración en volumen de partículas. Al tomar en cuenta que la velocidad de la mezcla es 0 se tendrá que:

$$0 = \phi V_s + (1 - \phi)V_l \quad (2.35)$$

Por otra parte, la velocidad relativa del sólido en el líquido se puede escribir como la velocidad del sólido menos la velocidad del líquido:

$$V_r = V_s - V_l \quad (2.36)$$

en que se puede despejar la velocidad del líquido y reemplazar en la ecuación 2.38:

$$0 = \phi V_s + (1 - \phi)(V_s - V_r) \quad (2.37)$$

Al despejar la velocidad de sólido se obtiene una expresión de la velocidad terminal de sedimentación:

$$0 = \phi V_s + (1 - \phi)V_l \quad (2.38)$$

finalmente, se reemplaza la velocidad relativa por lo obtenido en la ecuación 2.33 para obtener la velocidad terminal de sedimentación que se utilizará en este trabajo:

$$V_T = (1 - C_v) \frac{g(\rho_s - \rho_f)d^2}{18\mu} \quad (2.39)$$

Vórtices de Taylor

Cuando se utiliza una geometría de cilindros concéntricos para medir los parámetros reológicos puede ocurrir que existan vórtices en su interior, a pesar de que el número de Reynolds de cuenta de un flujo laminar; esto se debe a que el cilindro interno rota a gran velocidad y aparecen efectos de inercia que conllevan a la formación de estos vórtices.

La existencia de vórtices provoca lecturas erróneas de torque, aumentando su valor debido a una mayor energía disipada, por ende, se debe tener cuidado que estos no se formen. Para detectar la ocurrencia de un vórtice se calcula el número de Taylor y se compara con su valor

crítico; ambos representados en las ecuaciones 2.40 y 2.41 respectivamente [Barnes, 2000]. Si el número de Taylor calculado es mayor al crítico entonces los parámetros reológicos medidos no son válidos y se debe disminuir la tasa de deformación para entrar en un rango válido.

$$T = 2 \left(\frac{a_1}{a_2} \right)^2 \frac{(a_2 - a_1)^4}{1 - \left(\frac{a_1}{a_2} \right)^2} \left(\frac{\rho\omega}{\mu} \right)^2 \quad (2.40)$$

$$T_c = 1700 \left(1 + \frac{a_2}{10a_1} \right) \quad (2.41)$$

Donde:

- a_1 es el radio del cilindro interno.
- a_2 es el radio del cilindro externo.
- ρ es la densidad del líquido.
- ω es la velocidad angular del equipo.
- μ es la viscosidad del líquido.

La velocidad en el eje axial de las partículas comienza a oscilar de manera armónica cuando se superan los valores de Taylor crítico, obteniendo regiones cuya tasa de deformación puede ser más alta o más baja [Bienia et al., 2019]. Esto afecta tanto al torque ejercido por el equipo, que está produciendo un flujo secundario, como a la interpretación de la sedimentación de partículas dado el torque ejercido, donde se debe considerar una componente adicional que altera el torque ejercido.

Capítulo 3

Materiales y métodos

En este capítulo se explicará qué materiales se usaron, cuáles son sus propiedades relevantes y el motivo de su uso. Luego, se describirán los equipos utilizados para medir la reología, densidad, granulometría y peso de las muestras. Finalmente, se describirán los protocolos de medición de la viscosidad y de la sedimentación.

3.1. Materiales

Los materiales con los que se trabajó en la memoria son agua, glicerina, miel, resina y microesferas de vidrio. La densidad, tamaño utilizado para calcular la velocidad de sedimentación y procedencia de cada uno de los materiales se encuentra en la tabla 3.1.

Tabla 3.1: Densidad, tamaño y procedencia de los materiales utilizados

	Densidad (gr/L)	Tamaño (μm)	Procedencia
Agua	1000		Corriente
Miel	1392		Jumbo
Glicerina	1230		Droguería Michelson
Resina	1365	841 - 210	DOW
Microesferas	2502	149 - 105	Marienfeld

La granulometría de la resina y de las microesferas se encuentran en las tablas 3.2 y 3.3 respectivamente.

Tabla 3.2: Granulometría de resina

Malla Tyler	Tamaño (μm)	Peso (gramos)	Porcentaje en peso
20	841	16,7	5,7
30	595	178,3	60,3
40	420	79,2	26,8
50	297	20,9	7,1
70	210	0,4	0,1
100	149	0	

Tabla 3.3: Granulometría de microesferas de vidrio

Malla Tyler	Tamaño (μm)	Peso (gramos)	Porcentaje en peso
100	149	27,6	1,5
140	105	732	39,1
200	74	617,3	33
<200		494,4	26,4

3.2. Instrumentos

Los equipos utilizados para medir fueron el reómetro, termómetros, picnómetros, balanzas, tamices, pie de metro y reglas que miden viscosidad, temperatura, densidad, peso, granulometrías y distancias respectivamente. Además, se utilizó un horno, un molino de bolas, una cámara de vacío y un Rotap para la preparación de muestras.

3.2.1. Reómetro

El reómetro utilizado es un Anton-paar modelo RheolabQC, donde se utilizó una geometría de cilindros concéntricos para realizar las mediciones. El reómetro incorpora un intercambiador de calor, que regula la temperatura de la muestra y en la imagen 3.1 se puede ver el reómetro y el intercambiador de calor utilizados. Los rangos de operación del reómetro se encuentran en la tabla 3.4, aunque estos no dan cuenta de la precisión de la medición de torque. Este equipo es capaz de medir diversos parámetros reológicos, donde la geometría utilizada indica que variables se pueden medir, siendo las variables más utilizadas la tasa de deformación y el esfuerzo de corte, cuya forma de medir se indica en la sección 2.3.1. del marco teórico.



Figura 3.1: Reómetro Anton-Paar modelo RheolabQC con intercambiador de calor

Tabla 3.4: Tabla de especificaciones técnicas del reómetro

Propiedad	Rango	
Velocidad (1/min)	0,01	1200
Torque (mNm)	0,2	75
Resolución angular (μrad)	2	
Rango de temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	-20	180

3.2.2. Picnómetro

La densidad se mide como la masa de un objeto dividido por su volumen, donde la masa se puede medir con mayor precisión en una balanza, pero el volumen es difícil de medir porque no se tiene un equipo capaz de medirlo y es el ser humano que la mide mediante su observación, lo cual es impreciso. Es por ello que se utilizan picómetros para medir la densidad de los materiales, cuyo volumen es conocido y por ende se puede conocer el valor del volumen que ocupa un material y con una balanza se puede conocer su masa, despejando la densidad. Una imagen de picnómetro con un termómetro se puede ver en la figura 3.2 y la explicación más detallada de como se mide con este instrumento está en la sección 3.3.1.



Figura 3.2: Pícnómetro [Prolab de Michoacán]

3.2.3. Balanza

Existen varios tipos de balanzas, cuyo objetivo siempre es medir la masa de un objeto. El laboratorio cuenta con balanzas analíticas, las cuáles miden a través de la fuerza que utilizan para mantener el objeto en su posición; esta fuerza es realizada mediante electroimanes. El rango de aplicación de la balanza del laboratorio está entre 0 y 600 gramos, con una precisión a la décima de gramo. La imagen 3.3 muestra este tipo de balanzas.



Figura 3.3: Balanza analítica [Grainger]

3.2.4. Tamices y Rotap

El tamizaje consiste en separar el material grueso del material fino, para ello se utilizan tamices, que son mallas de acero entretejidas cuya distancia entre aceros corresponde a la abertura del tamiz, teniendo una forma cuadrada. La abertura de los tamices utilizados son de malla Tyler, que es una forma de definir aberturas estándar en la industria. La imagen 3.4 muestra la forma típica de los tamices.



Figura 3.4: Forma de un tamiz típico [Grainger]

El Rotap es el equipo que realiza el tamizaje, el cuál agita los tamices permitiendo que el material fino baje por efecto de la gravedad entre las aberturas y el material grueso quede retenido en las mallas. La imagen 3.5 muestra el equipo utilizado en laboratorio.



Figura 3.5: Rotap [Grainger]

3.3. Protocolos de medición

A continuación, se detallan los protocolos de medición de cada una de las variables relevantes, incluyendo viscosidad, densidad y granulometría. Luego, se describe como se prepararon y acondicionaron las muestras para realizar las pruebas de reología y sedimentación. Por último, se especifica como se realizaron las mediciones de torque de las muestras y las pruebas de sedimentación realizada.

3.3.1. Medición de variables relevantes

Densidad de fluidos y partículas

Una forma de medir la densidad de cualquier sólido o líquido es mediante picnometría; con esta técnica se midió la densidad de la miel, la resina, la glicerina y las microesferas de vidrio. El procedimiento consiste en medir la masa de la muestra y el volumen que esta ocupa. Para ello se calcula el peso en 4 casos:

1. Pesarse el picnómetro vacío. (P1)
2. Pesarse el picnómetro con material, este último debe ocupar aproximadamente la mitad del recipiente. (P2)
3. Pesarse el picnómetro con material y adicionando agua. (P3)
4. Vaciar el contenido del picnómetro, llenarlo con agua y pesarlo. (P4)

La masa del material es la resta entre P2 y P1, como se muestra en la ecuación 3.1. Para calcular el volumen se mide la masa del agua que reemplaza al sólido, de modo que se calcula cuanto es la masa de agua que hay en el recipiente, restando P4 a P1, y luego se le resta lo que es la masa que ocupa el agua cuando estaba el sólido presente, es decir, P3 menos P2. Luego, se divide por la densidad del agua y se obtiene el volumen como se puede ver en la ecuación 3.2. Finalmente, se divide el peso de la muestra por su volumen para calcular la densidad como queda expresado en la ecuación 3.3.

$$m_m = P2 - P1 \quad (3.1)$$

$$V_m = \frac{(P4 - P1) - (P3 - P2)}{\rho_l} \quad (3.2)$$

$$\rho_m = \frac{m_m}{V_m} = \rho_l \frac{P2 - P1}{(P4 - P1) - (P3 - P2)} \quad (3.3)$$

Donde ρ_l es la densidad del agua, m_m es la masa de la muestra y V_m es el volumen de la muestra.

Reometría

La medición de la viscosidad y de torque se realizó mediante el reómetro, el procedimiento consta de los siguientes pasos:

1. Encender el computador, reómetro e intercambiador de calor, conectando los equipos entre sí.
2. Calibrar el equipo si éste lo requiere, para ello, se deja encendido una hora antes de ingresar al menú del equipo para que realice una calibración automática, la cuál se realiza en aire y no requiere que se ingrese ningún accesorio adicional.
3. Conectar los accesorios a utilizar en el reómetro. Abrir el programa en el computador, dejando escrito el nombre del experimento, fijando la tasa de deformación y la temperatura a utilizar; de modo que al insertar la muestra en el reómetro se inicie de forma inmediata el experimento.
4. Ingresar la muestra a la copa, de modo que llegue hasta la línea marcada. Luego se ingresa la copa lo más rápido posible al reómetro y se inicia el experimento en el computador.

En la tabla 3.5 se detallan las condiciones experimentales de las 4 mediciones utilizadas.

Tabla 3.5: Condiciones de los 4 experimentos utilizados para desarrollar el modelo de sedimentación

	Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	C_v de sólido (%)	Tasa de deformación (1/s)	Viscosidad del líquido (Pa s)
Glicerina y agua con microesferas	No medida	10	100	0,0184
Glicerina con resina	No medida	10	5	0,875
Glicerina con resina	No medida	10	10	0,415
Miel con microesferas	60	10	5	0,54

Granulometría

El análisis granulométrico de los sólidos se realiza mediante tamizaje, donde se ordenan los tamices desde la malla con abertura más ancha en la parte superior a la malla más estrecha en la parte inferior. En la figura 3.6 se muestra el diagrama de flujos del material sólido en esta etapa, en que el paso 1 consiste en pesar cada tamiz, el paso 2 es el tamizaje y en el paso 3 se pesan los tamices con el sólido que contienen y se guarda el material sólido en diferentes bolsas; donde la bolsa 2 contiene el sólido que se usa en los experimentos. Al restar los pesos del paso 3 con los pesos del paso 1 se obtiene el material sólido que se tiene en cada rango de tamaño.

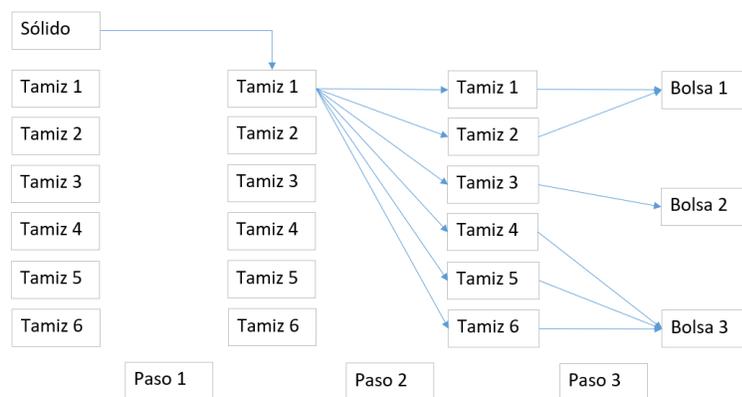


Figura 3.6: Diagrama de flujo de un análisis granulométrico, la línea azul indica el flujo de material sólido. En el paso 1, se pesa el material sólido y cada tamiz por sí solo, obteniendo el peso P1 para cada tamiz. En el paso 2, se opera el Rotap, distribuyendo el material sólido entre los distintos tamices. En el paso 3, se pesa cada tamiz con el material sobre este, obteniendo el valor P2 para cada granulometría, y luego se vacían en las bolsas 1, 2 y 3

El tamizaje se realizó de dos formas diferentes. En la primera, se utilizó el equipo Rotap el cual mueve el material de forma más eficaz para que pueda ser clasificado por los tamices. La segunda forma que se utilizó, cuando el Rotap no se encontraba disponible, fue tamizar a mano lo que aumentó los errores en la separación de tamaños; esta segunda opción fue utilizada en el caso de miel con microesferas de vidrio, correspondiente al cuarto experimento de la tabla 3.5.

Geometría del equipo

Para conocer los volúmenes de la parte superior y central del equipo fue necesario realizar una serie de mediciones, donde la mayoría se realizaron con un pie de metro, y unas pocas se realizaron con regla debido a la dificultad de la medición. Las secciones medidas fueron los diámetros de la copa, cilindro interno y el diámetro de la conexión entre el cilindro interno y el reómetro, la altura del vástago, la altura a la que llega el líquido por sobre el vástago (medida con regla). Con estas medidas se calculó las áreas y los volúmenes necesarios para el modelo.

Considerando las dimensiones mostradas en la figura 2.8 de la sección 2.3.1. se escriben en las distancias medidas en la tabla 3.6, calculando a su vez las áreas y volúmenes relevantes. Los datos entregados por el proveedor aseguran que el largo del cilindro interno, L , es de 6 cm, el radio del cilindro interno es de 19,5 mm y el radio del cilindro externo es de 21 mm; donde el largo del cilindro interno y el radio del cilindro externo son idénticos a los medidos, y el radio del cilindro interno tiene una diferencia de 0,15 mm.

Tabla 3.6: Geometría del reómetro

Reometro		Área		Volumen	
Largo de cilindro interno, L (cm)	6,00	Cilindro interno, $2\pi r_i L$ (cm ²)	72,98	Gap, $\pi L(r_e^2 - r_i^2)$ (cm ³)	12,47
Largo superior, L'' (cm)	1,50	Cilindro externo $2\pi r_e L$ (cm ²)	79,15	Volumen superior $\pi L''(r_e^2 - r_s^2)$ (cm ³)	19,36
Diámetro cilindro exterior, $2r_e$ (cm)	4,20	Cilindro interno superior, $2\pi r_s L$ (cm ²)	19,79	Volumen inferior (cm ³)	38,18
Diámetro cilindro interior, $2r_i$ (cm)	3,87	Círculo interno, πr_i^2 (cm ²)	11,78		
Diámetro superior, $2r_s$ (cm)	1,10	Círculo externo πr_e^2 (cm ²)	13,85		
Altura cilindro exterior, $L + L' + L''$ (cm)	9,00	Círculo interno, parte superior πr_s^2 (cm ²)	0,95		
Gap (cm) , $r_e - r_i$	0,164				

3.3.2. Preparación de muestras

Conociendo la densidad de los materiales y las concentraciones en volumen a la cual se quería llegar, las masas que se debían pesar se calcularon a partir de la ecuación 3.4.

$$M_{material} = C_v V_t \rho_m \quad (3.4)$$

Donde C_v es la concentración en volumen requerida, V_t el volumen total y ρ_m es la densidad del material previamente medida por picnometría. Estos pesos se midieron en la balanza de laboratorio, masando previamente el recipiente que los contendrá y llegando a un peso que es la suma de lo deseado con el recipiente. En las tablas 3.5 y 3.1 se encuentra la concentración en volumen y la densidad del material respectivamente. En el caso de la miel con microesferas se preparó un litro de solución y en los otros casos se prepararon 100 cc, ya que la prueba de reometría requiere 70 cc.

La balanza no era capaz de medir pesos mayores a 600 gramos, por ende, para realizar pruebas de sedimentación cuyo volumen necesario es mayor se tuvo que trasvasiar desde un recipiente a otro. En estos casos se medía la masa del recipiente de menor tamaño, donde el contenido agregado al recipiente de mayor tamaño corresponde a la resta entre el peso del vaso precipitado más el material y el peso después de vaciar su contenido. Sin embargo, esta segunda forma de medir trae errores debido a la mayor manipulación de materiales, donde es común que se pierda del orden de 0,1 ml de líquido. Aunque este error no es mayor al 2% debido a que el peso de las gotas sumadas no supera 10 gramos, mientras que los gramos requeridos para hacer una prueba de sedimentación era en torno a los 800 gramos.

3.3.3. Pre-acondicionamiento

El pre-acondicionamiento consistía en batir vigorosamente el contenido de la mezcla, de modo que quedara lo más homogéneo posible. Debido a la viscosidad de los materiales se tuvo que revolver a mano durante 15 minutos.

En el caso de la miel con microesferas, que requiere un aumento en la temperatura para disminuir la viscosidad de la fase líquida, la mezcla era ingresada en el horno después de batir. Se calentaba a la temperatura deseada por 2 horas, se encedía el reómetro y se precalentaba la copa a 60°C. Finalmente la muestra es agitada vigorosamente mediante una varilla e ingresada en el reómetro. A pesar del pre-calentamiento, el reómetro y el horno estaban en edificios distintos, lo que causaba que la temperatura de la muestra bajaba considerablemente en el trayecto entre los edificios.

3.3.4. Pruebas de sedimentación

Pre-acondicionada la muestra, se agita vigorosamente mediante una varilla para volver a homogeneizar el contenido, el que luego se vierte en una probeta de 250 mL, que es ingresada al horno. Cada 30 minutos se registra una fotografía a la probeta que está dentro del horno; no se puede sacar la probeta dentro de este para no alterar la temperatura de la mezcla. Las alturas del sedimento o bien la separación de fases se miden a partir de un papel milimetrado que fue previamente pegado a la probeta.

Los mayores errores asociados a esta prueba son la visualización de la separación entre fases, donde lo que realmente existe es una zona de transición entre el sobrenadante y la suspensión. En el caso de la miel con microesferas, que no se pudo visualizar una separación de fases se mide la altura del sedimento en el fondo de la probeta, calculando la velocidad de sedimentación a través de un balance de masas que toma en cuenta la velocidad de depósito, V_d , y que asume que la concentración en volumen máximo en el fondo del recipiente. El desarrollo de este cálculo se encuentra a continuación:

$$M_i = M_d + M_s \quad (3.5)$$

donde la M_i es la masa de partículas iniciales, M_d es la masa de partículas depositadas y M_s es la masa en suspensión. Cada masa se la reemplaza por la concentración en volumen de partículas y su volumen respectivo:

$$V_i C_i = V_d C_d + V_s C_s \quad (3.6)$$

con V_i el volumen de la probeta, C_i la concentración de la mezcla inicial, V_d el volumen que ocupa las partículas depositadas, C_d la concentración en volumen de estas partículas, V_s el volumen que ocupa la masa suspendida y C_s la concentración de la suspensión. Se tomará como supuesto que la concentración C_i y C_s es la misma en el experimento, por otra parte C_d es conocido y es la concentración máxima de empaquetamiento con un valor de 0,63; tomando este criterio por literatura [Stickel and Powell, 2003]. Al realizar los reemplazos de las variables nos queda:

$$V_i C_i = 0,63 V_d + V_s C_i \quad (3.7)$$

cada volumen puede ser expresado por el área transversal por su altura, en que todos los volúmenes tienen la misma área transversal al estar en la misma probeta. Por lo que el área se puede despejar de la ecuación.

$$L_i C_i = 0,63 L_d + L_s C_i \quad (3.8)$$

Con L_i la altura de la probeta, L_d es la altura del sedimento y L_s la altura de la suspensión. Luego, se deriva esta expresión con respecto al tiempo, donde el largo de la probeta ni la

concentración inicial varían con el tiempo.

$$0 = 0,63V_d + V_T C_i \quad (3.9)$$

La velocidad de sedimentación de la suspensión, V_T , se dedujo a partir de la velocidad de depósito de material V_d .

$$V_T = -\frac{0,63V_d}{C_i} \quad (3.10)$$

Capítulo 4

Resultados

Este capítulo contiene dos secciones importantes. La sección 4.1 consiste en el modelo teórico utilizado, explicando detalladamente el procedimiento y las fórmulas empleadas. La sección 4.4 contiene las aplicaciones del modelo a partir de los datos sacados en laboratorio, donde se utilizaron diferentes partículas sólidas y líquidos newtonianos. Las secciones 4.2 y 4.3 estudian el efecto de la temperatura sobre las mediciones y el efecto de la migración de partículas respectivamente.

4.1. Modelo conceptual simplificado de la sedimentación de partículas en el reómetro

Para poder explicar el modelo teórico, primero es necesario entender qué es lo que ocurre en el reómetro en cuanto a la migración de partículas, donde se toma como base el fenómeno explicado en el trabajo de Chow [Chow et al., 1994]. En este trabajo, se utilizó una técnica de resonancia magnética para tomar imágenes de la distribución de partículas dentro del reómetro, donde se encontró que al momento de cargar la copa en el reómetro ocurre un proceso de segregación hidrodinámica por el esfuerzo de corte vertical aplicado, en que las partículas tienden a acumularse en la parte superior, como muestra la figura 4.1 en la parte a. Luego, las partículas comienzan a migrar hacia abajo, como se muestra en la parte b. Finalmente ocurren procesos de segregación hidrodinámica, acumulando las partículas sólidas en la parte central inferior de la copa, visto en la parte c.

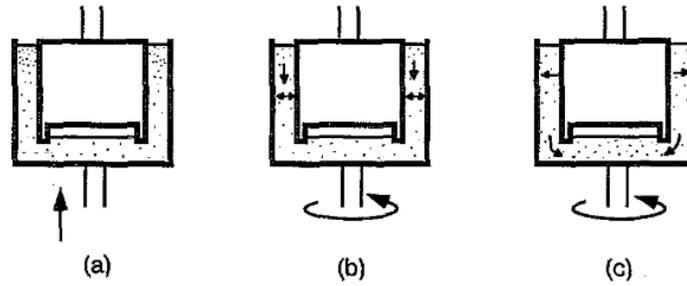


Figura 4.1: Diagrama esquemático de los procesos que ocurren en el reómetro después de la carga en el equipo [Chow et al., 1994]. (a) Carga y migración vertical, (b) rotación, migración radial y sedimentación, (c) segunda migración vertical y radial

Una figura más detallada sobre la distribución de las partículas en el reómetro al momento de cargar la copa se puede ver en la imagen 4.2, en que la parte a muestra las posiciones en que se sacaron las imágenes del reómetro y en la parte b se muestra como es la concentración de partículas en cada imagen. Se puede ver que en los cortes 1, 3, 4 y 5 existen concentraciones de partículas mayores, mientras que en el fondo del reómetro, es decir, los cortes 7 y 8 la cantidad de partículas disminuye. Bajo este trabajo, se tomará como principio que existen dos concentraciones de partículas al momento de cargar el equipo. La primera concentración en volumen de partículas, C_1 , es la que se encuentra en la parte superior de la copa, sobre el cilindro interno. La segunda concentración se denominará C_2 y corresponde a la concentración de partículas que está entre los cilindros concéntricos y en la parte inferior de la copa. Debido a que el corte 1 se tiene una concentración mayor que en los cortes 4, 5 y 6 se tomará como supuesto que la concentración C_1 es mayor que la concentración C_2 .

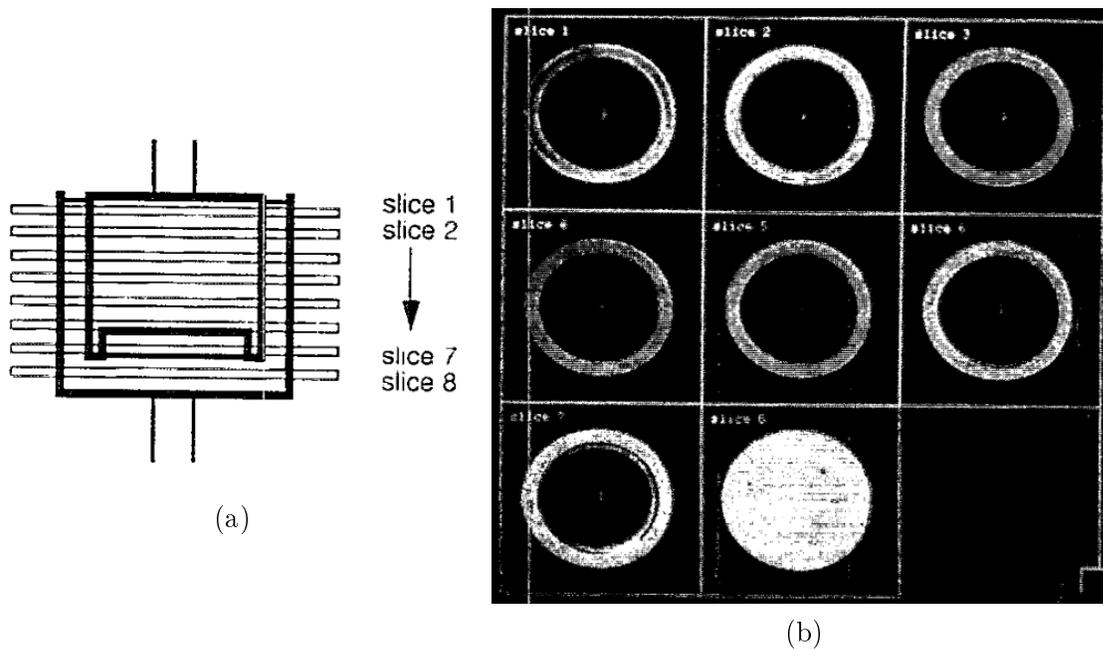


Figura 4.2: Imágenes tomadas mediante una técnica de resonancia magnética para localizar las partículas sólidas en el reómetro. En la parte (a) se muestran las posiciones de los cortes y en la parte (b) se muestra como se distribuyen las partículas, donde la zona blanca de la parte anular corresponde al líquido y las zonas negras de la parte anular corresponden al sólido [Chow et al., 1994]

Un esquema de la distribución de las concentraciones se muestra en la figura 4.3, en que se muestra que el líquido sobre el cilindro interno está a una concentración de partículas C_1 , y en el resto de la copa está a concentración C_2 .

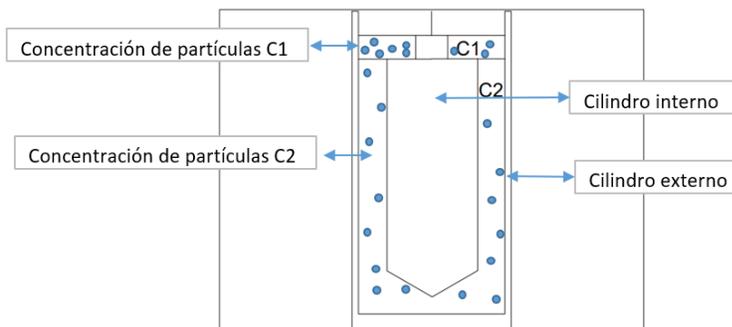


Figura 4.3: Esquema del reómetro al inicio del experimento

Para el modelo, la sedimentación de partículas comienza cuando se ha insertado la copa con mezcla en el reómetro, donde las partículas comienzan a sedimentar. En consecuencia, tanto la fase con concentración C_1 (que en adelante se llamará fase 1) como la fase con concentración C_2 (que en adelante se llamará fase 2) comienzan a descender, en que la fase 1 descende de forma más lenta que la fase 2 debido a su mayor concentración, consecuencia de la ecuación de velocidad terminal de sedimentación que se encuentra en el marco teórico en

la ecuación 2.39. El descenso más lento de la fase 1 que la fase 2 debiese producir una zona de líquido clara entre ambas fases, pero para efectos del modelo se considerará que no existe tal fase clara y que la interfaz entre la fase 1 y la fase 2 desciende a una velocidad terminal cuya concentración es igual a C_2 . En la práctica, este supuesto es válido debido a que la diferencia entre las concentraciones C_1 y C_2 es menor al 5% y que existe una distribución granulométrica variada en la mezcla y no es monodispersa, lo que implica que la partícula más pequeña de la fase 2 tiene una velocidad terminal de sedimentación menor que la partícula más grande de la fase 1 y por ende no existe una zona clara entre ambas fases, sino que existe una zona de transición entre la fase 1 y la fase 2 que contiene partículas sólidas cuya concentración en volumen es una mezcla de la concentración de cada fase.

Se toma el supuesto que en la parte superior del cilindro interno no hay mezcla, de modo que la fase 1 desciende como flujo pistón dando origen a una fase clara en la parte superior. Esta nueva fase, que se denominará fase 0, no contiene partículas y por ende su concentración, C_0 , es de 0. El esquema de la ubicación de cada interfaz (entre C_0 y C_1 y entre C_1 y C_2) se encuentra en la parte b de la figura 4.4.

Debido a que la interfase entre las concentraciones C_1 y C_2 desciende, se comienza a ver un aumento en el torque que lee el equipo a pesar que la tasa de deformación es constante. Esto se debe a que aumenta la cantidad de partículas que están entre los cilindros concéntricos, aumentando la disipación energética y por ende la viscosidad, lo que incrementa el torque requerido para mantener la misma tasa de deformación. El aumento paulatino se puede ver en el gráfico de la figura 4.4 entre el tiempo 0 y el tiempo t_1 , donde la distribución de partículas en el equipo se muestra en la parte b de esta figura.

Cuando la interfaz entre las fases 1 y 2 alcanza la parte inferior del cilindro interno, tiempo al que llamaremos t_1 , el torque leído por el equipo empieza a ser constante; donde la cantidad de partículas que ingresan por la parte superior es la misma que la cantidad de partículas que salen por la parte inferior; conservando la cantidad de partículas que están entre los cilindros y por ende la viscosidad de la mezcla. Por otra parte, la interfaz que existe entre las fases 0 y 1 desciende, pero aún está sobre los cilindros concéntricos. Por ello, el cilindro interno no está en contacto con la fase 0 y no hay un descenso en la viscosidad. Este efecto se puede ver en el gráfico de la figura 4.4 entre los tiempos t_1 y t_2 , caracterizados por estar entre las imágenes b y c de la misma figura.

La interfaz entre las fases 0 y 1 desciende hasta estar en contacto con los cilindros concéntricos, lo que ocurre en un tiempo t_2 y se muestra en la parte c de la figura 4.4. A partir de ese momento, el cilindro interno comenzará a ejercer torque sobre la fase 0 y por ello descenderá el torque requerido para mantener la tasa de deformación. Lo que ocurre hasta un tiempo t_3 , caracterizado porque la interfaz entre la fase 0 y la fase 1 alcanza la parte inferior del cilindro interno como se puede ver en la parte d de la figura 4.4. Después de este tiempo, el cilindro interno ejercerá un torque sobre el líquido, manteniéndose constante en el tiempo.

En resumen, el torque aumentará paulatinamente debido a que ingresa una mayor cantidad de partículas que las que sale, lo que ocurre hasta un tiempo t_1 . Luego, la cantidad de partículas que entra es igual a la que sale, manteniendo el torque constante hasta un tiempo t_2 . Después el torque disminuirá debido a que estarán saliendo partículas pero no habrá ingreso de nuevas partículas, lo que ocurre hasta t_3 . Y finalmente el cilindro interno solo

ejercherà un torque sobre un líquido sin partículas, manteniéndose constante. La figura 4.4 muestra el avance de las interfaces entre las fases 0 y 1 y de la interfaz entre lasa fases 1 y 2 en el tiempo en las partes a, b, c y d con la lectura de torque correspondiente en el gráfico.

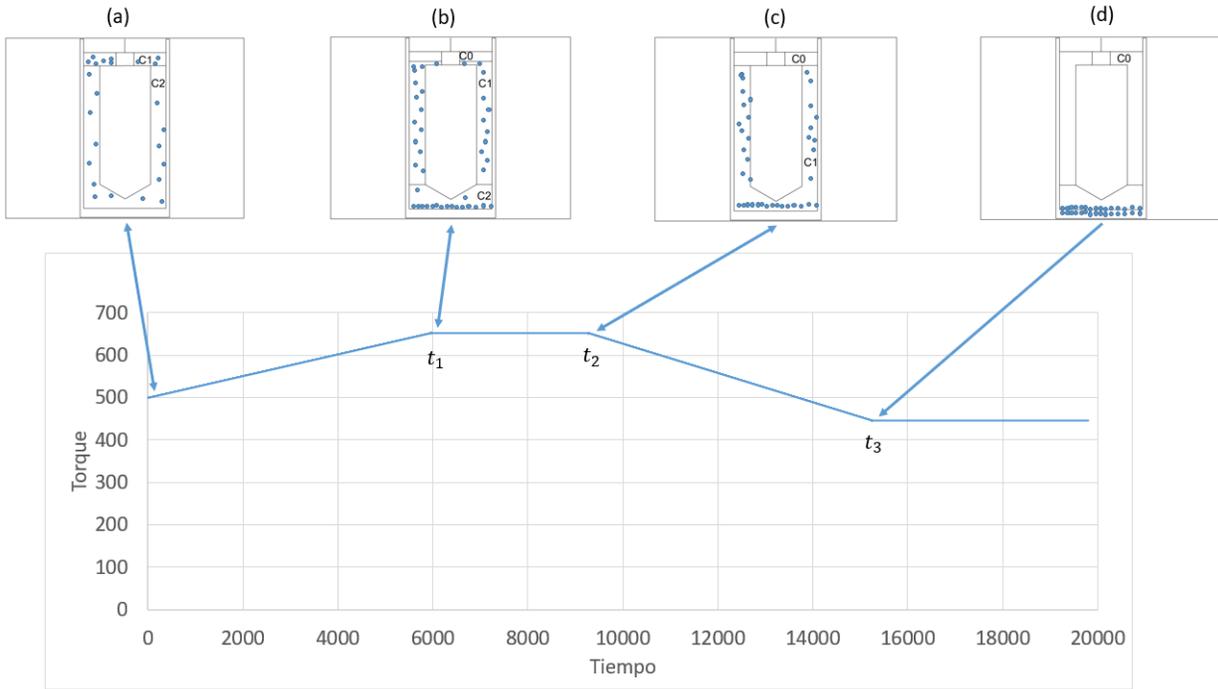


Figura 4.4: Lectura de torque en el tiempo. (a) representa el momento de carga del equipo, (b) ocurre al tiempo t_1 , donde la interfaz entre C_1 y C_2 alcanza la parte inferior del cilindro interno, (c) ocurre al tiempo t_2 , donde la interfaz entre C_0 y C_1 llega a la parte superior del cilindro interno. (d) ocurre al tiempo t_3 donde dejan de existir partículas en el gap

Se puede ver en la figura 4.5 el largo de contacto que tiene la fase 1, la fase 2 y la fase 0 con el cilindro interno, para comprender de mejor manera la lectura en torque mostrada en la figura 4.4. Antes del tiempo t_1 , la fase 2 ve un decremento del largo de contacto con el cilindro interno, mientras que el largo de contacto entre la fase 1 y el cilindro interno va en incremento. Después de t_1 , la fase 2 deja de estar en contacto con el cilindro interno, mientras que este se encuentra en contacto solo con la fase 1 hasta el tiempo t_2 . Finalmente, la fase 1 disminuye su largo de contacto con el cilindro interno, dando paso a la fase 0 que aumenta el largo de contacto hasta que el cilindro interno solo está en contacto con la fase 0.

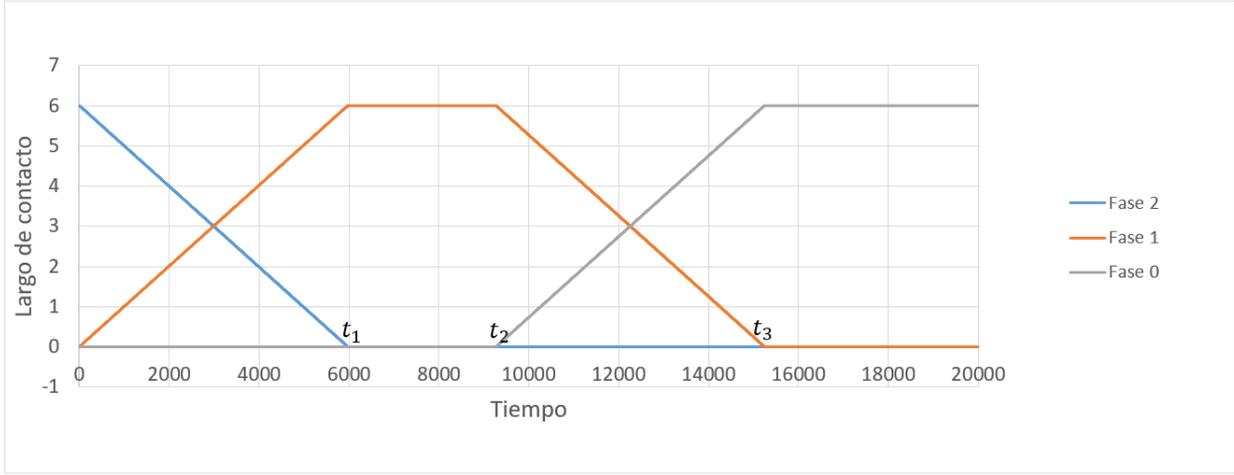


Figura 4.5: Largo de contacto que tiene cada fase con el cilindro interno en el tiempo

En el paper de [Klein et al., 1995] se realizó un diseño de copa alargada, en que la forma de calcular el tiempo en que se demoraban en sedimentar las partículas era a través de la velocidad de sedimentación de partículas V_T dada por la ecuación 2.39, y la altura del cilindro interno, correspondiente a L de la figura 2.8. En este caso, el tiempo característico t_1 es el que utilizó Klein en su trabajo, en que el tiempo estará dado por la división entre esta altura y la velocidad de sedimentación como se muestra en la ecuación 4.1.

$$t_1 = \frac{L}{V_T} \quad (4.1)$$

Para calcular el tiempo característico t_2 , se tomará como supuesto que todo el material sólido sobre el cilindro interno debe pasar por la región anular que está comprendida entre el cilindro interno y el cilindro externo, de modo que no hay partículas que sedimenten sobre el cilindro interno. De este modo, el tiempo característico t_2 está dado por la sedimentación que ocurre en el área anular confinada entre el cilindro interior y el cilindro exterior como se mostrará en la figura 4.6; y el volumen que está por sobre el cilindro interno (volumen superior de la tabla 3.6). El área anular, A_{cc} , está dada por la ecuación 4.2 y el volumen, $V_{superior}$ por la ecuación 4.3. Las unidades de medida L'' , r_e , r_i y r_s se encuentran en la figura 2.8 en el marco teórico y sus valores en la tabla 3.6.

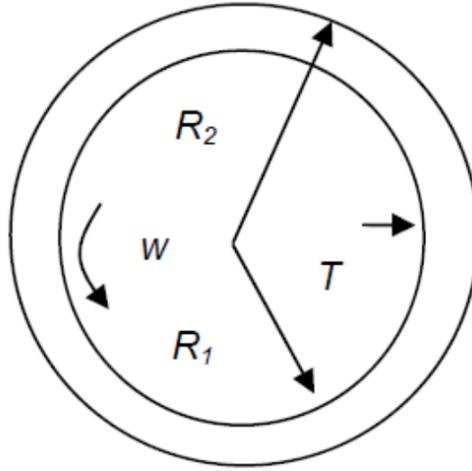


Figura 4.6: Área entre círculos concéntricos

$$A_{cc} = \pi(r_e^2 - r_i^2) \quad (4.2)$$

$$V_{superior} = \pi(r_e^2 - r_s^2)L'' \quad (4.3)$$

Luego, el tiempo característico t_2 estará dado por el caudal de partículas que ingresa desde la parte superior del cilindro interno y el volumen de la parte superior. Este caudal estará dado por la multiplicación entre la velocidad de sedimentación V_T y el área A_{cc} .

$$t_2 = \frac{V_{superior}}{V_T A_{cc}} \quad (4.4)$$

Cabe destacar que la razón entre el tiempo característico t_1 y t_2 está dado por la geometría del equipo, como puede verse en la ecuación 4.5, donde V_{cc} corresponde al volumen entre el cilindro interno y la copa.

$$\frac{t_1}{t_2} = \frac{\frac{L}{V_T}}{\frac{V_{superior}}{V_T A_{cc}}} = \frac{L A_{cc}}{V_{superior}} = \frac{V_{cc}}{V_{superior}} \quad (4.5)$$

El tiempo t_3 corresponde a la sedimentación una vez que se ha vaciado de partículas la parte superior. Por ende, este tiempo corresponde a la suma de t_1 y t_2 .

$$t_3 = t_1 + t_2 \quad (4.6)$$

Dado que existen 3 fases, con concentraciones de partículas C_1 , C_2 y C_0 ; se dividirá el torque total ejercido por el cilindro interior en tres componentes, T_1 , T_2 y T_3 respectivamente.

Para establecer cual es el valor de cada T_i , es necesario entender cuales son los cálculos que realiza el equipo a partir de la viscosidad, por ende es necesario revisar la ecuación (2.18) en el marco teórico. En el caso de un fluido newtoniano generalizado, el esfuerzo de corte esta relacionado con la tasa de deformación por la ecuación 4.7.

$$\tau = \eta\dot{\gamma} \quad (4.7)$$

Al reemplazar el término τ por lo establecido en la ecuación (2.18) se obtiene:

$$\frac{T_i}{2\pi r_i^2 L_i} = \eta_i \dot{\gamma} \quad (4.8)$$

donde el torque que ejerce cada fase depende del largo que está en contacto con el cilindro interno, del radio del cilindro interno, de la tasa de deformación y la viscosidad de esa fase. Denominando a a los factores que no son parte de la viscosidad ni del largo nos queda que:

$$a = 2\pi r_i^2 \dot{\gamma} \quad (4.9)$$

De este modo, el torque total queda expresado en la ecuación 4.10, en que el largo de cada componente se ve afectado en el tiempo.

$$T = a(\mu_1 L_1 + \mu_2 L_2 + \mu_l L_3) \quad (4.10)$$

donde μ_1 es la viscosidad de la fase con concentración de partículas C_1 , μ_2 es la viscosidad de la fase con concentración C_2 y μ_l es la viscosidad del líquido sin partículas y responde a la fase con concentración C_0 . Los valores de los largos L_1 , L_2 y L_3 están dados por las ecuaciones 4.11, 4.12 y 4.13 respectivamente, en que los tiempos característicos t_1 , t_2 y t_3 marcan los quiebres en las rectas.

$$L_1 = \begin{cases} V_T t & \text{si } t < t_1 \\ L & \text{si } t_1 \leq t \leq t_2 \\ L - V_T(t - t_2) & \text{si } t_2 < t < t_3 \\ 0 & \text{si } t \geq t_3 \end{cases} \quad (4.11)$$

$$L_2 = \begin{cases} L - V_T t & \text{si } t < t_1 \\ 0 & \text{si } t \geq t_1 \end{cases} \quad (4.12)$$

$$L_3 = \begin{cases} 0 & \text{si } t < t_2 \\ V_T(t - t_2) & \text{si } t_2 \leq t \leq t_3 \\ L & \text{si } t > t_3 \end{cases} \quad (4.13)$$

Ccabe destacar que la suma de L_1 , L_2 y L_3 debe ser igual al largo del cilindro interno, L , durante todo el tiempo.

Incorporando las ecuaciones 4.9, 4.11, 4.12 y 4.13 en la ecuación 4.10 nos queda el modelo de torque dada la sedimentación de partículas. Este modelo se resume en la ecuación 4.14:

$$T_{modelado} = \begin{cases} 2\pi r_i^2 \dot{\gamma} (\mu_1 V_T t + \mu_2 (L - V_T t)) & \text{si } t < t_1 \\ 2\pi r_i^2 \dot{\gamma} (\mu_1 L) & \text{si } t_1 \leq t \leq t_2 \\ 2\pi r_i^2 \dot{\gamma} (\mu_1 (L - V_T (t - t_2)) + \mu_l (V_T (t - t_2))) & \text{si } t_2 < t < t_3 \\ 2\pi r_i^2 \dot{\gamma} (\mu_l L) & \text{si } t \geq t_3 \end{cases} \quad (4.14)$$

Lo que resulta en un modelo de 4 rectas, cuyos puntos de quiebre son en t_1 , t_2 y t_3 vistos en las ecuaciones 4.1, 4.4 y 4.6 respectivamente. Este modelo tiene un leve ascenso inicial en su torque, debido a que μ_2 es mayor que μ_1 por la mayor concentración de partículas que tiene C_2 con respecto a C_1 ; luego se mantendrá por un tiempo en su máxima expresión de torque; y finalmente tendrá una disminución del torque hasta alcanzar el torque requerido para mover el líquido sin partículas a la tasa de deformación impuesta. En caso que que la concentración C_1 sea igual a C_2 , la viscosidad μ_1 será igual a la de μ_2 lo que conlleva a que no habrá un aumento inicial de torque, y solo se apreciarán 3 rectas, extendiéndose el tiempo en que el torque está en su máximo valor y no se podrá apreciar el tiempo t_1 en los gráficos.

4.2. Temperatura

Existe una diferencia de temperatura entre la muestra y el intercambiador de calor. En que la muestra se encuentra a temperatura ambiente, entre 15 y 25 °C y se la coloca en el equipo a 18°C; este cambio produce alteraciones en la viscosidad del líquido debido a un cambio en las fuerzas DLVO, como fue explicado en el marco teórico.

El efecto de la temperatura se puede ver en el gráfico 4.7, cuya concentración de partículas es de un 10 % en volumen y un 90 % de miel. En el primer caso, se introdujo la muestra de temperatura ambiente al reómetro que estaba a 30°C, lo que produce una disminución exponencial en el torque leído por el equipo. En el segundo experimento, la misma muestra se precalento a 50°C en el equipo y luego se dejo a enfriar a 30°C; el efecto fue un aumento paulatino en el torque leído. En ambos casos el tiempo que afecta la difusión de calor en el medio es mayor a los 5 minutos.

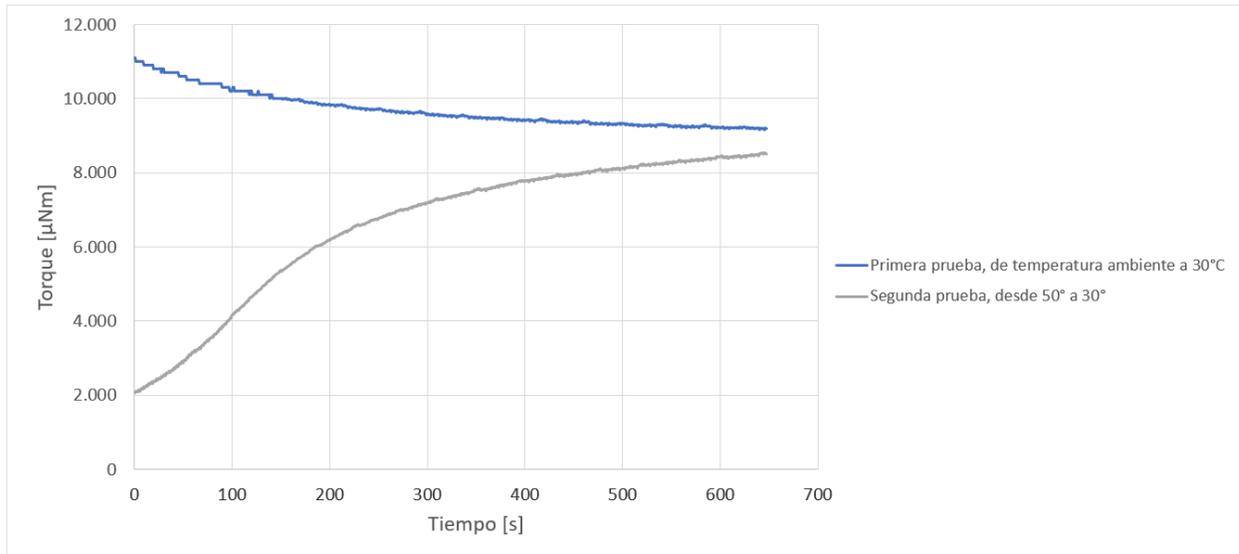


Figura 4.7: Efecto de temperatura inicial medido a través de la serie temporal de torque. El gráfico muestra el resultado de dos series de calentamiento

4.3. Migración de partículas

Se realizarón pruebas con miel y resina, la primera con una densidad de $1,39 \frac{gr}{cm^3}$ y la segunda con $1,42 \frac{gr}{cm^3}$. Dada la ecuación de la velocidad terminal de sedimentación 2.39 se puede ver que existe una baja diferencia de densidades, además de una alta viscosidad. Ello provoca que el tiempo en que una partícula desciende 1 centímetro sea del orden de días, y en la práctica significa que son neutralmente boyantes.. A pesar de ello, las pruebas del gráfico 4.8 indican que existe un ascenso inicial, que probablemente se deba a la diferencia de temperatura entre la mezcla y el reómetro. Y luego existe una leve disminución del torque después de los 500 segundos, la que no se debe a la sedimentación de partículas.

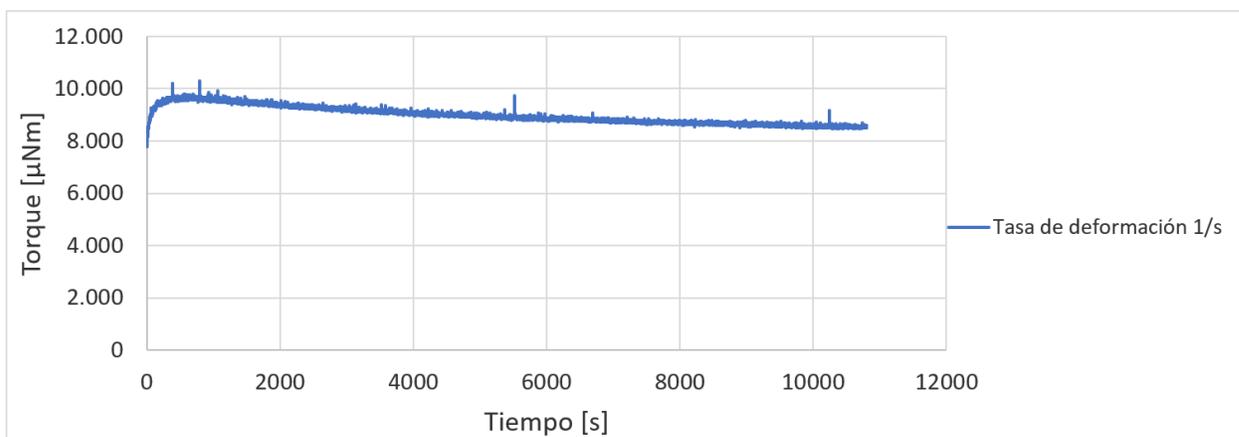


Figura 4.8: Serie temporal de torque con una concentración en volumen de sólidos de 10 % a temperatura de 18°C

Al extraer el equipo, no habían partículas al fondo de la copa, como pasa cuando el material efectivamente sedimenta. Este efecto probablemente se debe a que las partículas se segregan a la parte inferior y superior del reómetro; debido a que existen tasas de deformación menores en esas zonas.

4.4. Aplicaciones del modelo

En esta sección se aplicará el modelo anteriormente explicado a 3 casos. Estos son:

- Miel con microesferas de vidrio a 60°C
- Glicerina con resina a 18°C
- Glicerina con microesferas a temperatura ambiente

A continuación, se muestra en la tabla 4.1 los números adimensionales de Reynolds, de Peclet y de Taylor para ver que se cumplen los criterios mínimos. En anexos, sección de resultados experimentales, están los datos que fueron obtenidos a partir del reómetro sin modificaciones.

Tabla 4.1: Números adimensionales para microesferas con miel, resina con glicerina y microesferas con glicerina. Las definiciones de estos números están en la sección 2.2.4

	Número de Peclet	Número de Reynolds de partículas	Número de Taylor	Taylor crítico
Microesferas con miel	1,34,E+10	2,60E-09	0,0027	2396,2
Resina con glicerina	1,89,E+12	4,15E-08	0,0086	2396,2
Microesferas con glicerina	9,31,E+09	2,21E-06	1723,7	2396,2

Para construir en base al modelo de la ecuación 4.14 se utilizarón como datos el tamaño de partículas medido por tamices, la geometría del reómetro, la densidad de líquido y sólido medido por picnometría y por último la viscosidad de mezcla y de líquido que entregan los datos experimentales. Cabe destacar que se debería calcular la viscosidad de la mezcla de forma aparte, midiendo las concentraciones C_1 y C_2 y utilizando la ecuación de Kregier-Dougherty para deducir la viscosidad de las mezclas, pero no existe la disponibilidad en laboratorio para medir ambas concentraciones. Por ende, para comprobar que el modelo está funcionando correctamente se comparará estos valores medidos con la concentración de la preparación de la muestra.

4.4.1. Glicerina con microesferas de vidrio

Se realizaron varias pruebas entre tasas de deformación de 100 s^{-1} y 300 s^{-1} , donde la única que cumple con el criterio de vórtices de Taylor es la primera. En estas pruebas se utilizó microesferas de vidrio, con granulometría mostrada en la tabla 3.3 sin tamizado y

como líquido una mezcla de glicerina en un 70 % y de agua en un 30 %. Esta prueba se realizó a temperatura ambiente y no se hizo una prueba de sedimentación en paralelo.

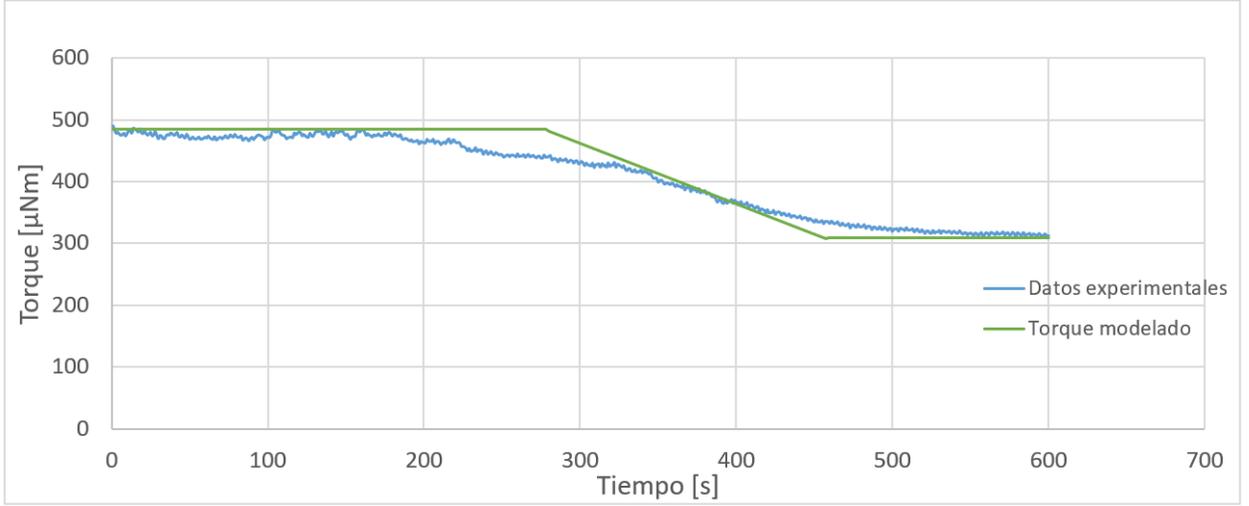


Figura 4.9: Modelación de la sedimentación de microesferas en glicerina a temperatura ambiente, a CV de microesferas de 10 %,de glicerina de un 63 % y de agua un 27 %, con una tasa de deformación de 100 s^{-1}

En el gráfico 4.9 se puede ver que existen dos cambios en la pendiente experimental, el primer cambio de pendiente comienza en el segundo 190 y el segundo inicia en el segundo 320. Mientras que la disminución del torque modelado empieza en el segundo 250, lo que corresponde a t_2 . Por otro lado, el valor teórico de t_3 es menor a lo que muestran los datos experimentales, donde la pendiente experimental es menor a la pendiente modelada. Entra en discusión cuál es la razón de los dos cambios de pendiente en los datos experimentales, las cuáles se pueden deber a que el modelo no es válido, o bien que existe más de una tasa de sedimentación de microesferas debido a la granulometría de la tabla 3.3; donde se opina que la segunda causa es la más probable.

La concentración en volumen de partículas calculada a partir de la ecuación de Kreiger-Dougherty 2.3 da un valor de 12,7 %, lo que corresponde a una concentración mayor que la preparada (10 %). Para calcular este valor, se despejó C_v de la ecuación 2.3 como se muestra en la ecuación 4.15 y se reemplazó los valores ϕ_m por 0,63; $[\eta]$ por 3, μ_l por la viscosidad del líquido leída al final del experimento, cuyo valor es de 18,6 mPa s; y la viscosidad de la mezcla al inicio del experimento, cuyo valor es de 29,2 mPa s.

$$C_v = \phi_m \left(1 - \left(\frac{\mu}{\mu_l} \right)^{-\frac{1}{[\eta]\phi_m}} \right) \quad (4.15)$$

En el gráfico 4.10 se puede ver el cambio de la viscosidad en el tiempo, donde esta tiene una forma idéntica a la de torque, mostrado en el gráfico 4.9. Esto se debe a que el paso de torque a esfuerzo de corte solo depende de la geometría del equipo, y al dividir por la tasa de deformación de 5 s^{-1} se tiene que el comportamiento será el mismo al torque.

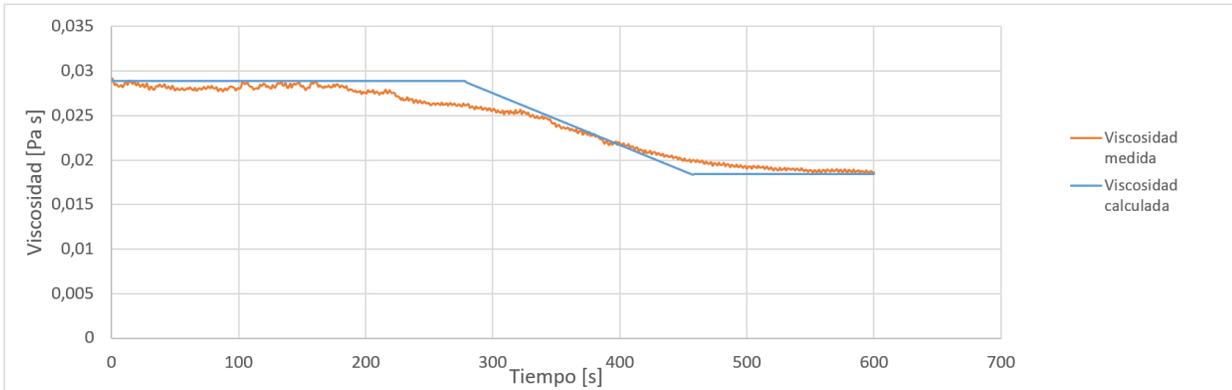


Figura 4.10: Viscosidad de microesferas en glicerina a temperatura ambiente, a CV de microesferas de 10 %,de glicerina de un 63 % y de agua un 27 %, con una tasa de deformación de 100 s^{-1}

4.4.2. Glicerina con partículas de resina

Se realizaron 2 pruebas en el reómetro a partir de una muestra de 10 % de resina y un 90 % de glicerina, a temperatura ambiente. La primera prueba se realizó a una tasa de deformación de 5 s^{-1} , y la segunda a 10 s^{-1} . La resina no fue tamizada ni molida y por ello tiene una granulometría como se indica en la tabla 3.2, lo que produce un mayor error en el cálculo de los parámetros debido a que no existe un solo tamaño, y por ende se desconoce el tamaño de partícula para calcular la velocidad de sedimentación y así modelar el torque. Para modelar, se utilizó un tamaño de partícula de $450 \mu\text{m}$, orientándolo a la fracción más fina debido a su sedimentación más lenta. Tampoco se controló la temperatura del sistema, realizando ambas pruebas en días distintos lo que produce viscosidades de líquido diferentes.

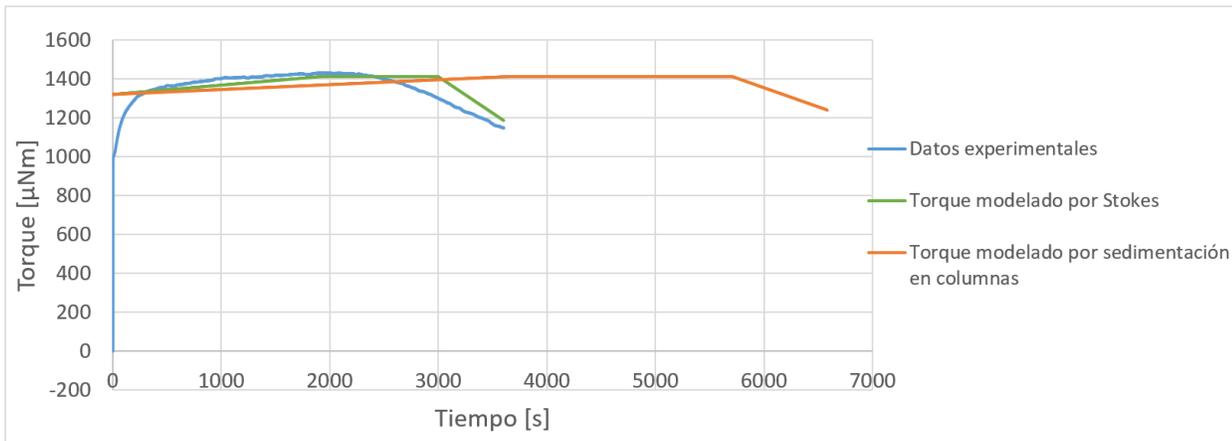


Figura 4.11: Modelación de la sedimentación de resina en glicerina a temperatura ambiente, a Cv de resina de una 10 % y de glicerina de un 90 %, con una tasa de deformación de 10 s^{-1}

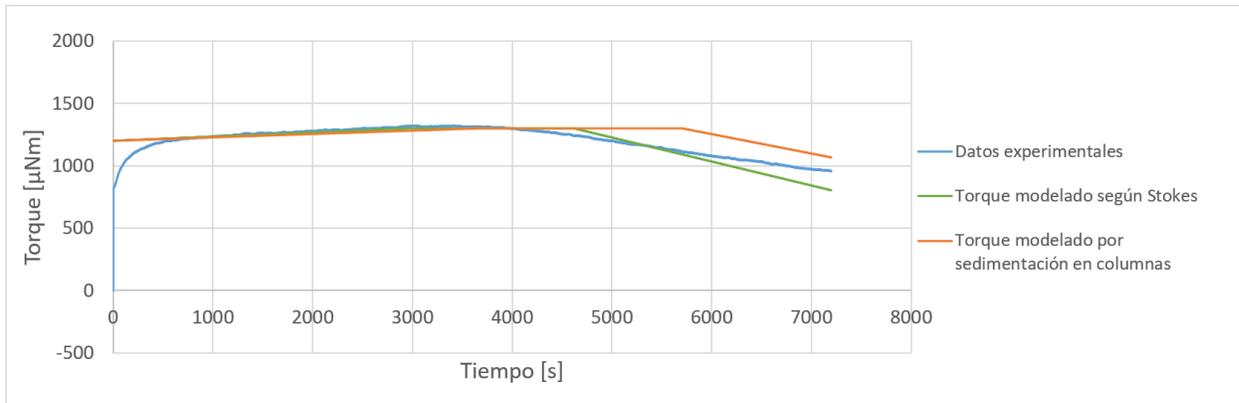


Figura 4.12: Modelación de la sedimentación de resina en glicerina a temperatura cambiante, a Cv de resina de una 10 % y de glicerina de un 90 %, con una tasa de deformación de 5 s^{-1}

Debido a que el tiempo de la prueba no fue lo suficientemente largo, se realizaron otras pruebas en el reómetro para medir la viscosidad del líquido, donde la primera se hizo a una tasa de deformación constante de 10 s^{-1} y la segunda a 5 s^{-1} . Entregando valores de viscosidad de $0,415 \text{ Pa s}$ y de $0,875 \text{ Pa s}$ respectivamente. Donde ambas pruebas se realizaron en días diferentes. Se cree que la diferencia de viscosidades presentadas se debe a que se realizaron en días distintos, variando la temperatura del día y por ende la viscosidad. Además, las pruebas en columna en este caso fueron realizadas para este experimento se hicieron a temperatura ambiente, lo que implica un error sustancial en la medición por una velocidad de sedimentación diferente a lo que se obtiene en el reómetro debido a diferencias de temperatura.

Cabe destacar que el gráfico 4.12 presenta valores similares entre la prueba de sedimentación en columna con lo visto según la sedimentación de Stokes, donde ambas tienen una pendiente similar después de sus tiempos característicos t_2 , pero el reómetro muestra una pendiente mucho más suave.

A partir de los datos experimentales se calculó la concentración en volumen que corresponde a la viscosidad medida por el equipo utilizando la ecuación 4.15. Para la prueba con tasa de deformación de 5 s^{-1} , las concentraciones de partículas Cv_1 y Cv_2 entregan valores de 15,9 % y de 13,9 % respectivamente. Utilizando valores de ϕ de 0,63, de $[\eta]$ de 3 y viscosidad del líquido μ_l , de $0,875 \text{ Pa s}$; la viscosidad de la mezcla en el caso de Cv_1 de 15,9 % fue de $1,56 \text{ Pa s}$ y en el caso de Cv_2 fue de $1,44 \text{ Pa s}$; donde el primero se sacó como el promedio de la viscosidad entre los segundos 3000 y 4000, donde la viscosidad tenía su máxima expresión. Y la segunda se sacó a partir de la viscosidad de mezcla del segundo 500, donde este es el primer tiempo que no está sujeto a cambios de temperatura del sistema.

En el caso de la prueba con tasa de deformación de 10 s^{-1} , la concentración de partículas Cv_1 y Cv_2 es de 18,9 % y de 17,5 %. Donde se utilizó los valores de ϕ de 0,63, de $[\eta]$ de 3 y viscosidad del líquido de $0,415 \text{ Pa s}$; la viscosidad de la mezcla para Cv_1 y Cv_2 fueron de $0,85 \text{ Pa s}$ y de $0,79 \text{ Pa s}$, ambos medidos a partir de los datos experimentales como en el caso anterior.

En todos los casos la concentración de partículas calculada a partir de los datos experimentales fue mayor a la preparada. Se cree que esto se debe al efecto mencionado por Chow, donde debiese incorporar en este modelo una cuarta concentración además de C_1 , C_2 y C_0 que corresponda a lo que está debajo del cilindro interior. Esto se debe a que las fotos tomadas por Chow en su trabajo muestran que en la zona inferior del reómetro prácticamente no presentan partículas debido al esfuerzo de corte aplicado; y al ser la partículas de resina de un tamaño de $400 \mu\text{m}$ aproximadamente, los efectos de segregación hidrodinámica por cargar la copa en el reómetro serán mayores que en otros casos, donde las partículas miden $100 \mu\text{m}$ de diámetro.

En el gráfico 4.13 y 4.14 se muestran los gráficos de viscosidad en el tiempo para las pruebas de resina con tasa de deformación de 5 s^{-1} y de 10 s^{-1} . Donde la viscosidad en el primer caso es mayor que en el segundo, y el tiempo en que se demora la prueba a 10 s^{-1} en comenzar a sedimentar es la mitad que el de la prueba a 5 s^{-1} , lo que es acorde a que la viscosidad de la prueba de 10 s^{-1} sea la mitad que la de la prueba de 5 s^{-1} .

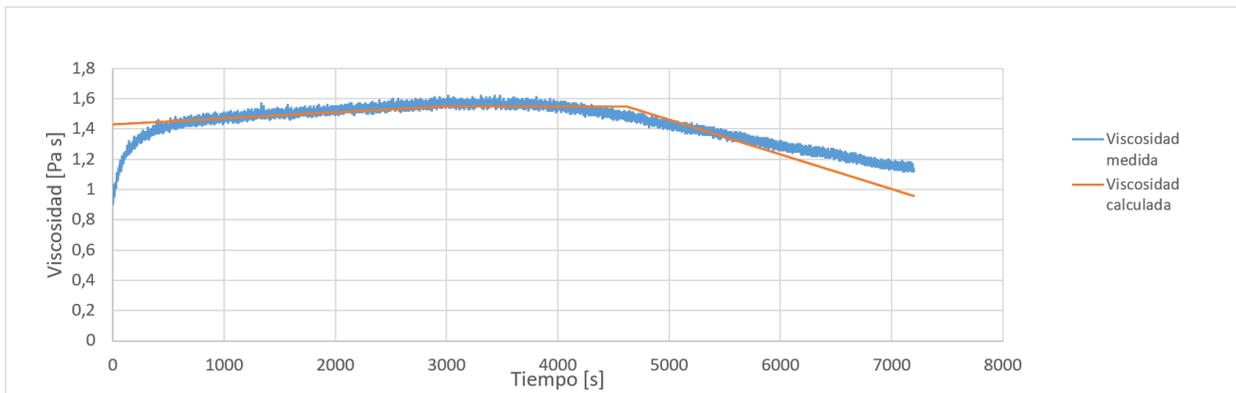


Figura 4.13: Viscosidad de resina en glicerina a temperatura ambiente, a CV de resina de 10 %, de glicerina de un 90 % con una tasa de deformación de 5 s^{-1}

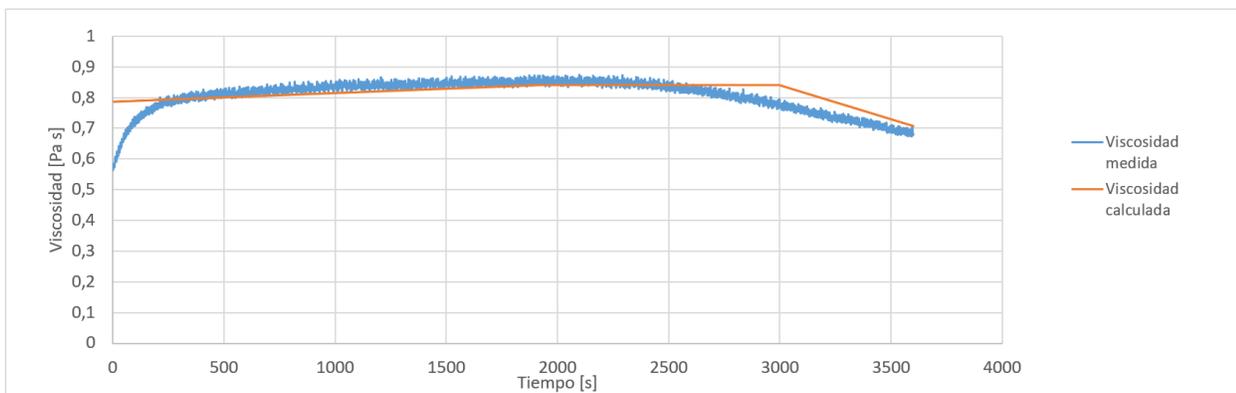


Figura 4.14: Viscosidad de resina en glicerina a temperatura ambiente, a CV de resina de 10 %, de glicerina de un 90 % con una tasa de deformación de 10 s^{-1}

4.4.3. Miel con microesferas de vidrio

En este experimento se trabajó con concentraciones en volumen de un 10 % de microesferas y un 90 % de miel, a temperatura de 60°C. Preparándose un litro de muestra total para realizar una prueba de sedimentación en columna por un lado, y por otro para ser ingresada al reómetro; siendo previamente calentada para disminuir los errores vistos por diferencias de temperatura en el gráfico 4.7. La sedimentación en probeta fue medida dentro de un horno, que está a 60°C para eliminar posibles incongruencias entre la viscosidad del líquido entre la prueba de columna y en el reómetro, aunque hubo dificultad para estimar la velocidad de sedimentación debido a que no se pudo visualizar una separación entre fases, calculando la tasa de sedimentación a partir del sedimento lo que conlleva a errores por la concentración crítica utilizada. Debido al ruido en los valores de torque obtenidos experimentalmente, se utilizó una media móvil para facilitar la modelación.

En el gráfico 4.15 se muestran los datos experimentales obtenidos en el reómetro, donde se puede observar que los datos experimentales coinciden en mayor medida con los datos modelados por la sedimentación de Stokes, y tiene valores distintos al torque modelado por la velocidad de sedimentación medida.

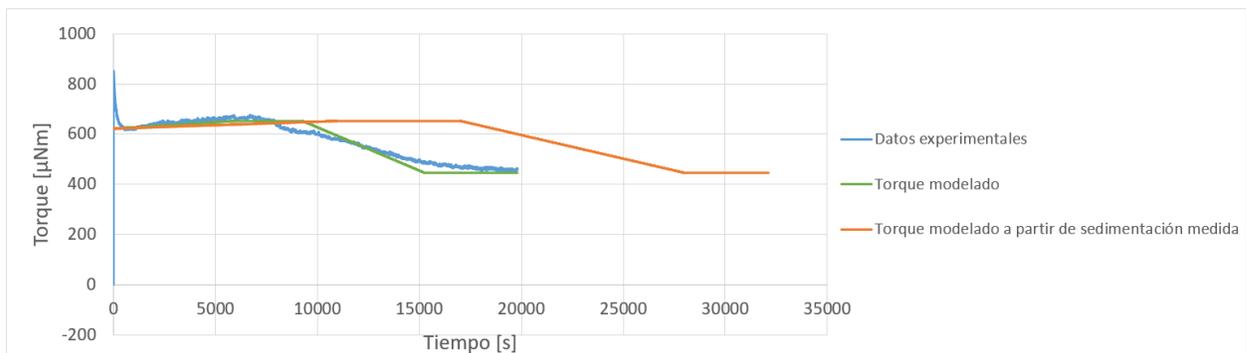


Figura 4.15: Modelación de la sedimentación de microesferas en miel a temperatura controlada a 60°C, a Cv de microesferas de 10 % y un Cv del 90 % de miel, a tasa de deformación de 5 s⁻¹

Del gráfico 4.15 se puede ver que los tiempos característicos t_1 y t_2 , ambos calculados a partir de las velocidades de sedimentación de Stokes como se vió en las ecuaciones 4.1 y 4.4, son similares con los tiempos de los datos experimentales; mientras que estos tiempos resultan el doble de largos para la velocidad de sedimentación medida en columnas, donde no calza con el modelo propuesto. Los tiempos t_1 y t_2 calculados a partir de la geometría y de la velocidad de sedimentación de Stokes dan valores de 5971 segundos y de 9272 segundos, mientras que el valor máximo de los datos experimentales se extiende entre los segundos 5600 y 8000; donde existe una diferencia de 400 segundos en el primer caso y de 1300 segundos en el otro caso. Con un error de 7 % y de 16 % respectivamente. El valor de t_3 es de 15243 y el valor experimental es de 18000 segundos, con un error de 15 %.

Por otro lado, la pendiente después de t_2 de los datos modelados con la sedimentación en columnas coincide con la pendiente medida experimentalmente, pero no son similares a la

pendiente según Stokes. Ello sugiere que mayores avances se deben hacer en el modelo después de t_2 , donde en los tres casos vistos la pendiente del modelo teórico dada la sedimentación de Stokes no coincide con la pendiente experimental en los gráficos.

Utilizando la ecuación de Kreiger-Dougherty 4.15 se calculó la concentración en volumen de partículas a partir de la viscosidad del fluido, cuyo valor es de 0,54 Pa s, de la viscosidad de la mezcla y una concentración crítica de empaquetamiento de 0,63 y de viscosidad intrínseca de 3; donde el valor de la viscosidad de C_1 es de 0,78 Pa s, medida a partir del promedio entre los segundos 5600 y 8300 donde el torque alcanza su máximo valor y se mantiene estable, y la viscosidad de la mezcla C_2 corresponde a la del segundo 1000, primer punto que se cree que no está afectado por los cambios de temperatura. Los valores obtenidos de C_1 y de C_2 de 0,109 y 0,097 respectivamente, donde al realizar un balance de masa según la ecuación 4.16 se obtuvo una concentración de la muestra de un 10 %. Esto sugiere que si existe una diferencia entre las concentraciones de la parte superior del reómetro con respecto al resto del equipo, supuesto utilizado en el modelo.

$$C_1 V_{total} = C_1 V_{superior} + C_2 V_{cc} \quad (4.16)$$

La viscosidad de la miel en el tiempo se puede ver en el gráfico 4.16.

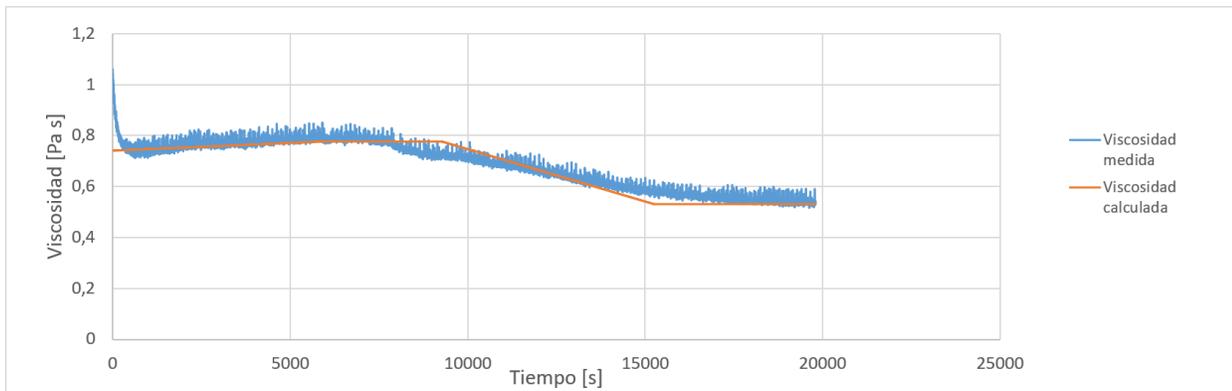


Figura 4.16: Viscosidad de microesferas en miel a temperatura controlada a 60°C, a C_v de microesferas de 10 % y un C_v del 90 % de miel, a tasa de deformación de 5 s^{-1}

4.4.4. Comparación entre experimentos

Para poder comparar entre los experimentos se utilizaron 3 variables, para el tiempo se dividió por el tiempo característico t_2 , que fue tomado a partir de la sedimentación de Stokes. Para el eje de las ordenadas, se calculó un valor de torque T_1 a partir de la multiplicación entre el esfuerzo de corte y la geometría del equipo como se muestra en la ecuación 2.18; donde el esfuerzo de corte se calculó como la multiplicación entre la tasa de deformación y la viscosidad obtenida a partir de la ecuación de Kreiger-Dougherty 2.3, que utilizó como parámetros la concentración de la solución preparada (10 % en todos los casos), la viscosidad del líquido respectivo a cada caso, un exponente de -2 y un valor de ϕ_m de 0,63. En resumen, la forma de calcular T_1 se muestra en la siguiente ecuación:

$$T_1 = 2\pi r^2 \dot{\gamma} \eta_l \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-[\eta]\phi_m} \quad (4.17)$$

donde el valor T_1 divide el torque en los 4 casos, dando como resultado el gráfico 4.17.

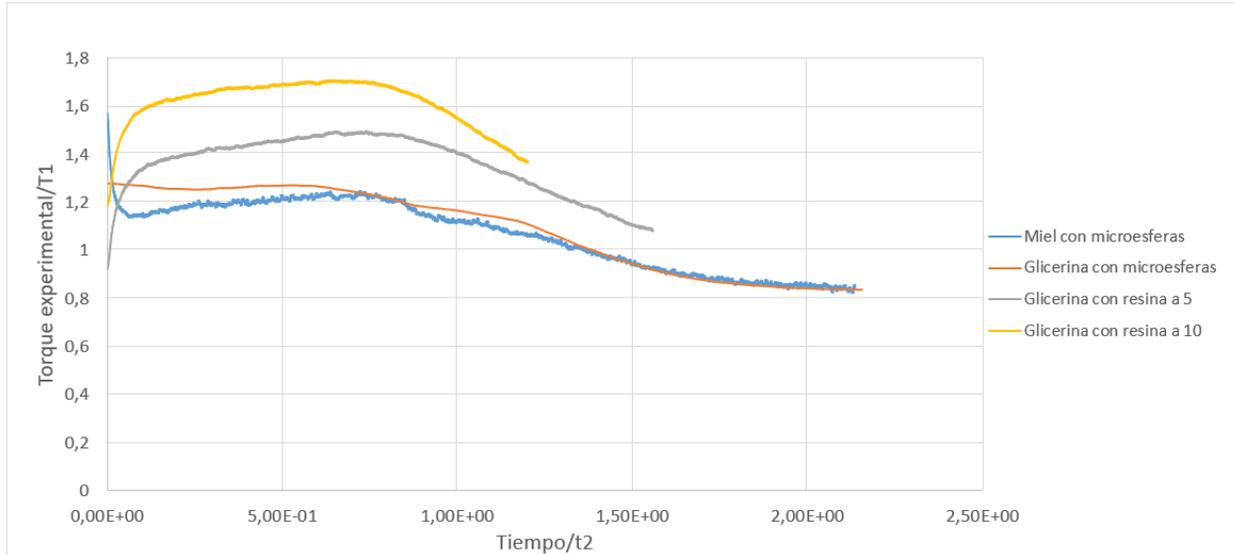


Figura 4.17: Comparación entre los experimentos: miel con glicerina a tasa de deformación de 5 s^{-1} , glicerina con microesferas a una tasa de deformación de 100 s^{-1} , y glicerina con resina a tasas de deformación de 5 s^{-1} y de 10 s^{-1} . Cuyo tiempo fue dividido por el tiempo característico t_2 de cada experimento y el valor de torque obtenido experimentalmente fue dividido a partir del torque T_1 calculado a partir de la ecuación de Kreiger-Dougherty, la tasa de deformación y la geometría del equipo

En el gráfico 4.17 se puede ver que en el caso de las microesferas se tienen resultados similares, donde las pendientes después de los tiempos característicos son idénticas al utilizar T_1 y t_2 , ello indica que independiente del líquido (miel o glicerina) y el tiempo del experimento se llega a resultados similares, y por ende los tiempos característicos t_1 y t_2 son capaces de explicar la sedimentación que ocurre en el equipo, tanto en la fase inicial donde el torque se mantiene constante como en el momento que el torque decrece paulatinamente. Por otro lado, la diferencia entre la resina y el resto de los datos se puede deber a dos causas; la primera es una mala elaboración de la mezcla, donde la concentración real es de 15% de partículas y no de un 10% como fue sugerido en el gráfico. Y la segunda posible causa es por el poco control sobre la temperatura, en que la viscosidad del líquido está infravalorado lo que lleva a un erróneo cálculo de T_1 . Si se aumenta la concentración en volumen a un 15% en los dos casos de resina para calcular la viscosidad a partir de la ecuación de Kreiger-Dougherty se obtiene el gráfico 4.18.

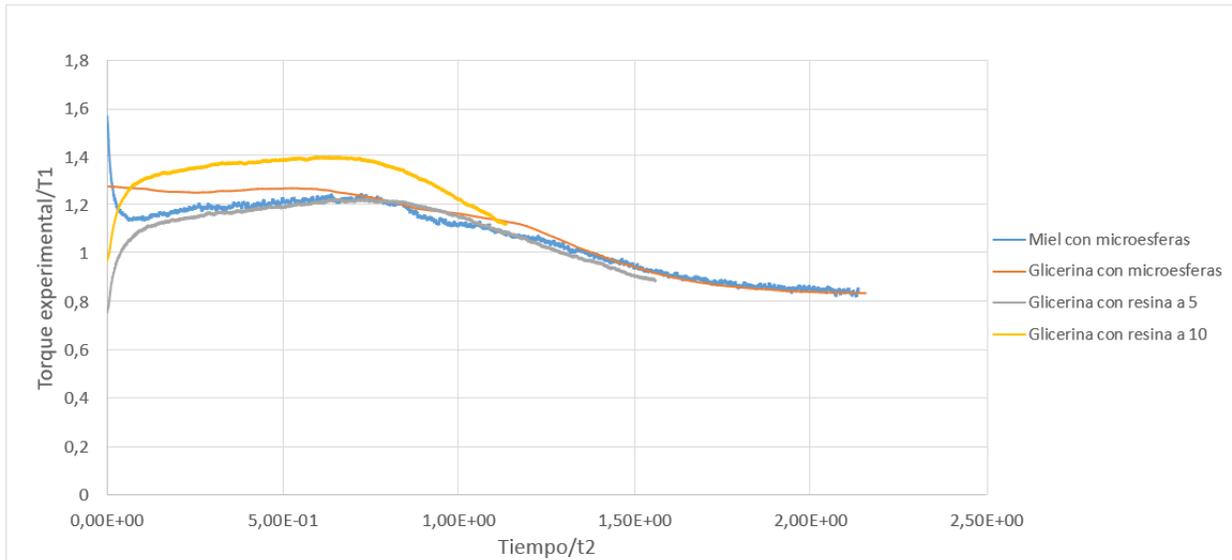


Figura 4.18: Comparación entre los experimentos: miel con glicerina a tasa de deformación de 5 s^{-1} , glicerina con microesferas a una tasa de deformación de 100 s^{-1} , y glicerina con resina a tasas de deformación de 5 s^{-1} y de 10 s^{-1} . Cuyo tiempo fue dividido por el tiempo característico t_2 de cada experimento y el valor de torque obtenido experimentalmente fue dividido a partir del torque T_1 calculado a partir de la ecuación de Kreiger-Dougherty, la tasa de deformación y la geometría del equipo, donde se aumentó los valores de concentración en volumen de partículas para la resina desde un 10 % a un 15 %

Sea el gráfico 4.17 o 4.18, el tiempo característico de vaciado t_2 se ajusta adecuadamente a todos los experimentos, lo que demuestra consistencia en su uso y una respuesta adecuada para explicar la sedimentación en el equipo, en que el supuesto en que la parte superior supe partículas de sólido de forma constante es correcto.

Por otra parte, se compara entre experimentos al dividir los valores de torque de los datos experimentales por los valores de torque calculados a partir de la ecuación 4.14. Para el eje de las abscisas se dividirá el tiempo por t_2 , para que los tiempos de diferentes experimentos sean comparables. El gráfico 4.19 muestra las comparaciones entre experimentos.

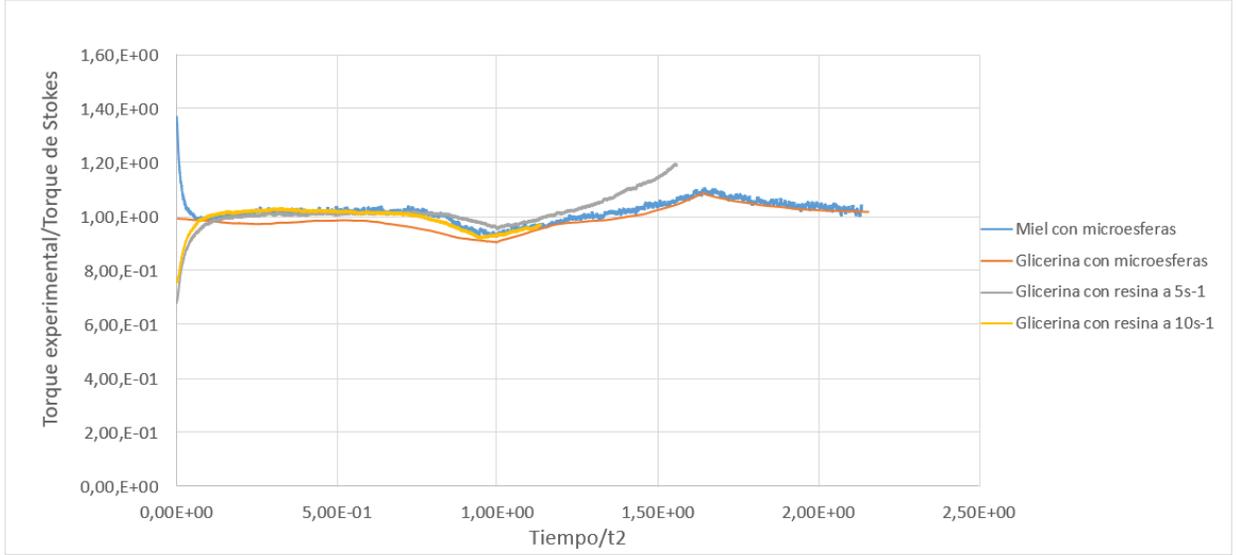


Figura 4.19: Comparación entre experimentos y modelo calculado por Stokes

En este gráfico se observa que el comportamiento de todas las curvas son similares, en que en todos los casos se tiene un error menor al 5% hasta el tiempo t_2 , donde el torque experimental es menor que el torque modelado por Stokes; luego, la razón entre los datos experimentales y los datos modelados aumenta hasta obtener valores de 1,1 aproximadamente. Debido a que los errores son idénticos en tres de los 4 casos, es altamente probable que no se estén agregando variables importantes al problema. Un ejemplo de esto es la migración de partículas, que puede verse en el gráfico 4.8; otro ejemplo es que el modelo no incorpora una distribución granulométrica y considera solo partículas monotamaño, donde t_2 puede verse afectado a la velocidad de sedimentación de las partículas de mayor tamaño mientras que t_3 puede estar en función de las partículas de menor tamaño y los valores de torque entre ambos no sea una línea recta como sugiere el modelo, sino una curva que esta formada por la sedimentación de diversos tamaños de partículas.

Para comprobar que el modelo utilizado según la ecuación 4.14 sea de esta manera, sería necesario probar con materiales estrictamente monotamaños para descartar el efecto que tiene la distribución granulométrica. Por otro lado, la migración de partículas requiere ser modelada y entendida para poder separarla del efecto de la sedimentación.

La viscosidad puede ser modelada al dividir las ecuaciones en 4.14 por $2\pi r_i^2 \dot{\gamma} L$, lo que da como resultado las expresiones 4.18, con η_m la viscosidad modelada.

$$\eta_m = \begin{cases} \mu_1 \frac{V_T}{L} t + \mu_2 (1 - \frac{V_T}{L} t) & \text{si } t < t_1 \\ \mu_1 & \text{si } t_1 \leq t \leq t_2 \\ \mu_1 (1 - \frac{V_T}{L} (t - t_2)) + \mu_l (\frac{V_T}{L} (t - t_2)) & \text{si } t_2 < t < t_3 \\ \mu_l & \text{si } t \geq t_3 \end{cases} \quad (4.18)$$

Al recordar que el tiempo característico t_1 se puede escribir como $\frac{L}{V_T}$, la ecuación nos

queda:

$$\eta_m = \begin{cases} \mu_1 \frac{t}{t_1} + \mu_2 \left(1 - \frac{t}{t_1}\right) & \text{si } t < t_1 \\ \mu_1 & \text{si } t_1 \leq t \leq t_2 \\ \mu_1 \left(1 - \frac{(t-t_2)}{t_1}\right) + \mu_l \left(\frac{(t-t_2)}{t_1}\right) & \text{si } t_2 < t < t_3 \\ \mu_l & \text{si } t \geq t_3 \end{cases} \quad (4.19)$$

Si se considera que μ_1 es la viscosidad real de la mezcla y que la viscosidad modelada es igual a la viscosidad leída en los experimentos, se puede despejar el valor de μ_1 en el caso que $t_2 < t < t_3$ lo que queda expresado en la ecuación 4.20.

$$\mu_1 = \frac{\eta_e - \mu_l \left(\frac{(t-t_2)}{t_1}\right)}{1 - \frac{(t-t_2)}{t_1}} \quad (4.20)$$

Al utilizar la ecuación 4.20 en los 4 casos experimentales, se obtienen los gráficos 4.20, 4.21, 4.22 y 4.23. El problema de la ecuación es que cuando el tiempo tiende hacia el tiempo característico t_3 , el denominador tiende a 0 debido a que es la suma de los tiempos característicos t_1 y t_2 (ver ecuación 4.6).

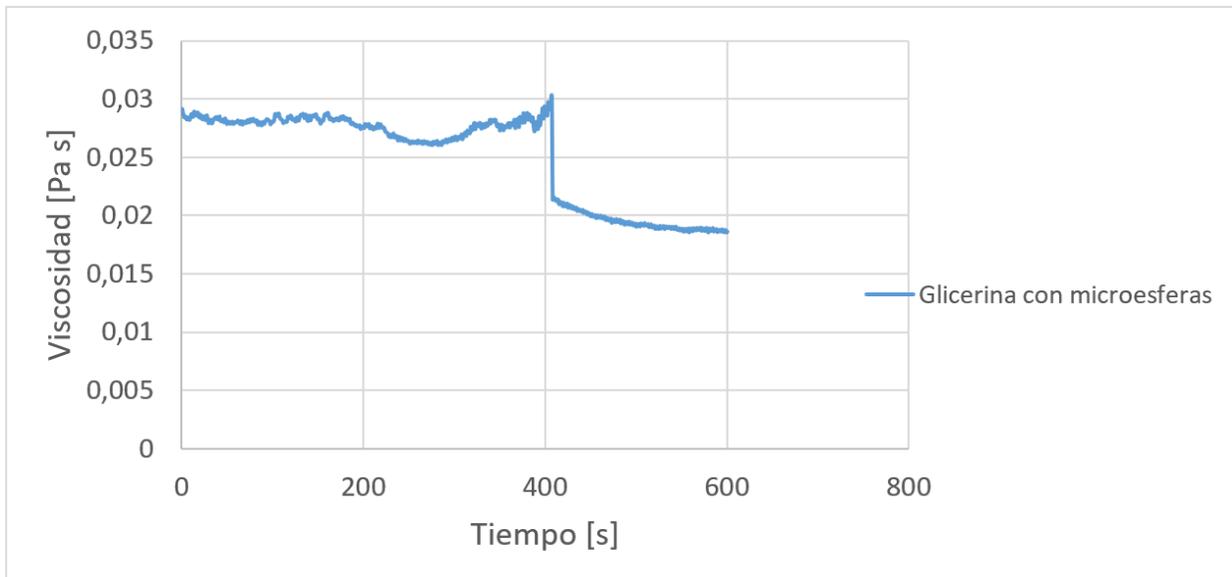


Figura 4.20: Viscosidad corregida para el caso de glicerina con microesferas a una tasa de deformación de 5 s^{-1}

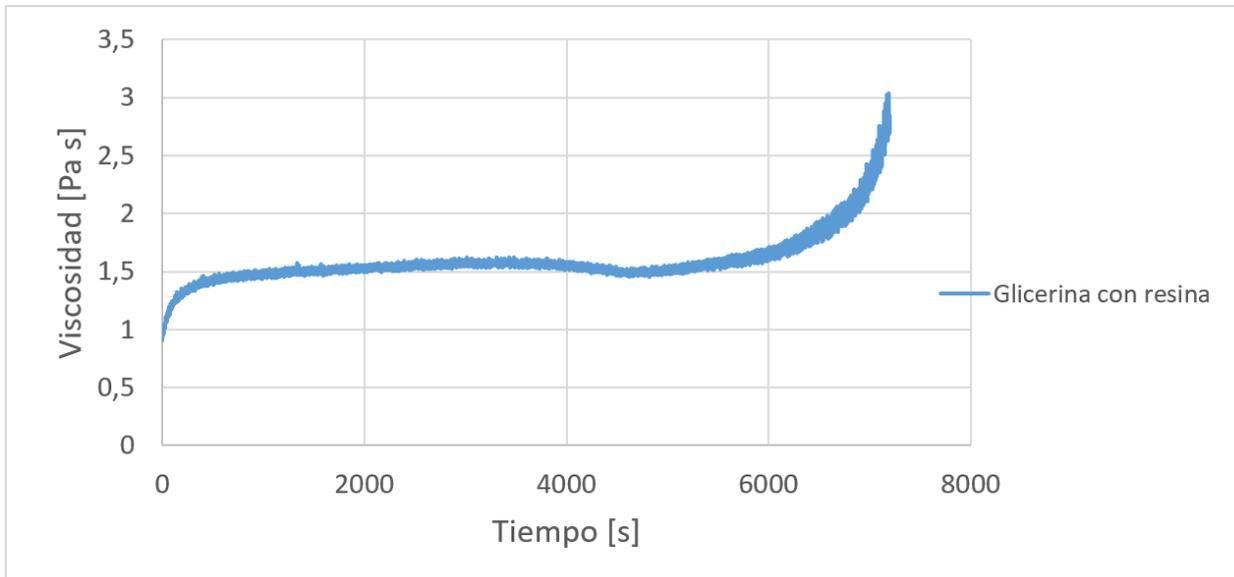


Figura 4.21: Viscosidad corregida para el caso de resina con glicerina con tasa de deformación de 5 s^{-1}

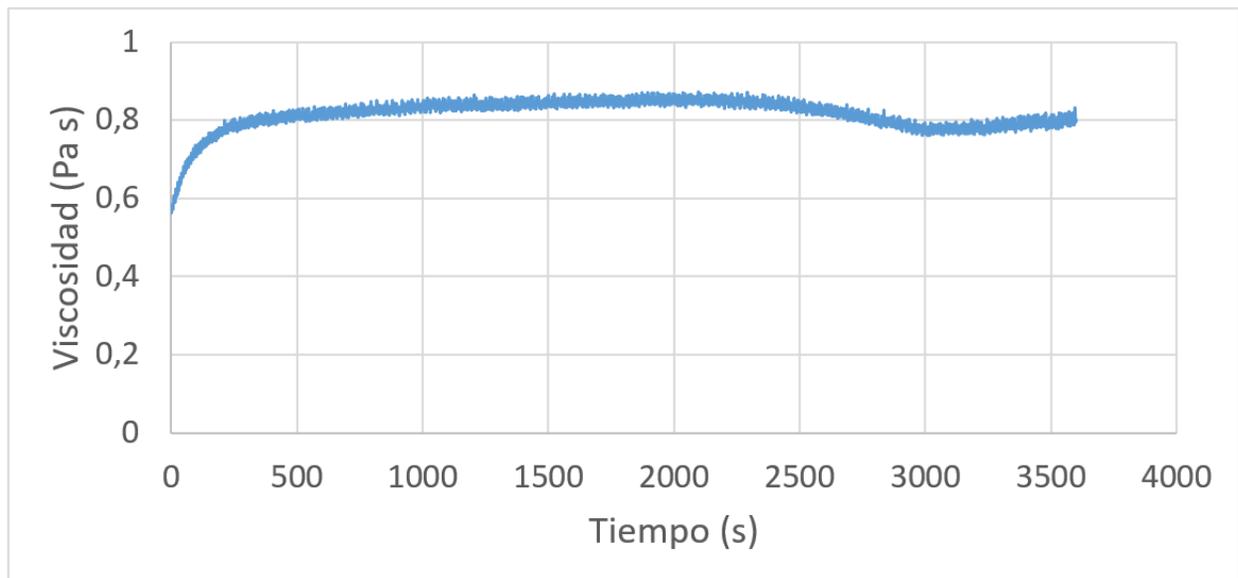


Figura 4.22: Viscosidad corregida para el caso de resina con glicerina con tasa de deformación de 10 s^{-1}

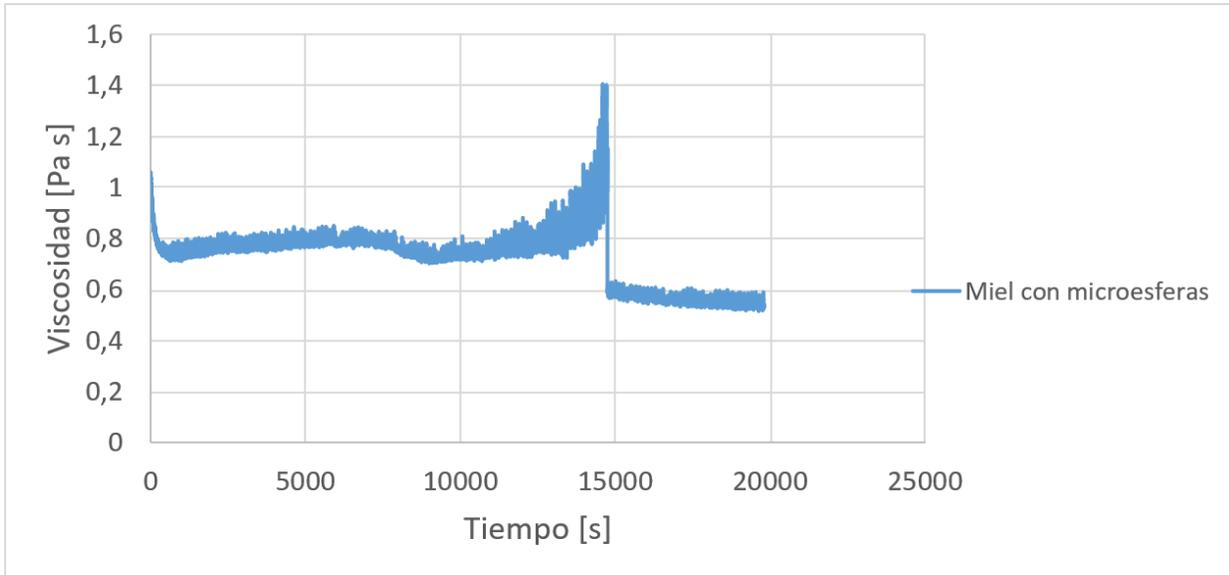


Figura 4.23: Viscosidad corregida para el caso de miel con microesferas a una tasa de deformación de 5 s^{-1}

4.4.5. Impacto de la sedimentación en las mediciones reológicas

En la industria minera se realizan pruebas en que se aumenta la tasa de deformación de forma lineal con el tiempo para evaluar la viscosidad de una suspensión; en que si se mide en tiempos muy largos, el torque ejercido por el equipo tendrá un valor menor que el que debería dar la muestra debido a la sedimentación del sólido, obteniendo una viscosidad de la muestra que no es representativa.

Para mostrar este efecto, se realizó una prueba con glicerina, agua y resina molida a un tamaño de $100 \mu\text{m}$ a tasa de deformación creciente y se la comparó con el valor modelado a partir de la sedimentación de Stokes, utilizando los tiempos característicos t_1 , t_2 y t_3 , la viscosidad del líquido μ_l , la viscosidad de la mezcla, cuya forma de medir será explicada a continuación, y la ecuación 4.19, donde se multiplica la viscosidad obtenida en esta última ecuación por la tasa de deformación para obtener el esfuerzo de corte. La prueba realizada con glicerina, agua y resina se preparó con concentraciones en volumen de un 60 %, 30 % y 10 % respectivamente; con una tasa de deformación que va desde 1 hasta 65 s^{-1} en un tiempo de 70 minutos.

Para medir la viscosidad de la mezcla, se realizaron 3 pruebas a tasas de deformación constante de 5 s^{-1} , 40 s^{-1} y 50 s^{-1} de la mezcla antes mencionada, donde se consiguieron 3 datos cuya ordenada es el máximo valor de esfuerzo de corte de cada prueba y la abscisa es la tasa de deformación de la prueba. A partir de los 3 puntos, se realizó una interpolación lineal que se puede ver en la figura 4.24 en la recta “Esfuerzo de corte por C1”. La viscosidad del sólido corresponde a la pendiente de la recta formada.

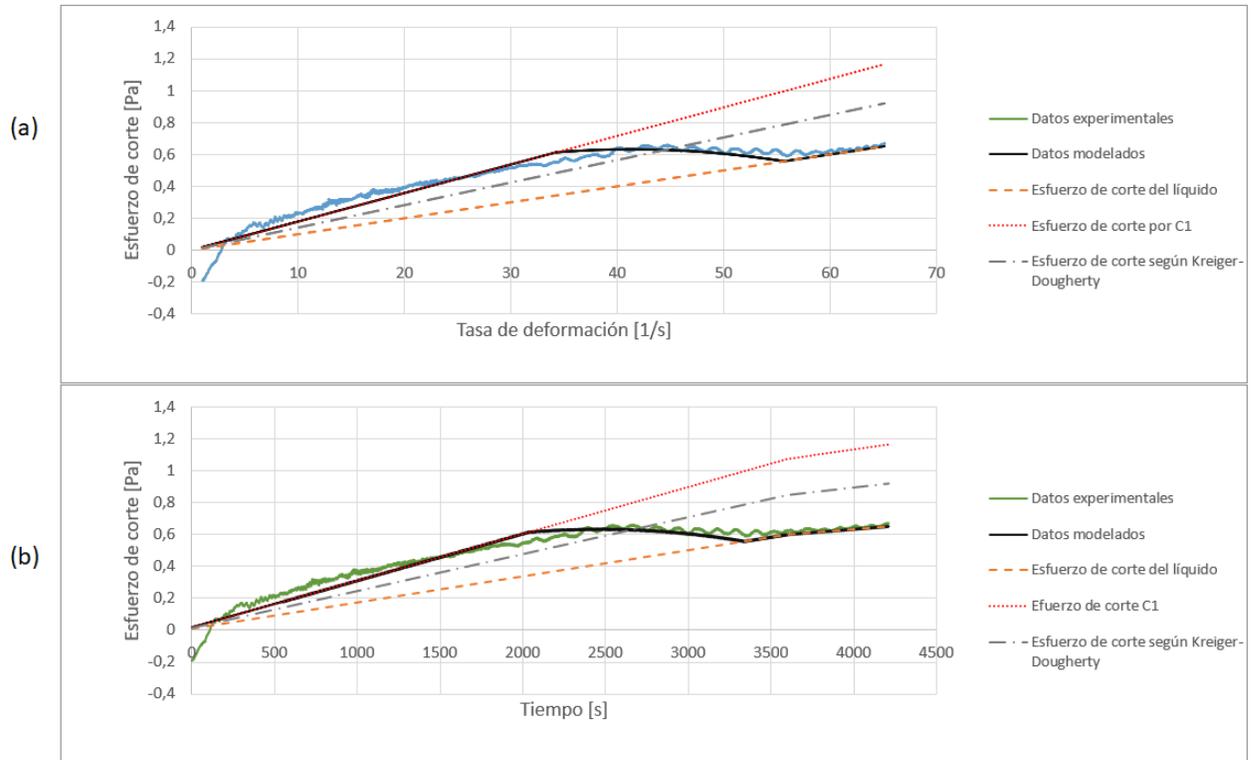


Figura 4.24: Prueba a tasa de deformación creciente entre 1 y 65 s^{-1} . En la parte a se muestra el esfuerzo de corte según la tasa de deformación y en la parte b se muestra el esfuerzo de corte en el tiempo

En la figura 4.24, se puede ver que ocurre un cambio en la pendiente de la viscosidad para una tasa de deformación de 40 s^{-1} en los datos experimentales y en $34,6 \text{ s}^{-1}$ en los datos modelados, lo que ocurre en un tiempo de 2337 y 2067 segundos respectivamente, con el último valor correspondiente al valor t_2 . Por otra parte, los datos experimentales cambian nuevamente su pendiente a una tasa de deformación de $55,6 \text{ s}^{-1}$ lo que corresponde al tiempo característico t_3 de 3336 segundos y los datos modelados cambian su pendiente a una tasa de deformación de 58 s^{-1} en un tiempo de 3476 segundos; con un error en t_2 y en t_3 de 13 % y de 4 % respectivamente. Además, los valores del esfuerzo de corte experimental son mayores que el esfuerzo que se debería obtener por la ecuación de Krieger-Dougherty, lo que es consistente con la segregación de partículas en la parte superior al cargar la copa en el reómetro.

Con estos resultados, se sugiere que se realicen mediciones en un tiempo menor a t_2 , para evitar posibles efectos de la sedimentación, tomando en cuenta que la muestra es heterogénea en el reómetro con mayores concentraciones en la parte superior. En caso que la sedimentación del sólido sea muy rápida, se sugiere que la medición de la viscosidad se realice en pruebas separadas, a tasa de deformación constante y se obtenga para cada tasa de deformación un valor de esfuerzo de corte de modo que se pueda deducir la viscosidad de la muestra ajustando una curva a los datos obtenidos; donde cada experimento debe durar menos que el tiempo t_2 sugerido.

Conclusiones

El modelo generado a partir de este trabajo tiene la fortaleza de establecer tiempos característicos que representan los puntos de inflexión en los datos experimentales. Además, propone una explicación a las variaciones en la viscosidad a lo largo de los experimentos.

La modelación del torque con respecto a los tiempos característicos t_1 y t_2 son precisos, e implican que el establecer un caudal de partículas que ingresa de forma constante a la zona de cilindros concéntricos es una aproximación adecuada a lo que esta pasando en la realidad. La razón entre t_1 y t_2 corresponde a la razón entre el volumen de la zona superior y la de medición, siendo estos tiempos característicos a la geometría del equipo y no dependen del resto de los factores.

Uno de los efectos de la sedimentación de partículas que se pueden ver en el trabajo para tiempos menores a t_2 es el leve incremento de torque, que se produce por una diferencia entre la concentración de la parte superior y la concentración entre cilindros. Esta debe ser atribuida, considerando el rango de concentraciones analizado, a una diferencia en la concentración y no a efectos de tixotropía. Si bien la concentraciones no pueden ser medidas directamente en el equipo, el uso de la relación de Kreiger-Dougherty para ajustar la viscosidad medida en los puntos críticos dan una referencia de las concentraciones en la parte superior e inferior.

Futuros trabajos requieren mejorar la sedimentación al tiempo t_3 , donde el presente modelo no es capaz de simularlo, dando valores de este tiempo menores a los que ocurren en los experimentos. Se cree que la incorrecta medición de t_3 se puede deber a dos razones: la primera corresponde a que los experimentos nunca fueron medidos realmente a partículas monotamaño, donde existe un rango de tamaños de partículas lo que provoca que t_1 y t_2 sean medidos a partir de un tamaño de partículas mayor que lo que debería ser medido para t_3 . La segunda razón tiene que ver con la migración de partículas, efecto que no fue incorporado al modelo y podría ser la causa de la mala medición de t_3 ; se sugiere introducir al modelo efectos de difusión hidrodinámica o un modelo ad-hoc que incluya esfuerzos normales para reducir las diferencias de t_1 , t_2 y t_3 en el modelo.

Otro tema que queda para futuros trabajos es la modelación de la temperatura y de la migración de partículas que afectan los primeros minutos de las pruebas, donde los datos en los tiempos iniciales no pueden ser modelados solo con sedimentación de partículas.

Además, conocer a priori como se distribuyen las partículas en el equipo permitiría relacionar la concentración en volumen de la muestra preparada con las concentraciones en volumen de las fases 1 y 2. Lo que permitiría mejorar el modelo y ampliar su uso para

corregir mediciones de suspensiones sedimentables.

Uno de los principales propósitos del trabajo realizado es establecer un tiempo óptimo de medición para suspensiones que sedimentan, en que sugiere que el tiempo óptimo es de t_2 para realizar una prueba de esfuerzo de corte a tasa de deformación creciente. Lo que ayuda a la elaboración de un protocolo estándar de medición de viscosidad.

La elaboración de un protocolo que logre aumentar el control sobre las variables fue logrado, donde tamizar mediante el Rotap, medir las densidades por picnometría y masar el contenido para elaborar las muestras otorga una mayor control sobre la concentración en volumen de la mezcla; por otro lado, el pre-acondicionamiento de agitar la muestra, ajustar su temperatura a la del reómetro y realizar pruebas de sedimentación con temperatura controlada ayudan a reducir el tiempo inicial de ajuste, aumentando la cantidad de datos útiles; además, permiten tener un mayor control sobre la viscosidad del líquido que es fundamental para realizar los análisis y donde se tuvieron las mayores diferencias en los experimentos de resina.

Capítulo 5

Bibliografía

- [Akroyd, 2004] Akroyd, T. J. (2004). Continuous Flow Rheometry for Settling Slurries.
- [Alderman, 2008] Alderman, N. (2008). Review of Methods for Measuring the “Viscosity” of Settling Suspensions. page 17.
- [Barnes, 2000] Barnes, H. A. (2000). *A handbook of elementary rheology*, volume 331.
- [Bienia et al., 2019] Bienia, M., Danglade, C., Lecomte, A., Brevier, J., and Pagnoux, C. (2019). Taylor–Couette vortex flow of ceramic dispersions. *European Journal of Mechanics, B/Fluids*, 75:279–285.
- [Chow et al., 1994] Chow, A. W., Sinton, S. W., and Iwamiya, J. H. (1994). Shear induced particle migration in Couette and parallelplate viscometers : NMR imaging and stress measurements Shear-induced particle migration in Couette and parallel-plate viscometers : NMR imaging and stress measurements. *Physics of Fluids*, pages 2561–2576.
- [Diamantonis et al., 2010] Diamantonis, N., Marinos, I., Katsiotis, M. S., Sakellariou, A., Papatthanasiou, A., Kaloidas, V., and Katsioti, M. (2010). Investigations about the influence of fine additives on the viscosity of cement paste for self-compacting concrete. *Construction and Building Materials*, 24(8):1518–1522.
- [Einstein, 1906] Einstein, A. (1906). *Ann. Phys. (Leipzig)*. 19:289–306.
- [Farrokhpay, 2012] Farrokhpay, S. (2012). The importance of rheology in mineral flotation: A review. *Minerals Engineering*, 36-38:272–278.
- [Frankel and Acrivos, 1967] Frankel, N. A. and Acrivos, A. (1967). On the viscosity of a concentrated suspension of solid spheres. *Chemical Engineering Science*, 22(6):847–853.
- [He et al., 2004] He, M., Wang, Y., and Forssberg, E. (2004). Slurry rheology in wet ultrafine grinding of industrial minerals: A review. *Powder Technology*, 147(1-3):94–112.
- [Klein et al., 1995] Klein, B., Laskowski, J. S., and Partridge, S. J. (1995). A new viscometer

- for rheological measurements on settling suspensions. *Journal of Rheology*, 39(5):827–840.
- [Marthinussen et al., 2014] Marthinussen, S. A., Chang, Y. F., Balakin, B., and Hoffmann, A. C. (2014). Removal of particles from highly viscous liquids with hydrocyclones. *Chemical Engineering Science*, 108:169–175.
- [Mewis, 1979] Mewis, J. (1979). Thixotropy - a general review. *Journal of Non-Newtonian Fluid Mechanics*, 6(1):1–20.
- [Phillips et al., 1992] Phillips, R. J., Armstrong, R. C., Brown, R. A., Graham, A. L., and Abbott, J. R. (1992). A constitutive equation for concentrated for shear-induced particle migration. *Physics of Fluids*, 4:30–41.
- [Rose et al., | Rose, D., Meadows, D. G., and Westendorf, M. Increaseing SAG mill capacity at the Coper Mountain Mine through the adition of a pre-crushing circuit. pages 289–307.
- [S. Mueller and Mader, 2009] S. Mueller, E. W. L. and Mader, H. M. (2009). The rheology of suspensions of solid particles. *Proceedings of the Royal Society*, 466(2116):1201–1228.
- [Shi and Napier-Munn, 2002] Shi, F. N. and Napier-Munn, T. J. (2002). Effects of slurry rheology on industrial grinding performance. *International Journal of Mineral Processing*, 65(3-4):125–140.
- [Stickel and Powell, 2003] Stickel, J. J. and Powell, R. L. (2003). Fluid Mechanics and Rheology of Dense Suspensions. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 37(1):129–149.
- [Wargadalam et al., 2002] Wargadalam, V. J., Norinaga, K., and Iino, M. (2002). Size and shape of a coal asphaltene studied by viscosity and diffusion coefficient measurements. *Fuel*, 81(11-12):1403–1407.

Capítulo 6

Anexos

6.1. Resultados experimentales

En esta sección se muestran los principales experimentos sin modificaciones. En la figura 6.1 se muestra el experimento de miel

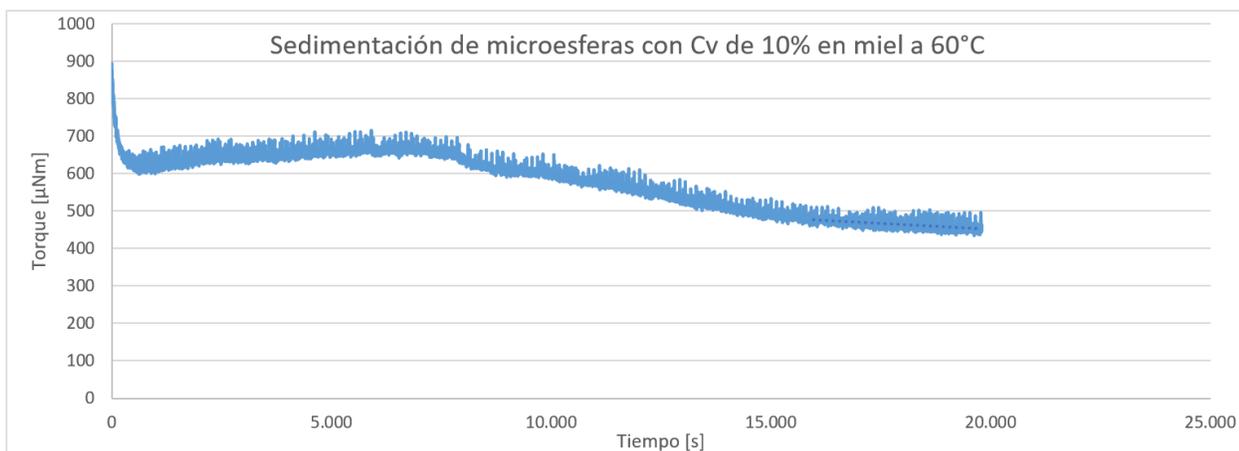


Figura 6.1: Sedimentación de microesferas en miel, sin modificaciones

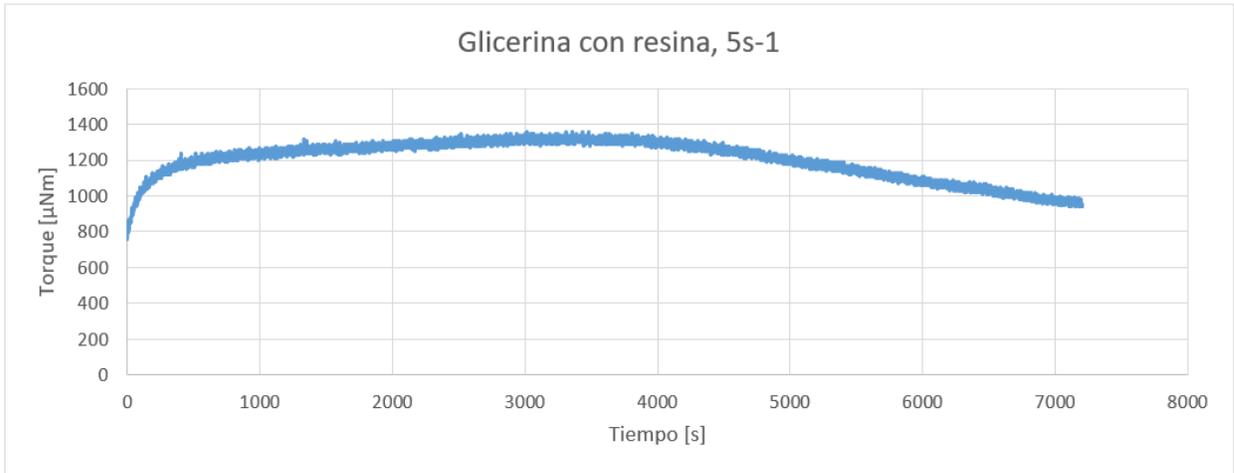


Figura 6.2: Sedimentación de resina en glicerina a tasa de defomración de 5 s-1, sin modificaciones



Figura 6.3: Sedimentación de resina en glicerina a tasa de defomración de 10 s-1, sin modificaciones

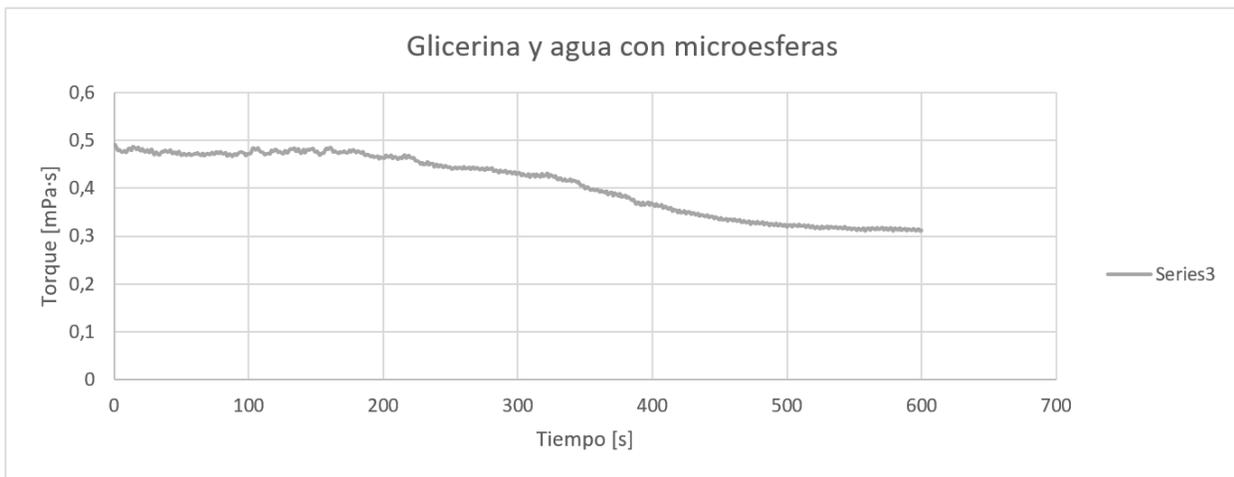


Figura 6.4: Sedimentación de microesferas en glicerina con agua a tasa de defomración de 100 s⁻¹, sin modificaciones