ANÁLISIS DE LA ESTABILIDAD ESTÁTICA DE SUSPENSIONES DE PARTÍCULAS NO COLOIDALES

J. A. ANTONIO SÁNCHEZ ¹, F. M. LEÓN MARTÍNEZ ², P. F. J. CANO-BARRITA ²,
F. CASTELLANOS LEÓN ²

¹ Estudiante de posgrado, Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional
Unidad Oaxaca del Instituto Politécnico Nacional, Oaxaca, México.

² Profesor Investigador, Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional
Unidad Oaxaca del Instituto Politécnico Nacional, Oaxaca, México.

RESUMEN

En el presente trabajo se utilizaron señales ultrasónicas de 100 kHz para determinar la estabilidad de partículas dentro de un fluido viscoplastico. Se usaron geles de carbomer para sustentar agregados esféricos de vidrio. Las suspensiones se elaboraron con distintos tamaños de partículas y se analizaron en una columna cuadrada con paredes de acrílico aplicando señales ultrasónicas a distintas alturas de la columna. Se calcularon índices de segregación usando el promedio y la desviación estándar de los parámetros de ultrasonido. Por otro lado, se obtuvieron porcentajes de segregación según la prueba estándar ASTM C1610/C1610M-10. Se concluye que la velocidad de onda y coeficiente de atenuación indican la estabilidad de estas suspensiones, siendo la velocidad de onda la que tiene mayor relación.

Palabras clave: Segregación de partículas, ultrasonido, velocidad de onda, coeficiente de atenuación.

1. INTRODUCCIÓN

Las suspensiones de partículas ha sido de interés para muchos investigadores debido a que las propiedades reológicas de estos materiales y las interacciones entre partículas han podido explicar el comportamiento de algunos materiales bajo ciertas condiciones de flujo o condiciones estáticas, tal es el caso de materiales como el concreto (Assaad et.al., 2004) y la cerámica (Bae y Halloran, 2018), así como de algunos alimentos (Tao et.al., 2016); incluso en suspensiones no coloidales (Dagois-Bohy et.al., 2015; Forterre y Pouliquen, 2018). En suspensiones se distinguen dos fases, una llamada fase continua, correspondiente al fluido, y otra llamada fase dispersada, correspondiente a las partículas suspendidas (Coussot, 2005).

Estas suspensiones en aplicaciones industriales se buscan que sean estables en estado estático, es decir, que las partículas estén distribuidas uniformemente en el fluido y mantengan esta característica mientras está en reposo la suspensión, aunque en ocasiones también se requiere que las partículas mantengan su distribución uniforme durante el flujo, como es el caso del concreto autoconsolidable (Shen et.al., 2015). A la separación de las partículas de la fase continua se le conoce como segregación. Este problema se ha analizado con métodos como índices de segregación (Coletto et.al., 2016) y análisis de imágenes (Peng, et.al., 2015), por mencionar algunos. En el concreto autoconsolidable se ha usado la velocidad de propagación de onda para determinar la segregación del agregado grueso en estado estático (Benaicha et.al., 2015) (Naji et.al., 2017).

Es por ello, que en el presente trabajo se analizó la estabilidad estática de suspensiones de partículas no coloidales mediante la propagación de ondas ultrasónicas longitudinales de 100 kHz de frecuencia, en modo de transmisión directa; y usando un fluido viscoplastico transparente para observar la distribución de las partículas, correlacionando estos resultados con los de la prueba estándar de la columna de segregación de la norma ASTM C1610 / C1610M-10.

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Preparación de las suspensiones

Las suspensiones se elaboraron con esferas de vidrio de 1.40 ± 0.04 , 1.70 ± 0.06 y 2.50 ± 0.03 cm de diámetro (denominada como pequeña C, mediana M y grande G, respectivamente) y geles de carbomer (Carbopol 940). La razón del uso del gel de carbomer es porque su comportamiento reológico es similar al fluido viscoplastico ideal, lo que permite la sustentación de partículas densas, además de ser transparente. Para elaborar los geles, el polvo de carbomer se dispersó en agua destilada con un agitador IKA RW20 Digital a una velocidad de 1000 a 1200 rpm, mezclando durante 24 horas. Las disoluciones acuosas se neutralizaron con trietanolamina para alcanzar su viscosidad máxima, esto es cuando el pH es igual 7 (Di Giuseppe et.al., 2015). Se usó un volumen de partículas esféricas del 35% con respecto al volumen total de la suspensión. Se elaboraron suspensiones con un solo tamaño de partícula (C, M y G), con dos tamaños de partículas (C-M, C-G y M-G) y con tres tamaños de partículas (C-M-G); las concentraciones de gel que se usaron fueron de 0.18 % y 0.20 % (masa del polímero/masa de la disolución).

Los geles se analizaron en un reómetro Anton-Paar MCR-301 con una geometría plato-plato de 50 mm de diámetro y con una separación entre platos de 2 mm para determinar su valor de esfuerzo de fluencia; las pruebas realizadas fueron incremento de esfuerzo cortante a velocidad de corte constante, rampas de esfuerzo cortante tanto de ascenso como de descenso y barridos de amplitud de la deformación en pruebas de cortante oscilatorio.

2.2 Mediciones con ultrasonido para determinar la segregación de partículas en suspensiones

Se utilizó una celda de acrílico de compuertas con dimensiones interiores de 10x15x15 cm (Figura 1, derecha), diseñada para acoplar un par de transductores de contacto de onda de compresión con una frecuencia nominal de 100 kHz (Olympus) que fungieron como emisor y receptor en transmisión directa (la distancia de separación entre los transductores, una vez acoplados a la celda, fue de 8.904 cm). También se utilizó una columna con sección transversal cuadrada de 10x10x70 cm. La columna se fabricó en tres secciones, con las medidas de la columna de segregación de la norma ASTM C1610 / C1610M-10. Por cada sección se analizaron dos puntos (Figura 1, izquierda) y se emplearon el mismo tipo de transductores. Para registrar las señales se utilizó un osciloscopio digital con entrada USB Handyscope HS3 con 2 canales, un emisor/receptor de pulsos ultrasónicos Olympus 5058PR alto voltaje, una computadora para el procesamiento de los datos y el software MultiChannel V1.06 para la visualización y toma de señales de ultrasonido. Para cada suspensión se tomaron 30 señales, de las cuales se utilizan aquí sus promedios

Figura 1. Diseño de la columna cuadrada (izquierda) y celda con compuertas para acoplar los transductores (derecha) usados para realizar las pruebas con ultrasonido

Para el cálculo del coeficiente de atenuación se emplearon tres métodos. El primero consistió en graficar los máximos de las amplitudes de cada uno de los ecos de la señal en el tiempo. A partir de la velocidad de propagación se calcularon las distancias recorridas para cada eco y se graficaron contra los voltajes máximos (Figura 2). Los voltajes máximos se ajustaron a una función de decaimiento exponencial, ae^{-bx} , donde b es el coeficiente de atenuación de la señal dado en Neper/cm; este valor se multiplicó por 8.686 para convertirlo a unidades de dB/cm.

El segundo método consistió en analizar cada par de ecos máximos y determinar la distancia entre cada uno de ellos, como se muestra en la misma Figura 2. Por cada par de máximos y con (1) se obtuvo un coeficiente de atenuación que al final fue promediado.

$$\alpha = \frac{1}{(x_f - x_i)} \log_{10} \left[\frac{V(x_i)}{V(x_f)} \right] \quad (1)$$

Donde a es el coeficiente de atenuación en dB/cm; x_i y x_f es la diferencia de la distancia en donde se encuentra el par de ecos; $V(x_i)$ y $V(x_f)$ corresponde al voltaje máximo de cada eco.

Para el tercer método, se consideró una señal previamente adquirida con agua destilada a la misma temperatura y con ambos transductores en contacto cara a cara. El voltaje del pico máximo en el espectro de esta señal se tomó como base y se denominó “amplitud máxima en distancia de separación cero”. Después se obtuvo el voltaje máximo del promedio de las 30 señales de cada muestra. Los datos se sustituyeron en la Ec. 1. Para este método la diferencia de x_i y x_f fue un valor constante igual a 8.904 cm que corresponde a la separación entre transductores emisor y receptor colocados en la celda; $V(x_i)$ es la “amplitud máxima en distancia de separación cero” en volts y $V(x_f)$ es el voltaje máximo de la señal de la muestra (Figura 2).

Figura 2. Esquema de la señal de ultrasonido para obtener los coeficientes de atenuación

Para correlacionar los datos obtenidos en la columna cuadrada analizada con ultrasonido se realizó la prueba de la columna de segregación con base en la norma ASTM C1610 / C1610M-10. En esta prueba se usó una columna de PVC de 10 cm de diámetro y 66 cm de altura. Se calculó el porcentaje de segregación estática S de las suspensiones con (2) (en esta prueba y en la prueba de la columna analizada con ultrasonido se usaron solo suspensiones con tres tamaños de partículas).

$$S = 2 \left(\frac{CA_F - CA_S}{CA_F + CA_S} \right) 100 \quad (2)$$

Donde CA_F es la masa de partículas en la parte inferior de la columna; CA_S es la masa de partículas en la parte superior de la columna. Por otra parte, con (3) y (4) se usó para calcular los índices de segregación a partir de la velocidad de pulso ultrasónico y el coeficiente de atenuación, respectivamente.

$$IS_V = \frac{V_i - \sigma_V}{\bar{V}} \quad (3)$$

$$IS_A = \frac{A_i - \sigma_A}{\bar{A}} \quad (4)$$

donde:

IS = Índice de segregación por velocidad de pulso ultrasónico o por atenuación.

V_i = Velocidad de propagación de onda en cada punto medido de la columna.

$\bar{V}$ = Media aritmética de las velocidades de onda por cada réplica

A_i = Coeficiente de atenuación en cada punto medido de la columna

$\bar{A}$ = Media aritmética de los coeficientes de atenuación por cada réplica

σ = Desviación estándar de los valores de velocidad de onda o coeficiente de atenuación, por réplica.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

De las pruebas reológicas en los geles se observó que uno de los valores de esfuerzo de fluencia de la prueba de barrido de amplitud, aquel cuando el módulo de pérdida (G'') es igual al módulo de almacenamiento (G'), es mucho mayor a los esfuerzos obtenidos de las demás pruebas (Figura 3). Debido a lo anterior, se descartaron estos valores. Los valores de esfuerzo de las demás pruebas se promediaron y se reportan en este trabajo.

Figura 3. Esfuerzo de fluencia de geles de Carbopol obtenidos de pruebas reológicas, los números indican la prueba realizada: 1 y 2 = rampa de esfuerzo (ascenso y descenso respectivamente); 3, 4 y 5 = barridos de amplitud (límite viscoelástico, punto de cruce $G'=G''$ y esfuerzo de fluencia II, respectivamente); 6 = incremento de esfuerzos. Las barras de error indican una desviación estándar.

En la Figura 4, la caracterización con ultrasonido muestra que existe una tendencia del incremento de la velocidad de onda en función de la concentración. Esta tendencia es similar a la observada con los valores de esfuerzo de fluencia, por lo que se puede correlacionar la velocidad de propagación de onda y el esfuerzo de fluencia del gel. Los coeficientes de atenuación obtenidos con los dos primeros métodos mostraron que la atenuación de la señal es directamente proporcional a la concentración del gel, como se esperaba. El tercer método no muestra una tendencia clara.

Figura 4. Relación entre el esfuerzo de fluencia y parámetros de ultrasonido

Con relación a los resultados de las suspensiones de partículas analizadas con ultrasonido, muestran la variación de la velocidad de onda en función del tamaño de las partículas (Figura 5). Se observa que en suspensiones con un solo tamaño de partículas la velocidad de propagación incrementa al aumentar el tamaño de las partículas tanto en suspensiones con gel al 0.18% como al 0.20%. Sin embargo, al mezclar distintos tamaños de partículas se observa un decremento marginal en la velocidad de propagación, siendo la menor velocidad cuando la suspensión tiene partículas de tamaños 1.4 y 1.7 cm (C-M), por lo que la concentración de gel no tiene efecto significativo en las suspensiones y las variaciones son debido principalmente a los tamaños de las partículas.

Tamaño de partículas en la suspensión

Figura 5. Velocidades de propagación de onda en suspensiones de partículas esféricas

El coeficiente de atenuación también se ve afectado por los distintos tamaños de partículas y por la combinación entre ellos. En la Figura 6 (a) se observa una disminución del coeficiente obtenido con el método 2 entre los distintos tamaños de partículas. Los métodos 1 y 3 no indican una tendencia clara. Cabe mencionar que este parámetro es sensible a las burbujas de aire y a la temperatura, por lo que las barras de error se deben principalmente a estos factores.

(a) Tamaño de partículas en la suspensión (b) Tamaño de partículas en la suspensión
 Figura 6. Coeficientes de atenuación en suspensiones de partículas; con gel de 0.18 % (a) y gel de 0.20 % (b)

3.1 Prueba estándar de columna de segregación efectuadas en suspensiones con partículas de distintos tamaños

El método de vaciado de la suspensión dentro de la columna es un factor importante para mantener homogénea la mezcla, con poca o nula segregación de partículas. En la Tabla 1 se muestran los porcentajes de segregación de las suspensiones realizado con la norma ASTM C1610 / C1610M-10. Para considerar una resistencia a la segregación apropiada el porcentaje no debe ser mayor al 4%. En la suspensión con gel al 0.18% se observó que las partículas comenzaban a desplazarse en el fluido presentándose el fenómeno de grupo de partículas; esto venció el esfuerzo de fluencia del gel lo que ocasionó mayor segregación en estas suspensiones. El efecto de grupo se minimizó en la suspensión con gel al 0.20%. Este fenómeno se ha estudiado para evitarlo en el concreto autoconsolidable debido a que es un factor que afecta la estabilidad del agregado (Esmaeilkhani et al., 2017).

Tabla 1. Porcentajes de resistencia a la segregación de suspensiones de partículas esféricas, en base a la norma ASTM C1610 / C1610M-10

Suspensión	% de segregación	± 1 D.E.
Gel 0.18%	9.48	1.54
Gel 0.20%	3.59	2.43

D.E. = desviación estándar

3.2 Columna de segregación analizada con ultrasonido

El promedio de las velocidades en cada punto analizada con ultrasonido en la columna cuadrada se muestra en la Figura 7. En la suspensión con gel de 0.18% se observó que las velocidades en el extremo superior son mayores que en el extremo inferior, lo cual puede deberse a la presencia de más esferas grandes en la parte inferior y a la presencia de burbujas de aire. Por el contrario, la suspensión con gel de 0.20% presentó mayor homogeneidad y estabilidad de partículas, lo que se confirma con las velocidades de propagación que presentaron poca variación en cada sección de la columna. También en algunas réplicas de estas pruebas se observaron zonas con una mayor cantidad de partículas, esto se confirma ya que las velocidades de propagación son mayores en estos puntos.

Figura 7. Velocidades de propagación promedio en cada sección de la columna

Con respecto a los coeficientes de atenuación, Los métodos 1 y 3 propuestos proporcionan un indicativo de la estabilidad del sistema, observándose menor segregación en la suspensión con gel de 0.20% al presentar menos variaciones en los valores de coeficientes de atenuación (Figura 8).

Figura 8. Coeficiente de atenuación promedio de suspensiones de partículas; con gel de 0.18% (a) y con gel de 0.20% (b)

Los coeficientes de segregación obtenidos con velocidad de onda y coeficiente de atenuación (Método 3) se muestran en la Tabla 2; entre más se acerquen estos valores a la unidad tendremos mayor resistencia a la segregación por parte de la suspensión (Benaicha et al., 2015); si por el contrario estos valores son menores o mayores a uno se dice que existe un grado de inestabilidad en la mezcla.

Tabla 2. Índices de segregación obtenidos de pruebas de columna analizada con ultrasonido (velocidad de onda y coeficientes de segregación)

Sección de la columna	Coeficiente de segregación por velocidad de onda				Coeficiente de segregación por coeficiente de atenuación			
	Gel 0.18%		Gel 0.20%		Gel 0.18%		Gel 0.20%	
	Promedio	± 1 D.E.	Promedio	±1 D.E.	Promedio	±1 D.E.	Promedio	±1 D.E.
Superior	0.906	0.089	0.9912	0.014	0.955	0.073	0.7988	0.115
Medio	0.926	0.023	0.9566	0.018	0.652	0.149	0.9172	0.052
Inferior	0.776	0.067	0.9170	0.095	0.793	0.145	0.9432	0.072

D.E. = desviación estándar

Los índices de segregación obtenidos por coeficiente de atenuación (Método 3) indicarían que las mezclas tienen un alto grado de inestabilidad, sin embargo, no se observó un asentamiento de las esferas que justifiquen estos resultados. Por lo tanto, se piensa que el coeficiente de atenuación es muy susceptible al nivel de ordenamiento de las esferas en el gel. Se considera que para aquellos casos donde existe una distribución homogénea tanto de tamaños de esferas como de cantidad, los índices calculados con los coeficientes de atenuación lo indicarían de mejor manera. La correlación de los resultados de cada réplica, tanto de la columna de segregación de la ASTM como de la columna analizada con ultrasonido, se muestran en la Figura 9, el número de réplicas fue de dos por cada suspensión. Se observa que el parámetro que mejor describe la estabilidad del sistema es la velocidad de onda, el valor de R^2 fue de 0.9124. Mientras que el coeficiente de atenuación no mostró relación alguna con el porcentaje de segregación, el valor de R^2 fue de 0.0829.

Figura 9. Correlación de porcentaje de segregación e índice de segregación calculado con velocidad de onda (a) y con coeficiente de atenuación (b)

4. CONCLUSIONES

Los geles al neutralizarse presentan esfuerzo de fluencia y mayor viscosidad. Si la concentración del gel es alta, se pueden suspender esferas de vidrio, garantizando que estos no sedimentarán; además se pudo observar una relación entre el esfuerzo de fluencia y velocidad de propagación de onda.

La cantidad de esferas de vidrio y el tamaño de la misma afectó la velocidad de propagación de onda de ultrasonido en las suspensiones. Aunque las partículas pueden llegar a ordenarse de distinta manera en el seno del fluido, este no fue factor significativo en la velocidad de propagación, pero si en los niveles de atenuación.

La técnica de la columna de segregación estática analizada mediante ultrasonido permite generar un índice de segregación de la mezcla basados en las velocidades de propagación y los coeficientes de atenuación de onda longitudinal por sección, sin embargo, la mejor correlación fue con la velocidad de onda con un $R^2=0.9124$. Ya que los coeficientes de atenuación son más sensibles a los cambios en el ordenamiento de las partículas, los índices de segregación por coeficientes de atenuación podría usarse como un índice de homogeneidad.

5. AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen:

A la SIP del Instituto Politécnico Nacional por el financiamiento de los proyectos SIP 20161339 y SIP 20170670

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca otorgada

Al Instituto Politécnico Nacional y al Centro Interdisciplinario de Investigación para el Desarrollo Integral Regional Unidad Oaxaca (CIIDIR)

6. REFERENCIAS

- Assaad, J., Khayat, K. H., & Daczko, J. (2004). "Evaluation of static stability of self-consolidating concrete". *ACI Materials Journal*, 101(3), 207–215.
- ASTM C1611 / C1611M-14, *Standard Test Method for Slump Flow of Self-Consolidating Concrete*, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2014, www.astm.org
- Bae, C. J., & Halloran, J. W. (2018). "A segregation model study of suspension-based additive manufacturing". *Journal of the European Ceramic Society*, 38(15), 5160–5166. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2018.07.008>
- Benaicha, M., Jalbaud, O., Roguiez, X., Hafidi Alaoui, A., & Burtschell, Y. (2015). "Prediction of Self-Compacting Concrete homogeneity by ultrasonic velocity". *Alexandria Engineering Journal*, 54(4), 1181–1191. <https://doi.org/10.1016/j.aej.2015.08.002>
- Coletto, M. M., Marchisio, D. L., & Barresi, A. A. (2016). "A new segregation index for solid multicomponent mixtures". *Powder Technology*, 299, 77–86. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2016.05.021>
- Coussot, P. (2005). "Rheometry of pastes, suspensions, and granular materials: applications in industry and environment". Wiley.
- Dagois-Bohy, S., Hormozi, S., Guazzelli, E., & Pouliquen, O. (2015). "Rheology of Dense Suspensions of Non-Colloidal Particles in Yield-Stress Fluids". Retrieved from <http://documents.irevues.inist.fr/bitstream/handle/2042/57455/70902.pdf?sequence=1>
- Di Giuseppe, E., Corbi, F., Funiciello, F., Massmeyer, A., Santimano, T. N., Rosenau, M., & Davaille, A. (2015). "Characterization of Carbopol® hydrogel rheology for experimental tectonics and geodynamics". *Tectonophysics*, 642(1), 29–45. <https://doi.org/10.1016/j.tecto.2014.12.005>
- Esmailkhanian, B., Diederich, P., Khayat, K. H., Yahia, A., & Wallevik, H. (2017). "Influence of particle lattice effect on stability of suspensions: application to self-consolidating concrete". *Materials and Structures*, 50(1), 15. <https://doi.org/10.1617/s11527-016-0908-3>
- Forterre, Y., & Pouliquen, O. (2018). "Physics of particulate flows: From sand avalanche to active suspensions in plants". *Comptes Rendus Physique*, 1, 1–14. <https://doi.org/10.1016/J.CRHY.2018.10.003>

- Naji, S., Khayat, K. H., & Karray, M. (2017). “*Assessment of static stability of concrete using shear wave velocity approach*”. ACI Materials Journal, 114(1), 106–115. <https://doi.org/10.14359/51689244>
- Peng, T., Qu, A., & Wang, X. (2015). “*Quantitative Analysis of Particles Segregation*”, 1–8. Retrieved from <http://arxiv.org/abs/1511.06106>
- Shen, L., Bahrami Jovein, H., Sun, Z., Wang, Q., & Li, W. (2015). “*Testing dynamic segregation of self-consolidating concrete*”. Construction and Building Materials, 75, 465–471. <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2014.11.010>
- Tao, R., Tang, H., Tawhid-Al-Islam, K., Du, E., & Kim, J. (2016). “*Electrorheology leads to healthier and tastier chocolate*”. Proceedings of the National Academy of Sciences, 113(27), 7399–7402. <https://doi.org/10.1073/pnas.1605416113>