Obtención de ferrofluidos a partir de magnetita mineral y determinación del efecto del tipo de fluido de transporte y la concentración de magnetita sobre la densidad

Obtaining ferrofluids from magnetite mineral and determination of the effect of the type of fluid transport and the concentration of magnetite on density

Une obtention de ferrofluídos a partir de une magnétite minérale et une détermination de l'effet du type de fluide de transport et la concentration de magnétite sur la densité

Recepción: 20/05/2010 Evaluación: 01/07/2010 Aceptación: 01/08/2010 Artículo de Investigación

*Ardila B. Marco A., Torres B. Edgar A. ** Triviño R. Pilar, Molina G. Claudia P.

Resumen

En este artículo se describe el procedimiento realizado para obtener doce ferrofluidos, a partir de magnetita, mineral con tres niveles de concentración másica, en cuatro fluidos de transporte diferentes, y el desarrollo del Diseño Experimental aplicado para determinar el efecto del tipo de fluido de transporte y la concentración de magnetita, sobre la densidad del ferrofluido. Este procedimiento experimental corresponde a una de las fases metodológicas del proyecto: "Diseño y desarrollo de materiales procesos y equipos magnetorreológicos para beneficio de minerales", realizado bajo convenio entre la Universidad Santo Tomás, Seccional Tunja, y la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC), financiado por COLCIENCIAS y la Gobernación de Boyacá.

Palabras claves: Beneficio de minerales, Ferrofluidos, propiedades magnetorreológicas.

Abstract

In this article, It is described the procedure of manufacturing twelve ferrofluids. The process was made with magnetite mineral with three levels of mass concentration and four kinds of fluid transport and, the development of the experimental design applied to determine the effect of the kind of fluid transport and the mass concentration on the fluid density are explained as well. This experimental procedure represents one of the methodological stages of the project "Design and development of magnetorheological materials, equipment and processes for beneficiation of minerals". This project is carried out through an agreement between Santo Tomás University and Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia (UPTC) in Tunja and sponsored by COLCIENCIAS and Gobernación de

Key words: Beneficiation of ores, ferrofluids, magnetorheological properties.

Résumé

Dans cet article la procédure (procédé) est décrite réalisé pour obtenir douze ferrofluídos, à partir d'une magnétite minérale avec trois niveaux de concentration de masse, dans quatre différents fluides de transport, et le développement du Dessin(Conception) Expérimental appliqué pour déterminer l'effet du type de fluide de trasporte et la concentration de magnétite, sur la densité du ferrofluído. Cette procédure (procédé) expérimentale communique (correspond) à l'une des phases méthodologique du projet : "le Dessin (Conception) et le développement de processus matériels et d'équipes (équipements) magnetorreológicos pour bénéfice de minerais", réalisé une basse convention entre l'Université Saint Tomas Seccional Tunja et l'Université Pédagogique et Technologique de la Colombie (UPTC), financé par COLCIENCIAS et le Gouvernement de Boyacá.

Mots-clés: Des minerais, Ferrofluídos, des Propriétés magnetorreológicas

1. Introducción

Un ferri o ferrofluido es una suspensión coloidal estable, determinada por el balance de fuerzas entre partículas y una química compleja, en un

líquido portador y en presencia de un surfactante [Rosensweig 5].

Es una clase única de material, en el cual hay una interrelación entre fenómenos magnéticos e hidrodinámicos. El tamaño típico de una

^{*} Investigadores Grupo de Investigaciones en Ingeniería Mecánica – Universidad Santo Tomás Seccional Tunja. mardila@ustatunja.edu.co, etorres@ustatunja.edu.co

^{**} Investigadoras Grupo de Investigaciones en Carbones y Carboquímica – Universidad Pedagógica y

Tecnológica de Colombia.

partícula de un fluido es del orden de las micras a los nm [Rosensweig 6].

A este fluido se le puede cambiar de un estado aceitoso a uno cuasi-sólido en fracciones de segundo cuando es expuesto a una densidad de campo magnético [Ardila].

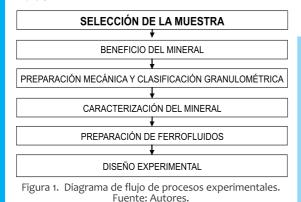
En la actualidad, el uso de los fluidos MR se extiende a la industria automotriz, en el sector militar y de defensa, en ingeniería civil, en la industria de electrodomésticos y en medicina, para su aplicación en el diseño de sistemas de suspensión primaria, protección de pasajeros, suspensión de sillas, suspensión de cabinas, protección sísmica en puentes y edificios, lavadoras de ropa y prótesis de articulaciones [Odenbach].

2. DESARROLLO

El desarrollo de la fase de preparación de ferrofluidos [Svoboda] como parte procedimental del proyecto: "Diseño y desarrollo de materiales procesos y equipos magnetorreológicos para beneficio de minerales", se llevó mediante la ejecución metódica y secuencial de los procedimientos que se describen a continuación.

A. Metodología

De forma general, la metodología aplicada, se describe en la Figura 1., que corresponde al diagrama de flujo de los procesos de selección, beneficio, preparación mecánica y clasificación granulométrica de la muestra, análisis de microscopia para caracterización del mineral, preparación de los ferrofluidos [Zielinski], y Diseño experimental para determinar el efecto del tipo de fluido de transporte y la concentración en masa, sobre la densidad del fluido.



B. Desarrollo Experimental y Resultados

1) Selección de la magnetita.

Para este procedimiento se cuenta con dos muestras representativas de magnetita, las cuales proceden del yacimiento del Hobo (Fotografía 1a.), en el departamento del Huila, con una concentración de Fe₃O₄ del 49.7%, y arenas magnéticas de Puerto Colombia (Fotografía 1b), en el Departamento del Àtlántico, con una concentración de Fe₃O₄ del 69.6%.





Fotografía 1. Muestras de Magnetita: a) Yacimiento del Hobo en el Departamento del Huila; b) Arenas Magnéticas de Puerto Colombia en el Departamento del Atlántico. Fuente: Autores.

Por sus propiedades magnéticas en función del contenido de Fe₃O₄ (óxido de hierro), y granulometría base para la preparación Mecánica del mineral (operaciones de reducción de tamaño – Trituración, molienda y clasificación granulométrica), la muestra seleccionada para la preparación de los ferrofluídos, fueron las arenas magnéticas de Puerto Colombia.

2) Beneficio del Mineral

Consiste en reducir al máximo las impurezas del mineral [CORNELIS], realizando operaciones de secado y separación magnética, para incrementar el contenido de Fe₃O₄ al 90%. En la Fotografía 2, se puede observár el equipo y el proceso de separación magnética, realizado en los laboratorios de preparación mecánica de minerales, en la Escuela de Metalurgia de la



Fotografía 2. Separación magnética de la magnetita. Fuente: Autores

70



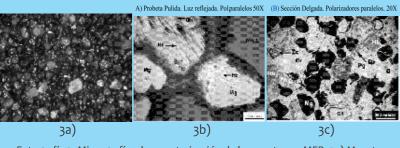
Figura 2. Curva de clasificación granulométrica. Fuente: Autores.

3) Preparación mecánica del Mineral

Mediante las operaciones de trituración, molienda y clasificación de tamaño [CORNELIS], se obtuvo una granulometría mayor a 100 micras en un 8% del peso total de la muestra; 92% restante, pasa la malla No. 500; es decir que el tamaño de grano es menor a 100 micras. El comportamiento general de la granulometría se muestra en la Figura 2.

4) Caracterización del Mineral

La caracterización del mineral se realizó en el Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) del Laboratorio de Materiales de la Escuela de Metalurgia de la UPTC. El análisis permite clasificar la muestra dentro de una composición de rocas sedimentarias clásticas, en la cual predominan cristales opacos que indican la presencia de Magnetita, Ilmenita y Goethita. La mayoría de componentes traslúcidos corresponden a minerales pesados, entre los cuales están los clinopiroxenos tipo augita. El cuarzo se presenta mayoritariamente como monomineral con leve extinción ondulante [FORERO]. Fotografía 3.



Fotografía 3. Micrografías de caracterización de la muestra en MEB. 3a) Muestra en bruto a 10X. 3b) Probeta pulida, luz reflejada. Polarizadores Paralelos 50X. 3c)

Sección delgada. Polarizadores Paralelos 20X.

Fuente: Autores.

5) Preparación y medición de densidades de los Ferrofluidos.

Se prepararon en total doce ferrofluidos de diferente composición, basada en la combinación del tipo de fluido de transporte (aceite automotriz, acpm y taladrina), y el porcentaje en peso de magnetita adicionado, haciendo las respectivas mediciones de densidad. Fotografía 4.



4a) 4c) 4d)
Fotografía 4. 4a) Preparación de las mezclas. 4b) Izq. Mezcla aceite magnetita, der.
Aceite. 4c) Medición de la densidad del aceite. 4d) Medición de la densidad de la mezcla.
Fuente: Autores.

Los fluidos preparados con sus composiciones, se registran en la Tabla 1.

TABLA I PREPARACIÓN DE FERROFLUIDOS

CONCENTRACIÓN	FLUIDO DE TRANSPORTE				
MAGNETITA (% en peso)	SAE 30	SAE 50	ACPM	TALADRINA	
	Bloque 1	Bloque 2	Bloque 3	Bloque 4	
20	Fluido 1	Fluido 4	Fluido 7	Fluido 10	
30	Fluido 2	Fluido 5	Fluido 8	Fluido 11	
40	Fluido 3	Fluido 6	Fluido 9	Fluido 12	

FUENTE: AUTORES.

Los fluidos se preparan con adición del 5% de ácido esteárico como tensoactivo, magnetita mineral de las arenas magnéticas de Puerto Colombia y cada uno de los fluidos de transporte.

6) Diseño Experimental.

Siendo la densidad, la propiedad de interés

específico para el desarrollo del proceso de beneficio de minerales con fluidos magnetorreológicos, se procede a determinar el efecto que tiene el tipo de fluido y la concentración de magnetita, sobre la densidad aparente del fluido. Para desarrollar este objetivo, se aplica un Diseño Experimental de Bloques Aleatorizados [Montgomery] con cuatro niveles de concentración de magnetita en los siguientes fluidos de transporte: aceites 20W30, 20W40, 20W50 y Taladrina (Emulsión de agua más aceite).

a) Resultados de la Experimentación.

La densidad aparente de cada ferrofluido se muestra en la Tabla 2, y fue medida de forma inmediata a la preparación.

TABLA 2 PREPARACIÓN DE FERROFLUIDOS

CONCENTRACIÓN MAGNETITA (% en peso)	FLUIDO + SURFACTANTE FACTOR B				
FACTOR A	SAE 30 Bloque 1	SAE 50 Bloque 2	ACPM Bloque 3	TALADRINA Bloque 4	
0	0.886	0.895	0.85	0.92	
20	1.07	1.08	1.101	1.05	
30	1.13	1.15	1.13	1.14	
40	1.26	1.27	1.25	1.35	

Fuente: Autores.

A partir de esta información, se pretende establecer si la concentración de magnetita mineral afecta la densidad aparente de la mezcla, (asumiendo un = 0.05), con el fin de recomendar qué tipo de mezcla se debe usar para el proceso de beneficio de minerales.

b) Análisis Estadístico de los Resultados de la Experimentación [Montgomery].

A partir de los datos de la Tabla 2, se establecen las relaciones entre factores y niveles, de acuerdo con el modelo estadístico de un Diseño Experimental de Bloques aleatorizados (Tabla 3), para hacer el Análisis de Varianza.

TABLA 3 RELACIONES ESTADÍSTICAS DEL DISEÑO DE BLOQUES ALEATORIZADOS.

7						
FACTOR A		FACTOR B				_
PACTORA	Blq 1	Blq 2	Blq 3	Blq 4	у _{і.}	у _{і.}
0	0,886	0,895	0,85	0,92	3,551	0,88775
20	1,07	1,08	1,1	1,05	4,3	1,075
30	1,13	1,15	1,13	1,14	4,55	1,1375
40	1,26	1,27	1,25	1,35	5,13	1,2825
y .,	4,346	4,395	4,33	4,46	17,531	y
y .,	1,0865	1,09875	1,0825	1,115	1,09569	y

Fuente: Autores.

Las sumas de cuadrados del Análisis de Varianza (Tabla 4), se obtienen a partir de las siguientes

$$CF = \frac{y_{..}^2}{N} \tag{1}$$

$$SST = \sum_{i=1}^{4} \sum_{j=1}^{4} y_{ij}^{2} - CF$$
 (2)

$$SSTreatments = \frac{1}{b} \sum_{i=1}^{4} y_{i.}^{2} - CF$$
 (3)

$$SSBlock = \frac{1}{a} \sum_{i=1}^{4} y_{.i}^{2} - CF$$
 (4)

$$SSE = SST - SSTreatments - SSBlock$$
 (5)

TABLA 4 RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE VARIANZA

FUENTE	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	CUADRADO MEDIO	Fo	Fc
Concentracion	0,32125269	3	0,1070842	123,431	3,86255
Bloques	0,00256269	3	0,0008542		
Error	0,00780806	9	0,0008676		
Total	0,33162344	15			

Fuente: Autores.

El análisis de varianza da como resultado que Fo>Fc, de donde se concluye que la concentración de magnetita afecta significativamente la medida de la densidad de la mezcla.

c) Análisis de los residuos [Montgomery]

Se hace para verificar la normalidad del experimento; es decir, demostrar que no hubo tendencias en la experimentación. Los resultados se muestran en la Tabla 5 y se grafican en la figura 3.

TABLA 5 RESULTADOS DEL ANÁLISIS DE RESIDUOS

FACTOR A	FACTOR B					
	Blq 1	Blq 2	Blq 3	Blq 4		
5	0,007	0,004	-0,025	0,013		
10	0,004	0,002	0,038	-0,044		
15	0,002	0,009	0,006	-0,017		
20	-0,013	-0,016	-0,019	0,048		

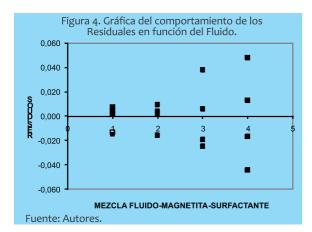
Fuente: Autores.



En la gráfica de los Residuos contra la concentración de magnetita se detecta una ligera tendencia cíclica de los residuos, que sugiere algún grado de imprecisión en la medición de la densidad; sin embargo, esto no indica anormalidad total en el experimento.

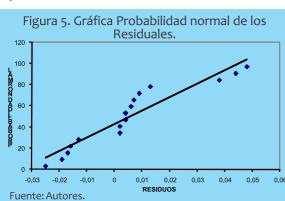
d) Análisis de Residuos contra los Fluidos (Factor B) [Montgomery].

En análisis de los Residuos contra los fluidos se realiza con base en la figura 4; se observa que se acentúa la tendencia, que en este caso consiste en el incremento del valor de los residuales en orden ascendente de las mezclas. Este comportamiento confirma la sugerencia de error en la medición de las densidades.



e) Análisis de Probabilidad normal de los Residuos [Montgomery].

En la Figura 5 de Probabilidad normal de los Residuos se observa nuevamente una ligera tendencia cíclica, que pueden considerarse como puntos atípicos, poniendo en duda que el experimento cumpla con los supuestos de normalidad, en lo referente al método utilizado para medir la densidad.



III. CONCLUSIONES

- 1. Con base en los requerimientos comerciales de ceniza en coques siderúrgicos, que acepta como máximo un 12%, de los cuales, al menos el 1.5% corresponde a cenizas extrínsecas del coque adquiridas por manejo en patios y transporte, y en promedio un 2.5% de incremento sobre las cenizas del carbón coquizado, por eliminación de la materia volátil durante el proceso de coquización; además, considerando un 1% de cenizas adiciónal por eventualidades en las buenas prácticas del control de calidad, las cenizas del carbón a coquizar deben ser como máximo del 7%. Carbones con este contenido de cenizas promedian densidades de 1.3 g/cm³, por lo cual, el fluido de separación densimétrica, debe tener una densidad menor para alcanzar las densidades de corte necesarias mediante la aplicación y regulación del campo magnético. Bajo estas consideraciones, técnicamente y de acuerdo con los resultados experimentales, se concluye que se puede emplear cualquiera de los ferrofluidos probados con 30% en peso de concentración de magnetita. Sin embargo, queda condicionada al cambio en los métodos de medición de la densidad, de acuerdo con el análisis estadístico.
- 2. De acuerdo con los resultados de medición de la densidad de los ferrofluidos (Tabla 2), la concentración en peso de magnetita, en el ferrofluido, es directamente proporcional a su densidad aparente.
- 3. Durante la Experimentación se pudo observar que a menor viscosidad del fluido de transporte, el tiempo de suspensión de las partículas de magnetita en el ferrofluido es menor, lo que induce a una sedimentación rápida de la magnetita, afectando la densidad aparente del fluido a través del tiempo.

AGRADECIMIENTOS

Los autores reconocen las contribuciones del Grupo de Investigación en Materiales Siderúrgicos de la UPTC, por su aporte en muestras y análisis de magnetita, al proyecto.

Referencias

ARDILA B. Marco A., FORERO P. Álvaro H., DÍAZ B. Sandra C. Propiedades magnetorreológicas en mezclas de aceite automotriz con partículas metálicas. En: Scientia et Technica Año XIII, No. 36, Septiembre de 2007. Universidad Tecnológica de Pereira. ISSN 0122-170.

CORNELIS, Klein y CORNELIUS S., Hurlbut. Manual de Mineralogía. 4 ed. Barcelona: Reverté, 1996. p. 299-303.

Dong-Huan Qin, Hao-Li Zhang, Cai-Ling Xu, Tao Xu, Hu-Lin Li, Magnetic domain structure in small diameter magnetic nanowire arrays . *Applied. Surface. Science*, (2005), 239-279.

FORERO PINILLA Álvaro H. y ACOSTA HERNÁNDEZ, Yesid Rolando. Diseño de un concentrador magnético tipo tambor. Tesis de grado. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Tunja, 2004.

Koichiro Hayashi, Wataru Sakamoto, Toshinobu Yogo. (2009) Magnetic andrheological properties of monodisperse Fe₃O₄ nanoparticle/organichybrid. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 321 450–457.

MONTGOMERY, Douglas. Diseño y Análisis de Experimentos. Edit Limusa Wiley. México, 2000.

Odenbach S. (2002) (Editor), Ferrofluids: Magnetically controllable fluids and their applications, Lecture Notes in Physics, Springer-Verlag.

Rosensweig R. E., (2001), Encyclopedia of Materials: Science and Technology, Ferrofluids: Introduction, ISBN: 0-08-0431526, Elsevier, pp. 3093-3102.

Rosensweig R.E, Ferrohydrodynamics, Cambridge Univ. Press, pp. 344, 1985.

Svoboda J., Fujita T. Recent developments in magnetic methods of material separation. *Minerals Engineering* 16 (2003) 785–792.

Svoboda J. Densimetric Separation Of Coal Using Magnetic Fluids. Physical Separation in Science and Engineering. September–December 2004, Vol. 13, No. 3–4, pp. 127–139.

Zielinski B., Skumiel A., Józefczak A., Vandeweert E., (2005) Determination of magnetic particle size using Ultrasonic, magnetic and atomic force microscopy Methods. *Molecular and Quantum Acoustics* vol. 26, pp 309-316.