

Implementación de fluidos magnetorreológicos para beneficio de minerales

Application of magnetorehological fluids in beneficiation of mineral

María Del Pilar Triviño Restrepo¹ Marco Antonio Ardila Barragán² Edgar Absalón Torres³

1-Magíster en Materiales, Escuela de Ingeniería Metalúrgica, Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Grupo Carbones y Carboquímica, pilar.trivino@uptc.edu.co

2-Magíster en Ingeniería Mecánica, Facultad de Ingeniería Mecánica, Universidad Santo Tomás de Aquino, Grupo de investigación en Ingeniería Aplicada.

3- Magíster en Ingeniería Mecánica - Facultad de Ingeniería Mecánica, Grupo de investigación en Ingeniería Aplicada, Universidad Santo Tomás de Aquino.

Recibido 30/10/2009, Aceptado 1/06/2010

RESUMEN

En esta investigación se obtuvieron suspensiones magnetorreológicas a partir de magnetita mineral, la cual se seleccionó, se preparó mediante trituración y molienda, se concentró por separación magnética y se tamizó por malla No 500. La magnetita se caracterizó mediante difracción de rayos X y microscopio electrónico para determinar su composición, la morfología y el tamaño de grano. El comportamiento de la magnetita mineral se comparó con el de magnetita sintetizada, que se obtuvo por coprecipitación de hidróxidos de una solución de sales de Fe²⁺ y Fe³⁺ en relación 1:2.

Para la obtención del fluido magnetorreológico se prepararon mezclas en varias fases líquidas. La respuesta magnética de dichos fluidos se generó por conmutación de campos en un equipo de prueba.

Los resultados preliminares permiten establecer que bajo las condiciones de trabajo los fluidos magnetorreológicos preparados pueden emplearse para separaciones gravimétricas de minerales como el carbón.

Palabras Clave: Magnetita, Fluidos Magnetorreológicos, campo Magnético, Separaciones Gravimétricas, Beneficio de Carbones

ABSTRACT

In this research a system was implemented to assess the magnetorheological behavior of mineral magnetite and magnetite produced by chemical precipitation. For which samples of magnetite mineral is reduced in size and concentrated by magnetic separation.

To obtain magnetorheologic fluid, the mixtures were prepared with various liquid phases. The behavior of these fluids was established by assembling a test kit in which varied the magnetic field intensity. The magnetic field was established by assembling a test kit in which varied the magnetic field intensity. The behavior of magnetorheologicals fluids was studied with a stereographic microscope and rheological behavior was measured with a viscometer. The results of the mineral of magnetite were compared with the magnetite produced by chemical precipitation of hydroxides from a solution of salts of Fe²⁺ and Fe³⁺ in 1:2 ratio.

The results help establish that under working conditions magnetorheological fluids prepared can be used for the gravimetric separation of minerals, for example the coal.

Key words: Magnetite, Magnetorheological Fluids, Magnetic Field, Gravity Separation, Coal Preparation.

Introducción

Los fluidos magnetorreológicos (FM) fueron inventados al menos tres veces en los años 60 en USA. Una de estas invenciones la más conocida es la de Papell (1965) quien empleo la molienda en presencia de un líquido portador o un surfactante para reducir los granos grandes de magnetita Fe_3O_4 al tamaño coloidal. Los FM son definidos como mezclas homogéneas de un fluido con partículas metálicas magnetizables de Ni, Co, Fe o Magnetita con o sin la presencia de un surfactante o tensoactivo [1]. En los últimos años los estudios en materiales magnéticos han aumentado vertiginosamente gracias a las tecnologías para su procesamiento y las relaciones encontradas entre estructura y tamaño de partícula [2]. Los FMs se caracterizan porque sus propiedades magnetorreológicas cambian como respuesta a la aplicación de un campo magnético, de un estado aceitoso a uno cuasi-sólido en fracciones de segundo [3]. Un FM presenta un balance de fuerzas entre partículas y una química compleja, en el líquido portador Es una clase única de material, en el cual hay una interrelación entre fenómenos magnéticos e hidrodinámicos. El tamaño típico de una partícula de un magnetofluido es del orden de las micras y algunos autores denominan ferrofluidos específicamente aquellos en los cuales las partículas tienen tamaños menores a 10 nm [4]. En la actualidad, el uso de los FM 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 [5] Las separaciones de minerales a nivel industrial usando FM actualmente son limitadas, especialmente son usadas en recuperación de oro, platino y de diamantes. A escala piloto están siendo empleados en recuperación de desechos de procesos, electrónicos, chatarra de automóviles, escorias y en carbones [6].

Este trabajo pretende preparar FMs en base a magnetita mineral para determinar los parámetros que permitan posteriormente diseñar y construir un equipo a escala piloto para separaciones gravimétricas de minerales, especialmente carbones coquizables de la región.

Metodología

El diagrama de flujo del procedimiento general se puede observar en la figura 1.

Magnetita mineral Fe_3O_4 .

Como mineral de partida se seleccionaron arenas negras magnéticas provenientes de Puerto Colombia, al norte de Colombia.

Síntesis de la Magnetita Fe_3O_4 , [8]

La magnetita sintética se obtuvo por síntesis química en una reacción de coprecipitación de sales de hierro II y III en proporción 2:1, añadidas gota a gota a una solución de hidróxido de amonio 0.9 M colocada en un balón de tres bocas, la cual se agita durante 20 minutos, hasta la obtención de un precipitado negro, que se preserva de la oxidación proporcionando una atmósfera de argón.

Caracterización de las Magnetitas mineral y sintetizada

Inicialmente, a la magnetita mineral se le efectuó análisis petrográfico. Una vez preparada la magnetita mineral junto con la magnetita sintetizada fueron estudiadas por DRX, para la identificación de fases y la indexación; los difractogramas obtenidos se compararon con las fichas de PDF-2 Release 2005 en el programa X'pert High Store Plus. La morfología y el tamaño de grano se estudiaron mediante Microscopio Electrónico de Barrido.

Preparación de los Fluidos Magnetorreológicos

Se prepararon mezclas de magnetita mineral en cuatro fluidos diferentes: aceites comerciales 20W30, 20W50, ACPM y taladrina y se adicionó una sal de Estearato como tensoactivo. Se aplicó un diseño de bloques Aleatorizados a cuatro niveles de concentración de magnetita, para determinar el efecto de esta variable (en términos de porcentaje en peso), sobre la densidad aparente de la mezcla.

2.5 Construcción del preequipo de campo magnético aplicado

Con el propósito de controlar el campo magnético aplicado, de forma que se ajuste a las características deseadas se efectuaron ensayos con la aplicación de un campo constante y la conmutación de campos con el objeto de generar una distribución uniforme de las partículas de magnetita.

El comportamiento de la magnetita mineral y sintetizada en los fluidos aplicando el campo magnético se visualizó mediante un microscopio estereográfico.

Presentación y análisis de resultados

Caracterización de la magnetita mineral y de la magnetita sintetizada

En primer lugar, el análisis petrográfico de las arenas negras magnéticas permite clasificarlas como rocas sedimentarias clásticas. Su descripción física establece que son de color gris oscuro a negro, presentan una moderada selección de tamaños y bajo grado de meteorización, ver figura 2.

Figura 1. Diagrama de flujo del procedimiento seguido

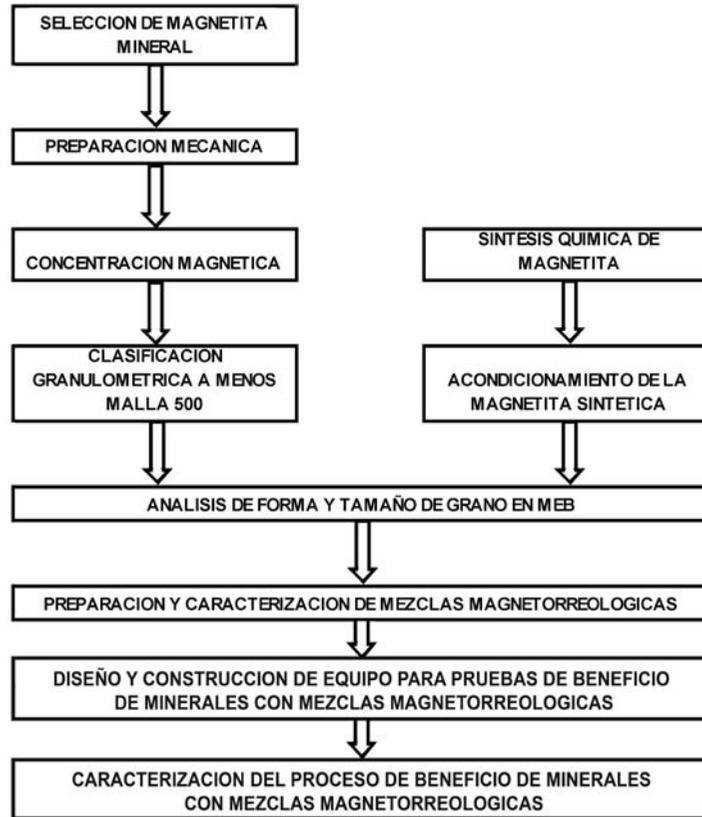
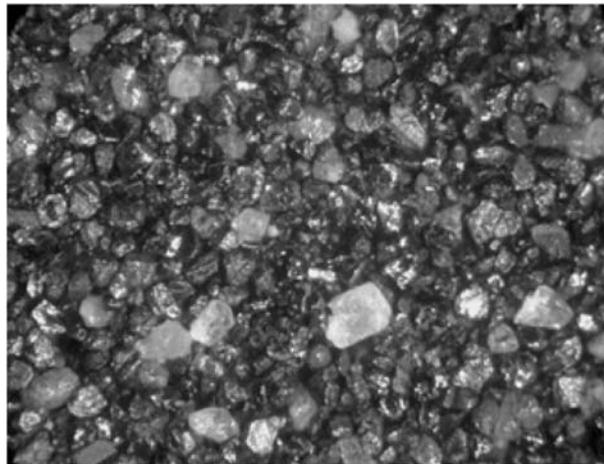


Figura 2. Vista Macroscópica de la arenas negras



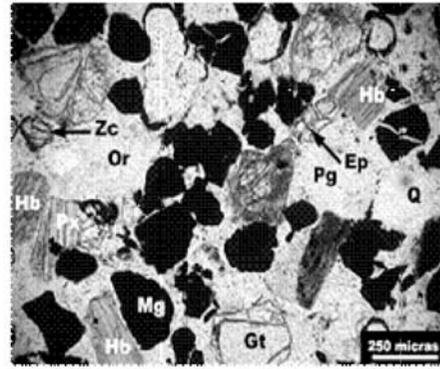
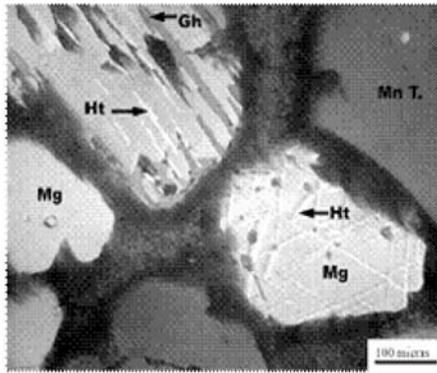
Los granos que forman la arena tienen composición variada, predominando cristales de minerales opacos (Magnetita, Ilmenita y Goethita) con propiedades magnéticas, ver figura 3A. La mayoría de minerales traslucidos corresponden a minerales pesados entre los cuales presenta clinopiroxenos tipo augita y ortopiroxenos tipo hiperstena. Los anfíboles más frecuentes corresponden a Hornblenda. La epidota se presenta principalmente en la variedad zoisi-

ta. Los feldespatos son ortoclasa y plagioclasa. El cuarzo se presenta mayoritariamente como monomineral con leve extinción ondulante. Los circones con alto relieve y parcialmente fracturados. En observación sobre probeta pulida se aprecia magnetita con predominio de cristales limpios. Algunos con maclas cruzadas de hematita y en menor grado de ilmenita. Hay incipiente alteración a goethita, figura 3 B.

Figura 3. Análisis petrográfico de la magnetita mineral

A) Probeta Pulida. Luz reflejada. Pol. paralelos 50X

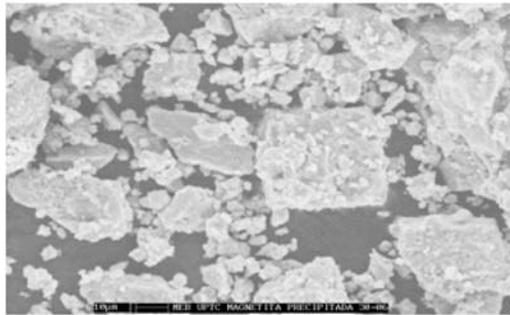
(B) Sección Delgada. Polarizadores paralelos. 20X



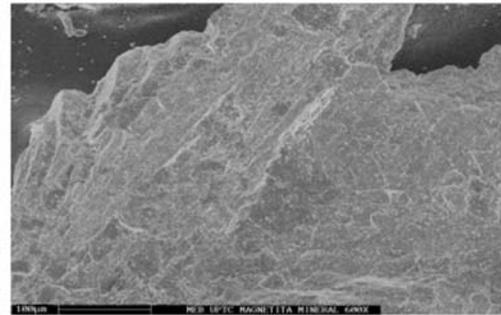
El análisis topográfico de la forma de grano y tamaño de la magnetita sintética revelan que la mayor parte de granos son angulares y algunos alcanzan a cristalizar en estructura cúbica, típica de la magnetita y los tamaños varían

entre 1 y 40 μm , predominando en mayor porcentaje los tamaños alrededor de las 10 μm , los cuales tienden aglomerarse, ver figura 4. La magnetita mineral se ve una sola masa, lo cual significa que se aglomera.

Figura 4. Micrografía de la magnetita sintética y mineral



MAGNETITA PRECIPITADA

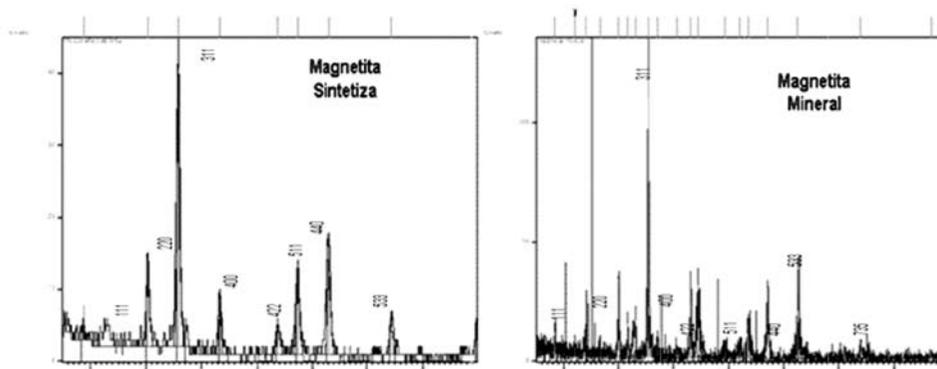


MAGNETITA MINERAL

El análisis de fases indica la cristalinidad de las dos magnetitas, en la figura A se observa una sola fase correspondiente a la magnetita, y en B, el difractograma de la mag-

netita mineral confirma la presencia adicional de cuarzo e ilmenita, aunque hay una superposición en algunos de los picos. Ver figura 5.

Figura 5. Patrón de Difracción de la Magnetita Fe_3O_4



Preparación de los Fluidos Magnetorreológicos

La experimentación permitió observar una variación en la densidad aparente de cada mezcla, como se registra en la siguiente tabla 1.

Mediante un Análisis de Varianza se establece con esta información, si la concentración de magnetita en la mezcla afecta su densidad aparente, (asumiendo un $\alpha = 0.05$), y se selecciona la mezcla magnetorreológica a usar en el proceso de beneficio de minerales. (Ver tabla 2).

Tabla 1. Densidades de los diferentes fluidos preparados

CONCENTRACIÓN MAGNETITA (% en peso) FACTOR A	FLUIDO + SURFACTANTE			
	FACTOR B			
	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

Tabla 2. Resultados del Análisis de varianza

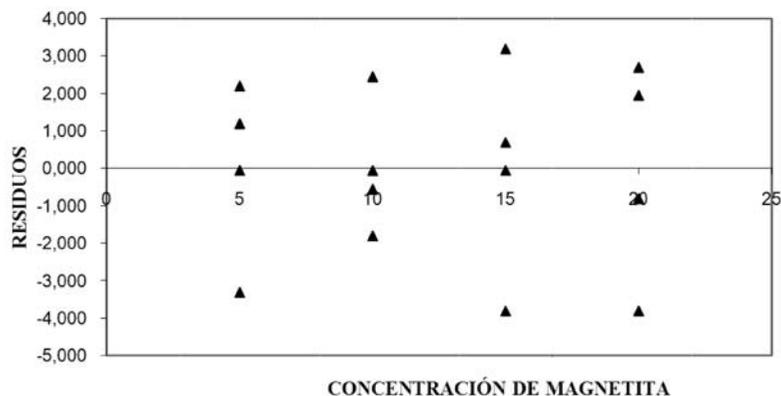
FUENTE	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	CUADRADO MEDIO	F _o	F _c
Concentración	0.32125269	3	0.1070842	123.431	3.86255
Bloques	0.00256269	3	0.0008542		
Error	0.00780806	9	0.0008676		
Total	0.33162344	15			

En los resultados del Análisis de Varianza, $F_o > F_c$, de donde se concluye que la concentración de magnetita afecta significativamente la densidad aparente de la mezcla.

Se hace un Análisis de Residuales para verificar la normalidad del experimento; es decir, para demostrar posibles tendencias en la experimentación.

En la figura 6, 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.

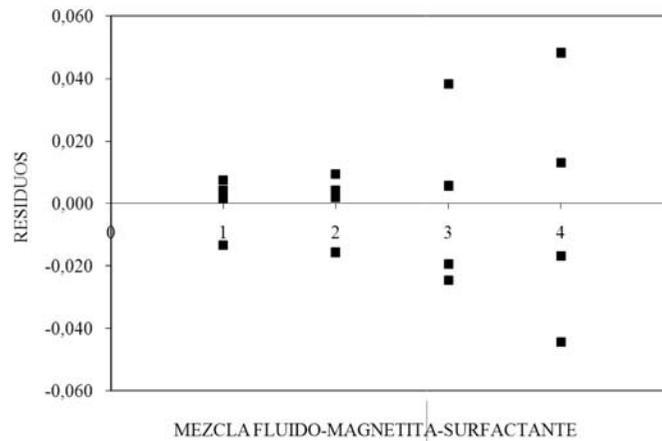
Figura 6. Residuos contra Concentración de Magnetita (Factor A)



Los Residuos en función de la mezcla: Fluido – Magnetita – Surfactante, figura 7, 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.

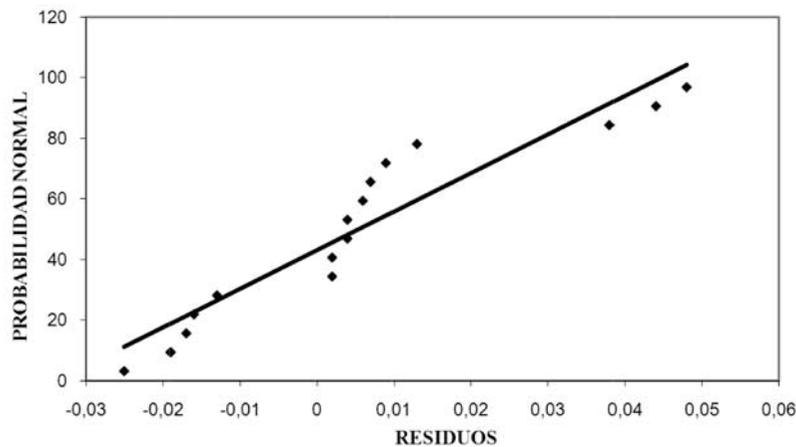
Figura 7. Residuos contra los Fluidos (Factor B).



La Probabilidad normal de los Residuos (figura 8) 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.

Figura 8. Probabilidad normal de los Residuos.



Selección de la mezcla magnetorreológica para beneficio de minerales

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 en promedio un 2.5% de incremento sobre las cenizas del carbón coquizado, por eliminación de la materia volátil durante

el proceso de coquización. En estos términos, y considerando un 1% de cenizas adicional 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 gravimétrica, debe tener una densidad menor, para alcanzar las densidades de corte necesarias mediante la aplicación y regulación del campo magnético.

Bajo estas consideraciones, técnicamente se sugiere emplear una mezcla de cualquier fluido probado, con 30% en peso de concentración de magnetita.

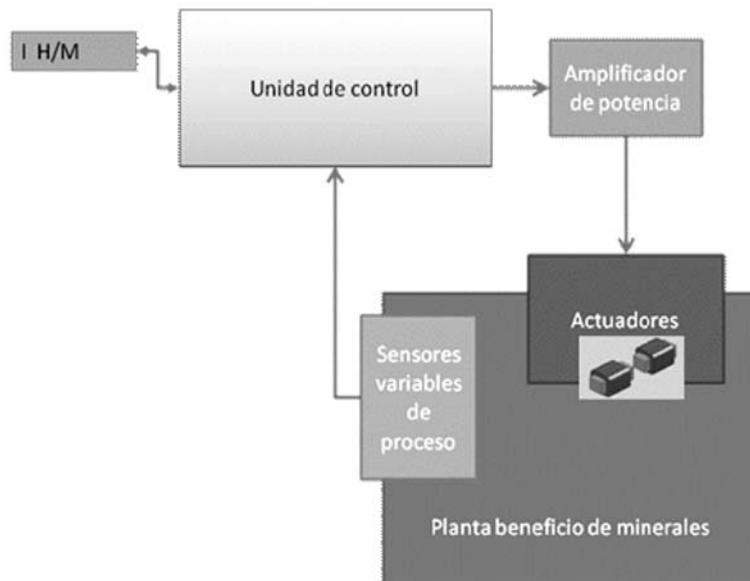
Generación del campo magnético

Con el propósito de manejar el campo magnético aplicado, de forma que se ajuste a las características deseadas se propuso la aplicación de un campo constante, observando en una primera instancia unas características de compor-

tamiento no uniforme en el fluido magnetorreológico, con tendencia hacia el incremento en la concentración alrededor de los polos magnéticos.

A partir de esta observación se establece la necesidad de un sistema que permita la mantener una ubicación aproximadamente constante de las partículas de magnetita, por conmutación de campos. Es así como se propone un sistema de control con las características mostradas en la figura 9.

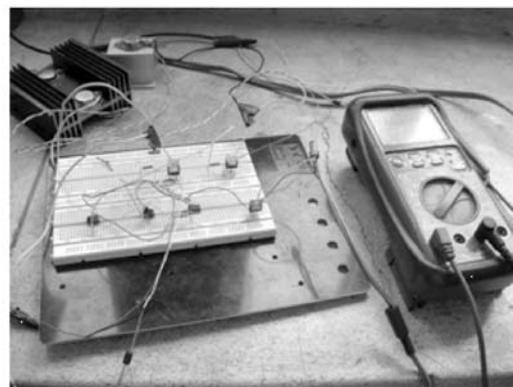
Figura 9. Sistema de control del campo magnético



En esta figura, la planta hace referencia al sistema de ensayo, con una concentración predeterminada, al que se aplica los campos magnéticos; como actuadores se utilizan electroimanes, cuyos campos conmutan de acuerdo con las características programadas de 10 Hz y un ciclo de trabajo del 50%; el controlador corresponde a un dispositivo microcontrolador Motorola QT4.

En la misma figura, el flujo de información inicia por la interfase H/M, con la programación del microcontrolador de acuerdo con un algoritmo de prueba, atendiendo a los requerimientos de programación, se emiten unas señales de control, que mediante acoplamiento amplifican la señal para proporcionar la potencia requerida en los actuadores. La figura 10 muestra la disposición general del prototipo de prueba.

Figura 10. Disposición general del equipo de prueba

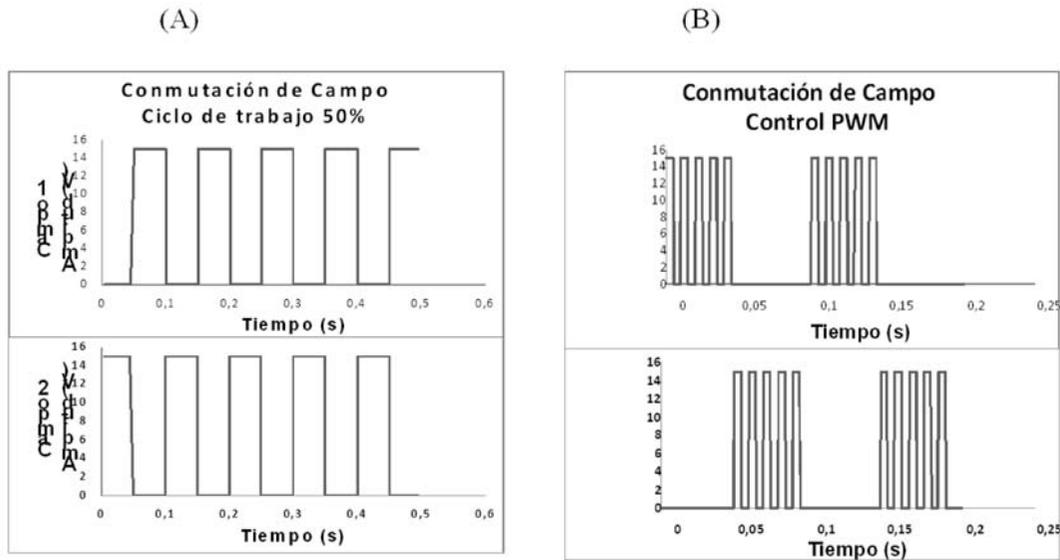


Conmutación de campos

Las señales aplicadas se muestran en la figura 11 (A). Con esta configuración se puede observar la homogenización de

la muestra, resultado satisfactorio, pero impide controlar la intensidad del campo magnético. Para suplir esta necesidad, se hace un control indirecto, generando una señal pulsante por cada ciclo, como se muestra en la figura 11 (B).

Figura 11. (A) Conmutación de campo magnético (B) Control PWM de la tensión aplicada al generador del campo electromagnético.



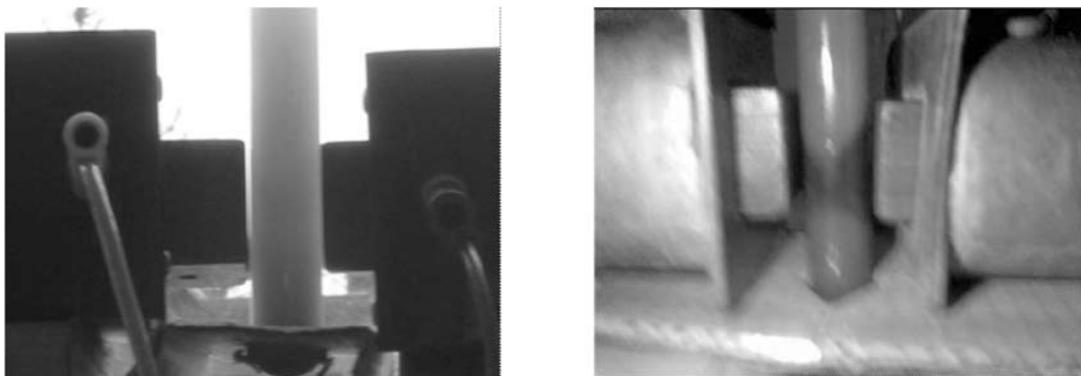
El control del campo a la frecuencia determinada se hace variando el tiempo de activación δ entre un valor 0 y $T/2n$, siendo T el período de la señal y n el número de pulsos por cada semi-ciclo.

Pruebas adicionales se desarrollan con otras configuraciones como el uso de un campo electromagnético que generen líneas de fuerza verticales, para establecer la razón de cambio de la densidad aparente en función del campo magnético generado.

3.3 Aplicación del campo a los fluidos magnetorreológicos

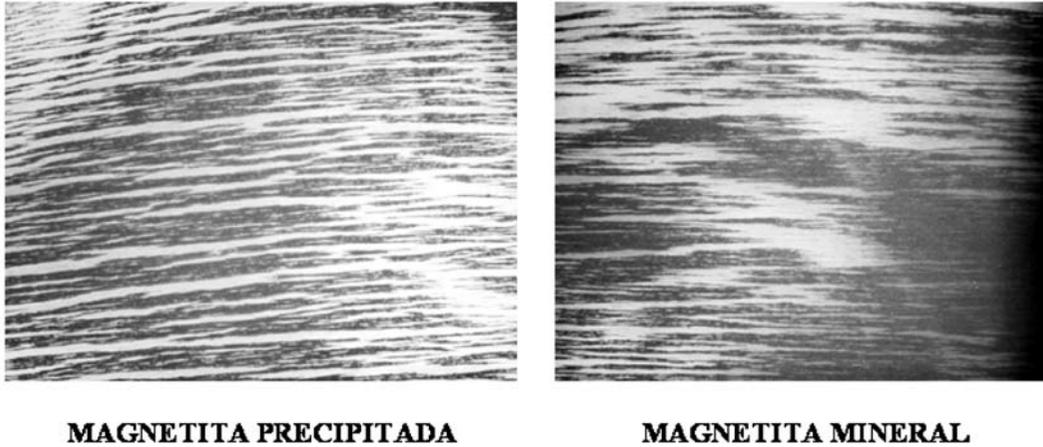
Se observa que el campo magnético ejerce un efecto de ordenamiento de las partículas creando zonas diferenciadas de densidad aparente por concentración de partículas de magnetita, como se aprecian la figura 12. En otra prueba, la variación del campo magnético alcanza un reordenamiento de las partículas hasta lograr franjas con solidez suficiente para mantener una partícula de carbón, pero permitir el paso de partículas minerales de mayor densidad.

Figura 12. Comportamiento del fluido magnetorreológico (A) Sin campo magnético (B) con campo magnético



Para establecer el comportamiento de los fluidos magnetorreológicos con la acción del campo se analizaron con el microscopio estereográfico como se ve en la figura 13.

Figura 13. Micrografía de los fluidos magnetorreológico con un campo de 20 V

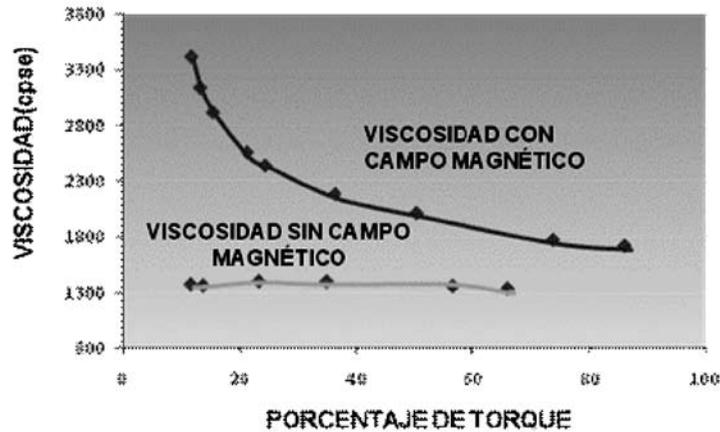


Para ambos fluidos el comportamiento es muy similar, a medida que aumenta el campo la magnetita se separa y se puede observar en pequeños apilamientos lo que indica que se trata de un comportamiento magnetorreológico polidisperso, para ambas magnetitas, esto es debido posiblemente a que es difícil controlar el tamaño de grano tanto en la molienda como en la síntesis. Puede observarse que con campo magnético fácilmente se genera la orientación de las partículas, con lo cual también se aumenta el área superficial, y la velocidad de sedimentación es muy lenta.

Para el estudio reológico se evaluaron las viscosidades de los fluidos sin campo magnético y con campo como se puede apreciar en la figura 14.

Cuando los fluidos son sometidos al campo sus viscosidades aumentan esto es posible a la alineación de las partículas de magnetita que tienden a orientarse en dirección del campo aplicado.

Figura 14. Viscosidades del fluido magnetorreológico con campo magnético y sin campo en SAE 50



En ausencia de un campo un fluido magnético tiene propiedades reológicas similares a cualquier suspensión coloidal y esta a su vez exhibe una viscosidad mayor que el líquido portador solo.

La respuesta reológica al aplicar un campo magnético resulta de la polarización inducida en las partículas suspendidas. La interacción entre los dipolos inducidos conduce a que las partículas roten y formen columnas paralelas al

campo aplicado. Estas estructuras como cadenas restringen el movimiento del fluido, aumentando la viscosidad de la suspensión. Este fenómeno es conocido como efecto magnetoviscoso y la viscosidad que resulta de la acción del campo es rotacional.

Conclusiones

Las características de las partículas magnéticas como tamaño de grano, son importantes para el aprovechamiento de las propiedades de los fluidos magnetorreológicos.

Para el caso de la magnetita sintetizada deben controlarse las condiciones de precipitación lo cual asegura tamaños más pequeños.

La magnetita mineral durante la molienda posiblemente debido al calor generado por la energía mecánica ejercida sobre la muestra para reducir el tamaño de grano lleva a cambios fundamentales en su morfología de grano o es posible que se genere supermagnetismo.

Ambas magnetitas, mineral (la presencia de otros minerales no es interfiere) y precipitada en el fluido responden al campo magnético. La magnetización que se puede lograr en estos fluidos es la indicada para la aplicación en beneficio de carbones.

El diseño experimental para formulación de fluidos magnéticos, sugiere emplear una mezcla de cualquier fluido probado, con 30% en peso de concentración de magnetita. Sin embargo esta sugerencia queda condicionada al cambio en los métodos de medición de la densidad, de acuerdo con el análisis estadístico.

El resultado de la aplicación de campos conmutados, a una frecuencia superior a 30 Hz mantiene las partículas en suspensión. Sin embargo se presenta un movimiento hacia los polos, por lo que se requiere además de la conmutación de campos el uso de más de un par de polos.

Las pruebas desarrolladas muestran un cambio en la densidad aparente del fluido, en función de la magnitud del

campo aplicado, que llega hasta los 50 Pa. En este sentido se requiere mejorar la instrumentación y amplificar la potencia aplicada.

Referencias

- [1] Rosensweig R. E., (2001), Encyclopedia of Materials: Science and Technology, Ferrofluids: Introduction, ISBN: 0-08-0431526, Elsevier, pp. 3093-3102.
- [2] 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.
- [3] Odenbach S. (2002) (Editor), Ferrofluids: Magnetically controllable fluids and their applications, Lecture Notes in Physics, Springer-Verlag.
- [4] Rosensweig R.E, Ferrohydrodynamics, Cambridge Univ. Press, pp.344, 1985.
- [5] Zieliński 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, p. 309-316.
- [6] 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.
- [7] Svoboda J., Fujita T. Recent developments in magnetic methods of material separation. Minerals Engineering 16 (2003) 785–792.
- [8] Koichiro Hayashi, Wataru Sakamoto, Toshinobu Yogo. (2009) Magnetic and rheological properties of monodisperse Fe₃O₄ nanoparticle/organichybrid. Journal of Magnetism and Magnetic Materials 321 450–457.