



UNIVERSITAT JAUME I DE CASTELLÓ
ESCUELA SUPERIOR DE TECNOLOGÍA Y CIENCIAS EXPERIMENTALES

Departamento de Ingeniería Química

DENSIFICACIÓN Y FLUJO DE LECHOS DE PARTÍCULAS DE CUARZO

MEMORIA
que para optar al grado de
Doctor en Ciencias Químicas presenta
JOSE GUSTAVO MALLOL GASCH

Castellón, 2005

JOSÉ LUÍS AMORÓS ALBARO Y M^a JOSÉ ORTS TARÍ, CATEDRÁTICO Y PROFESORA
TITULAR DE UNIVERSIDAD DE INGENIERÍA QUÍMICA DE LA UNIVERSITAT JAUME I DE
CASTELLÓN

CERTIFICAN: Que D. JOSE GUSTAVO MALLOL GASCH ha realizado bajo
su dirección, en los laboratorios del Instituto de Tecnología
Cerámica, dentro del programa de doctorado del Departamento
de Ingeniería Química de la Universitat Jaume I de Castellón, el
trabajo que bajo el título “DENSIFICACIÓN Y FLUJO DE
LECHOS DE PARTÍCULAS DE CUARZO” presenta en esta
Memoria y que constituye su tesis para optar al grado de Doctor
en Ciencias Químicas.

Y, para que conste a los efectos oportunos, firman el presente certificado
en Castellón, a 18 de Noviembre de 2005.

Fdo. *José Luís Amorós Albaro.*
Catedrático de Ingeniería Química.

Fdo. *M^a José Orts Tarí.*
Profa. Titular de Ingeniería Química.

A Ange, Ángela y mis padres.

Agradecimientos:

El presente trabajo se ha desarrollado en los laboratorios del Instituto de Tecnología Cerámica de la Universitat Jaume I de Castellón concertado con la Asociación de Investigación de las Industrias Cerámicas, por lo que deseo hacer patente mi agradecimiento a ambas instituciones por poner a mi disposición los medios humanos y materiales necesarios para su realización.

Mi más sincero agradecimiento a los Doctores José Luís Amorós Albaro y M^a José Orts Tarí, por la elección del tema desarrollado y por dedicar su tiempo y esfuerzo personal a la dirección de este trabajo.

También quiero dar las gracias a todas las personas del Instituto de Tecnología Cerámica que han colaborado en la realización del mismo, en especial a Domingo Llorens, por su apoyo técnico, sugerencias y comentarios; a Begoña Campos y a Juan Boix, que me han ofrecido su inestimable apoyo técnico; y a Marian Falcó y Elena Blasco, sin cuya ayuda no hubiese sido posible la confección de esta memoria.

Quiero finalmente agradecer el apoyo a todas aquellas personas que en la actualidad desarrollan su labor profesional en otras Instituciones y que, en su paso por el Instituto de Tecnología Cerámica, contribuyeron a la realización de este trabajo. En especial quiero agradecer la colaboración del Dr. Francisco Negre, por su apoyo, comentarios y consejos en la definición del estudio y a Raúl Marco, Silvia Apolinário, Vincent Begon y Vanesa Moreno por su apoyo técnico.

1. RESUMEN	3
2. INTRODUCCIÓN	7
2.1. Breve descripción de los principales métodos y técnicas utilizadas para la medida o estimación de la fluidez	9
2.1.1. Métodos basados en la determinación de las curvas de fluencia. Determinación de la superficie de fluencia de un polvo. Función de flujo del material	9
2.1.2. Métodos basados en la medida de las densidades aparentes de lechos de partículas consolidados y no consolidados. Índice de Hausner. Índice de compactabilidad de Carr.	13
2.1.3. Ensayos de compresión. Compresibilidad mecánica. Coeficiente de empaquetamiento	15
2.1.4. Medida del ángulo de reposo (α_r) en condiciones estáticas y dinámicas	15
2.1.5. Determinación de la velocidad de flujo	16
2.1.6. Índices de fluidización, desaireación y permeabilidad	17
2.2. Densificación de polvos sometidos a “tapping”	19
2.2.1. Efecto de las variables de operación sobre las compacidades inicial (ϕ_0) y final (ϕ_∞) y sobre el índice de Hausner (IH)	19
2.2.1.1. Variables externas	20
2.2.1.1.1. Procedimiento de llenado	20
2.2.1.1.2. Dimensiones del lecho. El efecto pared	21
2.2.1.1.3. Procedimiento de densificación	21
2.2.1.2. Variables intrínsecas. Características del material	22
2.2.1.2.1. Tamaño medio de partícula	22
2.2.1.2.2. Amplitud de la distribución por tamaños de partícula del polvo	24
2.2.1.2.3. Forma y rugosidad de las partículas	24
2.2.1.2.4. Densidad real de las partículas	25
2.2.1.2.5. Mezclas binarias de fracciones monomodales. Influencia de las características de cada fracción y de la composición de la mezcla	26
2.2.1.3. Condiciones ambientales. El papel de la humedad relativa del aire	33
2.2.2. Ecuaciones cinéticas	33
2.2.2.1. Ecuación de Kawakita	33
2.2.2.2. Modelo exponencial	35
2.2.2.3. Ecuación de Heckel	35
2.2.2.4. Ecuación de Heckel modificada	35
2.2.2.5. Ecuación de Knight	36
2.2.2.6. Ecuación cinética propuesta	37

2.3. Flujo y densificación de polvos en ensayos de cizalla	42
2.3.1. Curvas de fluencia de un polvo. Ecuaciones descriptivas del fenómeno	42
2.3.1.1. Ecuación del Warren-Springs Laboratory (WSLA)	42
2.3.1.2. Criterio de fluencia de Coulomb.....	44
2.3.1.3. Modelo propuesto, basado en el contacto adhesivo de esferas elásticas (Modelo JKR)	45
2.3.2. Resistencia mecánica de un lecho de polvo. Su relación con la capacidad del lecho y con el tamaño medio de partícula	50
2.3.2.1. Modelo de Rumpf.....	51
2.3.2.2. Modelo de Kendall	52
2.3.2.3. Modelos semiempíricos complejos	52
2.3.2.4. Ecuaciones empíricas	53
2.3.2.5. Ecuación propuesta.	54
2.3.3. Densificación de lechos de partículas sometidos simultáneamente a tensiones normales y de cizalla. Diagrama de compactación.....	56
2.3.4. La función de flujo (FFM) y el ángulo efectivo de fricción interna (δ) de un polvo. Relación con las características del lecho.....	57
2.3.4.1. La función de flujo de un polvo (FFM)	57
2.3.4.2. Ángulo efectivo de fricción interna del polvo (δ)	60
3. OBJETIVOS Y PLAN DE TRABAJO	65
3.1. Objetivos	65
3.2. Plan de trabajo	67
4. MATERIALES, EQUIPOS Y PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	71
4.1. Materiales	71
4.1.1. Obtención de las fracciones granulométricas	72
4.1.2. Técnicas experimentales utilizadas.....	72
4.1.2.1. Determinación de la distribución de tamaños de partícula por difracción de láser	72
4.1.2.1.1. Aplicabilidad de la teoría de difracción de Fraunhofer	73
4.1.2.1.2. Constantes ópticas de los materiales.....	73
4.1.2.1.3. Difracción de laser vía húmeda	75
4.1.2.1.4. Difracción de láser vía seca	77
4.1.2.2. Forma de las partículas.....	77
4.1.2.3. Densidad real	78
4.1.3. Resultados.....	78
4.1.3.1. Distribución de tamaños de partícula.....	78
4.1.3.2. Forma de las partículas.....	83
4.1.3.3. Densidad real	84

4.2. Densificación de lechos de partículas por “tapping”	85
4.2.1. Equipo de densificación por “tapping”. Selección del material y del diámetro del recipiente	85
4.2.2. Procedimiento experimental.....	88
4.2.2.1. Selección de la altura inicial del lecho	90
4.2.3. Repetibilidad de los experimentos. Cálculo de errores.....	91
4.3. Flujo y densificación de polvos en ensayos de cizalla	93
4.3.1. Célula rotacional de cizalla.....	93
4.3.2. Procedimiento experimental.....	93
4.3.3. Repetibilidad del método de medida. Cálculo de errores	95
5. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	99
5.1. Densificación por “tapping” de lechos de partículas de cuarzo. 99	
5.1.1. Lechos de polvos monomodales.....	99
5.1.1.1. Compacidad inicial	99
5.1.1.2. Compacidad final	102
5.1.1.3. Índice de Hausner (IH).....	104
5.1.1.4. Cinética de densificación por “tapping”	106
5.1.1.4.1. Ecuación de Kawakita	108
5.1.1.4.2. Ecuación de Heckel modificada	110
5.1.1.4.3. Ecuación de Knight.....	112
5.1.1.4.4. Ecuación cinética propuesta.....	115
5.1.2. Lechos de polvos bimodales	121
5.1.2.1. Compacidad inicial	121
5.1.2.2. Compacidad final	126
5.1.2.3. Índice de Hausner	130
5.1.2.4. Cinética de densificación por “tapping”	132
5.2. Flujo y densificación de lechos de partículas sometidos simultáneamente a tensiones normales y de cizalla	141
5.2.1. Comprobación de la validez de los ensayos de fluencia realizados con la célula rotacional.....	141
5.2.2. Selección de la ecuación de la curva de fluencia	143
5.2.2.1. Ecuación del Warren Spring Laboratory (WSLA)	143
5.2.2.2. Ecuación de Coulomb.....	146
5.2.2.3. Ecuación propuesta basada en el modelo de contacto adhesivo de esferas elásticas (JKR).....	147
5.2.2.4. Comparación entre los resultados obtenidos con las distintas ecuaciones	148
5.2.3. Flujo y densificación de lechos de partículas de cuarzo sometidos a tensiones	150
5.2.3.1. Lechos de polvos monomodales	150
5.2.3.1.1. Curvas de fluencia	150
5.2.3.1.2. Diagramas de compactación	156

5.2.3.1.3. Relación entre la cohesión, C, y la resistencia mecánica a la compresión, f_c	165
5.2.3.1.4. Cohesión de un lecho de partículas, C. Su relación con la compacidad, ϕ y el tamaño medio de las partículas, d_s	166
5.2.3.1.5. Coeficiente de fricción (μ).....	169
5.2.3.1.6. Función de flujo del material (FFM). Su relación con el tamaño medio de las partículas.....	171
5.2.3.1.7. Ángulo efectivo de fricción interna (δ).....	173
5.2.3.2. Lechos de polvos bimodales.....	174
5.2.3.2.1. Curvas de fluencia.....	174
5.2.3.2.2. Diagramas de compactación.....	184
5.2.3.2.3. Relación entre la cohesión, C, y la resistencia mecánica a la compresión, f_c	197
5.2.3.2.4. Cohesión de un lecho de partículas, C. Su relación con la compacidad, ϕ , y el tamaño medio de las partículas, d_s	198
5.2.3.2.5. Cohesión de un lecho de partículas, C. Su relación con la compacidad, ϕ , y con la composición de la mezcla, X.....	202
5.2.3.2.6. Coeficiente de fricción (μ).....	205
5.2.3.2.7. Función de flujo.....	207
5.2.3.2.8. Ángulo efectivo de fricción interna (δ).....	213
5.3. Interrelaciones entre los distintos parámetros empleados para la evaluación de la fluidez.....	215
5.3.1. Relación entre los parámetros obtenidos mediante densificación por "tapping".....	215
5.3.2. Relación entre los parámetros obtenidos mediante densificación por "tapping" y mediante consolidación por aplicación de tensiones.....	217
5.3.3. Relación entre los parámetros de fluidez obtenidos a partir de las curvas de fluencia.....	219
6. CONCLUSIONES.....	225
7. RECOMENDACIONES.....	231

8. APÉNDICE.....	235
8.1. Representación del estado de tensiones en materiales granulares mediante el círculo de Mohr	235
8.2. Relación entre la compacidad del lecho, ϕ , y el grado de avance de la compactación, ξ ,	237
8.3. Deducción de la relación entre la pendiente de la función de flujo del material, α , y las características del lecho para polvos monomodales	238
8.4. Influencia de algunas variables de operación sobre la cinética de la densificación por “tapping” de un lecho. Cálculo de errores.....	240
8.4.1. Influencia de algunas variables de operación sobre la cinética de la densificación por “tapping” de un lecho.	240
8.4.2. Determinación del error experimental que se comete en la medida de las densidades y compacidades del lecho en el estado inicial y final del “tapping”.	243
8.5. Resultados experimentales obtenidos en los ensayos de densificación por “tapping”	246
8.5.1. Lechos de polvo monomodales.....	246
8.5.2. Lechos de polvo bimodales.....	248
8.6. Comparación entre los resultados experimentales y los calculados mediante la ecuación cinética de densificación propuesta, para polvos monomodales.....	251
8.7. Comparación entre los resultados experimentales y los calculados mediante la ecuación cinética de densificación propuesta, para las series de mezclas bimodales	252
8.8. Comprobación de la validez de los ensayos de fluencia realizados con la célula rotacional. Cálculo de errores	254
8.8.1. Ensayos de fluencia correspondientes al carbonato cálcico	254
8.8.1.1. Análisis de errores	260
8.8.2. Determinación del error experimental que se comete en la medida de las curvas de fluencia de lechos de partículas de cuarzo	261
8.8.3. Determinación del error experimental que se comete en la medida de la compacidad de lechos de cuarzo utilizando la célula rotacional.	264

8.9. Resultados experimentales obtenidos en los ensayos de fluencia correspondientes a lechos de partículas de cuarzo	266
8.9.1. Lechos de polvos monomodales	266
8.9.2. Lechos de polvo bimodales	272
8.9.2.1. Sistema binario M1+M8	272
8.9.2.2. Sistema binario de M1+M5	274
8.9.2.3. Sistema binario de M5+M8	276
8.10. Comparación entre los valores de la cohesión obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (5.41).....	278
9. NOMENCLATURA	283
10. BIBLIOGRAFÍA	289

CAPITULO 1

1. Resumen

Los procesos de fabricación de materiales cerámicos siempre comprenden un conjunto de operaciones básicas que tratan con sólidos pulverulentos secos o prácticamente secos, como: transporte y almacenamiento, mezclado, molienda, granulación, prensado, secado, cocción, etc., cuyo desarrollo depende considerablemente de la fluidez del polvo.

El almacenamiento de sólidos pulverulentos en silos y tolvas y su posterior descarga, pese a su aparente simpleza, es una operación básica delicada que requiere un diseño adecuado de estos equipos para evitar problemas asociados a dicha operación (segregaciones, interrupciones de flujo, etc.), que afectan a las etapas posteriores del proceso y, muy probablemente, a la calidad del producto final. El diseño de silos y tolvas, así como la optimización de muchas de las operaciones básicas que manejan polvos, requiere una adecuada caracterización de su fluidez.

La industria cerámica almacena y manipula, frecuentemente, en seco y sin granular, polvos constituidos por partículas irregulares, cuyo tamaño medio suele variar de unas 20 μm a 500 μm . Para estos materiales, cuya fluidez es media o alta, la información que se dispone sobre dicha propiedad y sobre su relación con las características del polvo es escasa y bastante incompleta.

En vista de ello se ha considerado conveniente profundizar en el conocimiento sobre la fluidez de polvos y su relación con las características de éstos. Para ello se ha estudiado la cinética de la densificación por "tapping" de un lecho de partículas obtenido por vertido del polvo en un recipiente, así como el flujo de un lecho de polvo sometido simultáneamente a esfuerzos normales y de cizalla, puesto que ambos procesos son los más adecuados para determinar la fluidez del material.

Partiendo de un polvo comercial de cuarzo, que es uno de los minerales más utilizados en la industria cerámica, se han obtenido por tamizado ocho fracciones granulométricas monomodales estrechas, de diferente tamaño medio, asegurándose de que tanto la amplitud de la distribución granulométrica como la forma de las partículas fuera prácticamente independiente de su tamaño medio. También se han preparado tres series de mezclas binarias, modificando, dentro de cada serie, la proporción de los componentes y, entre series, la razón de tamaños medios de los mismos. Se han realizado experimentos de densificación, utilizando un equipo expresamente diseñado, con vistas a determinar la influencia del tamaño medio de partícula del polvo en las fracciones monomodales, de la composición de la mezcla, en el caso de mezclas binarias, y del procedimiento de llenado, sobre las compacidades inicial y final del lecho y sobre la cinética del proceso de densificación. Se ha propuesto un modelo cinético representativo del proceso y se han obtenido buenas relaciones entre los parámetros del modelo y las variables antes mencionadas.

Se ha realizado un conjunto de experimentos en una célula rotacional de cizalla para determinar la influencia, sobre la curva de fluencia y sobre la compacidad del lecho de partículas, de las condiciones de consolidación, del tamaño medio de las partículas de las fracciones monomodales y de la composición de la mezcla, en el caso de mezclas binarias. Se ha propuesto una ecuación para describir la curva de fluencia del lecho de partículas y se han obtenido buenas relaciones entre los parámetros de la ecuación y las características del lecho de polvo.

Se ha determinado, para cada polvo estudiado, la función de flujo del material y el ángulo efectivo de fricción interna, a partir de las correspondientes curvas de fluencia, y se han obtenido buenas relaciones entre estas propiedades del flujo y las características del polvo.

Finalmente, se comparan los diferentes índices o parámetros de flujo obtenidos experimentalmente en este estudio.

CAPITULO 2

2. Introducción

En el diseño, operación y control de plantas que involucran, en alguna de sus etapas, la manipulación y el procesado de materiales en forma de sólido particulado, también denominado material granular o, simplemente, polvo, es frecuente encontrarse con más problemas que los que suelen presentarse en el manejo de fluidos^{1,2,3}. El origen de tales problemas está en que las características del flujo de los lechos particulados son menos conocidas y comprendidas y están peor caracterizadas que las de corrientes de fluidos homogéneos⁴.

En efecto, actualmente aún no se dispone de modelos que describan el comportamiento del flujo de polvos (propiedad macroscópica) en función de las características y propiedades microscópicas de las partículas, de las características y propiedades del equipo (geometría, materiales de construcción, etc.) y condiciones ambientales (temperatura, humedad relativa). El problema es que, en la práctica, hay un gran número de factores que juega un papel determinante en la fluidez de un polvo. Hoy en día todavía no es posible diseñar una conducción para el transporte neumático de un "polvo real" mediante modelos teóricos que se basen únicamente en las ecuaciones del movimiento de las partículas en la fase gaseosa y en el conocimiento de las interacciones partícula/partícula y partícula/pared. Lo propio podría decirse de otras operaciones básicas (almacenamiento de polvos, mezclado, etc.). Así pues, para la mayoría de las situaciones presentes en la industria de proceso químico, la determinación empírica de la fluidez es la única forma posible de obtener la información mínima necesaria para el diseño, operación y control de estas operaciones básicas.

Una consecuencia directa de ello es que este tipo de plantas funcionan, como promedio, a una capacidad muy inferior a la que sería esperable, si se comparan con otras plantas de proceso químico^{5,6}. El almacenamiento, el transporte, el mezclado, la molienda, la granulación, la dosificación, la compactación, la fluidificación, etc., son operaciones básicas cuyo desarrollo está profundamente condicionado por la fluidez del polvo. Ahora bien, en primer lugar, debe resaltarse que no existe ningún ensayo o índice que permita determinar las características de flujo de un polvo o fluidez, que sea universalmente aplicable. Ello se debe, en gran medida, a la variedad de estados de consolidación en la que se encuentra el polvo en las diferentes etapas del proceso⁴, tal como se detalla en la Tabla 2.1, y el ensayo, por tanto, debe reflejar el estado del polvo en la etapa que se considere. Por otra parte, la relación del ensayo también debe estar basada en el objetivo que se persigue con la medida de la fluidez. En efecto, el diseño de un equipo (silos, mezclador..) o la mejora del conocimiento de una operación requiere métodos de medida y ensayos más sofisticados y costosos que la resolución de un problema ocasional o un control de calidad rutinario de una materia prima⁴, por ejemplo.

2. Introducción

Tabla 2.1 Estados de consolidación que presentan los materiales particulados durante su manejo y procesado.

	Ligeramente consolidado	Suelto (poco empaquetado)	Fluidizado
Almacenamiento y transporte			
Almacenamiento en silos, montones, etc	X	--	--
Descarga de silos	--	X	X
Transporte mecánico	X	X	--
Transporte neumático	--	X	X
Dosificación	X	X	X
Operaciones básicas			
Mezclado	--	X	X
Aglomeración (en mezcladores)	--	X	X
Molturación fina	--	X	X
Separación	--	X	X
Secado	X	X	X
Reactores			
De lecho fijo	X	X	--
De lecho fluidizado	--	--	--

Basándose en los dos criterios de selección anteriormente citados: estado del polvo y objetivo del ensayo, en la Tabla 2.2 se enumeran los ensayos que se utilizan con más frecuencia para caracterizar la fluidez de polvos.

Tabla 2.2 Índices de fluidez que se utilizan para el control de calidad, diseño, detección de problemas y caracterización de polvos.

	Ligeramente consolidado	Suelto (sin consolidar)	Fluidizado	Equipo caro	Necesaria experiencia	Adecuado para:
Medidas de tensiones de cizalla	S	S	-	S	S	D, F
Densidades aparentes:						
- Índice de Hausner	S	S	-	N	M	C, D
- Método de Kawakita	S	S	-	N	M	C, D
Test de compresión	-	S	-	N	N	C, P
Angulo de reposo	-	S	-	N	M	C, F
Tiempo de descarga	-	S	-	N	M	C,P
Fluidización y otros métodos:						
- Índice de Fluidización	-	-	S	N	M	D, P, F
- Desaireación	-	-	S	M*	M	D, P
- Permeabilidad	S	S	-	N	N	D, P, F

*Depende del método

S=Si; N=No; M=Moderado; C=Control de calidad; D=diseño de equipo; P=Detección de problemas; F=Estudio del fenómeno.

2.1. Breve descripción de los principales métodos y técnicas utilizadas para la medida o estimación de la fluidez

2.1.1. Métodos basados en la determinación de las curvas de fluencia. Determinación de la superficie de fluencia de un polvo. Función de flujo del material

- i) Para que un polvo fluya la tensión de cizalla aplicada debe ser mayor que la umbral o de fluencia (tal como sucede en los fluidos plásticos). Ahora bien, a diferencia de éstos, la magnitud de la tensión de cizalla umbral, τ , o resistencia a la cizalla, depende de las condiciones de consolidación a que ha sido sometido el lecho de polvo y de la tensión normal que actúa sobre el plano de cizalla en el momento del inicio del flujo o rotura del lecho (σ). Así pues, la caracterización de la fluidez por estos procedimientos, se basa en determinar, para una compacidad del lecho dada, la variación de la resistencia a la cizalla (τ) con la tensión normal (σ), denominada curva de fluencia o yield loci según Jenike⁷. En efecto, consideraremos un lecho de polvo en el interior de una matriz cilíndrica de paredes rígidas (Figura 2.1a), diseñada de tal modo que permita el desplazamiento horizontal, e, del anillo superior y el vertical de la tapa. Para un valor de la carga normal al plano de cizalla ($\sigma_c A$) el desplazamiento horizontal del anillo a una velocidad pequeña pero constante, solo se producirá cuando el valor de la fuerza de cizalla aplicada alcance un valor umbral ($\tau_c A$) (curva c de la Figura 2.1b). A estas condiciones de consolidación (τ_c, σ_c) el flujo del polvo es estacionario y la compacidad del lecho alcanzará un valor determinado. Este par de valores (τ_c, σ_c) determinan el valor extremo de la curva de fluencia (Figura 2.1c).

Una vez finalizado este experimento, y eliminada la carga del sistema, para iniciar de nuevo el flujo del polvo o provocar la fractura del lecho sin alterar su compacidad, aplicaremos una carga normal al plano de cizalla ($\sigma_i A$) menor que ($\sigma_c A$) (curva i de la Figura 2.1b). La fractura por cizalla del polvo o flujo incipiente del mismo se producirá para un valor de la fuerza de cizalla ($\tau_i A$). Así pues, el par de valores resistencia a la cizalla (τ_i)-tensión normal aplicada (σ_i) constituirán uno de los puntos de la curva de fluencia (Figura 2.1c). Repitiendo el proceso varias veces se obtiene la curva de fluencia completa. Determinando curvas de fluencia, para lechos del mismo material, pero de compacidades diferentes (ϕ_1, ϕ_2, ϕ_3 , etc), se obtiene la "superficie de fluencia del material". Ésta describe la variación de la resistencia a la cizalla, τ , en función de la tensión normal (σ) que actúa sobre el plano de cizalla y en función de la compacidad del lecho (ϕ), es decir, $\tau = \tau(\sigma, \phi)$.

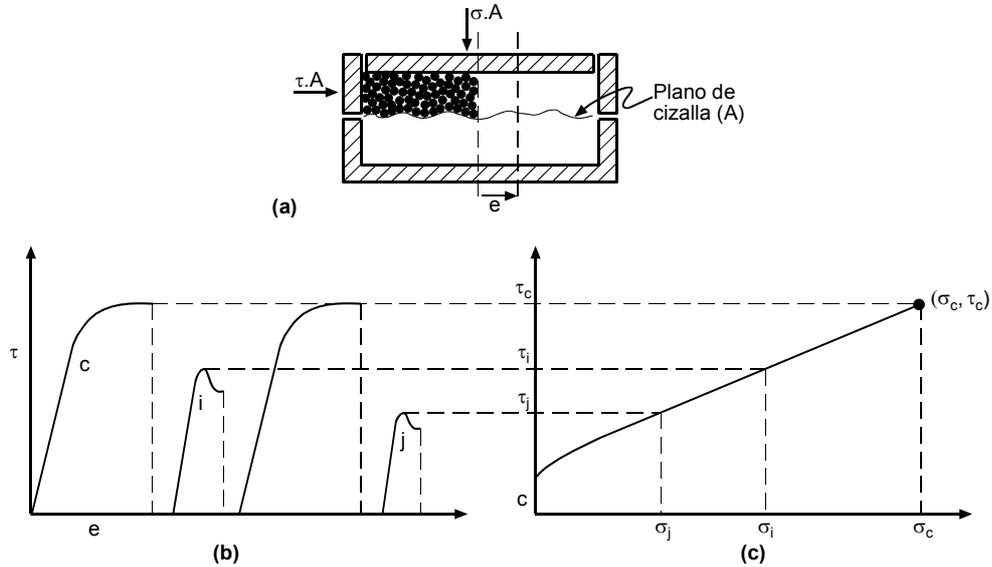


Figura 2.1 Obtención de las curvas de fluencia. (a) Célula de cizalla, (b) Variación de la tensión de cizalla con el desplazamiento, (c) Curva de fluencia.

- ii) Al valor de la ordenada en el origen de la curva de fluencia, C , se le denomina “cohesión” y es el valor de la resistencia a la cizalla del lecho de polvo cuando sobre él no actúa ninguna tensión normal. Es decir, la resistencia mecánica a la cizalla.
- iii) Jenike⁷ define la función de flujo de un material pulverulento como la variación de la resistencia mecánica a la compresión de un lecho de polvo (f_c), libre de cualquier tensión o envoltura, obtenido por compactación a una determinada presión compactante (σ_1), en función de esta última. Para ilustrar claramente este concepto recurriremos al ensayo hipotético de compresión, propuesto por este investigador en su trabajo original⁷, Figura 2.2. Supongamos que compactamos un lecho de polvo en el interior de un molde cilíndrico de sección A en el que el rozamiento del polvo con las paredes es despreciable, aplicando una fuerza prensante ($\sigma_1 A$). A continuación retiramos el polvo consolidado del molde y lo sometemos a una fuerza creciente de compresión (fA) hasta la rotura a un valor de la fuerza ($f_c A$). Repitiendo para diferentes valores de σ_1 este experimento obtendríamos los pares de valores (σ_1, f_c) que definen la función de flujo de un material pulverulento. Aunque este experimento hipotético ilustra muy bien el concepto, no tiene ninguna utilidad práctica debido, fundamentalmente, a dos razones: la primera a la imposibilidad de eliminar la fricción polvo/molde; la segunda deriva de la imposibilidad de consolidar cilindros con densidades aparentes uniformes, si éstos son largos.

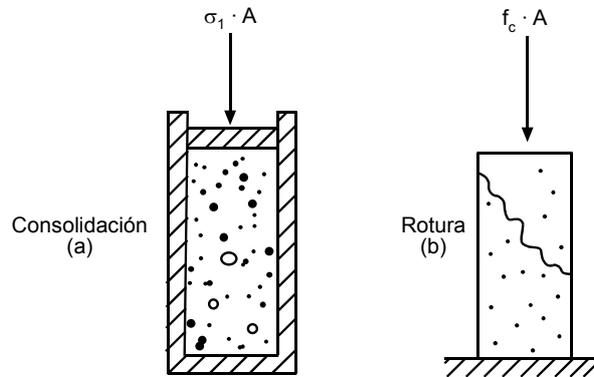


Figura 2.2 Experimento hipotético para determinar la resistencia mecánica a la compresión f_c .

Se puede demostrar, basándose en la aplicación del cálculo tensorial a la mecánica de suelos (Apéndice 8.1), que el par de valores (σ_1, f_c) correspondiente a un lecho de polvo de compacidad (ϕ) , puede calcularse a partir de la curva de fluencia obtenida para un lecho de igual compacidad^{9,10,11,12}. En efecto, trazando dos semicírculos tangentes (círculos de Mohr) a la curva de fluencia, que pasen por el origen de coordenadas y por el punto final de la misma, se obtienen los valores de f_c y σ_1 como puntos de corte de estos semicírculos con el eje de abscisas (Figura 2.3).

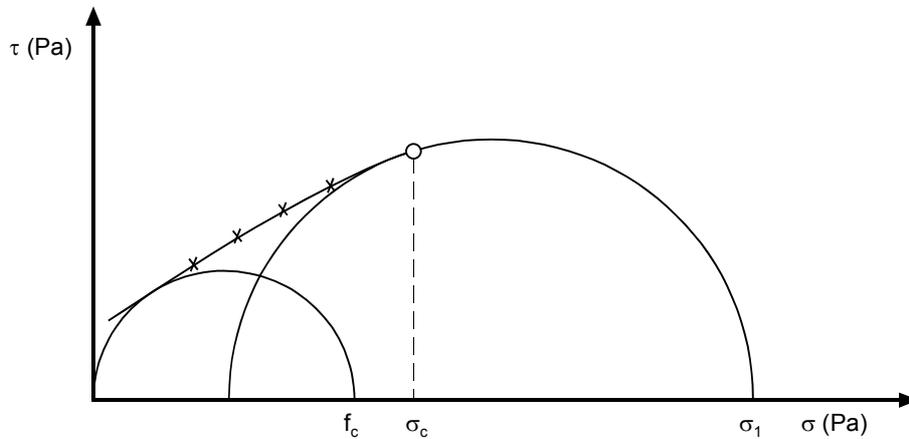


Figura 2.3 Obtención de σ_1 y f_c a partir de la curva de fluencia.

Aplicando este procedimiento a curvas de fluencia de lechos de partículas de diferentes compacidades (ϕ_i) se obtienen pares de valores (σ_1, f_c) que definen la función de flujo del material (FFM).

Las funciones de flujo de los materiales, por lo general, se suelen ajustar bastante bien a líneas rectas, con ordenadas en el origen y pendientes positivas, aunque a veces presentan una marcada curvatura (Figura 2.4).

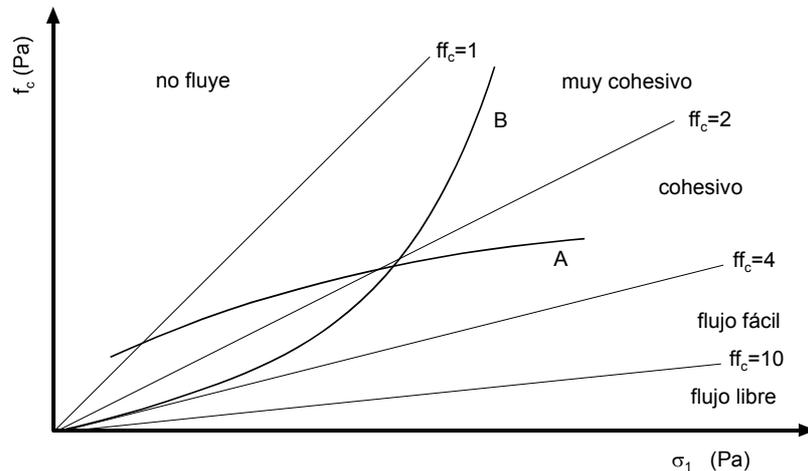


Figura 2.4 Intervalos de niveles de fluidez, según Jenike.

Obviamente, cuanto mayor es la ordenada en el origen y la pendiente de dicha representación, menor es la fluidez del polvo. Se comprueba, por tanto, que la razón (σ_1/f_c), propuesta por Jenike y utilizada por algunos investigadores como una medida de la fluidez, depende de la compacidad del lecho (ϕ) o bien de la tensión de consolidación (σ_1), análogamente a como ocurre con la viscosidad aparente de un fluido no newtoniano. En consecuencia, la utilización de dicho índice (σ_1/f_c), denominado comúnmente factor de flujo ($ff_c = \sigma_1/f_c$) como medida de la fluidez es, a menudo, incorrecta y sólo debe utilizarse a efectos comparativos entre diferentes materiales si se fija el valor de σ_1 . A pesar de ello, el factor de flujo, ff_c , es, probablemente, el índice más utilizado para definir la fluidez de los diferentes materiales ya que permite establecer intervalos de diferentes niveles de fluidez, en el diagrama f_c vs. σ_{c_1} , en las que sitúa las funciones de flujo obtenidas experimentalmente^{8,9,10,11} (Figura 2.4).

La caracterización completa de la fluidez de un polvo requiere, por tanto, la determinación de la superficie de fluencia o de la función de flujo del material.

Tal como se ha indicado en la Tabla 2.2, este método, además de ser el único que proporciona la información suficiente para el diseño de silos es, quizás, el que mejor permite obtener relaciones entre las propiedades de flujo (FFM, cohesividad, ff_c) y las características de las partículas.

La determinación de la fluidez por este método suele realizarse en células de cizalla uniaxiales, biaxiales, anulares y rotacionales, etc, cuyas ventajas y desventajas comparativas han sido analizadas por Schwedes¹².

2.1.2. Métodos basados en la medida de las densidades aparentes de lechos de partículas consolidados y no consolidados. Índice de Hausner. Índice de compactabilidad de Carr.

La densidad aparente de un polvo (bulk density) es el cociente entre la masa y el volumen ocupado. Este último incluye tanto los huecos entre partículas como el volumen real de éstas. La densidad aparente de un polvo depende considerablemente de la forma en que las partículas se empaquetan, por lo que no existe un valor único para un polvo determinado.

Hay dos métodos básicos de evaluar la densidad aparente de un polvo y que son utilizados como indicadores de la fluidez: la densidad aparente obtenida por simple vertido del polvo en un recipiente, frecuentemente referida como “densidad aparente aireada” o simplemente “densidad aparente” y la densidad aparente obtenida después de consolidar el lecho de polvo por vibración, por golpes, también denominada “densidad aparente del lecho empaquetado”¹³.

La densidad aparente aireada de un lecho de partículas se consigue vertiendo polvo en un recipiente sin agitación ni vibración, dejando que se desplace por acción de la gravedad. Su valor es muy parecido al que se logra al fluidificar un lecho de partículas y dejarlo sedimentar por efecto de la gravedad¹³. Un polvo muy cohesivo, con una elevada resistencia estructural, debido fundamentalmente a que las fuerzas de adhesión entre partículas son muy superiores a las de la gravedad, como ocurre con polvos muy finos o con polvos húmedos, conducirá a lechos de baja compacidad. Por el contrario, los polvos poco cohesivos, generalmente gruesos, secos, lisos y de forma aproximadamente esférica, a los que corresponden fuerzas de interacción entre partículas mucho menores que las gravitatorias, conducen a lechos de partículas densos.

iv) La densidad aparente del lecho de partículas empaquetado se obtiene sometiendo el recipiente que contiene el lecho de polvo resultante del llenado a sucesivos golpes, originados por pequeños desplazamientos verticales estandarizados (“tapping”). La estructura de un polvo cohesivo colapsará significativamente durante este proceso, reordenándose considerablemente el volumen original del lecho de partículas, mientras que en los polvos muy fluidos, con lechos de partículas originalmente bastante densos, la reducción de su volumen aparente será mucho más pequeña. El aumento de la compacidad del lecho durante el “tapping” se debe a que en cada uno de los golpes las partículas del polvo se ven forzadas a saltar, perdiendo instantáneamente el contacto entre ellas. Al caer de nuevo, después de cada golpe, las partículas se vuelven a reordenar libremente, resultando a lo largo del proceso un aumento de la compacidad del lecho.

Durante este proceso se destruye la estructura inicial del lecho de partículas, muy abierta, que estaba soportada por las fuerzas cohesivas interparticulares o por fuerzas capilares.

El cociente entre la densidad aparente del lecho compactado y la de llenado se denomina “razón de Hausner” o índice de Hausner (IH), término acuñado por Grey y Beddow¹⁴, al considerarlo una medida útil de la cohesión del polvo. Dutta y Dullea¹⁵, observaron una disminución de este índice conforme disminuye la cohesividad del polvo.

Yu y Hall¹⁶ concluyen que la razón de Hausner es un parámetro útil que refleja aceptablemente bien la fricción partícula-partícula.

Zou y Yu¹⁷ al evaluar las características de empaquetamientos de polvos no cohesivos formados por partículas grandes y de formas irregulares, encuentran que el citado índice disminuye, y por tanto la fluidez aumenta, conforme se incrementa la esfericidad de las partículas.

Geldart et al.¹⁸ describen que el índice de Hausner es capaz de distinguir cuantitativamente la capacidad de fluidizar un polvo.

Rastogi et al.¹⁹, estudiando polvos secos de carbones ultrafinos, de tamaño medio comprendido entre 7 y 25 μm , encuentran que la razón de Hausner es consistente con otros parámetros relacionados con la fluidez, tales como: tendencia a la formación de avalanchas, capacidad de desairear de un lecho fluidizado, funciones de flujo, etc.

En la Tabla 2.3 se detalla la correspondencia entre distintos índices según De Jong⁴.

Tabla 2.3 Comportamiento al flujo, respecto a varios índices.

	$ff_c^{(a)}$	IH ^(b)	$\alpha_r (^{\circ})^{(c)}$
No fluye	<2	>1,4	>60
Cohesivo	2-4	>1,4	>60
Flujo fácil	4-10	1,25-1,4	45-60
Flujo libre	>10	1-1,25	30-45
Flujo excelente	>10	1-1,25	10-30
Aireado	>10	1-1,25	<10

^(a) Factor de flujo, ^(b) Índice de Hausner, ^(c) Angulo de reposo estático.

Un parámetro íntimamente relacionado con la razón de Hausner, IH, es el índice de compresibilidad de Carr²⁰, igual a $(1-1/IH)$, el cuál ha sido ampliamente utilizado en la industria farmacéutica. Este índice es indicativo de la precisión y la capacidad de dosificación de polvos en la industria farmacéutica^{21,22}.

De acuerdo con Yamashiro²³, se puede obtener más información acerca de la fluidez de un polvo, determinando la variación que sigue un lecho de polvo durante el proceso de “tapping”, en vez de registrar únicamente la densidad

aparente final y la inicial necesarias para calcular el índice de Hausner (IH), como se verá en este apartado.

Los ensayos a realizar y el equipamiento utilizado son, por lo general, sencillos y los resultados que se obtienen bastante reproducibles, si se mantienen escrupulosamente constantes todas las variables que afectan al ensayo, que, como se verá en el apartado 2.2.1, son muchas.

Se debe, por tanto, recalcar que estos métodos directos dan medida de la fluidez, ya que no miden el comportamiento del polvo sometido a tensión de cizalla.

2.1.3. Ensayos de compresión. Compresibilidad mecánica. Coeficiente de empaquetamiento

Son simples ensayos de compactación de lechos de partículas en el interior de una matriz, a bajas presiones de prensado, generalmente inferiores a 1MPa²⁴.

La compresibilidad mecánica, C_m ; se obtiene a partir de curvas densidad aparente del lecho (ρ)-presión de prensado (P), al ajustar los resultados a la ecuación:

$$\frac{\rho - \rho_0}{\rho_0} = A + C_m \log P \quad (2.1)$$

siendo (ρ_0) la densidad aparente de llenado del lecho.

Recientemente, Gabaude et al.²⁵ han propuesto un nuevo índice: el coeficiente de empaquetamiento (C_t), para estimar las propiedades de flujo de polvos farmacéuticos. Este se define como:

$$C_t = \left(\frac{H_0 - H_f}{H_0} \right) \cdot 100 \quad (2.2)$$

siendo H_0 la altura inicial del lecho de polvo y H_f la altura final a una presión de prensado de $P=0,5$ MPa.

Al comparar los valores de C_t con los índices de fluidez obtenidos con otros procedimientos (función de flujo, índice de compresibilidad de Carr, velocidad de flujo..) Gabaude²⁵ y Viana²⁶ obtuvieron una buena correlación.

Estos ensayos son principalmente utilizados a efectos de control de calidad.

2.1.4. Medida del ángulo de reposo (α_r) en condiciones estáticas y dinámicas

El ángulo de reposo, α_r , puede medirse en condiciones estáticas o dinámicas, tal como se esquematiza en la Figura 2.5.

El ángulo de reposo, α_r , medido en condiciones estáticas, se utiliza ampliamente para determinar la fluidez de lechos de partículas muy poco densos (Figura 2.5a). Se define como el ángulo que forma la pared de una pila, obtenida por simple vertido del polvo desde una altura determinada, con la horizontal.

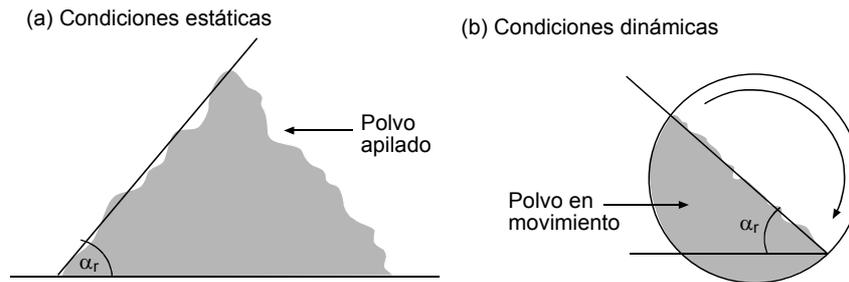


Figura 2.5 Determinación del ángulo de reposo.

Para polvos poco cohesivos el valor del ángulo de reposo es pequeño. Sin embargo, conforme se incrementan las fuerzas que actúan en los puntos de contacto entre partículas, en comparación con la de la gravedad, el ángulo de reposo también aumenta. En la Tabla 2.3 se indica el comportamiento de flujo en relación con el ángulo de reposo.

Existen diferentes formas de determinar α_r ^{27,28,29}, algunas de ellas estandarizadas^{30,31}. Todas ellas son bastante simples.

El índice α_r aporta información indirecta acerca de la fluidez del polvo en un estado de baja compacidad. Su principal utilidad se centra en el control de calidad.

Este índice es bastante sensible, reproducible y preciso cuando la fluidez del polvo es intermedia y el ángulo de reposo varía de 30 a 60°. En estos casos existe una buena correlación entre α_r e IH.

El ángulo de reposo, determinado en condiciones dinámicas, da información sobre la fluidez en movimiento (lento, por supuesto) (Figura 2.5b). Para su determinación se hace girar lentamente un cilindro de unos 20 cm de diámetro con el polvo en su interior. El ángulo de reposo se mide a través de una de las bases transparentes del cilindro^{32,33,34,35}.

2.1.5. Determinación de la velocidad de flujo

Las propiedades dinámicas de flujo de un polvo, una vez se ha iniciado éste, se caracterizan determinando la velocidad de flujo de descarga del polvo, inicialmente almacenado en un silo con forma cónica, de material y dimensiones estandarizadas. Este método se usa frecuentemente en la industria farmacéutica^{26,36} para comprobar si un polvo fluye a velocidad suficiente.

Este ensayo sólo puede utilizarse para caracterizar polvos de fluidez media o alta. La interrupción del flujo durante la descarga, aún cuando los polvos sólo sean ligeramente cohesivos, es la principal causa de su utilización tan restringida.

En el sector de baldosas cerámicas este ensayo se utiliza cotidianamente para controlar la fluidez de los polvos de prensa obtenidos mediante secado por atomización, empleando un equipo diseñado para tal fin, por la AICE- ITC^{37,38}. Mediante este ensayo se ha estudiado la fluidez de diferentes polvos de prensas para la obtención de baldosas cerámicas, analizando la influencia de las distintas variables de operación sobre la velocidad de flujo^{39,40}.

2.1.6. Índices de fluidización, desaireación y permeabilidad

La calidad de la operación de fluidización de un lecho de partículas finas está relacionada con la caída de presión a través del lecho. Si la corriente gaseosa soporta uniformemente el lecho de partículas, la caída de presión coincide con el peso del lecho por unidad de sección de la columna. Es frecuente, al tratar de fluidizar lechos de polvos cohesivos que éstos asciendan como un todo, manifestando un flujo tipo pistón que provoca caídas de presión mayores que la equivalente al peso del lecho. Así pues, la razón caída de presión requerida para la fluidización/masa del polvo por unidad de sección de la columna puede utilizarse como un índice no sólo para estimar la calidad de la fluidización, o la capacidad de un polvo para ser fluidizado adecuadamente, sino también la fluidez del polvo.

Otra forma de estimar la calidad de la fluidización consiste en analizar el proceso de desaireación del lecho de partículas, una vez se interrumpe la corriente gaseosa, determinando la disminución de la altura del lecho con el tiempo de desaireación. Este experimento aporta información acerca de la velocidad a la que el gas intersticial abandona la columna de polvo.

Otro ensayo similar, también aplicable a este tipo de operaciones, en las que las partículas se mueven bastante rápidamente en concentraciones elevadas (transporte neumático en fase densa, fluidización) es la medida de la permeabilidad de lechos empaquetados de partículas.

Estos ensayos son sencillos y no requieren equipos caros. Dan información cualitativa útil para evitar o resolver problemas asociados a los polvos en las operaciones antes indicadas. Su aplicación es muy específica.

Los índices que se obtienen, por lo general, no son considerados como índices de fluidez de polvos, sino como índices que evalúan el comportamiento del polvo en unas condiciones específicas, por lo que muchos investigadores han tratado de relacionar la capacidad de un polvo de ser fluidizado adecuadamente con el índice de Hausner^{18,41}, como ya se ha indicado anteriormente.

Otros de los ensayos o índices que menciona De Jong en la Tabla 2.2, aún siendo muy útiles e incluso necesarios, en determinadas ocasiones, en el

control de calidad y en el de fabricación, son muy específicos, por lo que sólo se emplean en aplicaciones concretas y, en consecuencia, no se comentan en este apartado.

Como resumen, en primer lugar, debe resaltarse, que el estado de consolidación del polvo y sus condiciones de flujo son determinantes en la selección del ensayo de fluidez. En segundo lugar, el objeto de la medida (control de calidad en línea, diseño de equipo, etc.) condiciona el tipo de ensayo. En consecuencia, debido a que en la mayor parte de las industrias cerámicas, las operaciones básicas que involucran polvos lo hacen en estados más o menos consolidados (no fluidizados) y, teniendo en cuenta que el objeto de este estudio es incrementar el conocimiento sobre la fluidez de polvos y su relación con las características de las partículas, en los apartados siguientes nos centraremos en el estudio de la densificación de polvos por "tapping" y en el análisis de las superficies de fluencia y de la función de flujo de polvos.

2.2. Densificación de polvos sometidos a “tapping”

El comportamiento de lechos de partículas sometidos a “tapping” se estudia y caracteriza por diversas razones:

En el desarrollo de muchas operaciones básicas que tienen lugar en las industrias cerámica, metalúrgica y farmacéutica el polvo se densifica parcialmente debido a la aplicación de golpes continuos de reducida intensidad o a vibraciones de frecuencia e intensidad variable¹⁶.

- v) Como ya se ha comentado en el apartado 2.1.2, la razón entre compacidad de un lecho de partículas, después de compactado por “tapping” y la del lecho que resulta por simple vertido, índice de Hausner, IH, es un buen índice para la medida de la fluidez del polvo. Además, la compacidad final del lecho depende marcadamente de las condiciones de realización del ensayo, entre otros factores, por lo que es necesario determinar el efecto de éstos, así como su reproducibilidad, para establecer las condiciones óptimas para la medida de IH.
- vi) Tal como se sugiere en la bibliografía^{16,42,43,44} de la cinética del proceso de “tapping” es posible mejorar el conocimiento acerca de la fluidez del polvo, proponiendo en el caso más favorable nuevos índices de fluidez.
- vii) La compacidad, ϕ , o la porosidad, ε , igual a $\varepsilon=1-\phi$, es, junto al tamaño medio de las partículas, una de las características más importantes de un lecho de polvo, tanto si está consolidado como si no lo está. En efecto, muchas de las propiedades de los lechos de partículas, tanto térmicas como mecánicas o de transporte, dependen considerablemente de la porosidad.

2.2.1. Efecto de las variables de operación sobre las compacidades inicial (ϕ_0) y final (ϕ_∞) y sobre el índice de Hausner (IH)

La densificación por “tapping” o por vibración depende de muchas variables, que pueden clasificarse en tres categorías o clases^{16,45,46}.

Variabes instrumentales o externas: afectan a la transferencia de energía desde el instrumento al lecho de partículas, tales como: intensidad del golpe, frecuencia de golpes, dimensiones de la columna, textura superficial y naturaleza de los materiales de las paredes, manera de efectuar la carga, etc.

viii) Variabes intrínsecas: afectan a la absorción de energía por parte del lecho de partículas y, por tanto, dependen de las características de las partículas, tales como tamaño medio y distribución, forma, densidad real, rugosidad superficial, naturaleza y cantidad de aditivos si procede, etc.

ix) Variabes ambientales: las más importantes son temperatura y humedad relativa del aire.

2.2.1.1. Variables externas

2.2.1.1.1. Procedimiento de llenado

El procedimiento que se utiliza para el llenado del recipiente, que va a ser sometido a densificación por “tapping”, influye considerablemente sobre la compacidad inicial del lecho de partículas, ϕ_0 , sobre la evolución de esta característica en los estadios iniciales del proceso, e incluso, en algunos casos, sobre la compacidad final, ϕ_∞ , correspondiente al lecho empaquetado^{13,47,48}. Recientemente Santomaso et al.⁴⁷, han estudiado, en polvos de diferente densidad real, con distribución de tamaños de partícula muy estrecha, de diferente tamaño y forma de partícula, que conducen, ineludiblemente, a índices de fluidez netamente diferentes, el efecto que sobre ϕ_0 , ϕ_∞ y sobre el IH ejercen tres métodos diferentes de llenado. El primero, también llamado método del embudo, sigue la norma ISO-3923-1³⁰. El segundo se basa en el anterior, pero la altura de caída del polvo se modifica de un experimento a otro y el recorrido de las partículas durante la caída se protege para que las posibles fluctuaciones del flujo de aire no afecten a sus trayectorias. El tercer procedimiento consiste en hacer pasar el polvo, durante su caída al recipiente, a través de un tamiz vibrante de luz de malla unas 5 ó 6 veces superior al tamaño medio de las partículas de polvo, con objeto de reducir al máximo la presencia de aglomerados. Del análisis de los resultados se pueden extraer las siguientes conclusiones:

- Las compacidades iniciales, resultantes del llenado, ϕ_0 , dependen considerablemente de la altura de caída y del método de llenado utilizado (el segundo o el tercer método).
- A igualdad de altura de caída del polvo, el tercer procedimiento conduce a valores de ϕ_0 mayores que el segundo. Estas diferencias tienden a reducirse, e incluso a anularse, en polvos cohesivos y para alturas de caída grandes.
- Para polvos poco cohesivos, los métodos de llenado segundo y tercero conducen, para valores moderados de la altura de caída, a compacidades iniciales, ϕ_0 , mayores que las que resultan de someter a “tapping” el lecho de partículas inicial obtenido mediante el primer procedimiento.

El procedimiento de llenado, aún suele tener más influencia cuando se trata de mezclas de polvos de tamaños muy diferentes y fluidez elevada, ya que en estos casos puede producirse una elevada segregación por tamaños durante esta operación⁴⁹, lo que conduce a una reducción de la compacidad del lecho. Para evitar o minimizar este fenómeno se pueden emplear otros procedimientos como los utilizados por Scott⁵⁰ y Zou y Yu¹⁷, quienes usan un contenedor cilíndrico que hacen rodar horizontalmente y de repente se orienta verticalmente.

2.2.1.1.2. Dimensiones del lecho. El efecto pared

Los experimentos de Scott⁵⁰ son una demostración clásica del efecto del tamaño del lecho sobre su compacidad. Este investigador comprobó que los valores de la compacidad, tanto ϕ_0 como ϕ_∞ , aumentan linealmente conforme se reduce la inversa de la profundidad del lecho y la inversa del diámetro del cilindro que lo contiene. Es decir, que la compacidad aumenta con la razón tamaño del lecho/tamaño de la partícula⁵¹.

Este fenómeno, que se conoce como efecto pared, se debe a que la pared del recipiente, supuestamente plana, provoca que las partículas se ordenen formando regiones localizadas de partículas cuya compacidad fluctuante se va amortiguando conforme nos alejamos de la pared^{52,53,54,55,56}. Dicho efecto es despreciable⁵⁶ cuando la razón diámetro del contenedor/diámetro de las partículas es superior a 10. Se ha comprobado que el efecto pared es menor en partículas irregulares y rugosas que en esféricas y lisas⁴⁷.

2.2.1.1.3. Procedimiento de densificación

Se ha comprobado, para materiales granulares en cierto modo ideales, constituidos por partículas esféricas, monomodales y lisas, de tamaño suficientemente grueso, superiores a 1 mm, que la compacidad del lecho sometido a vibración vertical, depende considerablemente del número de vibraciones y de la intensidad de la vibración^{57,58}. En estos experimentos el lecho se somete a discretas sacudidas verticales (golpes), cada golpe consiste en un ciclo completo de una onda sinusoidal. La intensidad de la vibración es la razón entre la aceleración máxima de cada ciclo y la de la gravedad. Nowak et al.⁵⁹, en este tipo de sistemas, demostraron que la compacidad final del lecho depende del ciclo de consolidación: variación de la intensidad de vibración con el número de golpes o vibraciones durante cada experimento. Concluyeron que las compacidades más altas se obtienen incrementando la intensidad de vibración con el número de golpes hasta alcanzar un valor máximo y, posteriormente, continuar el proceso reduciendo lentamente la intensidad de vibración. Utilizando estos ciclos de consolidación, se consiguen compacidades finales que son hasta un 5% superiores a las obtenidas en experimentos en los que se mantiene constante la intensidad de vibración.

Para estos materiales granulares, no cohesivos, el aumento de compacidad que se consigue durante el "tapping" es relativamente pequeño: de $\phi_0=0,56$ a $\phi_\infty=0,65$, como máximo.

En polvos reales, más o menos cohesivos, el mecanismo que se utiliza comúnmente para provocar el "tapping", consiste en dejar caer libremente, desde una altura determinada, el recipiente que contiene el lecho de polvo, para que en el momento del impacto las partículas se vean forzadas a saltar y perder el contacto momentáneamente.

En estos casos, la intensidad de la agitación o "tapping" viene dada por la altura de caída del recipiente, la cual es variable de un ensayo a otro. En

efecto, en el equipo Hosokawa Powder Tester, empleado por distintos investigadores^{13,60,61}, la altura de caída es de 25 mm, mientras que en el equipo Cupley Tap Density Volumeter, dicha variable es de 3 mm¹³. En cambio, en el aparato utilizado por Yamashiro et al.²³, Malave et al.²⁴ la altura de caída es de 5 cm, mientras que en el empleado por Takahashi et al.⁴³ es de 1 cm y en el utilizado por Miyajima⁴⁴ de 5 mm.

Otros investigadores realizan un “tapping” manual^{16,62}. A pesar de la amplia variedad de alturas de caída utilizadas, y, en consecuencia, de intensidad de agitación, solamente se ha localizado un trabajo en el que se compara, en polvos cohesivos, el efecto de dicha variable sobre la compacidad final, ϕ_{∞} , y sobre la evolución de la compacidad con el número de golpes ($\phi_N=f(N)$). Abdullah et al.¹³ comprobaron que cuanto mayor era la intensidad de la agitación (altura de caída o del golpe), mayor era la compacidad que se obtenía, a igualdad de número de golpes, y mayor era el número de golpes que debía aplicarse al polvo para que su compacidad alcanzase un valor estacionario. Además, utilizando alturas de caída grandes (25 cm) estos investigadores comprobaron que a 150 golpes se alcanzaba más de un 80% de la consolidación que se conseguía a 1200 golpes. En cambio, utilizando intensidades de agitación pequeñas (alturas de caída de 3 mm) a 150 golpes apenas se alcanzaba el 50% de consolidación que se conseguía a 1200 golpes y la compacidad resultante era bastante más pequeña (el 85%) que la obtenida con mayor intensidad de agitación. Estos resultados ponen claramente de manifiesto la dificultad de establecer comparaciones cuantitativas entre los resultados obtenidos por diferentes investigadores, aún tratándose, esencialmente, del mismo polvo.

2.2.1.2. Variables intrínsecas. Características del material

Las más importantes, por este orden, son: el tamaño medio de partícula, la amplitud de la distribución de tamaños, la forma, la rugosidad y la densidad real de las partículas.

En el caso de polvos constituidos por mezclas de dos fracciones granulométricas de tamaño de partícula uniforme pero distinto tamaño medio (mezclas binarias), además de las características antes señaladas correspondientes a cada fracción, debe incluirse como variable muy importante, obviamente, la composición de la mezcla.

2.2.1.2.1. Tamaño medio de partícula

De forma general se ha comprobado que tanto la compacidad de un lecho de partículas resultante del llenado por simple vertido, ϕ_0 , como después de empaquetado por “tapping” o vibración, ϕ_{∞} , disminuyen conforme se reduce el tamaño medio de partícula, d_s , para valores inferiores a 500 μm aproximadamente, siendo el efecto de esta variable mucho mayor para valores de d_s inferiores a 100 μm ^{63,64,65,66}. Esto se debe a que para este intervalo de tamaños, incluso en estado seco, la razón fuerzas superficiales (van der Waals y electrostática)/fuerza gravitatoria son superiores a la

unidad, lo que provoca la formación de aglomerados, bóvedas, etc. y, en consecuencia, a estructuras iniciales de lecho de polvo compacto, las cuales no llegan a desaparecer completamente durante el "tapping". En efecto, las partículas muy finas, del orden de 1 μm o inferiores, llegan a pegarse unas a otras con tal fuerza que forman estructuras en forma de cadena o de árbol, de porosidades de lecho superiores a 0,8, que resisten en cierta medida durante el "tapping"^{64,67,68}. Aunque esta es la tendencia general que se señala en la bibliografía^{69,70}, el análisis cuantitativo y comparativo de los resultados debe realizarse con cierta cautela debido, fundamentalmente, a que las condiciones de operación y procedimiento utilizados por los diferentes investigadores suele ser distinto (apartado 2.2.1.1) y, además, en muchos casos, la amplitud de la distribución granulométrica varía sustancialmente con el tamaño medio de partícula o de un experimento a otro.

Al comparar los valores de la compacidad inicial, ϕ_0 , de lechos de esferas de vidrio, formados por distribuciones estrechas de tamaños de partícula, obtenidas por Feng⁷¹ y Wakeman⁶⁴ se comprueba que aunque la variación que sigue ϕ_0 con d_s es similar en ambos trabajos, de tipo logarítmico, los valores de ϕ_0 obtenidos por uno y otro investigador, a igualdad de d_s , difieren bastante, sobre todo para valores de tamaño medio inferiores a 30 μm . Lo propio sucede al tratar de comparar otros polvos compuestos por partículas irregulares, como ya se verá más adelante.

En la bibliografía se han localizado algunas ecuaciones^{72,73} que relacionan la porosidad ε_0 , o compacidad del lecho de partículas sin compactar, ϕ_0 , con el tamaño de partícula medio, d_s , para diferentes tipos de polvos (formados por partículas más o menos uniformes, con intervalos de tamaño medio distintos), comprobándose que cuando d_s varía dos ordenes de magnitud ($10 \leq d_s \leq 500 \mu\text{m}$) la representación de ϕ_0 y ϕ_∞ frente al logaritmo de d_s son prácticamente líneas rectas. Cabe destacar la ecuación desarrollada por Yu⁷⁴ para lechos de partículas, tanto consolidados como sin consolidar.

$$\varepsilon = \varepsilon_G + (1 - \varepsilon_G) \exp(-md_s^n) \quad (2.3)$$

donde ε_G es la porosidad de lecho de partículas gruesas, correspondiente a un estado consolidado, ε_∞ , o sin consolidar, ε_0 , y m y n dos constantes empíricas.

Dicha ecuación describe aceptablemente bien el efecto de d_s sobre ε_0 o ε_f , para diferentes tipos de partículas⁶³, para un intervalo de variación de d_s de hasta cinco órdenes de magnitud ($0,01 \leq d_s \leq 1000 \mu\text{m}$).

De forma general, para tamaños de partícula inferiores a las 500 μm , e independientemente de la forma de las partículas, el efecto del tamaño de partícula sobre la porosidad o compacidad del lecho sin consolidar es mayor que sobre el lecho consolidado por "tapping", en el que gran parte de las estructuras porosas y aglomerados se han eliminado en el proceso. De ahí,

que el índice de Hausner, IH, varíe de valores próximos a 1 a 1,7 conforme se reduce el tamaño de las partículas, y que dicho parámetro se relacione con la cohesividad del polvo^{69,70,73}.

2.2.1.2.2. Amplitud de la distribución por tamaños de partícula del polvo

Partiendo de un polvo no cohesivo, de tamaño medio relativamente grueso, con una distribución de tamaños de partícula relativamente estrecha, se comprueba que la compacidad del lecho, tanto sin compactar como compactado, aumenta conforme se incrementa la amplitud de la distribución hasta su valor máximo, dependiendo de la forma de la distribución. En efecto, siempre que las partículas más pequeñas rellenen los huecos que dejan las partículas mayores, un incremento en la amplitud de la distribución conducirá a lechos más compactos^{69,70,73}.

Para este tipo de polvos, con distribución logaritmo normal, se comprueba que el óptimo de compacidad se consigue⁷⁵ para valores de la desviación estándar ligeramente superiores a 1. Para este tipo de sistemas no cohesivos, muchos investigadores^{76,77,78,79,80,81,82} han encontrado las distribuciones de tamaños de partícula que conducen a lechos menos porosos.

En el caso de polvos cohesivos, la situación es bien distinta, ya que, por lo general, la compacidad del lecho sin consolidar, ϵ_0 , disminuye conforme se incrementa el contenido en partículas finas (aumenta la amplitud de la distribución) debido a la formación de las estructuras porosas antes señaladas, incluso con la presencia de un pequeño porcentaje de estas partículas. Por el contrario, debido a que durante el "tapping" se colapsan en gran medida estas estructuras porosas, se constata que los lechos compactados menos porosos se consiguen con distribuciones de tamaños de partícula relativamente anchos, cuya distribución óptima depende de las restantes características del polvo (tamaño medio, forma, etc)⁸³.

La información que se dispone acerca del efecto que ejerce la presencia de partículas más finas sobre el comportamiento de un lecho de polvo cohesivo es más bien escasa. La poca que existe se ha obtenido en mezclas binarias de polvos de tamaño de partícula bastante homogéneo y distintos entre sí, ya que estos sistemas son más sencillos de estudiar. El análisis de estos sistemas se verá en el apartado 2.2.1.2.5.

2.2.1.2.3. Forma y rugosidad de las partículas

El hecho de que estas dos características sean tratadas conjuntamente se debe a que uno de los procedimientos de medir la forma de la partícula, la esfericidad Ψ de Wadell¹⁷, tiene también en cuenta la rugosidad de la partícula. En efecto, la esfericidad, Ψ , según este investigador, se define como la razón entre el área superficial de una esfera del mismo volumen que la partícula y el área real de la partícula. Asimismo, conviene destacar que, mayoritariamente, los estudios al respecto se han efectuado en materiales no cohesivos, en muchos casos, como los que analiza y trata Zou et al.^{17,69},

de tamaño equivalente superior a 1 mm, para que el efecto del tamaño de partícula no enmascare los resultados.

Por lo general, cuanto más rugosa es la superficie de una partícula y más se aparta la forma de la partícula de la de una esfera, menor es la compacidad del lecho de partículas que resulta del llenado por simple vertido, ϕ_0 . Esto se debe fundamentalmente a que tanto la tendencia a formar uniones entre partículas como la fricción entre la superficie de éstas aumenta conforme las partículas son más irregulares y rugosas^{69,71}.

En lo que respecta a la compacidad de lechos de partículas ya consolidados, ϕ_∞ , ésta también suele disminuir conforme se reduce la esfericidad Ψ (por aumento de la rugosidad o de la irregularidad de la partícula). No obstante, el efecto de Ψ sobre ϕ_∞ es menor que sobre ϕ_0 debido a la reducción o eliminación, al menos momentáneamente, de las fuerzas de fricción y de los enlaces entre partículas durante el "tapping". En consecuencia, para estos polvos el índice de Hausner, IH, aumenta conforme se reduce la esfericidad^{17,69}. Recientemente, Miyajima et al.⁴⁴, trabajando en polvos no cohesivos o muy poco cohesivos, de tamaño medio comprendido entre 200 y 1000 μm , distinguen entre rugosidad y forma de las partículas y encuentran una relación cuantitativa entre la compactación inicial y final, ϕ_0 y ϕ_∞ , y la rugosidad de las partículas, sin necesidad de introducir la forma de las partículas, lo que parece indicar la importancia que toma la fricción entre partículas y entre partículas y pared en el proceso.

A pesar de que no se han localizado trabajos que tratan el efecto de la forma de la partícula o de su rugosidad sobre el comportamiento del polvo, en polvos cohesivos, al analizar los resultados obtenidos con polvos finos e irregulares se comprueba que, por lo general, la porosidad de estos lechos de partículas es mayor que la correspondiente a los constituidos por partículas esféricas de tamaño similar, si bien estas diferencias se van enmascarando conforme se reduce el tamaño medio de partícula y las fuerzas superficiales del tipo van der Waals o electrostáticas determinan la porosidad del empaquetamiento.

2.2.1.2.4. Densidad real de las partículas

La densidad real de las partículas (ρ_s) y su tamaño (d_s) son las dos características más importantes que determinan la razón fuerzas superficiales/fuerza de gravedad en un polvo seco y, en definitiva, de acuerdo con los argumentos mencionados en el apartado 2.2.1.2.1, de la compacidad inicial del lecho de partículas, ϕ_0 , del lecho resultante, ϕ_∞ , y del índice de Hausner, IH. Lo que sucede en los polvos utilizados en la industria cerámica es que dicha característica varía relativamente poco, por lo general entre 2000 y 4000 kg/m^3 (siendo 2600 kg/m^3 uno de los valores más frecuentes), en comparación con el tamaño de partícula cuyo intervalo abarca varios órdenes de magnitud. No obstante, su efecto debe tenerse en cuenta en materiales de tamaño de partícula pequeño para los que las fuerzas superficiales superan a las gravitacionales. En estos casos, un

aumento de la densidad real supondrá un incremento de la compacidad inicial del lecho ϕ_0 , de la resultante ϕ_∞ y del índice de Hausner IH^{73} .

2.2.1.2.5. Mezclas binarias de fracciones monomodales. Influencia de las características de cada fracción y de la composición de la mezcla

a) Curvas: volumen específico del lecho – composición de la mezcla

Un análisis de las curvas compacidad-composición, o bien porosidad-composición, correspondientes a lechos de partículas consolidados^{13,74} o no⁸⁴, de mezclas binarias de fracciones finas de partículas irregulares^{13,74} y esféricas⁸⁴ obtenidas por diferentes investigadores, revela que son de la misma forma que las correspondientes a mezclas binarias ideales. Es decir, empaquetamientos obtenidos mezclando esferas de dos tamaños muy diferentes, pero lo suficientemente grandes para que entre ellos no exista ningún tipo de interacción entre ambas. Así pues, comenzaremos por describir las curvas de compacidad, ϕ ,-composición, X , ideales, o mejor aún, la variación volumen específico, $1/\phi$,-composición, X , ya que esta última permite linealizar los resultados. A continuación analizaremos el efecto de la composición de la mezcla y de las características de cada fracción de tamaño sobre la citada curva, para polvos finos reales.

La curva ideal compacidad-composición, en la forma volumen específico del lecho ($1/\phi$) vs fracción volumétrica de esferas gruesas, X , según Furnas⁸⁵ se representa en la Figura 2.6.

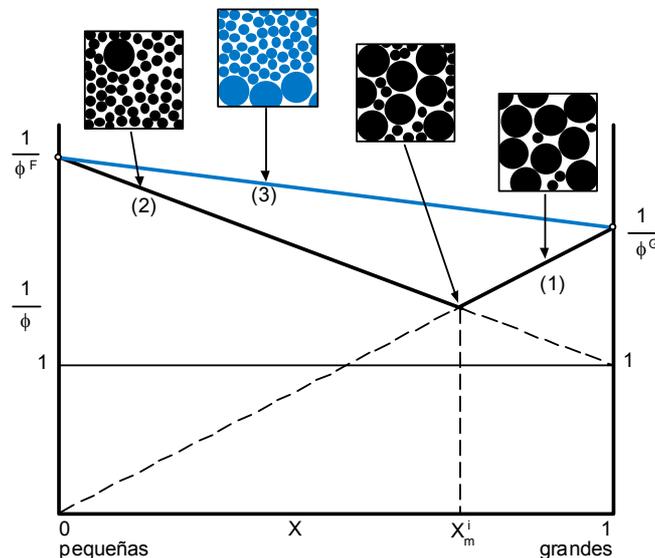


Figura 2.6 Variación del volumen específico del lecho de partículas de una mezcla binaria con su composición en sistemas ideales.

De acuerdo con la Figura 2.6, la fracción de partículas gruesas forman un lecho de compacidad ϕ^G , cuyo valor en el caso ideal sería de 0,64 y

correspondería al empaquetamiento compacto de esferas. En situaciones reales, dependiendo de la forma de llenado y de la consolidación del lecho, su valor puede reducirse considerablemente. Si sustituimos partículas gruesas por partículas pequeñas y se asume que éstas se sitúan en los huecos que quedan entre las grandes, conforme se reduce X también disminuirá el volumen específico de la mezcla, siguiendo el segmento (1), hasta que las partículas pequeñas saturan los huecos que quedan entre las grandes, para un valor de X_m^i . En el otro extremo de la gráfica, al lecho de partículas exclusivamente finas le corresponde una compacidad ϕ^F , que supondremos menor que la correspondiente a ϕ^G , dada la relación existente entre esta característica y el tamaño de partícula. Si sustituimos un volumen de partículas pequeñas, con sus poros asociados, por partículas grandes, obviamente exentas de porosidad, este proceso conducirá a una reducción del volumen aparente del lecho, debido a la eliminación simultánea de los huecos existentes entre las pequeñas partículas. Esta sustitución de una región porosa por una completamente densa mejora la compacidad del lecho hasta que las partículas más grandes se toquen unas con otras para un valor de la composición $X = X_m^i$. La variación del volumen específico del lecho ($1/\phi$) con la composición de la mezcla, en este proceso, sigue el segmento (2) de la recta correspondiente.

En la Figura 2.6 se ha representado también la recta (3) que describe la variación del volumen específico del lecho suponiendo que el sistema estuviera completamente segregado. En este caso se cumple la aditividad de volúmenes.

Por lo general, el comportamiento que siguen los polvos reales difiere cuantitativamente del expresado para las mezclas ideales (segmentos (1) y (2)) debido fundamentalmente a dos causas, las cuales dependen a su vez de una serie de características del sistema particulado. La primera está intrínsecamente relacionada con la razón de tamaños o tamaño relativo; conforme se reduce el valor de este parámetro, especialmente por debajo de 7, la adición de las partículas más finas distorsiona parcialmente la estructura que forman las más gruesas, impidiendo que se alcance la densidad óptima. En efecto, si el tamaño relativo de las partículas grandes es ligeramente inferior a 7, el tamaño de algunos de los poros respecto al de las partículas finas se reduce tanto que dificulta que las partículas pequeñas se coloquen en los intersticios que forma el lecho de partículas gruesas. Si el tamaño de ambos componentes es aún más parecido, la presencia de partículas pequeñas dilata la estructura que forman las más grandes. Además, para que las partículas finas, ubicadas en los huecos que dejan las grandes, eliminen prácticamente la porosidad residual, es imprescindible reducir al máximo el efecto pared. Es decir, que el diámetro del hueco sea muy superior al de las partículas que contiene. El efecto de la razón de tamaños sobre el volumen específico de mezclas de esferas, según Furnas, se ha representado en la Figura 2.7.

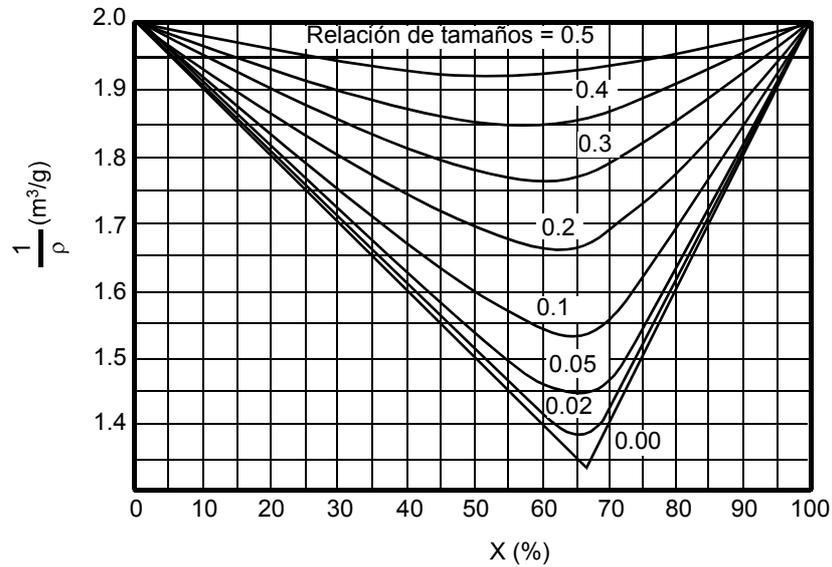


Figura 2.7 Efecto de la relación de tamaños sobre el volumen específico del lecho en sistemas de dos componentes. Partículas esféricas.

La segunda de las causas deriva de la falta de homogeneidad de la mezcla ^{86,87,88,89,90,91,92}, tal como se esquematiza en la Figura 2.8. En la mayor parte de los modelos existentes para el cálculo de la compacidad de la mezcla se asume que las partículas más pequeñas están situadas en los huecos intersticiales que dejan las partículas más grandes (Figura 2.8a). No obstante, en muchos casos, las partículas más pequeñas se quedan literalmente pegadas a la superficie de las más grandes, provocando con ello una dilatación de su estructura (Figura 2.8b). Este fenómeno puede darse en gran extensión cuando el tamaño medio de la fracción fina es un polvo altamente cohesivo, o bien cuando el lecho de partículas no se somete a agitación o “tapping”.

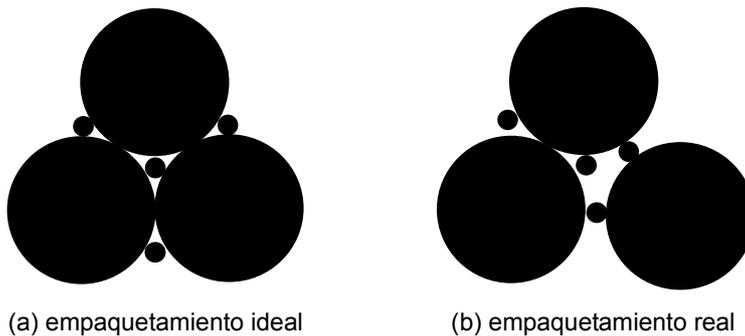


Figura 2.8 Partículas esféricas. Mezclas de dos componentes.

Otra de las faltas de homogeneidad muy usuales, que suele presentarse en lechos de partículas, cuando se compactan por vibración o "tapping", es la segregación. Este fenómeno se desarrolla, a diferencia del anterior, cuando la cohesividad del polvo más fino es baja, ya que en este caso, la movilidad de éste durante el "tapping" es lo suficientemente elevada, para que, en cada sacudida, cuando las partículas finas y gruesas se separan momentáneamente, las primeras puedan colarse a través de los poros, también instantáneamente dilatados, que forman las partículas gruesas. Los sistemas binarios que más fácilmente se segregan en sus componentes son aquellos que poseen una buena fluidez^{93,94,95}. En efecto, se ha comprobado que las mezclas binarias de partículas en las que el componente fino es de pequeño tamaño de partícula^{13,74} no se segregan, aunque la razón de tamaños sea grande, superior a 10 en muchos casos, y se someta al lecho de partículas a una prolongada e intensa vibración o agitación.

Se ha comprobado que el efecto que ejerce la falta de homogeneidad de la mezcla, originada por una y otra causa, sobre la compacidad del lecho es análoga a la que ejerce la razón de tamaños de los componentes^{88,89}.

Al tratar los resultados originales obtenidos en sistemas binarios constituidos por partículas finas, irregulares^{74,75} o no⁸⁵, para obtener curvas: volumen específico, $(1/\phi)$, vs. composición, X , se ha constatado que los resultados se ajustan aceptablemente bien a líneas rectas, de pendiente menor que la correspondiente a una mezcla ideal (Figura 2.9), pero de mayor pendiente que la correspondiente a un sistema completamente segregado.

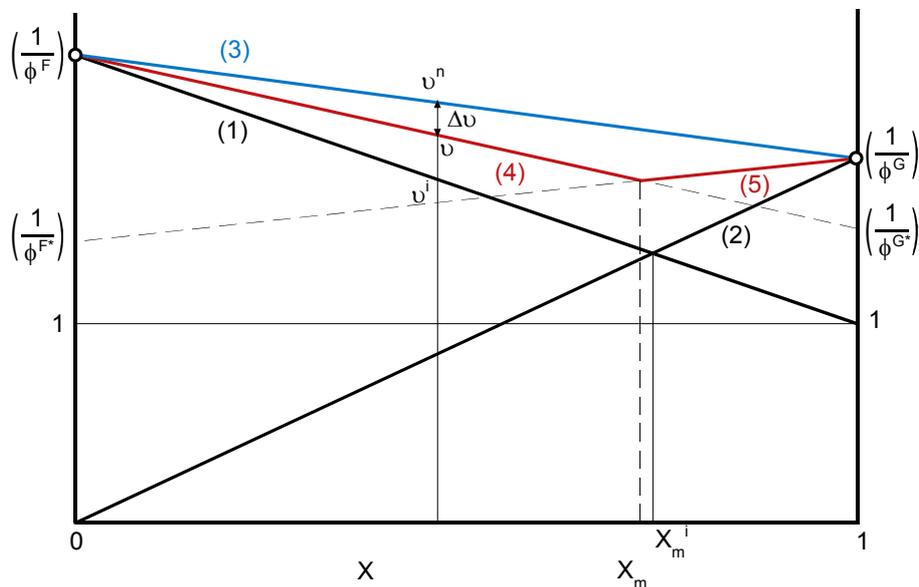


Figura 2.9 Variación del volumen específico del lecho de partículas con la composición de mezclas binarias en sistemas reales.

Cada curva se ve afectada considerablemente por dos factores: el que deriva de la interacción entre las partículas del mismo componente (tamaño) y el que resulta de la interacción entre partículas diferentes. El primer factor determina los valores de los volúmenes específicos de las fracciones individuales y depende, como es lógico, de su tamaño, forma y modo en que se consigue el lecho de partículas. La interacción entre partículas de diferente tamaño, o tamaño y forma, se manifiesta por una disminución del efecto de la composición sobre el volumen específico de la mezcla y también depende de las características de los dos tipos de partículas. Gráficamente la pendiente de rectas representativas del sistema real (4) y (5) es menor que la correspondiente a mezclas ideales (1) y (2) (Figura 2.9).

Para tratar de cuantificar, en sistemas binarios, el efecto de la composición de la mezcla y de las características de cada componente sobre la compacidad del lecho de partículas resulta muy útil recurrir al concepto de “variación de volumen específico de mezcla, Δv ” introducido por Yu et al.⁷⁴. Éste se define como la reducción de volumen específico que se consigue cuando se mezclan los lechos de partículas de los dos componentes.

De acuerdo con la Figura 2.9, el valor de Δv , dependerá de la composición de la mezcla, X , y es numéricamente igual a la diferencia entre los puntos representados por las rectas correspondientes a la “no mezcla”, v^n (segmento 3) y la mezcla real, v (segmentos 4 y 5). Obviamente, dependiendo fundamentalmente de las características de los dos componentes y del procedimiento que se sigue en la preparación del lecho, el valor de v , se aproximará, mas o menos, al correspondiente a la mezcla ideal v^i . Así pues, para comparar el empaquetamiento de una mezcla real con el ideal correspondiente al modelo de Furnas, se puede definir un “factor de eficacia de mezcla” como la razón: variación del volumen específico de mezcla real/variación del volumen específico de mezcla ideal. Dicho parámetro variará de 0 a 1 conforme el comportamiento se aproxime al de una mezcla ideal.

$$\varphi = \frac{v^n - v}{v^n - v^i} \quad (2.4)$$

Basándose en el factor de eficacia para polvos reales antes descrito, φ , en el supuesto de que las curvas volumen específico ($1/\phi$)-composición, X , puedan aproximarse a segmentos rectilíneos, resulta sencillo encontrar las ecuaciones de estos últimos:

Así pues, para mezclas ideales, $\varphi = 1$

para valores $X < X_m^i$, segmento rectilíneo (1) de la Figura 2.9:

$$v^i = \frac{1}{\phi^i} = \frac{1}{\phi^F} - \left(\frac{1}{\phi^F} - 1 \right) X \quad (2.5)$$

para valores $X > X_m^i$:

$$v^i = \frac{1}{\phi^i} = \frac{1}{\phi^G} X \quad (2.6)$$

o bien:

$$\frac{1}{\phi^i} = \frac{1}{\phi^G} - \left(\frac{1}{\phi^G} - 0 \right) (1 - X) \quad (2.7)$$

similar a la ecuación (2.5).

x) Caso de "no mezcla" o segregación completa, $\varphi = 0$

$$v^n = \frac{1}{\phi^n} = \frac{1}{\phi^F} - \left(\frac{1}{\phi^F} - \frac{1}{\phi^G} \right) X \quad (2.8)$$

o bien:

$$v^n = \frac{1}{\phi^n} = \frac{1}{\phi^G} - \left(\frac{1}{\phi^G} - \frac{1}{\phi^F} \right) (1 - X) \quad (2.9)$$

xi) Para mezclas de polvos reales, $0 < \varphi < 1$

para valores $X < X_m$, segmento rectilíneo (4) de la Figura 2.9:

$$v = \frac{1}{\phi} = \frac{1}{\phi^F} - \left(\frac{1}{\phi^F} - \frac{1}{\phi^{G^*}} \right) X \quad (2.10)$$

estando ϕ^{G^*} relacionado con φ mediante la ecuación:

$$\varphi = \frac{v^n - v}{v^n - v^i} = \frac{(\phi^G)^{-1} - (\phi^{G^*})^{-1}}{(\phi^G)^{-1} - 1} \quad (2.11)$$

o bien,

$$(\phi^{G^*})^{-1} = (\phi^G)^{-1} (1 - \varphi) + \varphi \quad (2.12)$$

De acuerdo con las ecuaciones (2.10) y (2.12), para $\varphi = 0$, (caso de no mezcla) $(\phi^{G^*})^{-1} = (\phi^G)^{-1}$ y la ecuación (2.10) se convierte en la ecuación (2.8).

Para $\varphi = 1$, mezcla ideal, $(\phi^{G^*})^{-1} = 1$ y la ecuación (2.10) se convierte en la ecuación (2.5).

Para valores de $X > X_m$, segmento rectilíneo (5) de la Figura 2.9:

$$v = \frac{1}{\phi} = \frac{1}{\phi^G} - \left(\frac{1}{\phi^G} - \frac{1}{\phi^{F^*}} \right) (1-X) \quad (2.13)$$

estando ϕ^{F^*} relacionado con ϕ mediante la ecuación:

$$\phi = \frac{(\phi^F)^{-1} - (\phi^{F^*})^{-1}}{(\phi^F)^{-1} - 1} \quad (2.14)$$

o bien,

$$(\phi^{F^*})^{-1} = (\phi^F)^{-1} (1-\phi) \quad (2.15)$$

De acuerdo con las ecuaciones (2.13) y (2.15), para $\phi=0$, (caso de no mezcla) $(\phi^{F^*})^{-1} = (\phi^F)^{-1}$ y la ecuación (2.13) se convierte en la ecuación (2.9).

Para $\phi = 1$, mezcla ideal, $(\phi^{F^*})^{-1} = 0$ y la ecuación (2.13) se convierte en la ecuación (2.7).

b) Índices de Hausner

Abdullah et al.¹³, estudiando mezclas binarias de polvos finos, en los que el tamaño medio del polvo variaba entre 6 y 80 μm , observaron que el Índice de Hausner disminuía, desde valores altos, aproximadamente $IH=1,85$ para la fracción fina, hasta valores próximos a $IH=1,1$ para la fracción gruesa, siguiendo una ecuación del tipo:

$$IH = ad_s^{-b} \quad (2.16)$$

en esta ecuación a y b son dos parámetros de ajuste, $a \approx 2,7$ y $b \approx 0,20$, que parecen depender muy poco de la forma de la partícula y d_s es el diámetro de Sauter del polvo. De acuerdo con la ecuación (2.16), el efecto del tamaño medio de partícula sobre la fluidez disminuye conforme aumenta dicha variable, d_s .

Yu et al.⁷⁴ determinaron las porosidades de lechos de mezclas binarias de partículas aún mas finas que Abdullah (el tamaño medio de los componentes fue de 36, 10 y 3 μm , aproximadamente). Al tratar sus resultados originales se ha constatado que el IH de las mezclas obtenidas con el componente mas fino es elevado ($IH=1,7$) y prácticamente independiente de la composición de la mezcla, para porcentajes de este componente superiores al 33%. Asimismo, se ha comprobado al analizar los resultados correspondientes a las mezclas de la fracción gruesa (36,4 μm) e intermedia (9,1 μm), que el valor de $IH=1,4$ es prácticamente independiente de la composición.

2.2.1.3. Condiciones ambientales. El papel de la humedad relativa del aire

La humedad relativa del aire ambiental es la variable más importante, debido a que la condensación capilar del vapor de agua en los puntos de contacto entre partículas conduce a la formación de meniscos líquidos, cuya fuerza puede llegar a ser superior a las restantes fuerzas superficiales (van der Waals, electrostáticas) para valores de la humedad relativa suficientemente elevados, como se ha podido comprobar midiendo dichas fuerzas directa^{96,97} o indirectamente, a través del coeficiente de fricción estático entre partículas⁹⁸. No obstante, el papel de la humedad relativa sobre las compacidades iniciales, ϕ_0 , y finales, ϕ_∞ , de lechos de partículas y su razón, IH, no está muy claro. En efecto, Geldart⁶¹, utilizando partículas irregulares de alúmina, de óxido de hierro, de catalizador de cracking, observó que el valor del IH era prácticamente independiente de la humedad relativa, mientras que las compacidades iniciales, ϕ_0 , y finales, ϕ_∞ , disminuían con dicha variable. En cambio, Harnby et al.⁸⁴ estudiaron el efecto de esta variable sobre las compacidades de lechos de partículas esféricas de vidrio de distintos tamaños y comprobaron que, para valores comprendidos entre 0,6 y 0,9, y para las fracciones de tamaño más finas: 45-53, 53-63 y 63-75 μm , los valores de ϕ_0 y de ϕ_∞ suelen disminuir conforme aumenta la humedad relativa, mientras que el índice de Hausner aumenta con dicha variable.

2.2.2. Ecuaciones cinéticas

Para tratar de describir cuantitativamente el proceso de densificación de un lecho de partículas con el número de golpes y, si es posible, determinar la relación entre las características más importantes del polvo y los parámetros de las ecuaciones cinéticas, se han ensayado numerosas ecuaciones empíricas. Por lo general, dada la similitud que existe entre la variación que sigue la compacidad de un lecho de partículas con la presión de prensado y la que experimenta esta misma característica con el número de golpes, para describir el proceso de "tapping", se ha recurrido a las ecuaciones de compactación, cambiando únicamente la presión de prensado por el número de golpes^{43,99,100,101}. En lo que respecta al segundo objetivo, los resultados son dispares, y en muy pocos casos ha sido posible relacionar los parámetros obtenidos de las ecuaciones cinéticas con alguna o algunas características físicas fundamentales del polvo, tales como forma, tamaño, etc.⁴⁴. A continuación analizaremos muy sucintamente las ecuaciones más utilizadas, describiendo en cada caso las relaciones entre los parámetros de la ecuación y las características del polvo que han sido determinadas.

2.2.2.1. Ecuación de Kawakita

Esta ecuación ha sido una de las primeras en emplearse, tanto para describir la densificación de un polvo por presión, compactación, como por vibración o "tapping"⁹⁹.

La fórmula de Kawakita para la densificación de lechos de partículas mediante "tapping" es:

$$C_K = \frac{V_0 - V_N}{V_0} = \frac{\phi_N - \phi_0}{\phi_0} = \frac{abN}{1 + bN} \quad (2.17)$$

siendo N el número de golpes, a y b dos parámetros cinéticos y C_K el grado de reducción de volumen o contracción volumétrica del lecho. Este último relacionado con el volumen de lecho inicial (V_0) y después de someterlo a N golpes (V_N), o con sus compacidades ϕ_0 y ϕ_N , mediante la ecuación (2.17).

Esta ecuación empírica ha sido, y aún sigue siendo, muy utilizada^{16,24,102,103} debido a su sencillez, puesto que solo contiene dos parámetros y éstos se obtienen fácilmente mediante la linealización de la ecuación (2.17).

$$\frac{N}{C_K} = \frac{1}{a}N + \frac{1}{ab} \quad (2.18)$$

El parámetro “ a ”, denominado compactabilidad por Kawakita¹⁰², representa el valor asintótico de C_K (es decir, cuando $N \rightarrow \infty$, $C_K \rightarrow C_K(\infty) = a$).

De la definición de C_K (ecuación (2.17)) y de la del índice de Hausner, se puede obtener un valor de éste último a partir del parámetro “ a ” que resulta del ajuste de los resultados experimentales a la ecuación de Kawakita (ecuación (2.17)):

$$(IH)_K = \frac{1}{1 - a} \quad (2.19)$$

Este valor del índice de Hausner, $(IH)_K$, calculado suele ser un poco mayor que el que se obtiene experimentalmente, IH , debido a que el volumen de lecho compactado utilizado en el cálculo del primero es mas pequeño (puesto que es un valor asintótico del ajuste) que el que se mide en el ensayo, como ha sido comprobado reiteradamente^{16,24, 103}.

En general, se considera a la compactabilidad, “ a ”, una medida de la fluidez, ya que dicho parámetro aumenta conforme se reduce la fluidez del polvo. Yamashiro et al.¹⁰², encuentran una relación lineal entre la velocidad de flujo y dicho parámetro. Conesa et al.¹⁰³ observan una buena correspondencia entre el parámetro “ a ” y los resultados obtenidos por otros procedimientos, en lo que se refiere a la fluidez del polvo. Yu et al.¹⁶, tras ajustar los resultados experimentales de mas de treinta polvos diferentes a la ecuación (2.17), determinan que “ a ” se correlaciona bien con el IH mediante una expresión similar a la ecuación (2.19).

En lo que respecta al parámetro “ b ”, a su inversa, $1/b$, se le considera una medida de la resistencia a la consolidación, relacionada con la cohesión del polvo^{102,103}.

Aunque la ecuación (2.17) describa aceptablemente bien el proceso de densificación del polvo, necesitando únicamente dos parámetros de ajuste, un análisis detallado de los resultados pone de manifiesto una ligera

variación sistemática de los valores calculados respecto a los experimentales, especialmente para valores de N intermedios y pequeños.

2.2.2.2. Modelo exponencial

Se trata de una ecuación empírica, que contiene también dos parámetros y que emplea las mismas variables que la ecuación (2.17) para describir el proceso, tiene la forma:

$$C_K = \frac{V_0 - V_N}{V_0} = C_{K\infty} \left[1 - \exp\left(-\frac{N}{N^*}\right) \right] \quad (2.20)$$

siendo $C_{K\infty}$ un parámetro análogo al "a" de la ecuación (2.17) y N^* el número de golpes característico.

Malave et al.²⁴ comprobaron que tanto la ecuación de Kawakita como la ecuación (2.20) describen aceptablemente bien el proceso de densificación, y que el valor de $C_{K\infty}$ era, por lo general, ligeramente mayor que "a".

2.2.2.3. Ecuación de Heckel

Mohammadi et al.⁶² utilizaron una ecuación análoga a la que empleó Heckel para prensado:

$$\frac{\phi_\infty - \phi_N}{\phi_\infty - \phi_0} = \exp\left(-\frac{N}{N^*}\right) \quad (2.21)$$

siendo ϕ_0 , ϕ_N y ϕ_∞ los valores de la compacidad del lecho de partículas en los siguientes estados: inicial, al cabo de N golpes y al cabo de infinitos golpes. Debido a que estos investigadores trabajaron con ocho tipos de polvos diferentes y que, por tanto, la reproducibilidad del valor de ϕ_0 era bastante pequeña (desviación estándar bastante grande, del orden del 5%), no consideraron en el ajuste ni los valores iniciales, ϕ_0 , ni los correspondientes a los primeros golpes. Así pues, de este modo, los parámetros de ajuste de la ecuación (2.21) fueron ϕ_0 , ϕ_∞ y N^* . Según estos investigadores, para polvos muy finos, y por tanto muy cohesivos, en los que ϕ_0 y, en consecuencia, el índice de Hausner son muy poco reproducibles, resulta interesante considerar el producto ($\phi_0 N^*$) como un parámetro mas para caracterizar la estructura del polvo. Concretamente, observaron un incremento de dicho producto conforme aumenta la resistencia del aglomerado.

2.2.2.4. Ecuación de Heckel modificada

Se ha comprobado^{16,100,101} que la ecuación (2.21) no describe bien el proceso de densificación del polvo si se toman para ϕ_0 y ϕ_N los valores experimentales correspondientes al inicio del proceso y para ϕ_∞ el valor de la compacidad cuando ya no se modifica el volumen del lecho.

Para mejorar la capacidad de ajuste de la ecuación (2.21), en las condiciones anteriores, en las que el único parámetro de ajuste que queda es N^* , distintos investigadores^{16,100,101} emplean la ecuación (2.22).

$$\frac{\phi_{\infty} - \phi_N}{\phi_{\infty} - \phi_0} = \exp\left(-\frac{N^S}{N^*}\right) \quad (2.22)$$

Los parámetros S y N^* de la ecuación (2.22) se determinan fácilmente por regresión lineal. En efecto, tomando dos veces logaritmos naturales a la ecuación (2.22) se obtiene:

$$\ln\left[-\ln\left(\frac{\phi_{\infty} - \phi_N}{\phi_{\infty} - \phi_0}\right)\right] = \ln\left(\frac{1}{N^*}\right) + S\ln(N) \quad (2.23)$$

Se ha comprobado que, con sólo dos parámetros de ajuste, la ecuación (2.23) describe aceptablemente bien el proceso de densificación de polvos tanto cohesivos^{45,43}, como no cohesivos⁴⁴, apreciándose únicamente ligeras desviaciones de la linealidad para valores de N pequeños. No obstante, en algunos casos^{16,100,101} no ha sido posible encontrar una relación entre los parámetros N^* y S de la ecuación (2.23) y algunas características del polvo. Por el contrario, Miyajima et al.⁴⁴ trabajando con partículas gruesas e irregulares, son capaces de relacionar los parámetros N^* y S con la esfericidad y rugosidad de la partícula.

2.2.2.5. Ecuación de Knight

Knight y col.^{57,104} han estudiado el proceso de densificación de lechos de partículas esféricas de vidrio de 2 mm de diámetro en función del número de golpes, para distintas intensidades de golpes. Al ensayar diferentes ecuaciones de ajuste se seleccionó como más apropiada la siguiente:

$$\frac{\phi_{\infty} - \phi_N}{\phi_{\infty} - \phi_0} = \frac{1}{1 + B\ln\left(1 + \frac{N}{N^*}\right)} \quad (2.24)$$

En esta ecuación los parámetros B y N^* se reducen conforme se incrementa la intensidad del golpe, mientras que ϕ_{∞} aumenta.

Para un ajuste bueno de los resultados, estos investigadores recomiendan dejar como parámetros de ajuste ϕ_0 , ϕ_{∞} , B y N^* . Debe tenerse en cuenta que para estos sistemas granulares, nada cohesivos, la variación que experimenta la densidad del lecho de partículas es muy pequeña, frecuentemente de $\phi_0=0,58-0,60$ a $\phi_{\infty}\approx 0,64$. Debe resaltarse que actuando de este modo, para conseguir buenos ajustes, para intensidades de agitación elevadas, se sugieren valores de $\phi_{\infty}>0,70$, muy superior al valor máximo teórico de 0,64 para lechos compactos de esferas monomodales.

2.2.2.6. Ecuación cinética propuesta

Basándose en la evolución que sigue la estructura porosa del lecho de partículas con el número de golpes, y en los mecanismos de la densificación, se ha desarrollado un modelo o ecuación que describe adecuadamente la reducción del volumen del lecho de partículas durante el "tapping". La ecuación desarrollada presenta las siguientes ventajas:

Reproduce los resultados experimentales mejor que la mayoría de las ecuaciones que se citan en la bibliografía, empleando sólo tres parámetros de ajuste.

Los parámetros empíricos que en ella aparecen tienen un significado físico sencillo y, por lo general, se relacionan fácilmente con las características del polvo.

Para el desarrollo del modelo se parte de las siguientes definiciones e hipótesis:

Se define un grado de avance del proceso de compactación del lecho de polvo, ξ , al compactarlo por "tapping" hasta un número de golpes N , mediante la expresión.

$$\xi = \frac{V_{p0} - V_p}{V_{p0}} \quad (2.25)$$

siendo:

V_{p0} = volumen de poros del lecho de polvo resultante del llenado (m^3).

V_p = volumen de poros del lecho compactado tras un número de golpes N (m^3).

xii) El aumento de ξ con N se debe a una disminución del volumen de poros grandes (huecos y cavidades de tamaño muy superior al de las partículas (V_{pg})) y de poros pequeños (de tamaño similar al de las partículas (V_{pp})) (Figura 2.10).

$$V_p = V_{pp} + V_{pg} \quad (2.26)$$

De las ecuaciones (2.25) y (2.26) se deduce:

$$\xi = \frac{V_{pg0} - V_{pg}}{V_{p0}} + \frac{V_{pp0} - V_{pp}}{V_{p0}} \quad (2.27)$$

equivalente a:

$$\xi = \xi_g + \xi_p \quad (2.28)$$

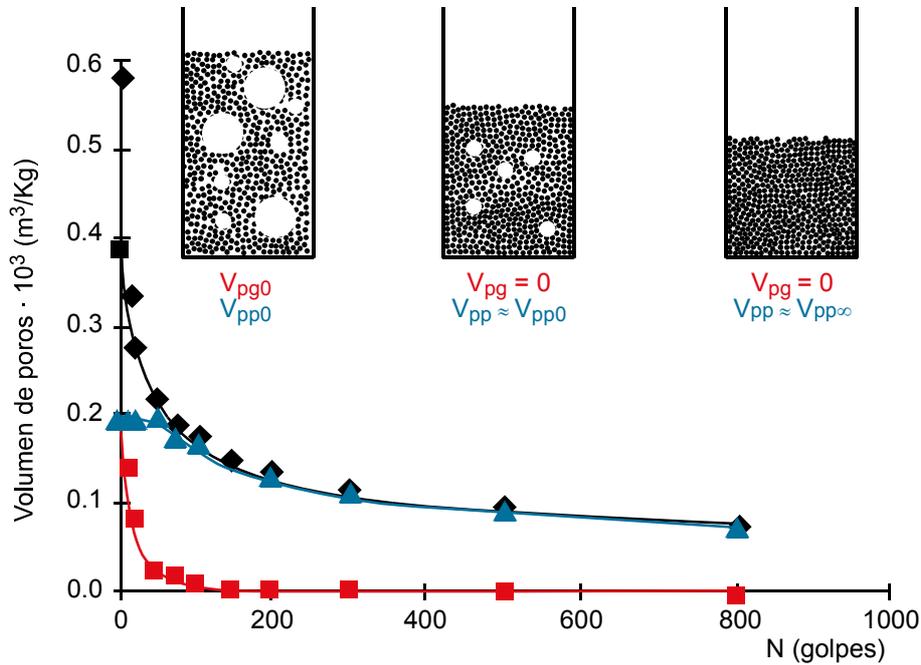


Figura 2.10 Variación del volumen de poros con el número de golpes.

xiii) El volumen que ocupan los poros grandes (V_{pg}) y su tamaño, comienzan a reducirse al inicio del proceso de compactación, y han desaparecido prácticamente para valores de N moderados (Figura 2.10). Esto se debe a que la rotura de bóvedas y la eliminación de huecos grandes por “tapping” es un proceso sencillo, rápido e irreversible, que requiere poca energía para completarse. La mayor parte de la densificación, para polvos cohesivos, se produce mediante este mecanismo. Los resultados experimentales sugieren que la velocidad de densificación, es decir, la disminución del volumen que ocupan estos poros grandes, con el aumento del número de golpes es proporcional al volumen que queda de éstos. Es decir, que el proceso puede describirse mediante una ecuación cinética de orden uno:

$$-\frac{dV_{pg}}{dN} = K_1 \cdot V_{pg} \quad (2.29)$$

siendo K_1 un parámetro, representativo de la compresibilidad inicial en este estado del lecho.

Separando variables e integrando la ecuación (2.29) entre los límites $V_{pg}=V_{pg0}$ para $N=0$ y $V_{pg}=V_{pg}$ para $N=N$ resulta:

$$\frac{V_{pg}}{V_{pg0}} = \exp(-K_1 \cdot N) \quad (2.30)$$

Expresión que nos indica que el volumen que ocupan los poros grandes en el lecho disminuye exponencialmente conforme aumenta el número de golpes. Mediante un tratamiento matemático sencillo se obtiene:

$$\xi_g = \frac{V_{pg0} - V_{pg}}{V_{p0}} = a_1 \left[1 - \exp\left(-\frac{N}{N_1}\right) \right] \quad (2.31)$$

Expresión que relaciona el grado de avance de la densificación del lecho, debido exclusivamente a la reducción de los poros o huecos grandes, ξ_g . El valor del parámetro a_1 es el valor máximo que alcanza ξ_g y que coincide con la razón: volumen de huecos o poros grandes/volumen de poros inicial ($a_1=V_{pg0}/V_{p0}$). El parámetro N_1 representa el número de golpes al que ξ_g alcanza el 63% del valor máximo ($\xi_g=0,63a_1$). En otras palabras, se han eliminado el 63% del total de poros o huecos que había inicialmente.

xiv) Cuando ya se han eliminado prácticamente estos huecos o poros grandes, la distribución del tamaño de los poros es cada vez más homogénea y de tamaños más próximos al de las partículas (o, al menos, del mismo orden de magnitud). En este estado, la reducción de la porosidad, que se debe a una progresiva reordenación espacial de las partículas, es un proceso mas complejo y lento, ya que implica la rotura y formación de un menor número de contactos entre partículas que en el caso de poros o huecos muy grandes. Relativamente tiene lugar poca densificación en este estado. Además, la compacidad final del lecho, ϕ_e , por mucho que se incremente la duración del tapping, es siempre inferior a la que correspondería al empaquetamiento más denso posible. Esto se debe a las siguientes causas:

- a) En cada impacto o golpe las partículas en diferentes zonas del lecho consiguen una ordenación espacial momentánea, algunas de ellas mas compactas que antes y que, por tanto, favorecen el proceso de densificación; otras, por el contrario, conducen a microvolúmenes mas porosos. Así pues, el sistema va evolucionando hasta un valor de equilibrio, que dependerá de las velocidades a que se desarrollan ambos procesos y que debe ser función de las condiciones experimentales. Este mecanismo se produce mucho en sistemas granulares formados por partículas esféricas de tamaño uniforme y grande (2 mm).
- b) La formación de agregados fuertes, irregulares y porosos de partículas que resisten los sucesivos impactos debido a que las fuerzas de adhesión entre partículas son relativamente fuertes (respecto a la gravitacional). Dicho fenómeno es tanto más frecuente conforme aumenta la proporción de partículas finas y se reduce sus tamaños.
- c) La segregación de partículas según su tamaño, que tiende a incrementar la porosidad del lecho, y que puede producirse

simultáneamente a la densificación si la fluidez del polvo y la diferencia de tamaño de partículas son suficientemente elevadas.

Debido a que, conforme avanza el proceso de densificación, se reduce no sólo el volumen de los poros sino también su tamaño, la velocidad a la que discurre este proceso, dV_{pp}/dN , va disminuyendo conforme avanza el mismo, puesto que es más difícil y lento conseguir momentáneamente, en cada impacto, la adecuada distribución espacial de las partículas en un microvolumen que conduce a la eliminación de la porosidad. Así pues, se ha considerado que la disminución del volumen de poros pequeños con el número de golpes ($-dV_{pp}/dN$) es proporcional al volumen de poros que aun falta por eliminar ($V_{pp}-V_{p\infty}$):

$$-\frac{dV_{pp}}{dN} = K_2 \cdot (V_{pp} - V_{p\infty}) \quad (2.32)$$

Separando variables e integrando entre los límites $V_{pp}=V_{pp0}$ para $N=0$ y $V_{pp}=V_{pp}$ para $N=N$ resulta:

$$\frac{V_{pp} - V_{p\infty}}{V_{pp0} - V_{p\infty}} = \exp(-K_2 \cdot N) \quad (2.33)$$

La ecuación (2.33), análoga a la expresión (2.31), que nos indica que la porosidad que aún falta por eliminar ($V_{pp}-V_{p\infty}$) disminuye exponencialmente con el número de golpes. Mediante un tratamiento matemático sencillo se llega a:

$$\xi_p = \frac{V_{pp0} - V_{pp}}{V_{p0}} = a_2 \left[1 - \exp\left(-\frac{N}{N_2}\right) \right] \quad (2.34)$$

Ecuación análoga a la (2.31) que nos relaciona el grado de avance de la densificación del lecho, debido a la disminución del volumen de los poros pequeños, ξ_p . El valor del parámetro a_2 es el valor máximo que alcanza ξ_p y es $a_2 = ((V_{pp0} - V_{p\infty})/V_{p0})$.

El parámetro N_2 , análogo al N_1 , representa el número de golpes al que se ha eliminado el 63% del volumen de poros pequeños eliminables.

De (2.28), (2.31) y (2.34) se obtiene la ecuación buscada:

$$\xi = a_1 \left[1 - \exp\left(-\frac{N}{N_1}\right) \right] + a_2 \left[1 - \exp\left(-\frac{N}{N_2}\right) \right] \quad (2.35)$$

teniendo en cuenta que:

$$\xi_{\max} = \frac{V_{p0} - V_{p\infty}}{V_{p0}} = a_1 + a_2 \quad (2.36)$$

resulta:

$$1 - \frac{\xi}{\xi_{\max}} = f \exp\left(-\frac{N}{N_1}\right) + (1-f) \exp\left(-\frac{N}{N_2}\right) \quad (2.37)$$

siendo $f = (a_1 / (a_1 + a_2))$ la fracción de densificación que tiene lugar por el mecanismo (1). Esta ecuación nos relaciona el grado de avance de la densificación en función del número de golpes, utilizando tres parámetros de ajuste: f , N_1 y N_2 .

Basándose en la aditividad de volúmenes (Apéndice 8.2) se obtiene la relación entre ξ y la compacidad, ϕ , que viene dada por:

$$\xi = \frac{\phi - \phi_0}{\phi(1 - \phi_0)} \quad (2.38)$$

2.3. Flujo y densificación de polvos en ensayos de cizalla

2.3.1. Curvas de fluencia de un polvo. Ecuaciones descriptivas del fenómeno

La forma general de las curvas de fluencia de lechos de partículas, para cualquier estado de consolidación, es muy similar, y presenta las siguientes características comunes: para valores de la tensión normal, σ , elevados consiste en un tramo prácticamente recto, mientras que para valores de esta variable pequeños e incluso negativos presenta una curvatura convexa, tanto más pronunciada cuanto más cohesivo es el polvo (Figura 2.11).

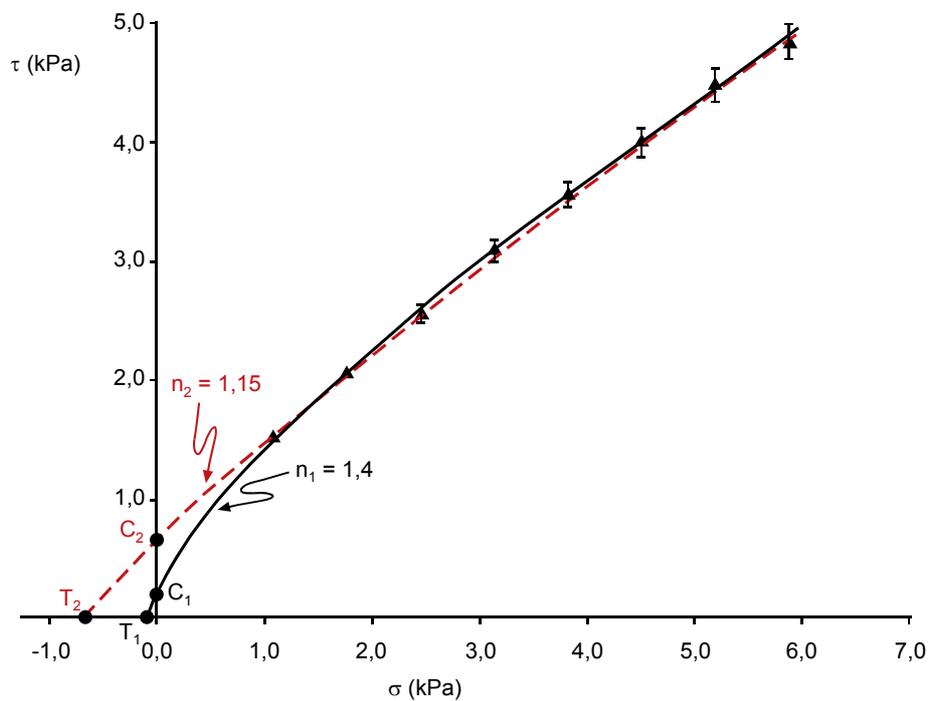


Figura 2.11 Curva de fluencia de un lecho de polvo. Ajustes de los valores experimentales a la ecuación (2.39), utilizando diferentes valores de los parámetros.

2.3.1.1. Ecuación del Warren-Springs Laboratory (WSLA)

En 1965 Ashton et al.¹⁰⁵ propusieron la ecuación (2.39), también denominada ecuación de Warren-Springs Laboratory (WSLA), para describir analíticamente la curva de fluencia y trataron de justificarla mediante argumentos físicos basados en las fuerzas atractivas y repulsivas presentes en los puntos de contacto entre partículas.

$$\left(\frac{\tau}{C}\right)^n = \frac{\sigma}{T} + 1 \quad (2.39)$$

En esta ecuación T es la resistencia a la tracción del lecho de polvo, punto de corte de la curva de fluencia en el tramo negativo al eje de abscisas y n el índice de cizalla (Figura 2.11). Debido a que mediante células de cizalla no puede obtenerse el tramo de la curva de fluencia correspondiente a valores de σ pequeños y negativos y teniendo en cuenta, además, que es justo en ese intervalo de valores de σ donde más marcada es la curvatura, estos investigadores, para comprobar la validez de su ecuación, determinaron previamente, mediante un ensayo diferente al de cizalla, los valores de la resistencia mecánica a la tracción, T , del lecho de polvo, utilizando un equipo especialmente diseñado para ello¹⁰⁵. De este modo, al fijar el valor de T (uno de los tres parámetros de la ecuación), quedan solo como parámetros de ajuste el índice de cizalla, n , y la cohesión, C , lo que reduce considerablemente la incertidumbre en la determinación de los parámetros. En efecto, tal como se muestra en la Figura 2.11, si no se fija, o determina experimentalmente, al menos uno de los tres parámetros de la ecuación, el ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (2.39) puede conducir a valores de los parámetros muy diferentes, manteniendo la calidad del ajuste.

Tras aplicar su ecuación a diferentes tipos de polvos (de distinta naturaleza, forma y tamaño de partícula) preparados en diferentes condiciones de consolidación (compacidad del lecho) comprobaron que el parámetro n era prácticamente independiente de estas condiciones para cada polvo y que variaba su valor desde $n=1$ para polvos que fluyen bien hasta un valor de $n=2$ para polvos muy cohesivos. Además, fueron capaces de relacionar matemáticamente el valor de n con el diámetro superficial de las partículas en polvos secos¹⁰⁶. Asimismo, comprobaron que tanto los valores de la resistencia mecánica a la tracción, T , como los valores de la cohesión, C , aumentan conforme lo hace la compacidad del lecho, siguiendo una relación de tipo potencial^{105,106}.

Al comparar los valores de C y T correspondientes a cada polvo en cada una de las condiciones de preconsolidación obtenidos por Farley y col.¹⁰⁶, se comprueba que los valores de C siempre son mayores que los de T , variando dicha relación desde valores de 1,2 hasta valores próximos a 40. Estos últimos valores sólo se han observado en polvos muy poco cohesivos, para los que la determinación experimental tanto de las curvas de fluencia como de las resistencias mecánicas a la tracción, T , conlleva errores experimentales elevados. No obstante, estos investigadores, al tratar estadísticamente los resultados experimentales obtuvieron la relación $C=2T$, aunque con una alta dispersión de los resultados, evidentemente. Otros investigadores^{107,108} encuentran que la resistencia a la tracción, T , es mayor que C y que la proporcionalidad entre ambas propiedades mecánicas es también muy variable ($0,19 \leq C/T \leq 4$). Debido a estas variaciones en la razón C/T , Geoffroy¹⁰⁹ sugiere que la relación entre ambas propiedades sea del tipo potencial ($C=\eta T^\beta$). Al introducir esta relación en la ecuación (2.39) y ajustar a la ecuación resultante (ecuación con cuatro parámetros) los resultados experimentales obtenidos con la célula de cizalla, para polvos de

diferente naturaleza, tamaño de partícula y condiciones de consolidación, comprobaron la validez de la relación potencial entre C y T encontrando que, mientras el parámetro β sólo depende de la naturaleza del material, α es además función del tamaño de partícula.

A pesar de que la ecuación (2.39) se menciona frecuentemente en la bibliografía, y sus autores trataron de justificarla físicamente, ésta nunca se ha utilizado en aplicaciones prácticas (diseño de silos, etc.) y el índice de cizalla “n” tampoco se ha empleado para caracterizar la fluidez de polvos¹². Esto se debe, o al menos puede explicarse, teniendo en cuenta las siguientes consideraciones:

La incertidumbre en la estimación de los parámetros T, C y n es elevada salvo que se determine experimentalmente C o T mediante otros ensayos, como ya se ha indicado antes.

xv) La determinación experimental de la cohesión, C, o de la resistencia a la tracción, T, del lecho de polvo, empleando cualquiera de los diferentes ensayos diseñados a tal fin miden estas propiedades, tanto C como T, de un lecho con unas características estructurales (porosidad, orientación, etc.) que son distintas de las que se obtienen en el ensayo de cizalla, por lo que están afectados de un cierto error¹². Esto se debe a que en la etapa de consolidación el polvo se somete simultáneamente a tensiones normales y de cizalla, lo que conduce a que las características del lecho de polvo sean diferentes a las que se obtienen en los ensayos de cohesión,^{8,9,10,11,110,111,112} o de medida de la resistencia a la tracción^{113,114,115,116,117} en los que la consolidación, en ambos, es uniaxial.

Así pues, puede concluirse que incluso en el supuesto de que se midan independientemente C o T para reducir la incertidumbre de los dos parámetros restantes de la ecuación, T o C, y n, los valores de estos últimos parámetros estarán afectados de un cierto error. A pesar de ello, al comparar los valores de C medidos directamente en ensayos específicos de cohesión con los obtenidos por extrapolación o ajuste numérico de la curva de fluencia, se aprecia que existe una buena correlación entre ambos, junto con una gran dispersión¹¹¹.

2.3.1.2. Criterio de fluencia de Coulomb

A pesar de que, tal como ya señaló Jenike⁷ la curva de fluencia se desvía significativamente de una línea recta para pequeños valores de las tensiones normales, σ , muchos investigadores, bien porque omiten trabajar en este tramo de curva o bien porque consideran que, en la mayoría de los casos, las desviaciones de la linealidad son pequeñas, ajustan los resultados experimentales de los ensayos de fluencia a la ecuación de Coulomb:

$$\tau = C + \mu\sigma \quad (2.40)$$

donde μ es el coeficiente de fricción interna del polvo, relacionado con el ángulo de fricción interna, ϕ_i mediante la relación $\mu = \tan \phi_i$.^{8,9}

Conviene señalar que, según Farley et al.¹⁰⁶, la ecuación (2.40) es adecuada para describir el fenómeno de fluencia, para polvos muy poco cohesivos, ya que para estos polvos el valor del índice de cizalla de su ecuación vale la unidad, $n=1$, por lo que su ecuación se convierte en la de Coulomb. No obstante, otros investigadores, como Molerus^{118,119}, Tomas^{120,121,122,123} y Medhe¹²⁴ consideran que las curvas de fluencia de los materiales, incluso los cohesivos y muy cohesivos, obtenidas mediante células de cizalla, en condiciones de consolidación habituales ($\sigma_1 \leq 50$ kPa) deben de ajustarse a líneas rectas. Además, estos investigadores han desarrollado una serie de relaciones entre la función de flujo de un polvo y su curva de fluencia basándose en las consideradas en este sistema. En sus modelos, incluso llegan a considerar que el ángulo de fricción interna del polvo, ϕ_i , es prácticamente independiente de las condiciones de consolidación, en clara contradicción con lo obtenido por otros investigadores, como se señalará a continuación, y que, por tanto, sólo la cohesión del polvo se incrementa con σ_1 . Otros investigadores, trabajando con polvos de baja y media cohesividad y utilizando células de cizalla^{125,126,127} o células triaxiales¹²⁸, aplicando tensiones normales de consolidación de hasta 5 MPa, muy superiores a las empleadas normalmente, también ajustan los resultados a la ecuación de Coulomb. Además, comprueban que el ángulo de fricción interna, ϕ_i , o el coeficiente de fricción, μ , aumenta con la irregularidad de la forma de las partículas, con la compacidad del lecho de polvo, ϕ , y con la reducción del tamaño medio de partícula. Por contra, la cohesión, C , sigue una tendencia opuesta. Yousuff¹²⁶, además, compara los valores de μ y los del índice de Hausner en más de veinte polvos de características muy diferentes y observa una buena relación entre ambos parámetros, aunque con bastante dispersión.

También en polvos muy cohesivos, toners de xerografía¹²⁹, y muy poco consolidados ($\phi < 0,4$) se ha comprobado la validez de la ley de Coulomb y el marcado incremento que experimenta el ángulo de fricción interna del polvo, ϕ_i , con la compacidad del lecho, al igual que ocurre en polvos poco cohesivos.

2.3.1.3. Modelo propuesto, basado en el contacto adhesivo de esferas elásticas (Modelo JKR)

En 1986 Kendall¹³⁰ ya introduce el modelo de contacto adhesivo de esferas elásticas, desarrollado por Johnson, Kendall y Roberts (Modelo JKR) en 1971¹³¹ para explicar la falta de adecuación de la ley de Coulomb para cuantificar los resultados de fricción de lechos de partículas sobre superficies planas. No obstante, no se ha localizado ningún trabajo que, basado en la ecuación desarrollada por Kendall, o en el modelo JKR desarrolle una ecuación o modelo que describa la curva de fluencia de polvos, tanto cohesivos como no cohesivos.

El modelo propuesto se basa en el criterio de fractura de Coulomb. La fractura o fluencia del polvo en el plano de cizalla sobre el que actúan una carga normal efectiva total σ^* , se producirá a un valor de τ que cumpla la

condición de fluencia:

$$\frac{\tau}{\sigma} \leq \mu = \tan \varphi_1 \quad (2.41)$$

Si consideramos que, a unas condiciones de consolidación dadas, la fuerza superficial de adhesión entre partículas es independiente de la carga externa que se aplica, la carga total normal efectiva que actúa sobre el lecho, σ^* , es la suma de dos contribuciones independientes: la resistencia mecánica teórica a la tracción del polvo T y la carga normal externa σ . En este caso:

$$\sigma^* = (T + \sigma) \quad (2.42)$$

y la ecuación (2.41) se convierte en la ecuación (2.40) si se considera que $C = \mu T$.

xvi) Si, por el contrario, de acuerdo con el modelo del contacto adhesivo de esferas elásticas, la fuerza superficial de adhesión entre partículas y la carga normal externa aplicada no son independientes sino que están mutuamente relacionadas como ha sido ampliamente confirmado experimentalmente^{132,133,134} la ecuación equivalente a la (2.42) es mas compleja y su representación gráfica se aproxima a las curvas de flujo que se obtienen experimentalmente, como se verá a continuación. En efecto, según el modelo JKR¹³¹ la fuerza, F_{ad}^* , que mantiene unidas dos esferas lisas y elásticas, de radio R , cuando sobre ellas actúa una carga normal, W , viene dada por la ecuación:

$$F_{ad}^* = W + 3\gamma\pi R + \left[6\gamma\pi RW + (3\gamma\pi R)^2 \right]^{1/2} \quad (2.43)$$

siendo γ la energía superficial de las esferas.

Según este modelo, la fuerza requerida para separar las dos esferas en contacto, cuando sobre ellas no actúa ninguna carga externa es:

$$F_{ad} = (3/2)\gamma\pi R \quad (2.44)$$

xvii) Debido a que en el plano de fractura del lecho de polvo existirán un número de contactos por unidad de superficie aparente, n , la carga normal total que actúa en dicho plano será:

$$\sigma^* = \sigma + 3\gamma\pi Rn + \left[6\gamma\pi Rn\sigma + (3\gamma\pi nR)^2 \right]^{1/2} \quad (2.45)$$

al introducir esta ecuación (2.45) en la condición de fractura, ecuación (2.41), se obtiene:

$$\tau = \sigma\mu + 3\gamma\pi Rn\mu + \left[6\gamma\pi Rn\sigma\mu^2 + (3\gamma\pi nR\mu)^2 \right]^{1/2} \quad (2.46)$$

Al aplicar a la ecuación (2.46) la definición de cohesión, es decir, $\tau=C$, para $\sigma=0$, se obtiene:

$$C = 6\gamma\pi Rn\mu \quad (2.47)$$

que al introducirla en la ecuación (2.46) se obtiene la ecuación de la curva de fluencia:

$$\tau = \frac{C}{2} + \sigma\mu + \left(\frac{C}{2}\right)^{1/2} \left[2\sigma\mu + \frac{C}{2}\right]^{1/2} \quad (2.48)$$

De acuerdo con la ecuación (2.44), la resistencia mecánica a la tracción de un lecho (T) será:

$$T = F_{ad}n = \frac{3}{2}\gamma\pi Rn \quad (2.49)$$

Al combinar esta ecuación con la (2.47), se obtiene la relación entre la cohesión (C) y la resistencia mecánica a la tracción del lecho de polvo (T):

$$T = \frac{C}{4\mu} \quad (2.50)$$

xviii) Conviene señalar que, aunque la ecuación (2.48) se fundamenta en el modelo JKR, desarrollado para esferas lisas de tamaño uniforme, dicha expresión, en principio, debe ser igualmente aplicable a lechos de polvos reales, constituidos por partículas rugosas, irregulares, y de tamaño diferente, ya que el efecto de estas características microestructurales sobre la curva de fluencia se materializaría en la influencia de éstas sobre C y μ , sin que, por ello, se modifique la ecuación (2.48), como se verá a continuación. En efecto, en polvos reales, los microcontactos se producen entre asperezas de partículas vecinas (Figura 2.12). Para estos casos, la expresión de la fuerza de contacto es idéntica a la ecuación (2.43) si se cambia el radio de la esfera, R, por su radio reducido, R^* ^{132,133}.

$$R^* = \frac{R_1 R_2}{R_1 + R_2} \quad (2.51)$$

donde R_1 y R_2 son los radios de curvatura de las dos asperezas en contacto.

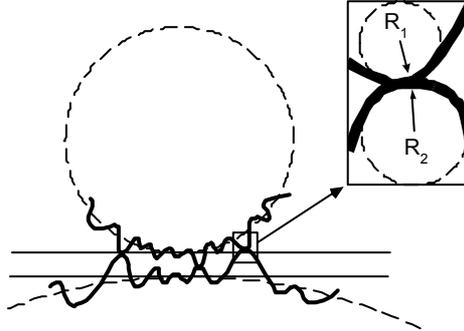


Figura 2.12 Contacto entre partículas rugosas.

Análogamente, puesto que las características geométricas de los contactos son diferentes, la tensión normal total, σ^* , que actúa en el plano de fractura del lecho se calculará como el sumatorio de las fuerzas de contacto de los n contactos entre asperezas, por unidad de superficie:

$$\sigma^* = \frac{1}{A} \sum_{i=1}^n \left(W + 3\gamma\pi R_i + \left[6\gamma\pi R_i W + (3\gamma\pi R_i)^2 \right]^{1/2} \right) \quad (2.52)$$

que al aplicar la condición de fractura se convertirá en la ecuación (2.48) si se tiene en cuenta que en este caso la cohesión del polvo es:

$$C = 4\mu T = 4\mu \frac{\sum_{i=1}^n 3/2 \gamma\pi R_i}{A} \quad (2.53)$$

Se considera que la resistencia a la tracción del polvo, T , es la suma de las fuerzas de adhesión ($3/2 \gamma\pi R_i$) de todos los contactos dividido por la superficie aparente de fractura del lecho.

En la figura adjunta (Figura 2.13) se ha representado gráficamente la ecuación (2.48) en forma adimensional, para diferentes valores de μ . Del examen de los resultados se deduce lo siguiente:

La forma de las curvas es similar a la de las curvas de fluencia que se obtienen experimentalmente y a las descritas por la ecuación de Warren, ec. (2.39), pero utilizando solo dos parámetros (C y μ).

xix) Para valores de $\sigma/C \geq 2$, independientemente del valor de μ , las curvas de fluencia presentan un tramo recto, de acuerdo con los resultados observados experimentalmente.

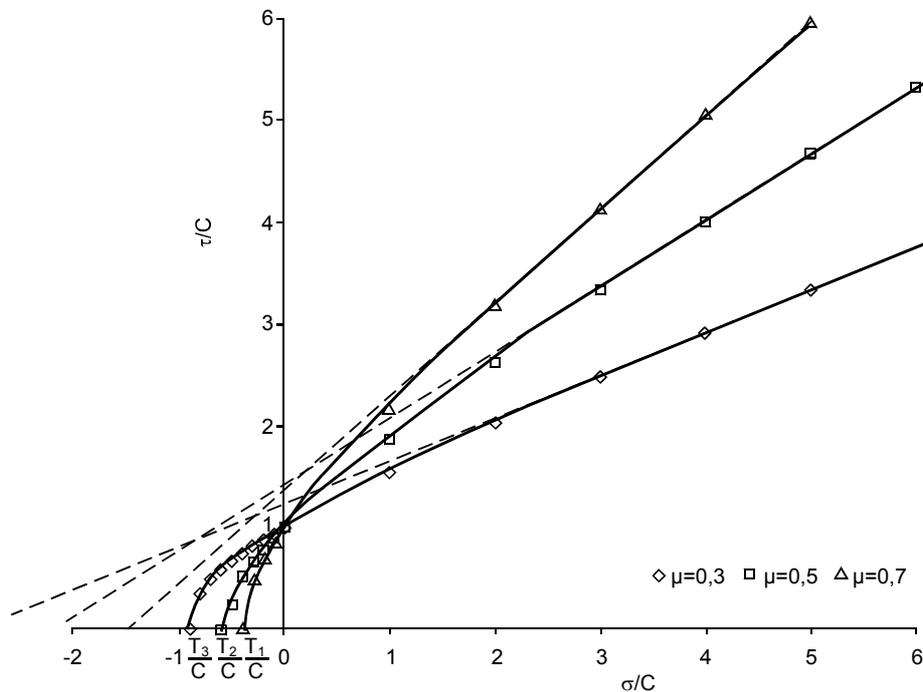


Figura 2.13 Curvas de fluencia normalizadas de lechos de polvo para diferentes valores de μ , según la ecuación (2.48).

Los valores de resistencia a la tracción que predice el modelo son del mismo orden de magnitud que la cohesión, C , dependiendo la razón C/T del valor de μ (ecuación (2.50)). No obstante, debe recalcar que para los valores del coeficiente de fricción comprendidos entre 0,4 y 0,7, que son los valores más habituales, los valores de la razón C/T que predice el modelo se mueven alrededor de 2, de acuerdo con los resultados experimentales obtenidos por Farley et al.¹⁰⁶.

Por otra parte, conviene señalar que el criterio de fractura es una ley de fricción de aplicación macroscópica, por lo que el coeficiente de fricción, μ , dependerá de las características de la superficie de fractura o fluencia, que, a su vez, dependerá de las características microestructurales del lecho. Kendall, en su modelo, aplica erróneamente el criterio de Coulomb, de validez macroscópica, al contacto de esferas, escala microscópica, utilizando un coeficiente de fricción que sólo dependerá de las propiedades mecánicas de la superficie de las partículas y no de la superficie de fractura, en clara contradicción con los resultados experimentales. En efecto, para un microcontacto se ha comprobado reiteradamente que la fuerza de fricción es igual al producto del área real del microcontacto por su resistencia a la cizalla^{132,133,134}.

2.3.2. Resistencia mecánica de un lecho de polvo. Su relación con la compacidad del lecho y con el tamaño medio de partícula

En la Figura 2.14 se representa de forma esquemática en el diagrama de tensiones τ - σ los puntos representativos de los tres tipos de resistencia mecánica, que se pueden determinar a partir de una curva de fluencia, obtenida a unas condiciones de consolidación dadas: la cohesión, C , ordenada en el origen de la curva de fluencia y que representa la resistencia mecánica a la cizalla, la resistencia mecánica a la tracción, T , corte de la curva de fluencia el eje de abscisas y la resistencia mecánica a la compresión, f_c , o "tensión de fluencia no restringida" (unconfined yield stress), que se calcula a partir del círculo de Mohr correspondiente.

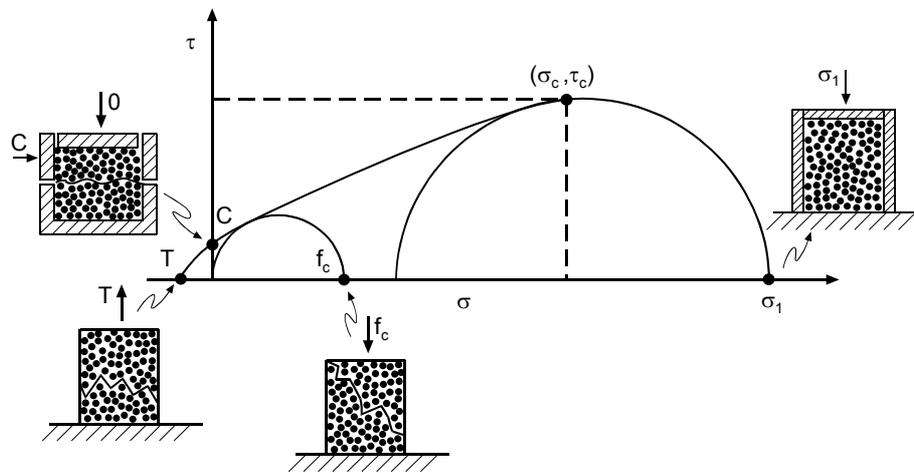


Figura 2.14 Representación esquemática de los diferentes tipos de resistencia mecánica de un lecho.

El hecho de que el número de contactos entre las irregularidades de la superficie de las partículas por unidad de superficie aparente de fractura, n , y la fuerza de adhesión en cada uno de los microcontactos, sean los factores determinantes de los tres tipos de resistencia mecánica implica que los valores de C , T y f_c deban de estar relacionadas entre sí. En efecto, se ha comprobado reiteradamente en lechos de partículas con diferentes grados de consolidación (desde lechos muy porosos ($\epsilon \geq 0,6$) hasta altamente compactados ($\epsilon \leq 0,4$)) que el valor de la resistencia mecánica a la compresión, f_c , de un lecho suele ser bastante superior al de su tracción, T ^{120,121,122,123,135,136}. Teóricamente la relación entre ambas propiedades debe ser $f_c/T=8$; aunque, en ocasiones, dependiendo del tipo de material, de las características del ensayo y de las dimensiones del lecho, dicha relación puede ser mas alta^{135,136}. La relación entre C y T ya se ha discutido en el apartado 2.3.1.

Análogamente, por las razones antes señaladas, estas tres propiedades mecánicas deben variar de forma similar, cuando se alteren los factores

antes mencionados, al modificar cualquier característica del lecho de polvo (ϕ , d_s , etc), debido a cambios en las características de las partículas y/o cambios en las condiciones de consolidación. Por consiguiente, en principio, podemos considerar que los modelos teóricos desarrollados para relacionar la resistencia mecánica a la tracción, T , con las características estructurales del lecho, sean aplicables, en primera aproximación, a los distintos tipos de resistencia mecánica. Tradicionalmente se ha seleccionado la resistencia mecánica a la tracción porque es el tipo de fractura más sencillo y, por consiguiente, más fácil de modelizar.

2.3.2.1. Modelo de Rumpf

Uno de los primeros modelos fue el de Rumpf^{137,138}, que es, sin lugar a dudas, el más conocido. En su desarrollo se considera que el lecho o aglomerado de partículas “rompe en tracción”, T , cuando todos los contactos partícula-partícula existentes en el plano de fractura lo hacen simultáneamente. Por consiguiente, la fractura se producirá si el esfuerzo o tensión de tracción supera un valor crítico, T , que viene dado por:

$$T = \sum_{i=1}^n F_{ad} = nF_{ad} \quad (2.54)$$

siendo “ n ” el número de contactos entre partícula por unidad de superficie aparente de fractura y F_{ad} su fuerza de adhesión. En un lecho de partículas esféricas, lisas y del mismo diámetro, d , distribuidas al azar y con los contactos uniformemente distribuidos en todas las direcciones, mediante consideraciones geométricas en esta situación ideal se obtiene que el número de contactos (n_{pi}) puede calcularse de acuerdo con:

$$n_{pi} = \frac{9}{8} \frac{\phi}{\pi d^2} Q \quad (2.55)$$

siendo Q el índice de coordinación medio de las partículas. Rumpf asume una relación empírica entre Q y la compacidad del lecho, ϕ , basada en los datos de Smith¹³⁹, con lo que llega a la expresión:

$$T = \frac{9}{8} \frac{\phi}{1-\phi} \frac{F_{ad}}{d^2} \quad (2.56)$$

Para polvos secos consideró que las únicas fuerzas significantes eran las de van der Waals y, puesto que esta F_{ad} es proporcional al diámetro de la partícula, obtuvo una relación del tipo:

$$T \propto \frac{1}{d} \quad (2.57)$$

2.3.2.2. Modelo de Kendall

Kendall¹⁴⁰ desarrolló su modelo basándose en la mecánica de la fractura lineal¹³¹ y en el modelo del contacto adhesivo entre esferas elásticas, antes comentado.

$$T = 17,5(\phi)^4 \frac{2\gamma}{\sqrt{dz}} \quad (2.58)$$

siendo “z” el tamaño de la grieta iniciadora de la fractura.

Este modelo también asume una relación empírica entre n y ϕ , basada en el empaquetamiento ordenado de esferas. Al introducir en la ec. (2.58) la fuerza de contacto que predice el modelo JKR y considerar que para empaquetamientos ideales de partículas $a \approx d$ se llega a:

$$T = 3,7(\phi)^4 \frac{F_{ad}}{d^2} \quad (2.59)$$

Al comparar las ecuaciones (2.56) y (2.59) se aprecia que, aún siendo dos modelos completamente distintos, a efectos prácticos, solo se diferencian en la función que describe el efecto de la compacidad, debido al empaquetamiento ideal elegido por uno y otro.

Ambos modelos sobrevaloran el valor de T debido fundamentalmente a que la geometría del contacto entre partículas (superficies rugosas) y las características de empaquetamiento de éstas en el lecho (heterogeneidades en la distribución de las partículas, etc.) son de mayor complejidad que los modelos basados en empaquetamientos ideales y partículas ideales (esferas lisas de igual tamaño).

2.3.2.3. Modelos semiempíricos complejos

Cheng^{141,142,143}, y posteriormente Hartley et al.¹⁴⁴ consideran que las partículas, al ser rugosas, solo se tocan en las protuberancias superficiales, lo que reduce la fuerza de cohesión entre partículas supuestamente lisas. Su principal innovación al modelo de Rumpf consiste en incorporar en la expresión de la fuerza de adhesión de van der Waals, F_{ad} , una distancia efectiva de separación entre partículas, que relacionan con la compacidad del lecho.

La incorporación de este parámetro empírico al modelo de Rumpf aumenta considerablemente el efecto de la compacidad sobre la resistencia que predice la ecuación (2.56), de acuerdo con los resultados experimentales. Básicamente este modelo considera un lecho ideal de partículas con contactos más reales.

Otros modelos como el modelo de empaquetamiento no uniforme de Shinohara¹⁴⁵ tratan de justificar que los valores experimentales de T sean menores que los teóricos y que el efecto de la compacidad sobre esta última

sea mayor que la descrita por la ecuación (2.56). Este modelo considera que el lecho de polvo consiste en una red de partículas con agrupaciones cúbicas y romboédricas, y que solo los contactos entre las partículas que integran los grupos más compactos, contribuyen significativamente a la resistencia mecánica del lecho. En el modelo, la fracción de estas regiones más densas aumenta mucho con la compacidad del lecho, según una relación empírica compleja, que describe aceptablemente bien el efecto de ϕ sobre T .

2.3.2.4. Ecuaciones empíricas

Claramente, la compacidad de un lecho o de un aglomerado de partículas, es una característica fácilmente medible y un parámetro clave para las propiedades mecánicas. No obstante, solo indica el volumen del espacio intersticial entre las partículas, sin que a priori se pueda extraer información del tamaño, forma y distribución de los poros o de las partículas, parámetros si cabe tan importantes como la porosidad en lo que a las propiedades mecánicas se refiere. Únicamente considerando empaquetamientos uniformes de esferas ideales se pueden inferir relaciones entre parámetros estructurales del lecho, como " n ", determinantes de la resistencia mecánica del lecho y la compacidad. En los casos más reales, la relación entre el número de contactos efectivos, que determinan la resistencia mecánica del lecho y su compacidad, es tan compleja, que es necesario recurrir a una serie de ecuaciones empíricas, de tipo lineal, exponencial o potencial, para relacionar T con ϕ . No obstante, una relación de tipo potencial^{105,106} ha resultado adecuada a la hora de ajustar los resultados experimentales que figuran en la bibliografía.

En lo que respecta al efecto del tamaño de partícula, se comprueba que la resistencia mecánica del lecho, tanto a la cohesión, C , como la resistencia a la tracción, T , disminuyen considerablemente con el tamaño medio de partícula, siendo el efecto de esta variable sobre T o C , tanto más acusada cuanto menor es el tamaño medio de partícula. Ahora bien, en la mayoría de los trabajos consultados no se especifica el tipo de relación de forma analítica y los experimentos se realizan a tensiones de consolidación fijas, lo que implica porosidades de lecho variables, por lo que los valores de la cohesión obtenidos están influenciados no solo por el tamaño de partícula sino también por la compacidad del lecho. A pesar de estos inconvenientes, los resultados parecen indicar que la variación de T , C o f_c con el tamaño medio de partícula es similar a la que predicen los modelos.

2.3.2.5. Ecuación propuesta.

Una expresión empírica del tipo

$$R_M \propto \phi^m d_s^{-n} \quad (2.60)$$

donde R_M puede ser T, C o f_c , describe de forma mas sencilla el efecto combinado de las dos variables, que muchas de las ecuaciones, también empíricas, que figuran en la bibliografía. Además, mediante los argumentos que se exponen a continuación, resulta fácil justificar la utilización de un parámetro, "m" genérico para describir el efecto de la compacidad sobre la resistencia mecánica, en vez de fijarlo en 4, de acuerdo con el modelo de Kendall. Lo propio sucede con el efecto del tamaño, en el que se emplea un exponente (-n) en vez del (-2) que predicen los modelos teóricos.

La ecuación propuesta parte de los modelos teóricos antes descritos, deducidos para lechos de partículas ideales, a los que introduce una serie de modificaciones para adaptarlos a situaciones más reales. Su desarrollo se basa en los argumentos físicos y/o geométricos que se detallan a continuación.

La adhesión entre dos partículas rugosas, se debe al contacto real entre las protuberancias de su superficie. Entre dos partículas muy finas ($d_s \leq 1 \mu m$) solo se produce un único contacto, mientras que en las mayores el número de microcontactos entre las protuberancias de las dos partículas aumenta con el tamaño de partícula y con la carga a que se las somete para conseguir el contacto. Así pues, el número de microcontactos reales por contacto entre dos partículas, n_{cp} , puede expresarse como:

$$n_{cp} \propto d_s^{n_1} \phi^{n_2} \quad (2.61)$$

xx) A escala nanométrica todas las partículas minerales son rugosas y su rugosidad no suele depender del tamaño de éstas. Además, en los contactos entre protuberancias se cumple el modelo de esferas elásticas adhesivas (JKR), por lo que la fuerza de contacto será:

$$F_{ad} = \frac{3}{2} \pi \gamma \bar{r} \quad (2.62)$$

siendo \bar{r} un radio efectivo característico de la rugosidad de la superficie de la partícula, que se supone independiente del tamaño de partícula, d_s , y de la compacidad del lecho, ϕ .

xxi) La distribución de las partículas y su orientación, si no son esféricas, en un lecho es claramente heterogénea. Están formando grupos de partículas u aglomerados de características estructurales diferentes (compacidad local, índice de coordinación) interconectadas entre si y heterogéneamente distribuidas. Ahora bien, estas características estructurales del lecho (índice de coordinación medio de

las partículas, tamaño de los poros, etc) se van uniformizando a medida que aumenta su compacidad. En consecuencia, la distribución de las fuerzas de adhesión entre partículas y su orientación durante el ensayo de tracción es también heterogénea, por lo que únicamente un grupo relativamente pequeño de columnas o cadenas de partículas soportan la carga externa impuesta^{146,147,148}. Además, su número crece con la compacidad del lecho.

Así pues, el número de contactos entre partículas por unidad de superficie de fractura que soportan la tensión, n_{pp} , se podrá expresar como:

$$n_{pp} \propto n_{pi} \phi^{1/3} \quad (2.63)$$

siendo n_{pi} el número de contactos entre partículas esféricas lisas.

xxii) Estudios de empaquetamiento de esferas del mismo tamaño indican que la relación entre el índice de coordinación medio y la compacidad^{135,145,70} no es única y es mucho más compleja que la que suponen Rumpf y Kendall. Por consiguiente, el número de contactos entre partículas esféricas lisas por unidad de superficie de fractura n_{pi} , de acuerdo con la ecuación (2.54), también lo será (Figura 2.15).

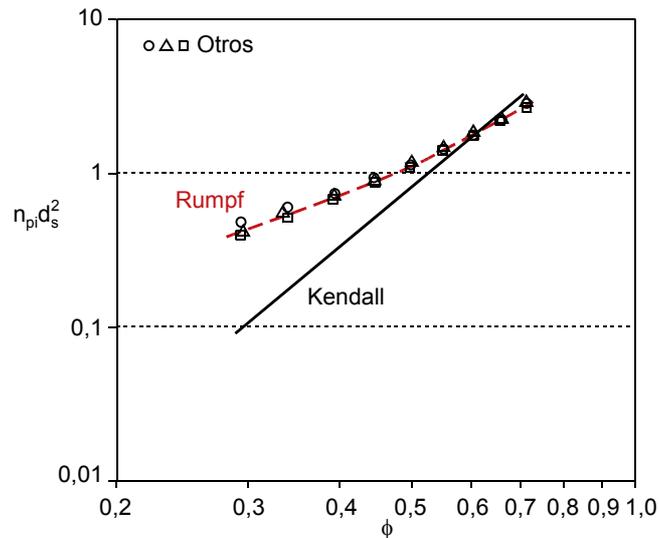


Figura 2.15 Relación entre $n_{pi} \cdot d_s^2$ y la compacidad, ϕ , según distintos investigadores.

En esta figura se ha representado, en escala doble logarítmica, el producto ($n_{pi} \cdot d_s^2$) frente a la compacidad, ϕ , utilizando diferentes relaciones entre el índice de coordinación medio, Q , y ϕ , descritas en la bibliografía^{104,149}. Se incluye además la representación correspondiente al modelo de Kendall.

Se aprecia que la relación entre n_{pi} y ϕ del modelo de Rumpf coincide prácticamente con la obtenida por otros investigadores y que ésta puede suponerse de tipo potencial.

Por contra, el modelo de Kendall sobrevalora la influencia de ϕ sobre n_{pi} , para tratar de justificar el marcado efecto que ejerce la compacidad del lecho sobre su resistencia mecánica, debido a los factores antes enumerados.

Así pues, para intervalos no excesivamente grandes de compacidad, $0,35 \leq \phi \leq 0,60$, la relación entre n_{pi} con d_s y con ϕ se puede expresar como:

$$n_{pi} \propto \frac{\phi^2}{d_s^2} \quad (2.64)$$

Si se admite que se cumple el criterio de fractura de Rumpf, ecuación (2.54), y se tienen en cuenta las relaciones (2.62) a (2.64), se llega a la ecuación (2.60).

2.3.3. *Densificación de lechos de partículas sometidos simultáneamente a tensiones normales y de cizalla. Diagrama de compactación*

Durante la fase de consolidación del lecho de partículas en la célula de cizalla éste se somete a una tensión normal, σ_c , mientras se va incrementando la tensión de cizalla hasta alcanzar un valor τ_c al que se produce el flujo estacionario del polvo. La compacidad del lecho, ϕ , en este estado depende de los valores de σ_c y τ_c . Ahora bien, este estado biaxial de tensiones, al que está sometido el lecho, de acuerdo con la mecánica de suelos, es equivalente a una única tensión normal de consolidación, σ_1 , como ya se ha comentado en el apartado 2.1.1.

Se denomina función de compactación o diagrama de compactación, a la expresión analítica que describe la variación de la compacidad del lecho, ϕ , o de alguna propiedad relacionada con ella, con la presión de prensado aplicada; en nuestro caso con la tensión de consolidación, σ_1 .

En la bibliografía aparecen multitud de ecuaciones de compactación; Kawakita⁹⁹ referencia muchas de ellas y las compara con la suya. Concluye que su ecuación, con solo dos parámetros de ajuste, describe aceptablemente bien el proceso de compactación. Así pues, la ecuación (2.17), aplicada a la densificación por golpes y descrita en el apartado 2.2.2.1, también es aplicable a la densificación del lecho de polvo en la fase de consolidación, sustituyendo N por σ_1 .

No obstante, para un intervalo de presiones relativamente pequeños como el que se emplea en las células de cizalla, los valores de ϕ y σ_1 se ajustan aceptablemente bien^{105,106} a una ecuación del tipo:

$$\phi - \phi_{\min} = K \ln \frac{\sigma_1}{(\sigma_1)_{\min}} \quad (2.65)$$

siendo:

ϕ_{\min} : la compacidad del lecho a la tensión de consolidación $(\sigma_1)_{\min}$

K: un coeficiente de compresibilidad del lecho de polvo.

De una forma general el coeficiente de compresibilidad, K, aumenta conforme se reduce el tamaño de las partículas. Aunque existen pocos trabajos que estudien el efecto de las características de las partículas sobre la compacidad del lecho en experimentos de consolidación en células de cizalla, en principio es de suponer que el efecto de éstas sobre ϕ y sobre la compresibilidad, K, sea similar al que ejercen en otros procesos de densificación discutidos en el apartado 2.2.1.

2.3.4. La función de flujo (FFM) y el ángulo efectivo de fricción interna (δ) de un polvo. Relación con las características del lecho

Estos son, probablemente, los parámetros de flujo más importantes de un polvo, ya que su determinación o estimación previa es imprescindible a la hora de diseñar equipos para el manejo y el almacenamiento del polvo, según la metodología de Jenike, que aún sigue siendo la más utilizada.

2.3.4.1. La función de flujo de un polvo (FFM)

La FFM, definida por Jenike, como la variación de la resistencia a la compresión del lecho, f_c , en función de la tensión de consolidación del mismo, σ_1 , ha sido desde su implantación la representación más utilizada para caracterizar el comportamiento al flujo de los materiales pulverulentos.

Conforme se incrementa la tensión de consolidación, σ_1 , la curva de fluencia del lecho de polvo resultante se va desplazando verticalmente, en muchos casos de forma casi paralela, dependiendo de las variables de operación y de las características del material. En consecuencia, la resistencia mecánica a la compresión, f_c , aumenta conforme lo hace σ_1 (FFM). Los otros dos tipos de resistencia mecánica del lecho, T y C experimentan variaciones similares con σ_1 , pero sus representaciones: T o C, vs. σ_1 son mucho menos utilizadas que la FFM.

Por lo general, para materiales, cuyos lechos de partículas, aparte de aumentar su compacidad, no experimentan grandes cambios microestructurales (tales como orientaciones de partículas laminares o fibrosas, roturas de aglomerados) con el aumento de σ_1 y para valores usuales de dicha variable $5 < \sigma_1 \leq 50$ kPa, las FFM experimentales se pueden ajustar aceptablemente bien a rectas, que, por lo general, no pasan por el origen, como ha sido comprobado por distintos investigadores para polvos de naturaleza y cohesividad muy diferentes^{25,26,103,118,119,120,121,122,123}. En cambio, para valores de σ_1 más bajos que los usuales ($\sigma_1 \leq 2$ kPa), como ha comprobado experimentalmente Schulze¹⁵⁰, utilizando una célula de cizalla

especialmente diseñada, las FFM se desvían significativamente de la linealidad, presentando una marcada curvatura convexa. En concreto, observaron que para valores de $\sigma_1 \leq 0,5$ kPa, los valores de f_c y σ_1 eran muy parecidos, lo que de acuerdo con el criterio de fluidez de Jenike implica que, en estas condiciones, todos los polvos estudiados eran muy cohesivos, $f_c = \sigma_1 / f_c = 1$. Estos resultados ponen claramente de manifiesto que la extrapolación lineal de los resultados experimentales de la FFM obtenidos para valores de σ_1 habituales ($\sigma_1 \geq 5$ kPa) a valores de σ_1 menores, para predecir su comportamiento al flujo en estas últimas condiciones es, cuanto menos, cuestionable. No obstante, en las condiciones habituales de consolidación la función de flujo puede, en principio, describirse mediante la expresión:

$$f_c = f_{c0} + \alpha \sigma_1 \quad (2.66)$$

Tomas^{120,121,122,123} interpreta la linealidad de la FFM y la de la representación de la resistencia mecánica del lecho a la tracción, T , frente a σ_1 , a las que denomina “funciones de consolidación”, basándose en su “Teoría de la deformación elasto-plástica del contacto de las partículas finas” (elastic-plastic contact deformation) que a su vez se fundamenta en la teoría de la deformación plástica del contacto de Molerus^{118,119}.

Básicamente, ambos modelos consideran que el aumento de f_c con σ_1 es consecuencia directa del aumento que experimenta la fuerza de adhesión entre dos partículas F_H (la fuerza necesaria para separar dos partículas) con la fuerza normal que se aplicó inicialmente para crear el contacto, F_N . Estos modelos no consideran, en absoluto, el efecto que σ_1 ejerce sobre el número de contactos entre partículas, debido a un aumento de la compacidad del lecho con dicha variable y, por consiguiente, sobre f_c .

Según Tomas, para el contacto entre partículas, la relación entre F_H y F_N es:

$$F_H = (1 + \kappa)F_{H0} + \kappa F_N \quad (2.67)$$

siendo: F_{H0} la fuerza de adhesión entre partículas, sin ninguna fuerza de consolidación adicional ($F_N=0$) y κ un coeficiente de consolidación elasto-plástica, que cuantifica el efecto de la carga inicial de las partículas (F_N) sobre su deformación plástica (permanente) y, por consiguiente, sobre F_H . Así pues, este coeficiente es, según el autor, una medida de la blandura o deformación del material en el contacto. La expresión que obtuvo Molerus es análoga a la ecuación (2.67).

Según Tomas, κ se calcula a partir de las curvas de fluencia del polvo, que ajusta siempre a líneas rectas, y lo considera también una medida de la fluidez del mismo.

A pesar de el modelo de Tomas (y el de su predecesor Molerus) explican la linealidad de las FFM observadas para muchos polvos, en las condiciones de consolidación antes citadas, no ha sido posible, hasta el

momento, establecer una relación lógica entre el coeficiente κ y las propiedades mecánicas del material. En efecto, de ser cierta la teoría, κ , que es una medida de la “blandura” del contacto, debería de aumentar conforme se reduce la dureza del material. Por el contrario, un análisis de los resultados obtenidos por el autor y otros¹²⁴ revela que la variación que sigue κ con la dureza del material, para polvos de tamaño de partícula similar es completamente opuesta a la esperada. En efecto, al comparar los valores de κ del talco (dureza Mohs=1) y de la alúmina (dureza Mohs=9), se obtiene para el más blando un valor de $\kappa=0,48$, aproximadamente la mitad que el de la alúmina ($\kappa=0,81$) (el tamaño de partícula de ambos polvos era de $3,5 \mu\text{m}$).

Por otra parte, el modelo predice que el coeficiente κ aumenta conforme se reduce el tamaño de las partículas, lo que supone, de acuerdo con la ecuación (2.67), que el efecto de F_N sobre F_H será tanto mayor cuanto menor sea el tamaño de las partículas. También, contrariamente a lo que se predice en el modelo, mediante microscopía de fuerza atómica, se ha demostrado, en partículas rugosas, que el efecto de la carga inicial (F_N) sobre la fuerza de adhesión resultante (F_H) es mayor para las partículas más gruesas. Este efecto se asocia principalmente a un aumento del número de microcontactos con la carga a las partículas más gruesas. En las partículas más pequeñas, $d_s < 1 \mu\text{m}$, se considera que solo se establece un microcontacto entre cada dos partículas, aún siendo estas también rugosas^{151,152}, por lo que el efecto de la carga es despreciable.

Asimismo, mediante esta técnica, se ha comprobado en esferas lisas de oro de tamaño micrométrico, que la fuerza de contacto (F_H) entre partículas, si éstas son lisas, es independiente de la carga inicial aplicada, F_N , para valores de esta variable de hasta $1 \mu\text{N}$ ¹⁵³. Estos resultados demuestran claramente la ausencia de una deformación plástica apreciable, en los contactos entre partículas incluso para cargas tan altas como la utilizada en este experimento (en efecto, este valor es alrededor de veinte veces mayor que la carga media estimada entre dos partículas de tamaño micrométrico, en un ensayo de cizalla para un valor de $\sigma_1=50 \text{ kPa}$).

Las razones antes expuestas demuestran claramente que, aunque algo de deformación plástica pudiera producirse en los puntos de contacto entre las irregularidades de las partículas, el incremento del área real de contacto entre partículas debido a la deformación plástica del material en la fase de consolidación no es el mecanismo que pueda conducir significativamente al incremento de f_c con σ_1 , que describe la función de flujo.

- xxiii) Una interpretación, a escala microscópica, de la ecuación (2.66), consistente con los resultados experimentales de la mecánica de contacto entre partículas antes descrita, y acorde con los modelos estructurales y argumentos expuestos en el apartado 2.3.2, consiste en suponer que el aumento lineal de f_c con σ_1 , se debe exclusivamente a un

incremento paralelo del número de microcontactos por unidad de superficie aparente de fractura, n , con dicha variable, σ_1 , ya que n y f_c son proporcionales (apartado 2.3.2). En efecto, conforme se incrementa σ_1 las partículas se reordenan para formar un empaquetamiento más compacto, lo que se manifiesta, a escala macroscópica, en un aumento moderado de la compacidad del lecho, con el logaritmo de σ_1 , descrito mediante el diagrama de compactación (apartado 2.3.3). Paralelamente, a escala microscópica, con el aumento de ϕ el número de microcontactos por unidad de superficie aparente de fractura, n , crece considerablemente y de forma potencial con dicha característica, ϕ , (apartado 2.3.2), lo que se debe traducir, a escala macroscópica, en una variación similar de f_c con ϕ . Así pues, el efecto de σ_1 sobre ϕ (moderado y de tipo logarítmico) combinado con el de ϕ sobre f_c (considerable y de tipo potencial) se traduce en una relación de tipo lineal entre σ_1 y f_c .

Al combinar las ecuaciones (2.60), (2.65) y (2.66) se obtiene la expresión que relaciona, la pendiente de la FFM, supuesta recta, α , con las características del lecho.

$$\alpha \propto d_s^{-n} K \phi^{m-1} \exp\left(-\frac{\phi - \phi_0}{K}\right) \quad (2.68)$$

Para cada función de flujo, se ha comprobado (Apendice 8.3) que el producto de los dos últimos factores es un parámetro prácticamente constante, cuyo valor, para polvos monomodales, dada la relación de ϕ_0 y K con d_s , aumenta con el valor de este último.

La pendiente de la función de flujo, α , aumenta conforme disminuye d_s debido a que el efecto del tamaño medio de partícula sobre K y, por consiguiente, sobre el producto de los dos primeros factores contrarresta el efecto contrario que esta característica ejerce sobre los dos últimos.

En lo que respecta a la ordenada en el origen de la FFM, f_{c0} , según la ecuación (2.60), vendrá dada por la expresión:

$$f_{c0} \propto d_s^{-n} \phi_0^m \quad (2.69)$$

Puesto que para polvos monomodales, la compacidad inicial del lecho, ϕ_0 , manteniendo constante el procedimiento de llenado de la célula, es una función exclusiva del tamaño de partícula, d_s , f_{c0} será también una función exclusiva de d_s . Ahora bien, debido a que la influencia de ϕ_0 sobre f_{c0} es elevada ($m \geq 4$) y puesto que ϕ_0 aumenta conforme lo hace d_s , es de esperar que el efecto combinado de d_s sobre f_{c0} sea mucho más pequeño que el que ejerce sobre α .

2.3.4.2. *Angulo efectivo de fricción interna del polvo (δ)*

Representa el ángulo de fricción del polvo cuando este fluye en estado estacionario. En este estado de movimiento permanente de las partículas los

contactos entre ellas están en un equilibrio dinámico de formación y rotura simultáneas, por lo que la cohesión del polvo es muy pequeña. Así pues, de acuerdo con los modelos que describen la curva de fluencia, se considera que la cohesión del polvo es nula por lo que su representación será una línea recta que pasa por el origen y por el punto correspondiente a las condiciones de consolidación.

Experimentalmente, el valor de δ se calcula como el ángulo que forma con el eje de abscisas la recta que pasa por el origen de coordenadas y por el punto representativo del estado de consolidación. Por lo general, si se dispone de distintas condiciones de consolidación, a las que corresponderían diferentes curvas de fluencia, el valor de δ se obtiene a partir de la recta única que, pasando por el origen de coordenadas, resulta de ajustar los puntos representativos de las condiciones de consolidación.

De forma general, se ha comprobado que los valores más altos de δ se obtienen para los polvos más cohesivos. No obstante, la variación que experimenta δ con algunas de las características del polvo, que altere su fluidez (tamaño de partícula, forma, etc.) es relativamente pequeña cuando se compara con la correspondiente a otros parámetros de flujo (ff_c , I_H , etc.). Además, la incertidumbre en su determinación experimental es elevada, por lo que no se suele emplear como parámetro para caracterizar la fluidez.

CAPÍTULO 3

3. Objetivos y plan de trabajo

3.1. Objetivos

La fluidez de materiales pulverulentos es una de sus propiedades más importantes, ya que determina en gran medida el correcto funcionamiento de las plantas químicas, en las que al menos una operación básica trata con polvos. En el sector de baldosas cerámicas e industrias afines, que incluye fritas, esmaltes y pigmentos cerámicos, los procesos de fabricación comprenden, además del transporte y almacenamiento de sólidos particulados, presentes en todos los procesos, otras operaciones como mezclado, molienda vía seca, granulación, prensado, cocción, etc, cuyo desarrollo está considerablemente afectado por la fluidez del material.

En lo que respecta al almacenamiento de sólidos pulverulentos en silos y su posterior descarga, pese a que existe, desde hace más de treinta años, un método de diseño para evitar los problemas asociados a dicha operación, tales como: interrupciones de flujo, segregaciones, etc., por lo general, la industria de maquinaria, al menos española, estaba, algunos todavía están, diseñando los silos de forma completamente empírica, con los inconvenientes que ello acarrea. Esto se ha debido, fundamentalmente, al desconocimiento por las empresas de un método de diseño apropiado y a la falta de información disponible en lo referente a los materiales pulverulentos para aplicar dicho método. La detección y, en muchos casos, la solución, ambos a escala industrial, por parte de un grupo de trabajo del Instituto de Tecnología Cerámica, del que forma parte el autor de esta memoria, de problemas asociados a la descarga de polvos almacenados en silos, que ha sido objeto de comunicaciones y artículos^{154,155,156,157,158}, pusieron claramente de manifiesto la necesidad de profundizar en este tema, involucrando en ello a empresas de maquinaria. Fruto de esta colaboración ha sido la realización de dos proyectos^{159,160} sobre el diseño de silos y sobre la caracterización de la fluidez de los materiales pulverulentos más utilizados en la industria cerámica, con vistas al diseño de silos. La realización de estos proyectos, en los que se caracterizaron más de veinte tipos diferentes de polvos de gran importancia industrial, evidenció, aún más, una falta considerable de información en lo referente a la fluidez, a su determinación y a la relación de esta propiedad y las características físico-químicas del polvo, lo que vino a corroborar el objetivo básico, ya inicialmente previsto, de esta Tesis. Algunas de las deficiencias en lo que a información sobre el tema se refiere, son las siguientes:

A pesar de que en la industria cerámica los polvos que más frecuentemente se almacenan y manipulan, en seco y sin granular, están constituidos por partículas irregulares y su tamaño medio varía de unos 20 μm a 500 μm , no se ha localizado en la bibliografía trabajos que estudien de forma sistemática y simultánea el efecto de esta característica, abarcando todo este intervalo de tamaños, sobre el comportamiento del polvo durante el flujo y durante la densificación por "tapping", siendo ambos procesos los

más apropiados para determinar la fluidez. Como es de suponer, esta información en mezclas binarias es aún más escasa, incluso inexistente.

xxiv) Los estudios cinéticos realizados sobre la densificación de un lecho de partículas por "tapping" son más bien escasos, y los que han sido localizados son, a menudo, incompletos o de poco interés debido a las características del polvo utilizado. Además, el modelo cinético utilizado, o no describe adecuadamente la cinética del proceso (debido generalmente a su excesiva sencillez) o bien los parámetros de la ecuación cinética propuesta no se pueden relacionar de forma lógica con las características del polvo o se dan ambos factores a la vez.

xxv) En lo que respecta al flujo de un lecho de polvo sometido simultáneamente a esfuerzos normales y de cizalla, aunque se utilizan habitualmente dos tipos de ecuaciones para describir el fenómeno (curva de fluencia), su aplicación práctica presenta algunas deficiencias, ya señaladas en la introducción. Además, no se han localizado trabajos que determinen de forma sistemática y simultánea el efecto de las características del lecho (compacidad, tamaño de partículas, etc..) sobre los parámetros representativos de la curva de fluencia para polvos de estas características y/o de sus mezclas. Lo propio sucede con la función de flujo y el ángulo de fricción interna efectivo de un polvo, parámetros necesarios para el diseño de silos. Asimismo, conviene recalcar que aún existen ciertas dudas sobre la bondad de los resultados que se obtienen utilizando células de cizalla rotacionales, en vez de emplear las más clásicas y menos automatizadas, como las anulares y las de Jenike.

En vista de lo que antecede, se procedió a planificar y desarrollar un trabajo de investigación que contribuyese en aumentar y mejorar el conocimiento sobre los procesos de densificación por "tapping" y de fluencia de lechos de polvos de la misma naturaleza (cuarzo), constituidos por fracciones monomodales estrechas de tamaños de partícula comprendidos entre 25 μm y 400 μm y por mezclas binarias de estas fracciones.

3.2. Plan de trabajo

Para tratar de cumplir los objetivos descritos en el apartado 3.1 se pensó en desarrollar el plan de trabajo que se esquematiza a continuación:

- a) Obtener, a partir de un polvo industrial de cuarzo, ya que este mineral es de los más utilizados en la industria cerámica, distintas fracciones monomodales estrechas de tamaños de partícula diferentes, mediante tamizado.
- b) Caracterización físico-química de las distintas fracciones con vistas a comprobar que el factor de forma y la amplitud de la distribución granulométrica de cada fracción obtenida es prácticamente independiente de su tamaño medio.
- c) Diseñar y montar un equipo que permita desarrollar el estudio de la densificación por "tapping" de lechos de partículas, seleccionando para ello los materiales, dimensiones del recipiente y otras variables de operación como la energía aplicada al polvo en cada impacto (altura de caída), altura de llenado inicial, las cuales se mantendrán constantes en todo el trabajo.
- d) Planificación y realización de un conjunto de experimentos para estudiar la influencia, sobre la cinética de densificación por "tapping" y sobre los valores de la compacidad inicial y final del lecho de partículas, del tipo de llenado del recipiente, del tamaño medio de las partículas de las fracciones monomodales y de la composición de la mezcla en el caso de mezclas binarias.
- e) Selección del modelo cinético que permita ajustar los resultados experimentales obtenidos, utilizando expresiones matemáticas lo más sencillas posibles que relacionen la compacidad del lecho de partículas con el número de golpes y tratando de relacionar los parámetros cinéticos del modelo con las características del polvo.
- f) Planificación y realización de una serie de experimentos de flujo en la célula rotacional, utilizando un polvo patrón, para comprobar la validez de este equipo y seleccionar la ecuación que describe la curva de fluencia.
- g) Planificación y realización de un conjunto de experimentos para estudiar la influencia, sobre la curva de fluencia y sobre la compacidad del lecho de partículas, de las condiciones de consolidación, del tamaño medio de las partículas de las fracciones monomodales y de la composición de la mezcla, en el caso de mezclas binarias.
- h) Selección de la ecuación que permita ajustar los resultados experimentales de la curva de fluencia obtenidos, utilizando expresiones lo más sencillas posible y tratando de relacionar los parámetros de la ecuación con las características del lecho de partículas.

3. Objetivos y plan de trabajo

- i) Determinación de la función de flujo del material y del ángulo efectivo de fricción interna del polvo a partir de las correspondientes curvas de fluencia, deduciendo las relaciones entre estas propiedades del flujo y las características del polvo.
- j) Análisis comparativo de los diferentes índices o parámetros de flujo obtenidos experimentalmente en este estudio.

CAPITULO 4

3. Objetivos y plan de trabajo

4. Materiales, equipos y procedimiento experimental

4.1. Materiales

Se ha utilizado un cuarzo comercial de referencia SE-6, cuya distribución de tamaños de partícula se detalla en la Figura 4.1. La determinación de la composición química del cuarzo, se ha llevado a cabo por espectrometría de fluorescencia de rayos X por dispersión de longitudes de onda, utilizando patrones de referencia que garantizan la trazabilidad de las medidas. Su composición, expresada como porcentaje en peso de óxidos se detalla en la Tabla 4.1. El cuarzo se ha separado en ocho fracciones granulométricas por tamizado.

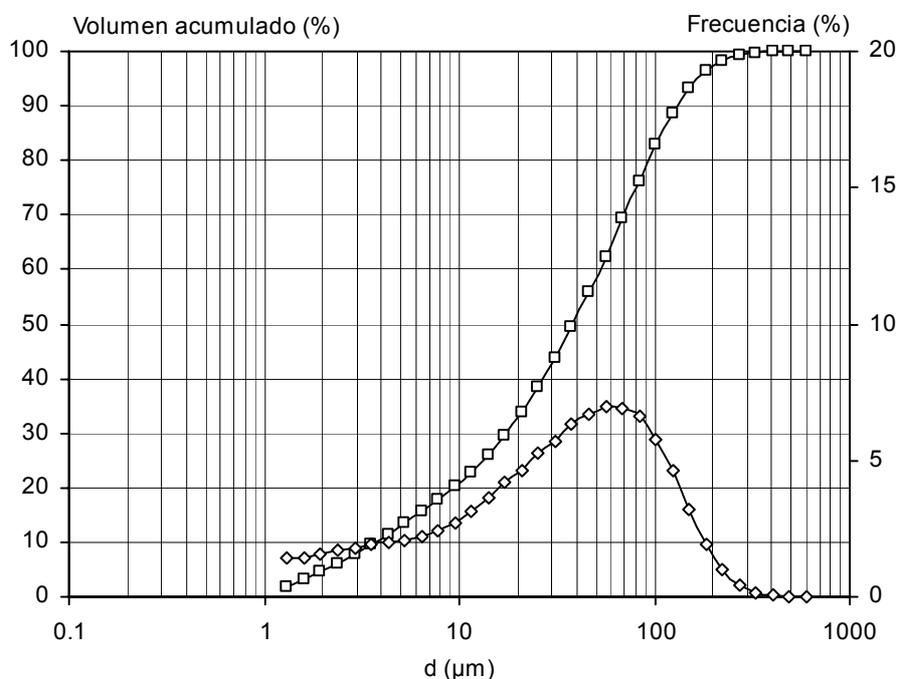


Figura 4.1 Distribución de tamaño de partícula del cuarzo utilizado.

Tabla 4.1 Composición química (% en peso).

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂
98,7	0,54	0,054	0,01	0,01	0,04	0,32	0,08

4.1.1. Obtención de las fracciones granulométricas

A partir del cuarzo comercial SE-6 se han obtenido ocho fracciones granulométricas por tamizado vía seca y vía húmeda. Se ha utilizado un vibrotamiz con tamices de 400, 355, 280, 224, 175, 125, 100, 80, 60, 40 y 25 μm de luz de malla. Para luces de malla comprendidas entre 400 y 125 μm el tamizado se ha efectuado vía seca. Entre 100 y 25 μm de luz de malla el tamizado ha sido vía húmeda.

Para el tamizado vía seca se ha partido de 50 g de material que se ha introducido en el vibrotamiz con los tamices correspondientes, manteniendo la vibración durante 15 minutos. El procedimiento se ha repetido varias veces hasta conseguir la cantidad necesaria de cada fracción. La velocidad de vibración se ha mantenido constante en todos los casos.

Para el tamizado vía húmeda se han mezclado 50 g de material con 200 cc de agua, introduciendo la mezcla en el vibrotamiz donde se ha mantenido la velocidad de vibración constante, e igual a la del tamizado vía seca, añadiendo agua para facilitar el paso de las partículas por el tamiz¹⁶¹ durante 15 minutos. Este procedimiento se ha repetido hasta disponer de la cantidad de material necesaria. En la Tabla 4.2 se detallan las fracciones granulométricas separadas.

Tabla 4.2 Fracciones granulométricas.

Fracción	Intervalo de luz de malla (μm)
M1	25-40
M2	40-60
M3	60-80
M4	80-100
M5	100-125
M6	125-175
M7	225-280
M8	355-400

4.1.2. Técnicas experimentales utilizadas

4.1.2.1. Determinación de la distribución de tamaños de partícula por difracción de láser

Se ha determinado la distribución de tamaños de partícula de las fracciones por difracción de láser^{162,163,164} vía seca y vía húmeda, cuya diferencia es el medio suspensionante de las partículas: aire en el primer caso y agua en el segundo.

Cuando un haz de luz interactúa con una partícula, puede ser absorbido, reflejado, difractado o transmitido. La importancia relativa de cada uno de estos fenómenos va a depender de varios parámetros:

- la relación entre el índice de refracción de la partícula y del medio dispersante (m).
- la longitud de onda de la luz incidente (λ).
- el coeficiente de absorción de las partículas a la longitud de onda del haz de luz.
- el tamaño de la partícula (d_i).

Si se conocen los tres primeros parámetros, se dispone de una teoría capaz de predecir qué proporción del haz de luz va a extinguirse y qué cantidad va a ser dispersada, y de un equipo capaz de medirla, podemos determinar cuál es el tamaño de la partícula que se está considerando.

La teoría que predice exactamente el camino que va a seguir la luz para cualquier tamaño de partícula, valor del coeficiente de absorción o del índice de refracción es la teoría de Lorenz-Mie. Un caso límite de esta teoría es la difracción de Fraunhofer, aplicable a partículas opacas, que no dejan pasar luz refractada. Para aplicar esta teoría no se necesitan las constantes ópticas del material.

4.1.2.1.1. Aplicabilidad de la teoría de difracción de Fraunhofer

Cuando el tamaño de la partícula es mucho mayor que λ y $m > 1$, las contribuciones de la reflexión y la refracción a la cantidad de luz dispersada pueden despreciarse comparadas con la contribución de la difracción. En este caso, que correspondería a materiales muy gruesos o muy absorbentes, la cantidad de luz dispersada por la partícula puede predecirse por la teoría de difracción de Fraunhofer, para la que no se necesita conocer las propiedades ópticas de la muestra.

Si las partículas no son suficientemente grandes o absorbentes, empiezan a desarrollarse fenómenos de transmisión de luz a través de las partículas (refracción) que se han de tener en cuenta. Ha de utilizarse, por tanto, la teoría de Mie, teniendo en cuenta las propiedades ópticas de los materiales.

4.1.2.1.2. Constantes ópticas de los materiales

El comportamiento de las partículas en su interacción con el haz vendrá determinado por sus propiedades ópticas y por las del medio dispersante. Estas propiedades pueden describirse de forma concisa definiendo un número complejo, cuya parte real sea el índice de refracción relativo (relación entre el índice de refracción de la partícula y del medio de suspensión) y la parte imaginaria, el coeficiente de absorción de la partícula.

De este modo, se obtiene un plano bidimensional en el que las propiedades de cualquier partícula individual, inmersa en un medio dispersante determinado, están representadas por un punto (plano de índice de refracción relativo complejo).

4. Materiales y procedimiento experimental

Por ejemplo, las esferas de vidrio transparente, materiales de referencia NIST, tienen absorción de 0,01 y un índice de refracción de 1,54 en el aire. Si se dispersan en aire, corresponderían al punto $1,54+0i$ del plano. Sin embargo, suspendidas en agua, ocuparían el $(1,54/1,33)+0,01i$, es decir, el punto $1,16 + 0,01i$.

Análogamente, en alcohol isopropílico (índice de refracción 1,40) las esferas de vidrio ocuparían el punto $1,10+0,01i$.

En la Figura 4.2, el plano está representado en una forma log-lineal que cubre el rango de valores encontrado para materiales reales. La componente real (refracción) se muestra en el eje y (lineal), y su valor varía de 1 a 2,72; la componente imaginaria (absorción) en el eje x (logarítmico) varía desde 0 hasta 3. Cada uno de los recuadros representa una combinación de propiedades ópticas específica; los recuadros sombreados son las combinaciones, para las que el equipo utilizado dispone de la matriz de dispersión y se pueden calcular los resultados aplicando la teoría de Mie.

ABSORCIÓN

		AA	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
		RR	0	0.0001	0.0003	0.001	0.003	0.01	0.03	0.1	0.3	1	3
0	0.50												
1	1.02												
2	1.04												
3	1.06												
4	1.08												
5	1.10												
6	1.12												
7	1.14												
8	1.16												
9	1.18												
10	1.20												
11	1.22												
12	1.25												
13	1.30												
14	1.35												
15	1.40												
16	1.45												
17	1.50												
18	1.55												
19	1.60												
20	1.70												
21	1.80												
22	2.06												
23	2.72												

INDICE DE REFRACCIÓN RELATIVO

Figura 4.2 Constantes ópticas de los materiales.

Los números contenidos en la primera columna y en la primera fila son, respectivamente, los códigos correspondientes a cada intervalo de valores de índice de refracción relativo (RR) y de índice de absorción (AA). Ambos códigos juntos forman una secuencia de cuatro caracteres (RRAA) que describe las propiedades ópticas de un material y debe introducirse al equipo para el cálculo de resultados con la teoría de Mie. Por ejemplo, para las esferas de vidrio en aire, las constantes ópticas serían "0805".

4.1.2.1.3. Difracción de laser vía húmeda

Se ha utilizado el equipo MASTERSIZER 1000 de la firma MALVERN, con un láser de He-Ne de 633 nm de longitud de onda, cuyo intervalo de medida es de 600 a 0,1 μ m.

La muestra se introduce con una espátula en la cubeta del equipo llena de agua, dejándola caer poco a poco hasta alcanzar la concentración óptima de medida, que indica el equipo. La velocidad de agitación y bombeo en la cubeta ha de ser la máxima sin que se formen burbujas, para evitar la sedimentación de las partículas.

La luz que dispersan las partículas se recoge en 32 detectores (un detector formado por 32 anillos concéntricos). La distribución de tamaños de partícula se ha calculado con el software que incorpora el equipo, utilizando la teoría de Mie para interpretar la señal de dispersión de luz recogida por los detectores y utilizando como restricción en el proceso de deconvolución que el resultado siga una distribución logaritmo-normal. Se obtiene una distribución en volumen. Los cálculos se han efectuado considerando el índice de refracción del cuarzo (1,57) y un valor del coeficiente de absorción de 0,1. Estas constantes ópticas se han introducido en el equipo como "0807", tal como se ha descrito anteriormente.

La luz recogida en los detectores se trata matemáticamente de acuerdo con la ecuación (4.1), en la que:

L: intensidad de luz recogida por cada anillo del detector (N es el número de anillos, en este caso N=32).

A: matriz de dispersión de luz. Intensidad de luz recogida por cada uno de los anillos del detector procedente de cada clase de tamaño de partícula.

q: distribución de tamaños de partícula; proporción de partículas de cada clase de tamaño (m clases).

ε : vector de error, intensidad de luz no explicada/ajustada en cada anillo del detector.

$$\bar{L} = |A| \cdot \bar{q} + \varepsilon \quad (4.1)$$

$$\begin{pmatrix} \ell_1 \\ \ell_2 \\ \dots \\ \ell_N \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & \dots & a_{1m} \\ a_{21} & a_{22} & \dots & a_{2m} \\ \dots & \dots & \dots & \dots \\ a_{N1} & a_{N2} & \dots & a_{Nm} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} q_1 \\ q_2 \\ \dots \\ q_m \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \dots \\ \varepsilon_m \end{pmatrix}$$

La distribución logaritmo-normal, impuesta como restricción en el proceso de cálculo, viene dada por la ecuación (4.2).

$$dp[d_i] = \frac{1}{\log s \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{(\log d_i - \log d_{50})^2}{2 (\log s)^2} \right] d(\log d_i) \quad (4.2)$$

donde:

$p[d_i]$: es la fracción de partículas de tamaño menor que d_i .

d_{50} : es la media de la distribución, o diámetro para el cual la mitad de las partículas de la distribución son más gruesas que dicho diámetro y la otra mitad (50%) más finas.

s : es la desviación geométrica estándar.

A partir de la distribución en volumen resultante se han obtenido los parámetros d_{90} , d_{10} y d_s . d_{90} y d_{10} son los diámetros por debajo de los que hay, respectivamente, un 90% y un 10% en volumen de las partículas totales. También se ha determinado el parámetro d_s o diámetro de Sauter, que representa el diámetro de una esfera con la misma relación superficie-volumen que el total de la muestra.

En el caso de mezclas de las fracciones se ha determinado el d_{50} a partir de la distribución resultante de ponderar las distribuciones individuales de las dos fracciones que componían la mezcla, considerando su composición.

El diámetro de Sauter de las mezclas¹⁶⁵ se ha obtenido a partir de su composición y de los diámetros de Sauter de cada uno de los componentes de la mezcla binaria, utilizando la ecuación (4.3) que se obtiene de la definición de dicho parámetro:

$$\frac{1}{d_s} = \frac{X}{d_{s1}} + \frac{1-X}{d_{s2}} \quad (4.3)$$

donde d_{s1} y d_{s2} son los diámetros de Sauter de las dos fracciones que componen la mezcla y X la fracción másica del componente 1 de la mezcla.

Para fracciones monomodales estrechas, como las utilizadas en este trabajo, el d_{50} y el diámetro de Sauter son prácticamente coincidentes. Por el contrario, para mezclas binarias los valores pueden llegar a ser muy diferentes ya que el valor del diámetro de Sauter, de acuerdo con la ec. (4.3) dependerá mucho menos del porcentaje de partículas gruesas que el d_{50} (Figura 4.3).

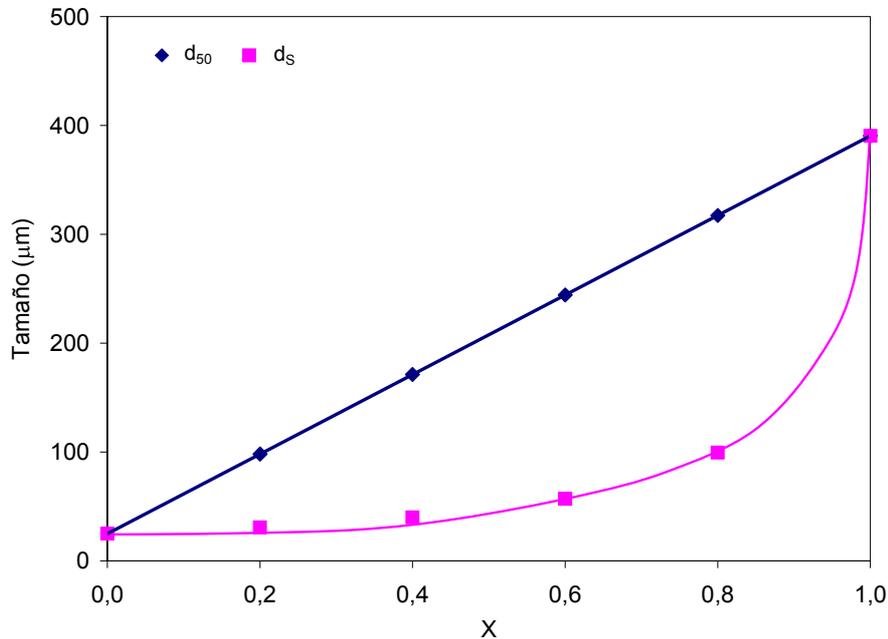


Figura 4.3 Variación de d_{50} y d_S con la composición para una mezcla binaria

4.1.2.1.4. Difracción de láser vía seca

Se ha utilizado un equipo MASTERSIZER S de la firma MALVERN, con un láser de He-Ne de 633 nm de longitud de onda, cuyo intervalo de medida es de 900 a 0,5 µm. El sólido se ha alimentado por caída libre. La unidad de alimentación consiste en una espátula vibratoria que va dejando caer las partículas en la celda de medida, de forma que atraviesan el haz láser y la luz que dispersan es recogida en 40 detectores.

La distribución de tamaños se ha calculado con el software que incorpora el equipo, utilizando el modelo de difracción de Fraunhofer para interpretar la señal de luz dispersada que recogen los detectores. Se ha utilizado este modelo porque se amplía su intervalo de aplicabilidad cuando el medio dispersante es aire (índice de refracción 1). El software no permite introducir como restricción que la distribución resultante siga el modelo logaritmo-normal, por lo que se ha ajustado posteriormente a dicho modelo la distribución de tamaños de partícula obtenida.

4.1.2.2. Forma de las partículas

Para evaluar la forma de las partículas^{166,167,168,169} se han determinado dos parámetros: factor de forma (FF) y relación de aspecto (AR). El factor de forma utilizado viene definido por la expresión

$$FF = \frac{(\text{perímetro})^2}{4\pi(\text{área})} \quad (4.4)$$

A este factor también se le denomina redondez, circularidad o factor de esfericidad y tiene en cuenta el alejamiento de la forma esférica de la partícula.

La relación de aspecto o elongación es el cociente entre los diámetros máximo y mínimo de Feret, siendo el diámetro de Feret la distancia entre dos paralelas tangentes a la partícula:

$$AR = \frac{D_{\text{máxFeret}}}{D_{\text{mínFeret}}} \quad (4.5)$$

Las medidas se han llevado a cabo con el equipo de análisis de imagen Micro Image Versión 4.0 de Olympus, conectado a un microscopio óptico Olympus BX60-S.

Las medidas se han efectuado con tres de las fracciones de cuarzo: las extremas del intervalo de tamaños estudiado y una intermedia (M1, M4 y M8). Para cada una de estas fracciones se preparó una suspensión muy diluida en etanol. Se depositó una gota de la suspensión sobre un porta de vidrio y se dejó secar al aire. Una vez seco y tras comprobar que las partículas estaban individualizadas se procedió a la medida de un número suficientemente elevado de las mismas, utilizando luz transmitida en el microscopio óptico. Para comprobar la validez de las determinaciones, se realizaron estas mismas medidas con una fracción 80-100 μm , separada por tamizado, de partículas de vidrio de geometría prácticamente esférica. Estas partículas se obtuvieron con un tratamiento térmico a una temperatura superior a la de reblandecimiento del vidrio.

4.1.2.3. *Densidad real*

Se ha determinado la densidad real del cuarzo con un picnómetro de helio ULTRAPYCNOMETER 1000 de QUANTACHROME. Las distintas fracciones de cuarzo se han secado en estufa a 110°C durante 24 horas y se ha dejado enfriar hasta temperatura ambiente en un desecador. Posteriormente se ha pesado una cantidad de cada fracción e introducido en la celda de medida del picnómetro. El volumen real que ocupa este sólido se mide a partir de la variación de presión que experimenta el helio al expandir desde la celda que contiene la muestra hasta otra celda sin muestra, con la que se conecta. La densidad real se calcula teniendo en cuenta la masa del polvo utilizado.

4.1.3. **Resultados**

4.1.3.1. *Distribución de tamaños de partícula*

Las distribuciones de tamaño de partícula obtenidas, para las diferentes fracciones, por difracción de láser vía húmeda se representan en la Figura 4.4.

En la Tabla 4.3 se detallan los valores de d_{10} , d_{50} , d_{90} , desviación geométrica estándar (s) y diámetro de Sauter (d_s) de las distribuciones.

Considerando que a una distribución monodispersa (todas las partículas del mismo tamaño) le corresponde un valor de $s=1$, en la Tabla 4.3 se comprueba que las distribuciones son muy estrechas. Se observa asimismo que s es muy parecido para todas las fracciones, aunque presenta una ligera tendencia a disminuir conforme se incrementa el intervalo de luz de malla de la fracción. Con fines comparativos, se ha calculado las distribuciones logaritmo-normal que corresponderían a una muestra con $d_{50} = 100 \mu\text{m}$ (un valor al azar dentro del intervalo de tamaños estudiado) para los valores de $s=1,1$, $s=1,5$ y $s=2$. Las distribuciones obtenidas se representan en la Figura 4.5.

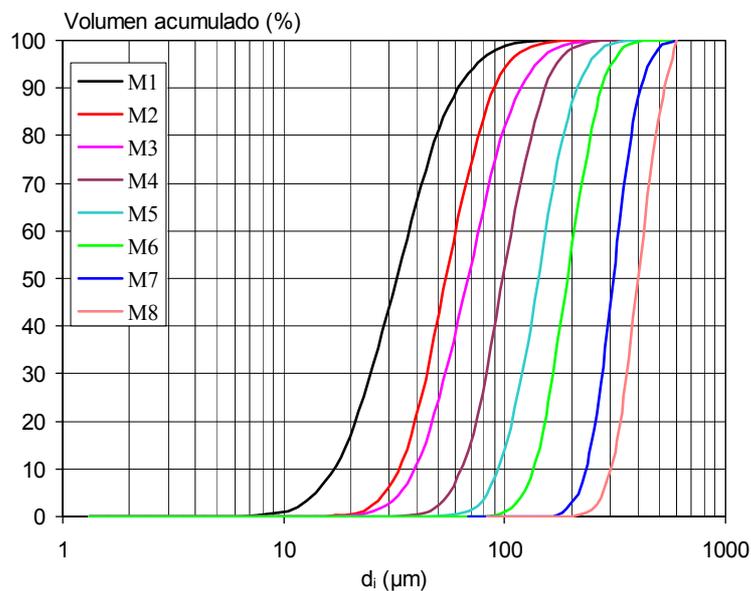


Figura 4.4 Distribuciones de tamaño de partícula, obtenidas para las distintas fracciones por difracción de láser vía húmeda.

4. Materiales y procedimiento experimental

Tabla 4.3 Parámetros de las distribuciones de tamaño de partícula obtenidas por difracción de láser vía húmeda.

Fracción	Intervalo de luz de malla (μm)	d_{10} (μm)	d_{50} (μm)	d_{90} (μm)	s	d_s (μm)
M1	25-40	16,8	32,4	61,8	1,66	25,0
M2	40-60	33,1	54,6	90,0	1,46	50,0
M3	60-80	39,2	68,0	118,1	1,54	61,9
M4	80-100	64,0	98,7	152,2	1,40	100,0
M5	100-125	94,2	141,5	212,4	1,37	140,0
M6	125-175	135,0	192,3	273,5	1,32	184,8
M7	225-280	232,6	310,6	413,2	1,25	302,1
M8	355-400	303,4	409,8	525,7	1,26	390,4

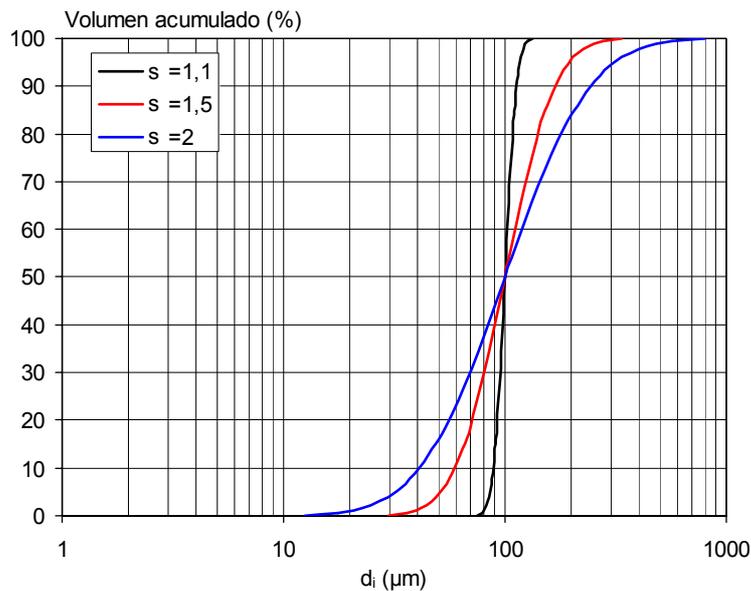


Figura 4.5 Distribuciones logarítmica normal para muestras con $d_{50}=100 \mu\text{m}$ y distintos valores de la desviación geométrica estándar.

El hecho de que las distribuciones más finas sean ligeramente más anchas (mayor valor de s), aún cuando la amplitud de la fracción en términos de luz de malla es más estrecha, se debe probablemente al propio principio físico del método de medida. Así, cuando interacciona la luz con partículas finas no sólo se dispersa sino que se refracta y absorbe parcialmente, por lo que

las constantes ópticas utilizadas y la forma de la partícula afectan considerablemente al tamaño resultante¹⁶². Las correcciones en las que se considera la radiación refractada se realizan sobre partículas esféricas y el camino óptico de la radiación al atravesar la partícula no es el que correspondería a una esfera. En cambio, para partículas gruesas dichas constantes ópticas no tienen la misma influencia, ya que la fracción de luz que entra en las partículas y podría llegar al detector tras ser refractada, se absorbe totalmente en el camino óptico, dando como resultado un fenómeno de difracción puro, al que afecta mucho menos la forma de la partícula.

Al comparar los valores de d_{10} y d_{90} de las fracciones con sus correspondientes intervalos de luz de malla se aprecia que el intervalo de tamaños para cada fracción es más ancho en la difracción de láser que en el tamizado. Además, para las fracciones más gruesas los valores de d_{50} son superiores al límite máximo del intervalo de tamiz. Estas desviaciones pueden ser también consecuencia de que las partículas no son esféricas. Al clasificar por tamizado partículas irregulares, éstas pueden atravesar la tela del tamiz orientándose por su dimensión menor, lo que implica que el tamaño real de las partículas sea mayor que el delimitado por la luz de malla de los tamices.

Otra causa de que el intervalo de luz de malla sea inferior al intervalo de tamaños de las distribuciones obtenidas por difracción de láser radica en el hecho de que, con esta última técnica, las partículas atraviesan la celda de medida en diferentes orientaciones. Esto conduce a un ensanchamiento de la distribución, que generalmente desplaza el diámetro medio hacia tamaños grandes¹⁶².

Las distribuciones de tamaño de partícula obtenidas, para las diferentes fracciones, por difracción de láser vía seca se han representado en la Figura 4.6, junto a las correspondientes distribuciones por vía húmeda. Se observa que las distribuciones obtenidas por vía seca son también muy estrechas y similares a las obtenidas por vía húmeda, observándose las mayores desviaciones en las fracciones más finas. Esto puede ser debido al modelo óptico utilizado ya que en estas fracciones comienza a tener importancia la fracción de luz que atraviesa la partícula y alcanza al detector, que no se contempla en la difracción de Fraunhofer. De acuerdo con la bibliografía¹⁶² puede haber diferencias en los resultados obtenidos por distintos equipos, debido al propio software de tratamiento de datos, por lo que considerando que se trata de diferentes equipos y diferentes medios (agua y aire) se puede concluir que los resultados obtenidos por ambos métodos son bastante parecidos.

En la Tabla 4.4 se detallan los valores de d_{10} , d_{50} , d_{90} y desviación geométrica estándar (s) de las distribuciones obtenidas por difracción de láser vía seca. Se aprecia que estos valores son similares a los correspondientes de las distribuciones obtenidas por difracción de láser vía húmeda (Tabla 4.3).

Tabla 4.4 Parámetros de las distribuciones de tamaño de partícula obtenidas por difracción de láser vía seca.

Fracción	Intervalo de luz de malla (μm)	d_{10} (μm)	d_{50} (μm)	d_{90} (μm)	s
M1	25-40	16,5	29,7	53,6	1,58
M2	40-60	30,0	49,5	81,6	1,48
M3	60-80	37,0	61,9	103,5	1,49
M4	80-100	59,8	101,3	171,7	1,51
M5	100-125	96,0	151,9	193,2	1,31
M6	125-175	137,4	195,3	277,6	1,32
M7	225-280	226,8	314,1	435,2	1,29
M8	355-400	309,6	420,1	570,2	1,27

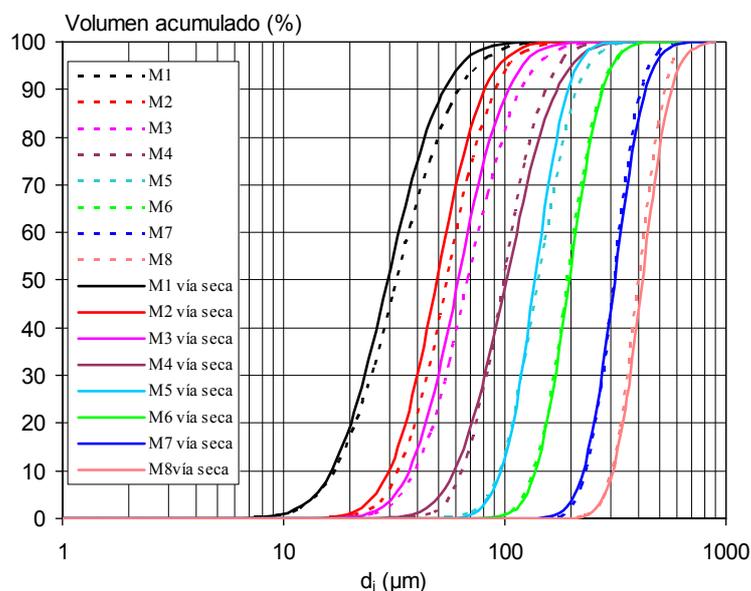


Figura 4.6 Distribuciones de tamaños de partícula de las fracciones obtenidas por difracción de láser vía seca (curvas con trazo continuo) y vía húmeda (trazo discontinuo).

Las distribuciones obtenidas por vía seca y vía húmeda son estrechas y parecidas para todas las fracciones, habiéndose seleccionado como representativas las de vía húmeda debido a que la medida es más reproducible. Como dimensiones características representativas de cada fracción se ha seleccionado el diámetro medio (d_{50}) y el diámetro de Sauter (d_s) obtenidos de la distribución por difracción de láser vía húmeda (Tabla 4.5). El diámetro de Sauter es el que correspondería a una esfera con la misma relación volumen-superficie que la muestra completa y es un

parámetro que se utiliza para el análisis del flujo y empaquetamiento de materiales particulados^{170,13}.

Tabla 4.5 Diámetros medios de las fracciones de cuarzo.

Fracción	Intervalo de luz de malla (µm)	d ₅₀ (µm)	d _s (µm)
M1	25-40	32,4	25,0
M2	40-60	54,6	50,0
M3	60-80	68,0	61,9
M4	80-100	98,7	100,0
M5	100-125	141,5	140,0
M6	125-175	192,3	184,8
M7	225-280	310,6	302,1
M8	355-400	409,8	390,4

4.1.3.2. Forma de las partículas

En la Tabla 4.6 se detallan los valores medios, junto con las desviaciones estándar, de los dos parámetros seleccionados para evaluar la forma de las partículas: el factor de forma (FF) o de esfericidad y la relación de aspecto (AR) o elongación, definidos en el apartado 4.1.2.2.

Tabla 4.6 Valor medio y desviación estándar (s) de los factores de forma de las fracciones M1, M4 y M8 y de una fracción de partículas de vidrio con geometría casi esférica.

Fracción	Intervalo de luz de malla (µm)	FF = $\frac{(\text{perímetro})^2}{4\pi(\text{área})}$		AR = $\frac{D_{\text{máxFerret}}}{D_{\text{minFerret}}}$	
		media	s	media	s
M1	25-40	1,68	0,55	1,66	0,46
M4	80-100	1,44	0,33	1,72	0,33
M8	355-400	1,66	0,68	1,58	0,37
vidrio	80-100	1,07	0,08	1,18	0,11

Para las partículas de vidrio los valores obtenidos para ambos factores son próximos a la unidad, que es lo que correspondería a partículas esféricas, lo que confirma la validez de las determinaciones.

4. Materiales y procedimiento experimental

En lo que respecta a las partículas de cuarzo, de estos resultados se concluye que tienen forma irregular y que ésta no varía prácticamente con el intervalo de luz de malla de las fracciones, por lo que se puede considerar que la forma es constante para todas las fracciones de cuarzo estudiadas.

Las Figura 4.7 y Figura 4.8 corresponden a fotografías de las fracciones M1 y M8, obtenidas en un microscopio electrónico de barrido. Se comprueba que la forma de las partículas de cuarzo es similar en ambos casos.

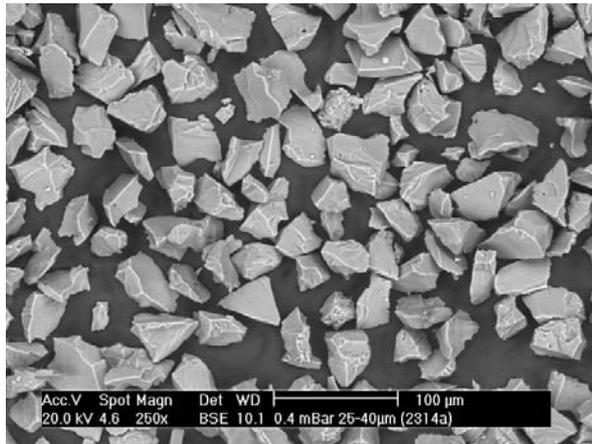


Figura 4.7 Partículas de la fracción M1 ($d_s = 25 \mu\text{m}$).

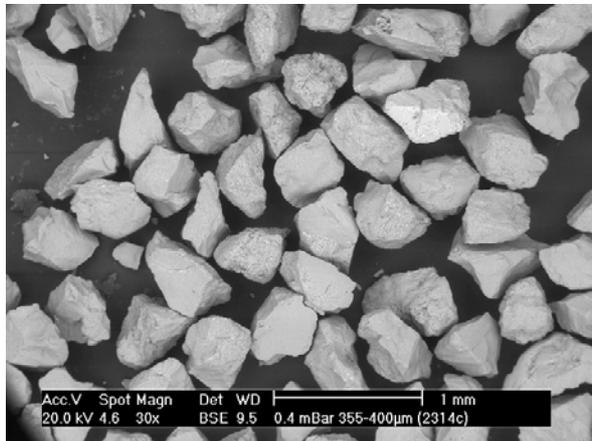


Figura 4.8 Partículas de la fracción M8 ($d_s = 390,4 \mu\text{m}$).

4.1.3.3. Densidad real

Se ha obtenido el mismo valor de densidad real o de sólido para todas las fracciones ensayadas: $2650 \pm 20 \text{ kg/m}^3$.

4.2. Densificación de lechos de partículas por “tapping”

4.2.1. Equipo de densificación por “tapping”. Selección del material y del diámetro del recipiente

Para estudiar el proceso de compactación de un lecho de partículas de cuarzo por “tapping” se ha construido un equipo de compactación, de acuerdo con la información encontrada en la bibliografía^{39,43,44,62,70,171} (Figura 4.9). El aparato permite seguir la evolución de la altura de un lecho de partículas cuando se somete a un determinado número de golpes, repetitivos y controlados, hasta alcanzar la máxima compacidad.

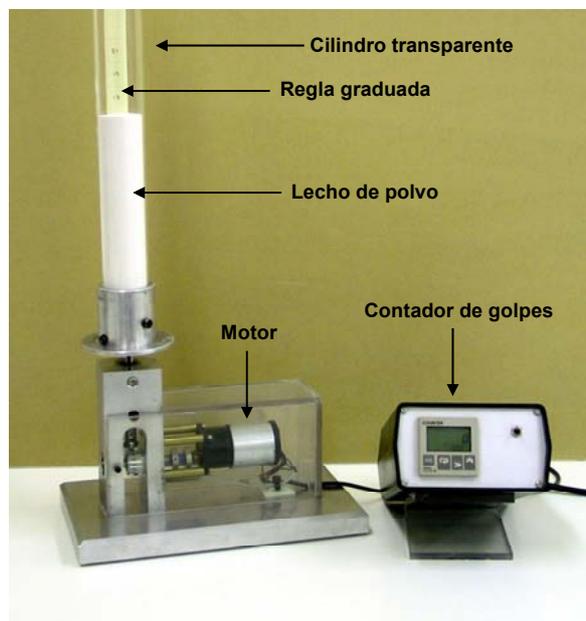


Figura 4.9 Equipo de densificación por “tapping”.

El equipo consta fundamentalmente de tres partes: un tubo cilíndrico transparente, el grupo de aplicación de los golpes y el sistema de control y contador de golpes.

En la bibliografía consultada se describe la influencia de la textura superficial y naturaleza de los materiales de las paredes del cilindro y de su diámetro sobre los resultados del ensayo.

Para seleccionar el material del tubo cilíndrico se utilizaron dos cilindros, uno de vidrio y otro de metacrilato, del mismo diámetro (30 mm) con los que se realizaron ensayos de densificación por “tapping” empleando la fracción de cuarzo M4 ($d_s = 100 \mu\text{m}$). Los resultados de estos ensayos se detallan en la Tabla 8.1 del apéndice 8.4. En la Figura 4.10 se aprecia que, aunque los dos materiales pueden utilizarse para llevar a cabo los experimentos, la naturaleza del material influye marcadamente sobre los resultados del

ensayo, confirmando así los resultados encontrados en la bibliografía.

A la vista de los resultados obtenidos se utilizó el vidrio por tratarse de un material con una menor rugosidad, más resistente a la abrasión y más fácil de limpiar.

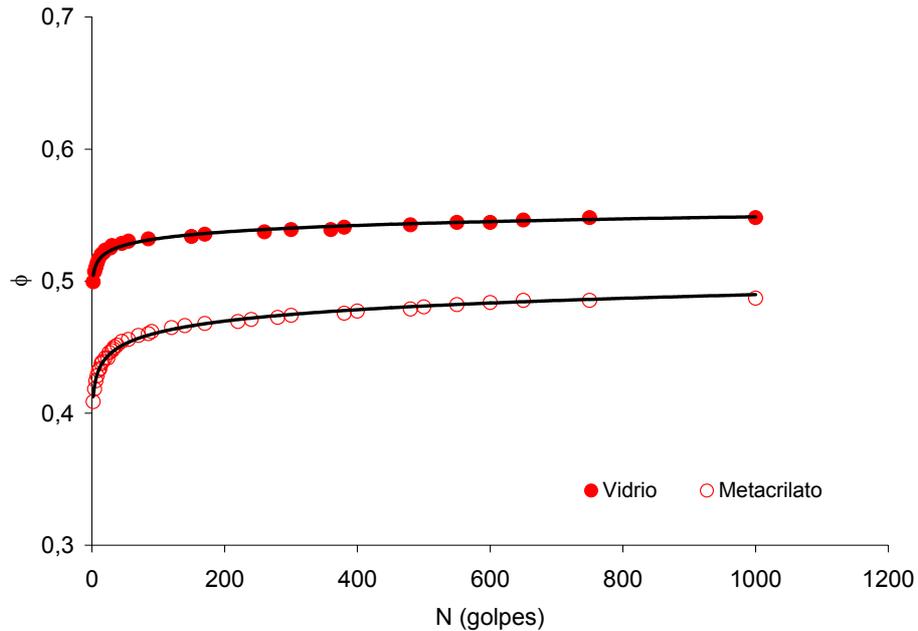


Figura 4.10 Densificación por "tapping". Influencia del material del cilindro.

Para seleccionar el diámetro del cilindro se emplearon tres cilindros de vidrio de diámetro interno 20, 30 y 35 mm, con los que se realizaron ensayos de densificación por "tapping" con los lechos monomodales de cuarzo de menor y mayor tamaño de partícula (M1 y M8). Los resultados obtenidos se detallan en la Tabla 8.2 del apéndice 8.4. En la Figura 4.11 se aprecia que, para los tamaños de partícula y diámetros del cilindro analizados, la influencia de este parámetro sobre el proceso de densificación es prácticamente nula, de acuerdo con la bibliografía consultada^{50,51,52,53,54,55,56}. En efecto, en los trabajos encontrados se comprueba que el efecto del diámetro del cilindro sólo es importante cuando la razón entre éste y el tamaño de las partículas es inferior a 10.

Por comodidad en el manejo (llenado, limpieza, etc.) se construyó un cilindro de vidrio de 35 mm al que se incorporó una regla graduada que permite medir la altura del lecho del polvo con una precisión del ± 1 mm.

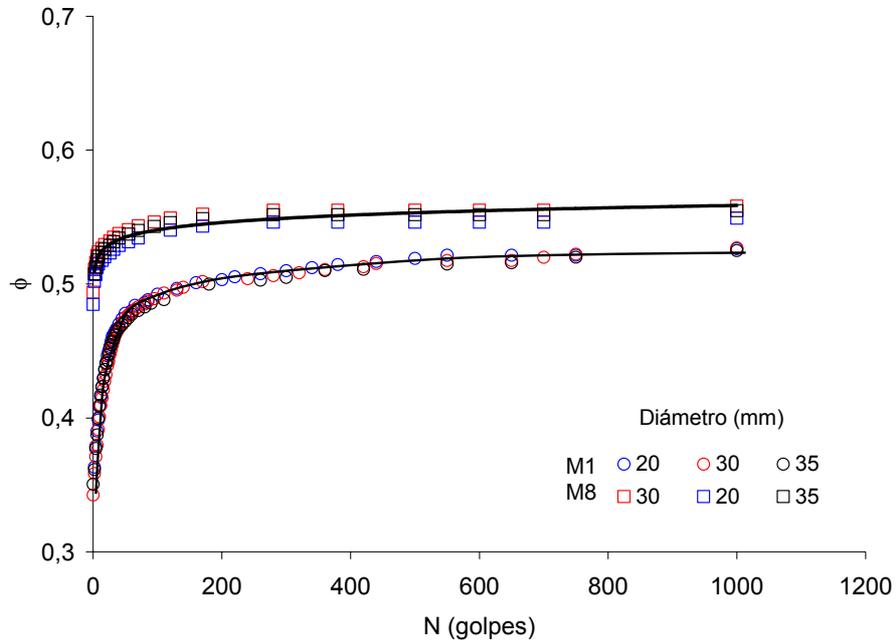


Figura 4.11 Densificación del lecho por "tapping". Influencia del diámetro del cilindro.

El sistema de aplicación de los golpes (Figura 4.12) está constituido básicamente por una pieza excéntrica metálica y el motor que la mueve. El cilindro se une al grupo mediante un vástago que encaja en la base del tubo y que está apoyando sobre la pieza excéntrica. El accionamiento del motor mueve la excéntrica provocando, en cada vuelta, la caída libre del cilindro desde una altura constante. La intensidad de los golpes a que se ve sometido el lecho de polvo depende del diseño de la pieza excéntrica que, para el sistema utilizado, tiene una excentricidad de 1 cm.

El sistema de control y contador de golpes permite poner en marcha el motor, pararlo y contar los golpes a los que se ha sometido el lecho de polvo.

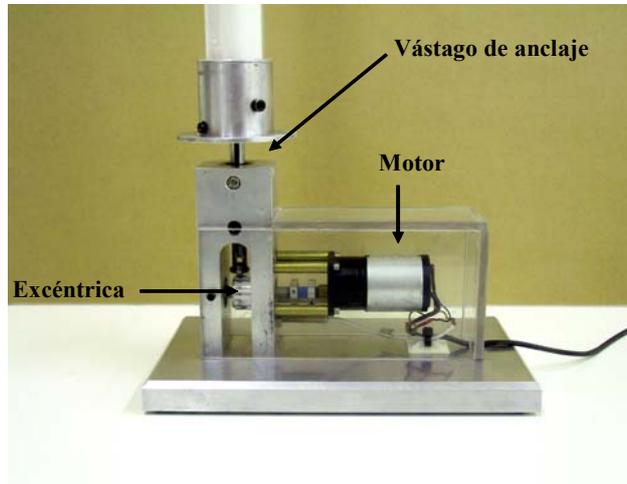


Figura 4.12 Sistema de aplicación de los golpes.

4.2.2. Procedimiento experimental

El ensayo se inicia llenando el cilindro con el polvo a ensayar hasta una altura determinada. Posteriormente se determina la masa del lecho de polvo y se encaja el cilindro sobre el vástago del sistema de compactación (Figura 4.13). Desde el sistema de control se pone en funcionamiento el motor y se empiezan a aplicar los golpes de manera controlada sobre el cilindro. Cada cierto número de golpes se detiene el sistema y se mide la altura del lecho. De este modo puede seguirse la evolución de la altura del lecho y, por consiguiente, de su compactación durante el ensayo.

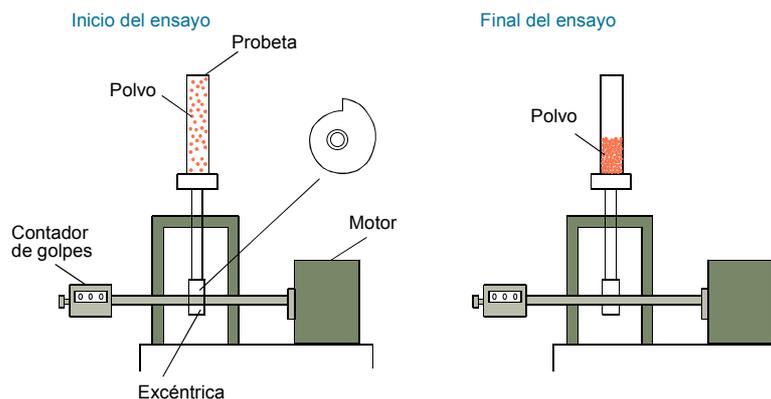


Figura 4.13 Ensayo de compactación por golpes.

En el apartado 2.2.1 de la introducción se ha puesto de manifiesto la gran influencia que el procedimiento de llenado tiene sobre el proceso de

densificación. El sistema de llenado influye considerablemente sobre la compacidad inicial del lecho, ϕ_0 , incluso en algunos casos sobre la compacidad final (ϕ_∞). El efecto es mayor en el caso de mezclas de partículas de tamaño distintos, donde los fenómenos de segregación de las partículas pueden ser importantes.

Cualquier procedimiento de llenado debe permitir obtener un lecho de polvo homogéneo que asegure la repetibilidad de los resultados. En este trabajo se han utilizado dos procedimientos de llenado denominados: tamizado vibrado (TV) y caída libre y agitado (CLA), que se describen a continuación.

Llenado por tamizado vibrado (TV)

Sobre el tubo cilíndrico se coloca un tamiz de abertura muy superior al tamaño de las partículas que integran el lecho (en este caso se utilizó un tamiz de 750 μm). El tamiz se hace vibrar, con una amplitud constante y moderada, mediante un vibrotamiz. El polvo a ensayar se alimenta al tamiz mediante una espátula consiguiendo una caída homogénea del mismo dentro del tubo (Figura 4.14).

Manteniendo el nivel del polvo en el tamiz y la amplitud de la vibración, se llega a conseguir un llenado homogéneo y reproducible del cilindro. El vibrotamiz y el cilindro a llenar deben estar aislados, para que la vibración no provoque la modificación de la compacidad del lecho durante el llenado.

La principal ventaja de este método de llenado es que es prácticamente independiente del operador, debido a que la alimentación se realiza por vertido desde el tamiz. Por el contrario, presenta la desventaja de que el material debe vibrarse para poder ser alimentado. Este hecho provoca la segregación del material, sobre todo en aquellos polvos en los que el tamaño de las partículas es muy diferente, como ocurre en este caso con las mezclas binarias. Para intentar evitar la segregación de las partículas durante el llenado, se utilizó el procedimiento de llenado por caída libre y agitado (CLA), que se describe a continuación.

xxvi) Llenado por caída libre y agitado (CLA)

El llenado por caída libre y agitado consiste en dejar caer libremente el polvo en el interior del cilindro desde una bolsa de plástico. Previamente la bolsa se agita vigorosamente para conseguir una buena uniformidad del polvo.

Una vez vertido el material en el cilindro, se tapa y se somete manualmente a 2 ó 3 rotaciones de 180°, provocando la rotura de las estructuras formadas durante el llenado, consiguiendo de este modo un lecho más homogéneo.

Los resultados obtenidos empleando uno y otro procedimiento de llenado con los diferentes lechos de partículas, se comentarán en el apartado correspondiente al análisis de resultados.

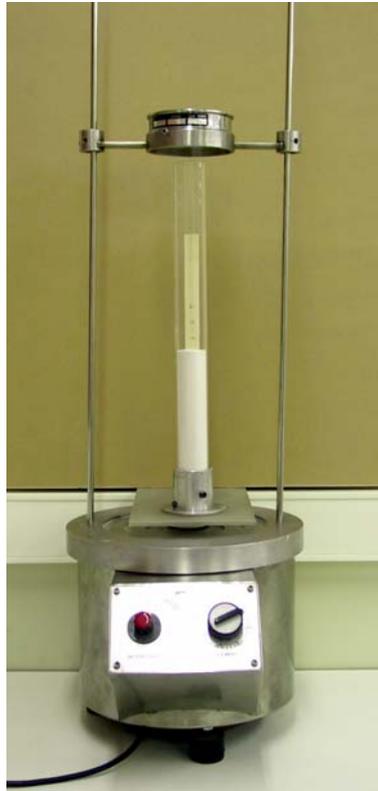


Figura 4.14 Llenado por tamizado vibrado.

4.2.2.1. Selección de la altura inicial del lecho

Según se apunta en el apartado 2.2.1 de la introducción, la altura inicial de lecho es uno de los factores relacionados con su preparación que puede afectar a los resultados de la densificación. Para seleccionar la altura óptima se realizaron una serie de experimentos de densificación con los polvos de menor y mayor tamaño de partícula (M1 y M8) utilizando alturas iniciales de 10, 15 y 25 cm. En la tabla 8.3 del apéndice 8.4, se detallan los valores experimentales obtenidos.

En la Figura 4.15 se representa la variación de la compacidad inicial (ϕ_0) y final (ϕ_∞) obtenida en función de la altura inicial del lecho para el polvo M1. Se aprecia que la incidencia de la altura inicial del lecho sobre su compacidad inicial es prácticamente nula; sin embargo, la compacidad final del lecho disminuye al aumentar su altura inicial, hasta alcanzar un valor estable. Para el lecho utilizado y en las condiciones de realización de estos ensayos, la altura mínima a partir de la cual este parámetro no incide sobre el desarrollo de los experimentos es de 15 cm.

No se han representado los resultados correspondientes al polvo M8 ya que el efecto de la altura inicial del lecho sobre la densificación es prácticamente

despreciable. A la vista de los resultados se estableció una altura inicial mínima de 20 cm para todos los lechos.

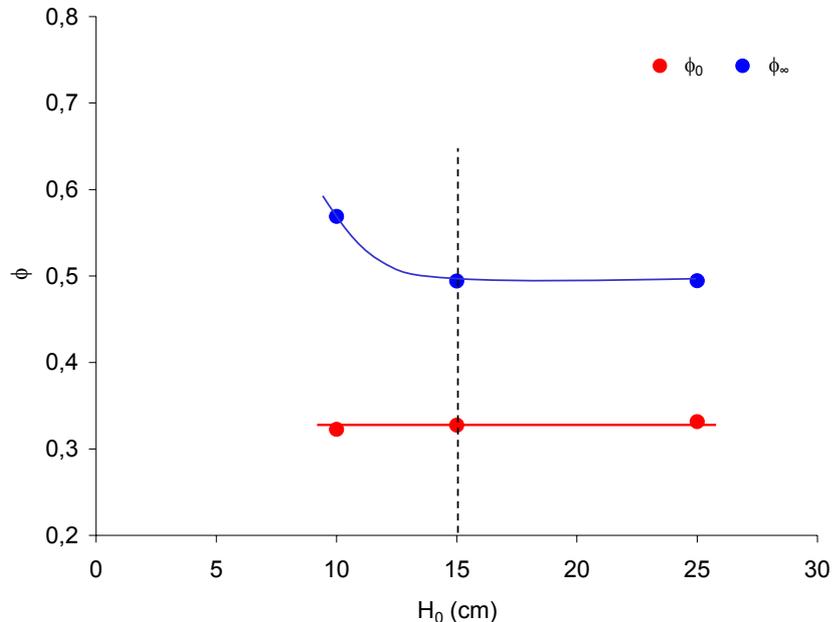


Figura 4.15 Densificación por "tapping". Influencia de la altura inicial del lecho sobre su compacidad inicial (ϕ_0) y final (ϕ_∞). Polvo M1.

4.2.3. Repetibilidad de los experimentos. Cálculo de errores

Se han determinado los errores absoluto y relativo de las medidas de la densidad aparente y de la compacidad del lecho de partículas para los estados iniciales y finales del proceso de densificación, utilizando las fracciones M1, M5 y M8 y los dos procedimientos de llenado.

Para ello se han realizado tres series de experimentos para cada variable de operación ensayada. Los resultados se detallan en el apéndice 8.4, resumiéndose los más interesantes en la Tabla 4.7.

Se aprecia que los errores relativos obtenidos, tanto para la compacidad inicial (ϕ_0) como para la final (ϕ_∞) son bajos en todos los casos, inferiores al 3%. Resultados similares se han obtenido al calcular los errores para los estados intermedios del proceso de densificación, por lo que puede decirse que la repetibilidad del experimento es alta. En la tabla se aprecia que los errores relativos en la determinación de la compacidad inicial (ϕ_0), disminuyen al incrementarse el tamaño de las partículas del lecho, siendo siempre mayores en el caso de utilizar el método de llenado por tamizado vibrado. En el caso de la compacidad final (ϕ_∞) las diferencias entre unos

4. Materiales y procedimiento experimental

errores y otros son menores, siendo, en general, más pequeños y homogéneos que los de la compacidad inicial.

Tabla 4.7 Errores relativos calculados (%).

Método de llenado	ϕ_0			ϕ_∞		
	M1	M5	M8	M1	M5	M8
Tamizado vibrado (TV)	2,9	1,3	1,1	0,5	0,6	1,0
Caída libre y agitado (CLA)	1,1	0,5	0,4	0,9	1,2	0,7

4.3. Flujo y densificación de polvos en ensayos de cizalla

4.3.1. Célula rotacional de cizalla

Para analizar la densificación y el flujo de los lechos de partículas de cuarzo sometidos simultáneamente a tensiones normales y de cizalla, se ha empleado una célula rotacional^{172,173,174} como la que se esquematiza en la Figura 4.16.

Básicamente consiste en una cavidad cilíndrica (base) sobre la que se coloca un anillo. El conjunto se llena con el polvo a ensayar. Posteriormente el sistema base-anillo se cubre con la tapa y se coloca solidariamente, mediante un enganche de bayoneta, sobre un soporte. El enganche está conectado a un motor que hace girar la base de la célula a una velocidad constante. La tapa superior se conecta a un cilindro que ejerce un esfuerzo normal sobre el polvo y transmite la tensión de cizalla a una célula de carga.

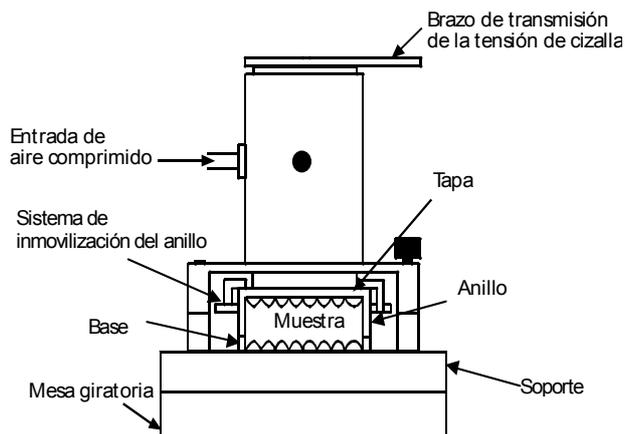


Figura 4.16 Célula rotacional de cizalla.

4.3.2. Procedimiento experimental

El procedimiento experimental empleado es el recomendado por el fabricante de la célula rotacional de cizalla^{173, 174, 175}.

En este caso el procedimiento de llenado de la célula no es tan crítico como el del equipo de densificación por "tapping", debido fundamentalmente a la menor relación entre la altura y el diámetro del lecho en la célula y a que durante el ensayo se aplica sobre el mismo una tensión normal. En los experimentos realizados la célula se ha alimentado depositando el material con una espátula.

Este tipo de células de cizalla realiza de forma automática las operaciones necesarias para que el lecho de polvo alcance el estado estacionario de flujo

para la tensión normal de preparación del lecho (σ_c) preestablecida. A continuación realiza, también de forma automática, las operaciones necesarias para determinar los pares de valores tensión normal (σ)-tensión de cizalla (τ), que constituyen la curva de fluencia y que han sido descritas en el apartado 2.1.1. Los datos correspondientes al ensayo son almacenados en un fichero para su posterior análisis.

La principal diferencia entre el procedimiento experimental utilizado en las células rotacionales y la de Jenike^{176,177}, estriba en la manera de conseguir las condiciones de consolidación del lecho. Como ya se ha indicado en el apartado 2.1.1, para obtener cada uno de los puntos de la curva de fluencia, la compacidad del polvo debe ser la que permita su flujo estacionario a la tensión normal de preparación del lecho (σ_c). Para ello es necesario someterlo a esta tensión normal (σ_c) y, simultáneamente, aplicar la tensión de cizalla (τ_c) necesaria para que el polvo fluya de forma estacionaria (Figura 2.1). La aplicación de la tensión de cizalla en una célula de Jenike, que únicamente permite el movimiento lineal del anillo superior entre 4 y 5 mm., está muy limitada; para conseguir las condiciones de consolidación de la muestra se requiere la realización de varios experimentos, ya que la búsqueda de las condiciones estacionarias de flujo se realiza mediante ensayos de prueba error.

En el caso de la célula rotacional, al tratarse de un movimiento de rotación, el desplazamiento del anillo superior no está limitado, por lo que las condiciones de consolidación se consiguen de manera automática, en un único experimento, reduciendo el tiempo de realización del ensayo y la incidencia del operador sobre el resultado final. Además de las ventajas comentadas anteriormente la célula rotacional permite obtener más de una curva de fluencia sin necesitar de cambiar el lecho de polvo.

Algunos autores^{9,10,12} señalan que en la célula rotacional la distribución de la tensión de cizalla en el plano de fractura no es uniforme. En efecto, el movimiento de rotación provoca una distribución radial de la velocidad angular y, por tanto, de la tensión de cizalla. Según estos investigadores esta es la causa de que, en algunos materiales, los resultados obtenidos con la célula rotacional difieran de los obtenidos con la de Jenike, y proponen, para reducir este efecto, utilizar células anulares^{178,179}. Por el contrario Peschl¹⁷³ argumenta que, aunque efectivamente en los estadios previos a la fluencia exista una distribución radial de la tensión de cizalla en el plano de fluencia, una vez se produce la deformación plástica del material y éste alcanza el estado estacionario, el flujo se produce en toda la superficie por lo que la tensión de cizalla es uniforme.

Para comprobar en qué medida los resultados obtenidos con la célula de Jenike difieren de los obtenidos con la célula rotacional, se ha determinado con una célula rotacional, el comportamiento al flujo de un polvo de carbonato de calcio que a su vez ha sido empleado por cinco laboratorios europeos para estudiar su comportamiento con células de Jenike. En un informe, publicado por la Dirección general de Telecomunicaciones,

Información e Innovación de la Comisión de la Comunidad Europea¹⁸⁰ en 1992, se detallan las curvas de fluencia obtenidas. Estas se compararan con las obtenidas en este trabajo utilizando la célula rotacional. Los resultados se presentarán y comentarán en el apartado 5.2.1.

4.3.3. Repetibilidad del método de medida. Cálculo de errores

Para determinar el error cometido en la medida de las curvas de fluencia obtenidas con la célula rotacional, se realizaron ensayos con los lechos de cuarzo de mayor y menor tamaño de partícula (M1 y M8). Se determinaron 10 curvas de fluencia con cada polvo, para una tensión normal de consolidación de 7,35 kPa, valor promedio de las utilizadas en los experimentos. Los resultados se recogen en las tablas 8.18 y 8.19 del apéndice 8.8.

De las dos tensiones que se miden con la célula para obtener una curva de fluencia (tensión normal y de cizalla) aquella que está afectada por un mayor error es, obviamente, la tensión de cizalla. De acuerdo con la bibliografía consultada¹⁸⁰, el error cometido en la determinación de la tensión normal es muy bajo (< 0,4%).

En la Figura 4.17 se representa la variación del error relativo en la medida de la tensión de cizalla, en función de dicha tensión. Excepto para valores bajos de la tensión de cizalla ($\tau < 2$ kPa), correspondientes a valores de la tensión normal también baja, el error relativo para ambos materiales se mantiene alrededor del 1%.

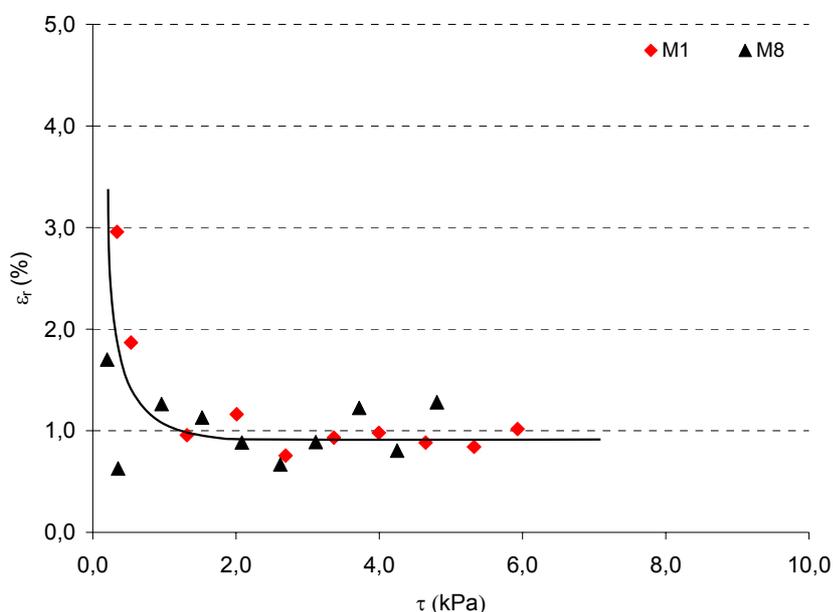


Figura 4.17 Variación del error relativo con la tensión de cizalla medida para los lechos M1 y M8.

CAPÍTULO 5

5. Resultados y discusión

5.1. Densificación por “tapping” de lechos de partículas de cuarzo

A continuación se presentan los resultados correspondientes al estudio del proceso de densificación por “tapping” de lechos monomodales y mezclas binarias de partículas de cuarzo.

5.1.1. Lechos de polvos monomodales

En este apartado se estudia la densificación por “tapping” de lechos monomodales de partículas de cuarzo, determinando el efecto del procedimiento de llenado y del tamaño medio de las partículas del polvo, sobre la compacidad inicial y final del lecho resultante y sobre la cinética del proceso.

5.1.1.1. Compacidad inicial

En la Tabla 5.1 se presentan los valores de la compacidad inicial, ϕ_0 , de los lechos obtenidos por los dos procedimientos de llenado utilizados (CLA y TV). Los valores de la compacidad corresponden al valor promedio de, al menos, tres ensayos. En la Figura 5.1 se han representado estos valores, ϕ_0 , en función del diámetro de Sauter de cada fracción granulométrica.

Tabla 5.1 Compacidad inicial, ϕ_0 , de lechos monomodales de partículas de cuarzo. Ensayos de “tapping”.

Ref	d_s (μm)	ϕ_0 (CLA)	ϕ_0 (TV)
M1	25,0	0,349	0,326
M2	50,5	0,375	0,395
M3	61,9	0,415	0,426
M4	100,0	0,420	0,474
M5	140,0	0,434	0,480
M6	184,8		0,515
M7	302,1	0,485	0,560
M8	390,4	0,489	0,557

Se comprueba que, para ambos procedimientos de llenado, la compacidad inicial del lecho resultante aumenta con el tamaño medio de la fracción granulométrica (diámetro de Sauter), siendo el efecto de esta variable menor conforme se incrementa este d_s , hasta alcanzar un valor prácticamente constante. Este comportamiento se debe a que la razón fuerzas de adhesión superficiales entre partículas/fuerzas gravitatorias disminuye conforme aumenta el tamaño, tal y como ya se ha señalado en el apartado 2.2.1.2.1 de la introducción y ha sido confirmado por numerosos autores^{63,64,71,72,73,74,181}.

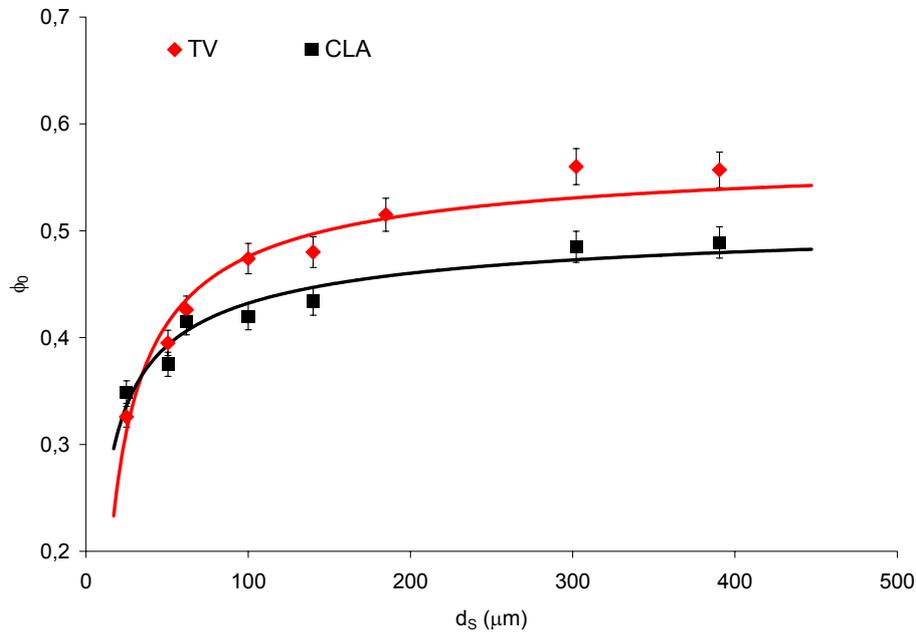


Figura 5.1 Influencia del tamaño medio de las partículas y del procedimiento de llenado sobre la compacidad inicial del lecho. Ajuste de los resultados a las ecuaciones (5.2) y (5.3). Ensayos de “tapping”.

Asimismo se aprecia que los lechos preparados por tamizado vibrado (TV) presentan compacidades mayores que los obtenidos por caída libre y agitado (CLA), excepto para las fracciones de tamaño más pequeño. Además, puede observarse que la diferencia entre los valores de la compacidad obtenidos por uno u otro procedimiento crece con el tamaño medio de las partículas del lecho. Estos resultados son consistentes con los obtenidos por otros investigadores⁴⁷. Este comportamiento se debe probablemente a que en el procedimiento de llenado por tamizado vibrado, las partículas están más individualizadas y su energía en el momento de impacto sobre la superficie del lecho es mucho mayor que en el otro procedimiento (CLA). En consecuencia, se pueden producir por el procedimiento de TV una mayor reordenación de las partículas por rebote de las mismas sobre la superficie del lecho que se está formando y una posible compactación de la capa más externa, tal y como señala Santomaso⁴⁷. El hecho de que estos fenómenos puedan producirse en mayor extensión cuanto mayor sea el tamaño medio de las partículas, justificaría que las diferencias de compacidad obtenidas entre uno y otro procedimiento aumenten con dicha variable.

A la vista de este comportamiento los resultados experimentales se han tratado de ajustar mediante ecuaciones del tipo:

$$\phi_0^* - \phi_0 = G d_s^{-n} \quad (5.1)$$

siendo ϕ_0^* el valor asintótico al que tiende la compacidad en cada caso y G y n parámetros empíricos. Las ecuaciones obtenidas (curvas de la Figura 5.1) son:

Tamizado vibrado (TV)

$$0,58 - \phi_0^{TV} = 2,4 d_s^{-0,7} \quad (5.2)$$

Caída libre y agitado (CLA)

$$0,53 - \phi_0^{CLA} = d_s^{-0,5} \quad (5.3)$$

Como puede comprobarse la correlación es buena. Asimismo puede apreciarse que el valor asintótico de la compacidad inicial al que tiende el lecho preparado por tamizado vibrado (0,58), es ligeramente mayor que el del lecho preparado por CLA (0,53), y que el efecto del tamaño de partícula sobre la compacidad es también mayor para el procedimiento de TV.

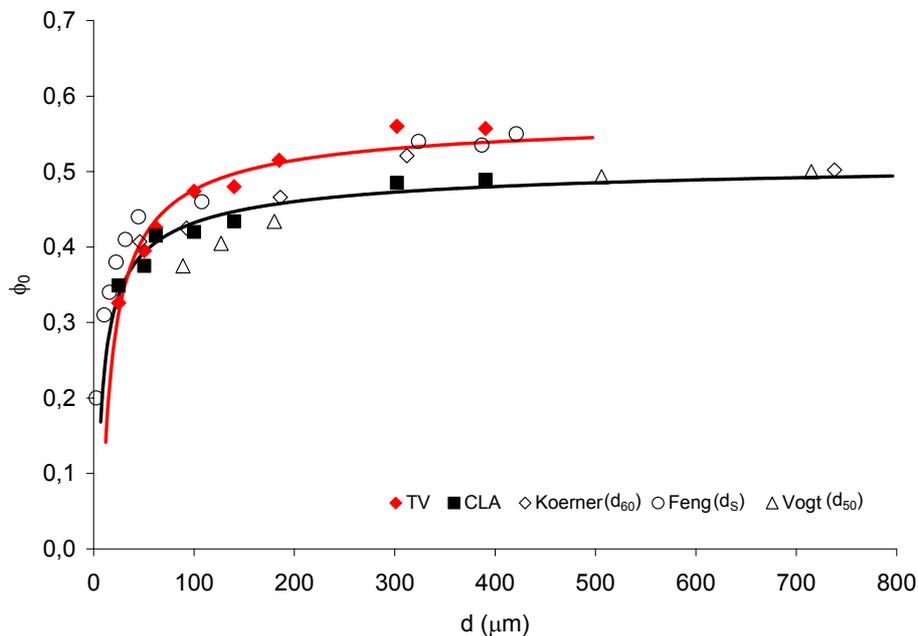


Figura 5.2 Comparación de los resultados obtenidos con los de otros investigadores.

En la Figura 5.2 se representan conjuntamente los valores experimentales obtenidos en este trabajo (Figura 5.1) y los correspondientes a los experimentos realizados por otros investigadores empleando el mismo material (cuarzo) pero utilizando procedimientos de preparación del lecho diferentes y fracciones granulométricas de amplitud ligeramente distintas. Algunos de ellos caracterizan el tamaño medio de partícula empleando d_{50} o d_{60} ^{181,182}, otros⁷¹ emplean el diámetro de Sauter (d_s). Aunque se aprecian pequeñas diferencias en los valores obtenidos por unos y otros investigadores, debido a los factores antes señalados, la variación de la compacidad con el tamaño de partícula sigue la misma tendencia en todos ellos.

5.1.1.2. Compacidad final

En la Tabla 5.2 se presentan los valores de la compacidad inicial (ϕ_0), final (ϕ_∞) y su cociente o índice de Hausner para las diferentes fracciones granulométricas estudiadas y para los dos procedimientos de llenado (TV y CLA). Los valores de la compacidad corresponden a un promedio de, al menos, tres medidas.

Tabla 5.2 Compacidad inicial (ϕ_0), final (ϕ_∞) e índice de Hausner (IH) de fracciones monomodales de cuarzo. Ensayos de "tapping".

d_s (μm)	ϕ_0		ϕ_∞		IH	
	CLA	TV	CLA	TV	CLA	TV
25,0	0,349	0,326	0,496	0,490	1,42	1,50
50,5	0,375	0,395	0,505	0,510	1,35	1,29
61,9	0,415	0,426	0,511	0,521	1,23	1,22
100,0	0,420	0,474	0,525	0,533	1,25	1,13
140,0	0,434	0,480	0,530	0,535	1,22	1,12
184,8		0,515		0,544		1,06
302,1	0,485	0,560	0,552	0,560	1,14	1,00
390,4	0,489	0,557	0,551	0,557	1,13	1,00

En la Figura 5.3 se representan los valores obtenidos de la compacidad final del lecho en función del tamaño medio de las partículas para los dos procedimientos de llenado. Se observa que la compacidad final del lecho aumenta conforme lo hace el tamaño medio de la fracción granulométrica. Este efecto es menor conforme se incrementa el tamaño medio de la partícula, hasta alcanzar un valor prácticamente constante. Asimismo se aprecia que la compacidad final del lecho es prácticamente independiente del procedimiento que se utilizó para la preparación inicial del lecho, ya que durante el proceso de densificación por "tapping" las estructuras porosas iniciales formadas en ambos procedimientos se destruyen progresivamente en cada impacto. En efecto, aunque los valores correspondientes al método de llenado por caída libre y agitado son ligeramente menores a los obtenidos

por el de tamizado vibrado, excepto para la fracción de menor tamaño de partícula ensayada, ambos se encuentran dentro de la banda de error.

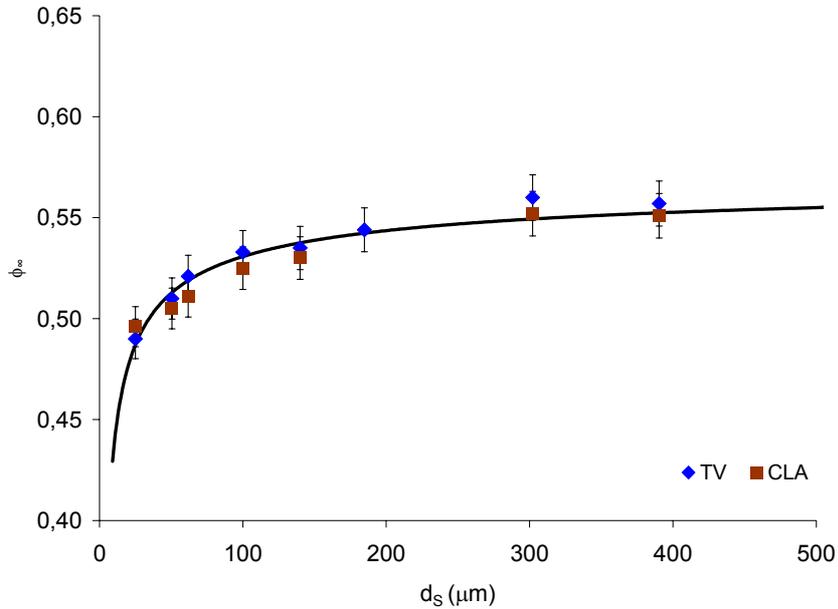


Figura 5.3 Influencia del tamaño medio de las partículas y del procedimiento de llenado sobre la compacidad final del lecho. Ajuste de los resultados a la ecuación (5.4). Ensayos de "tapping".

A la vista de la Figura 5.3 los resultados experimentales se han tratado de ajustar a una ecuación única del tipo de la (5.1). Ajustando por mínimos cuadrados los valores experimentales se obtiene:

$$0,58 - \phi_{\infty} = 0,44 d_s^{-0,5} \quad (5.4)$$

la cual se ha representado en la Figura 5.3 en líneas continuas. Como era de esperar, la ecuación propuesta ajusta aceptablemente bien los resultados experimentales.

En la Figura 5.4 se representan los valores de la Figura 5.3 junto a los obtenidos por otros investigadores^{181,182} que han estudiado también la densificación de lechos de cuarzo pero utilizando procedimientos experimentales distintos, tales como vibración y vibración con carga. Se aprecia que el valor de la compacidad final máxima obtenida en este estudio coincide prácticamente con la obtenida por el procedimiento de vibración sin carga. Dicho valor es notablemente inferior al que se obtiene aplicando además una carga y al que correspondería a un lecho monomodal de partículas esféricas y lisas (0,64). Asimismo puede observarse que, al igual

que ocurría con la compacidad inicial, la variación de la compacidad final en todos los trabajos sigue la misma tendencia.

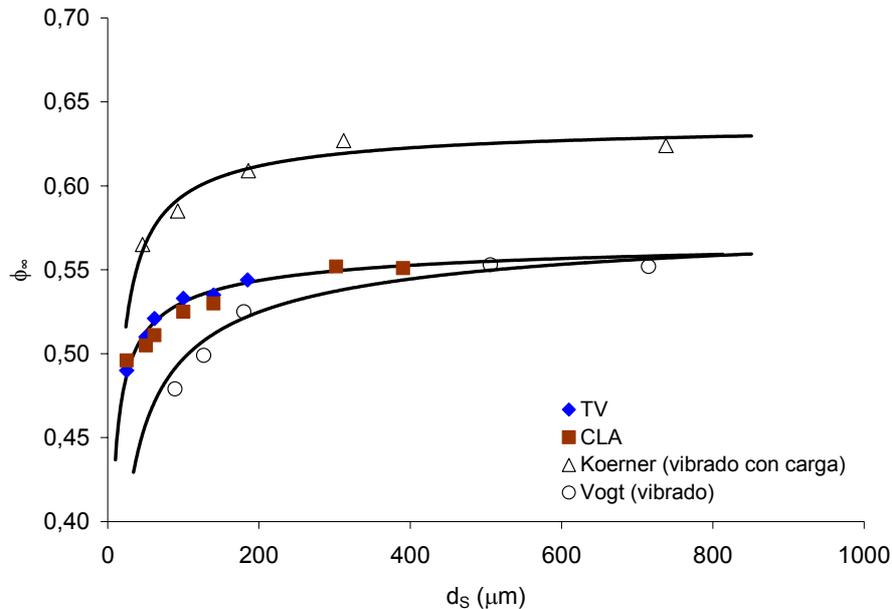


Figura 5.4 Comparación de los resultados obtenidos con los de otros investigadores.

El hecho de que la compacidad final, ϕ_∞ , dependa del tamaño de la partícula, aunque el efecto de esta variable, d_s , sobre ϕ_∞ sea mucho más pequeña que lo era sobre ϕ_0 (compárese ecuaciones (5.2) y (5.3) con (5.4)) se debe a que en el proceso de densificación seguido no es posible eliminar completamente el efecto de las fuerzas superficiales de adhesión entre las partículas, especialmente para las fracciones más finas. En efecto, aumentando la energía de cada impacto, haciendo vibrar el lecho con carga (Figura 5.4), se consiguen lechos más densos.

5.1.1.3. Índice de Hausner (IH)

En la Figura 5.5 se representan los valores del índice de Hausner en función del tamaño medio de las fracciones de cuarzo para los dos procedimientos de llenado utilizados.

Se aprecia que el índice de Hausner, IH, disminuye conforme aumenta el tamaño de las partículas, d_s , hasta alcanzar un valor prácticamente constante. El efecto de dicha variable (d_s) se va reduciendo a medida que se incrementa su valor hasta prácticamente anularse. Estos resultados son consistentes con los encontrados en la bibliografía^{69, 70, 73}.

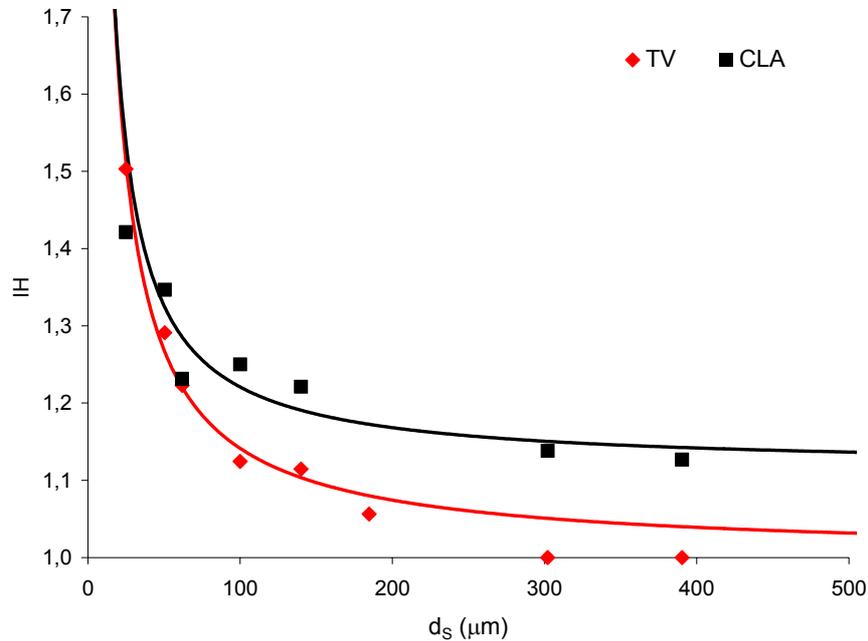


Figura 5.5 Influencia del tamaño medio de las partículas y del procedimiento de llenado sobre el índice de Hausner. Ajuste de los resultados experimentales a las ecuaciones (5.5) y (5.6).

Como era de esperar, el índice de Hausner depende del procedimiento seguido en la preparación del lecho inicial, ya que éste influye sobre los valores de la compacidad inicial, ϕ_0 . Es de recalcar que los valores del índice de Hausner correspondientes a los lechos de partículas más gruesos ($d_s > 300 \mu\text{m}$) empleando el procedimiento de llenado por tamizado vibrado es igual a la unidad, debido a que para estos lechos la compacidad inicial alcanzada es tan alta que no se consigue mejorar en el proceso de "tapping". A la vista de los resultados de la Figura 5.5 y teniendo en cuenta las relaciones existentes entre el tamaño medio de partículas de cada fracción, d_s y las compacidades inicial y final (ecuaciones (5.2), (5.3) y (5.4)) los valores experimentales del índice de Hausner (Tabla 5.2) y del tamaño medio de partículas se han tratado de relacionar mediante ecuaciones del mismo tipo a las citadas anteriormente. Para cada procedimiento de llenado (TV o CLA) la relación entre el índice de Hausner correspondiente (IH^{TV} y IH^{CLA}) y el diámetro de Sauter, d_s , obtenidos son:

$$IH^{TV} - 1,00 = \frac{10,1}{d_s} \quad (5.5)$$

$$IH^{CLA} - 1,15 = \frac{10,5}{d_s} \quad (5.6)$$

Debido al marcado efecto que ejerce el procedimiento de llenado sobre la compacidad inicial del lecho, ϕ_0 , observado en este estudio (Figura 5.1) y teniendo en cuenta la considerable influencia que ejercen las condiciones de densificación del lecho sobre su compacidad final, ϕ_∞ , observada por otros investigadores (Figura 5.4), se debe concluir que para que el índice de Hausner, IH, sea útil como medida de la fluidez el procedimiento experimental a seguir debe estar perfectamente estandarizado. Asimismo se confirma que, para polvos cohesivos, correspondientes en nuestro caso a las fracciones granulométricas finas ($d_s < 100 \mu\text{m}$), el efecto del tamaño de partícula sobre el índice de Hausner es elevado, indicando que para estos tamaños el índice de Hausner es muy sensible.

5.1.1.4. Cinética de densificación por "tapping"

En la Figura 5.6 se han representado las curvas: compacidad del lecho de partículas, ϕ , frente al número de golpes, N, correspondientes a los polvos M1, M5 y M8, empleando para cada polvo los dos procedimientos de llenado. Cada punto representa la media aritmética de tres determinaciones. Se han eliminado las barras de error para no complicar la representación.

Se aprecia que con el aumento del número de golpes, N, la compacidad del lecho, ϕ , aumenta de forma asintótica hasta alcanzar un valor prácticamente constante, ϕ_∞ . Todas las curvas experimentales obtenidas presentan la misma forma. Únicamente los lechos de partículas obtenidos con los polvos más gruesos ($d_s \geq 300 \mu\text{m}$) y empleando el procedimiento de llenado TV no modifican su compacidad durante el proceso de "tapping" ($\phi \approx \phi_0$). Asimismo, puede observarse que las diferencias de compacidad debidas al procedimiento de llenado utilizado se van reduciendo conforme aumenta el número de golpes, hasta anularse para $N \geq 500$ golpes.

Con vistas a caracterizar el comportamiento del lecho de polvo durante su densificación, los resultados experimentales obtenidos se han tratado de ajustar a las diferentes ecuaciones cinéticas descritas en la introducción (apartado 2.2.2), procurando establecer las posibles relaciones existentes entre los parámetros de ajuste de las ecuaciones cinéticas y el tamaño medio de partícula del polvo, d_s . De este modo, se seleccionará el mejor modelo cinético atendiendo a los siguientes criterios: bondad del ajuste, número de parámetros de ajuste de cada ecuación, significado físico de estos parámetros cinéticos y relaciones entre estos últimos y el tamaño medio de partícula del polvo, d_s .

Debido a que la mayor parte de la densificación del polvo sucede en los estados iniciales del proceso ($N \ll 100$), para analizar con mayor detalle la capacidad de ajuste de las distintas ecuaciones, fundamentalmente en esta fase del proceso, se utilizará una representación de tipo semilogarítmico (Figura 5.7).

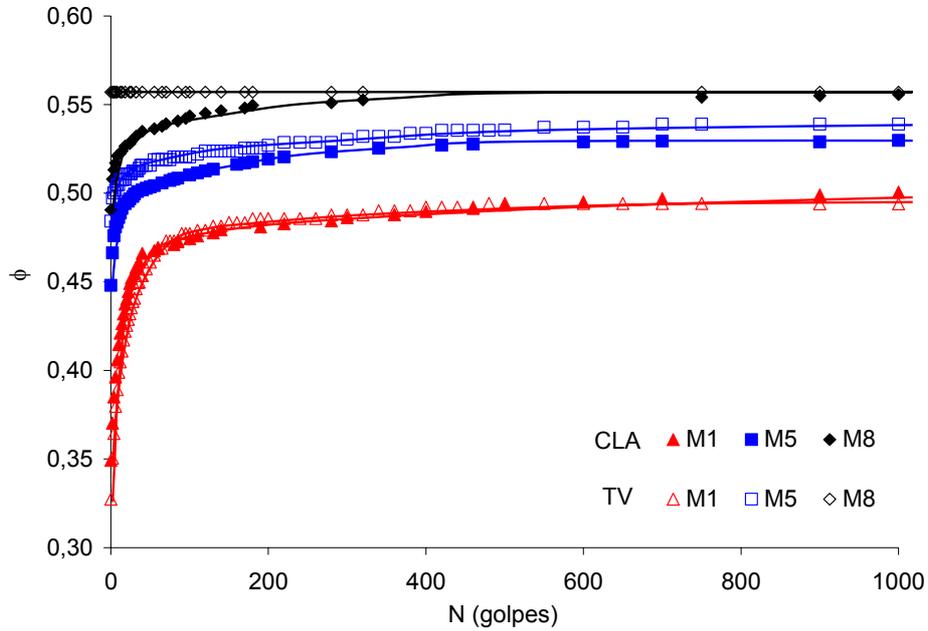


Figura 5.6 Evolución de los valores experimentales de la compacidad de los lechos con el número de golpes.

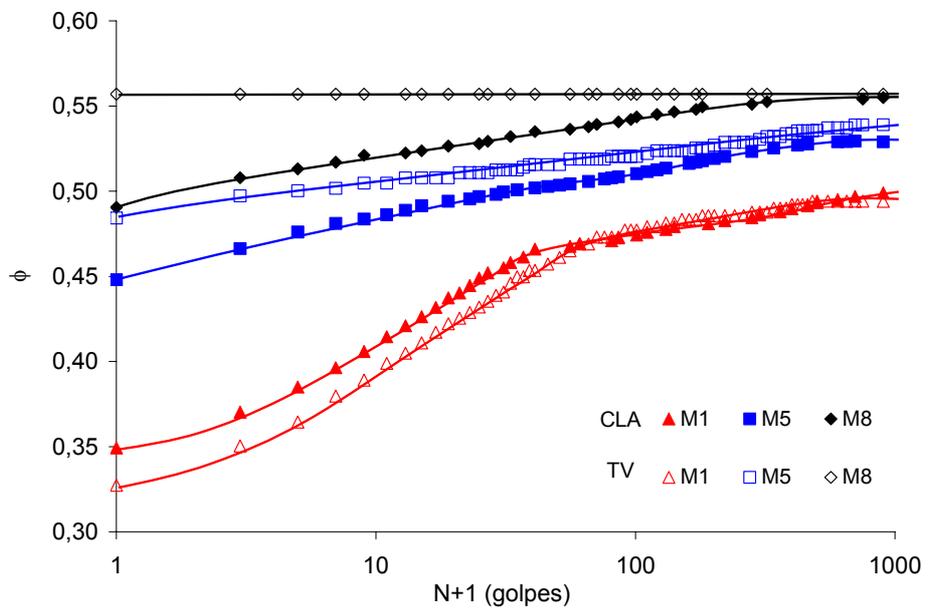


Figura 5.7 Evolución de los valores experimentales de la compacidad con el número de golpes, N (coordenadas semilogarítmicas).

5.1.1.4.1. Ecuación de Kawakita

Los resultados obtenidos en todos los experimentos de densificación se han ajustado a la ecuación de Kawakita, en su forma lineal (ec. (2.18)). De forma general se ha comprobado que, si bien los resultados se ajustan aceptablemente a líneas rectas (Figura 5.8), los valores de la compacidad calculada a partir del ajuste se desvían significativamente de los valores experimentales, especialmente para bajos valores de N (Figura 5.9), tal como ya se indicó en el apartado 2.2.2.1.

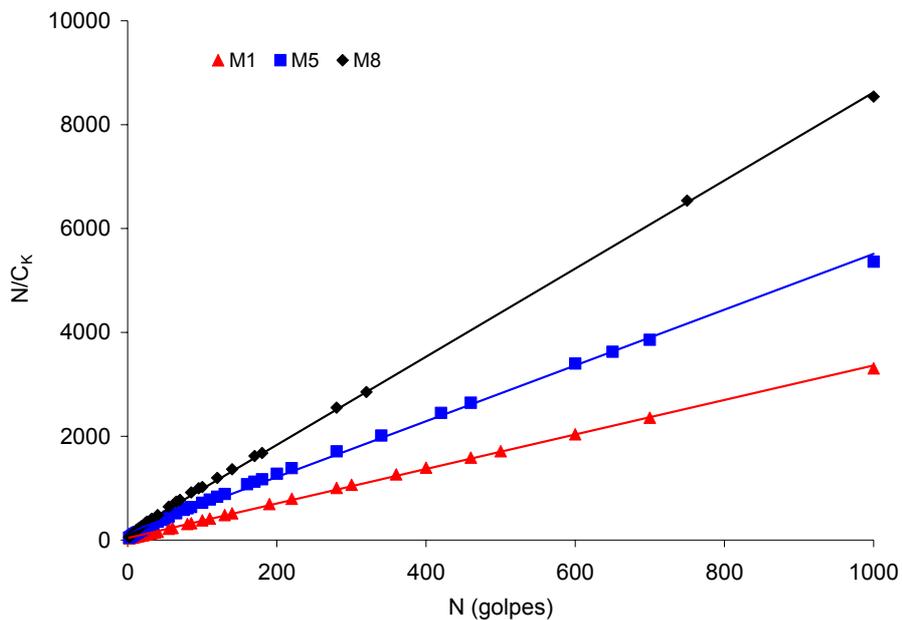


Figura 5.8 Ajuste de los datos experimentales al modelo de Kawakita, para las tres fracciones de partículas de cuarzo preparadas por CLA.

En la Figura 5.10 se han representado los valores de los parámetros cinéticos “a” y “b” obtenidos, frente al tamaño medio de partícula del polvo, d_s .

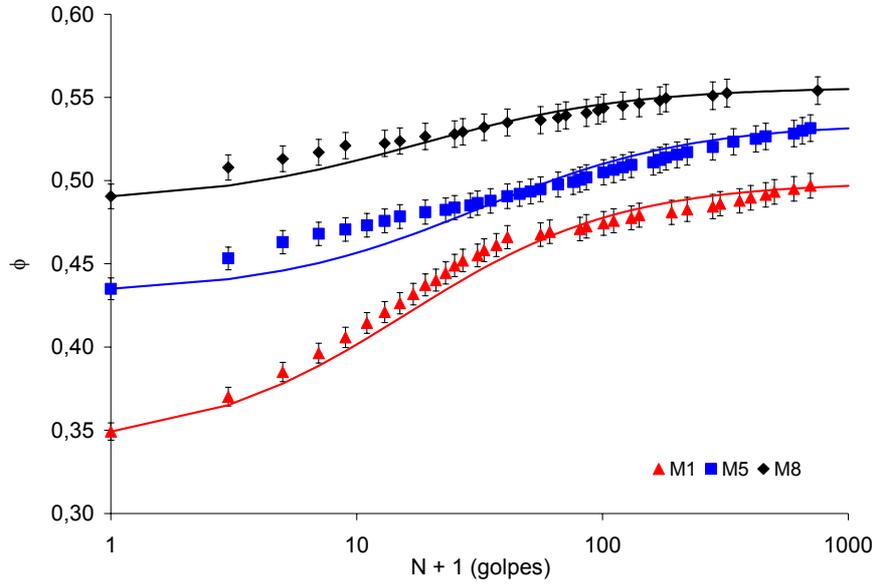


Figura 5.9 Variación de los valores experimentales de la compacidad con el número de golpes. Ajuste de los datos experimentales de acuerdo con el modelo de Kawakita, para las tres fracciones de cuarzo preparadas por CLA.

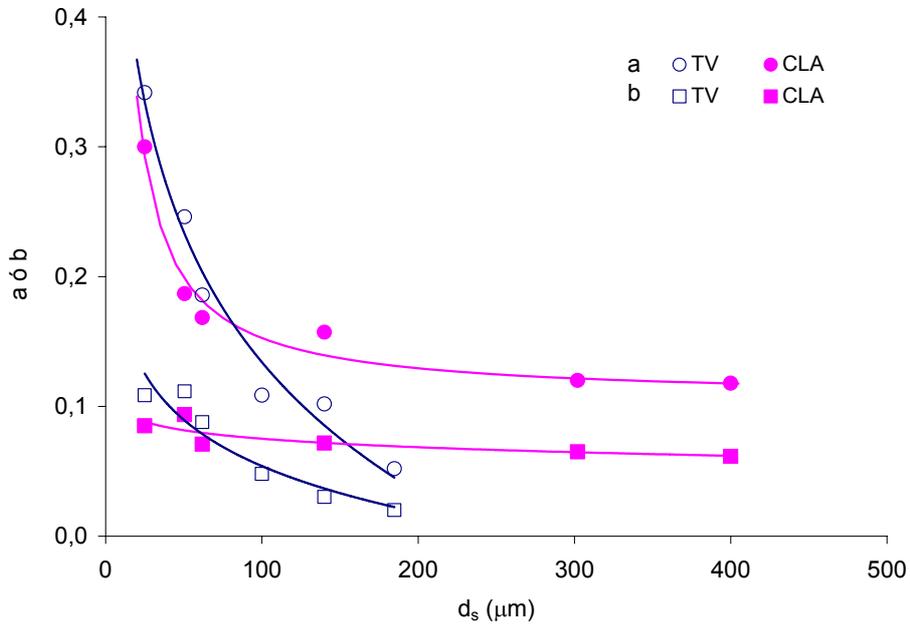


Figura 5.10 Variación de valores de los parámetros cinéticos de la ecuación de Kawakita (ec. 2.18) con los del tamaño de las partículas. Ajuste de los valores de "a" a las ecuaciones (5.7) y (5.8).

Se confirma que el parámetro “a”, denominado “compactabilidad” por Kawakita (apartado 2.2.2.1) disminuye conforme se incrementa el tamaño medio de partícula del polvo, d_s , de forma muy parecida a como lo hace el índice de Hausner (Figura 5.5). Asimismo, también se aprecia el marcado efecto que ejerce el tipo de llenado sobre los dos parámetros cinéticos, especialmente sobre el parámetro “a” y para las fracciones más gruesas ($d_s \geq 100 \mu\text{m}$). En efecto, cuando se utiliza el procedimiento de llenado CLA, incluso con polvos gruesos y, por tanto, muy poco cohesivos, el lecho de partículas inicial resultante contiene abundantes bóvedas, huecos y poros grandes fácilmente eliminables, cuyo volumen apenas depende del tamaño de partícula del polvo. En consecuencia, el efecto de d_s sobre “a” puede describirse mediante una ecuación del tipo:

$$a - 0,11 = \frac{4,7}{d_s} \quad (5.7)$$

Este valor asintótico de $a=0,11$ se relaciona con la porosidad inicial que siempre se genera debido al tipo de llenado y que se elimina durante el proceso. En cambio, al emplear el otro procedimiento de llenado (TV), se consigue un lecho inicial de partículas cuya porosidad eliminable durante el proceso (bóvedas, huecos y poros más grandes) disminuye gradualmente conforme se incrementa el tamaño medio de partícula, hasta anularse para valores de $d_s > 200 \mu\text{m}$. En consecuencia, la variación de “a” con d_s que mejor describe este comportamiento es:

$$a = 0,8 - 0,15 \ln d_s \quad (5.8)$$

En lo que respecta al parámetro “b” y a su variación con d_s , el comportamiento observado en este trabajo es exactamente el contrario al que se cita en la bibliografía^{102,103}. Esta controversia parece deberse a que la densificación del lecho, en algunos estudios¹⁰², se ha realizado empleando un número de golpes mucho más pequeño, $N < 50$, que el utilizado en este trabajo. En otros casos¹⁶, la causa más probable tal vez sea el poco peso que se da en el ajuste a los valores experimentales correspondientes a N elevados.

5.1.1.4.2. Ecuación de Heckel modificada

Al ajustar los valores experimentales de ϕ y N , correspondientes a los diferentes experimentos de densificación, a la ecuación (2.22), dejando únicamente como parámetros de ajuste S y N^* se ha comprobado que, para algunos experimentos, el acuerdo entre los valores de ϕ experimentales y los calculados es bastante bueno (Figura 5.11). En cambio, en la mayoría de los casos, especialmente en el tramo de la curva correspondiente a valores de N pequeños e intermedios, el ajuste es bastante malo, lo que está de acuerdo con la bibliografía^{43, 44, 45}.

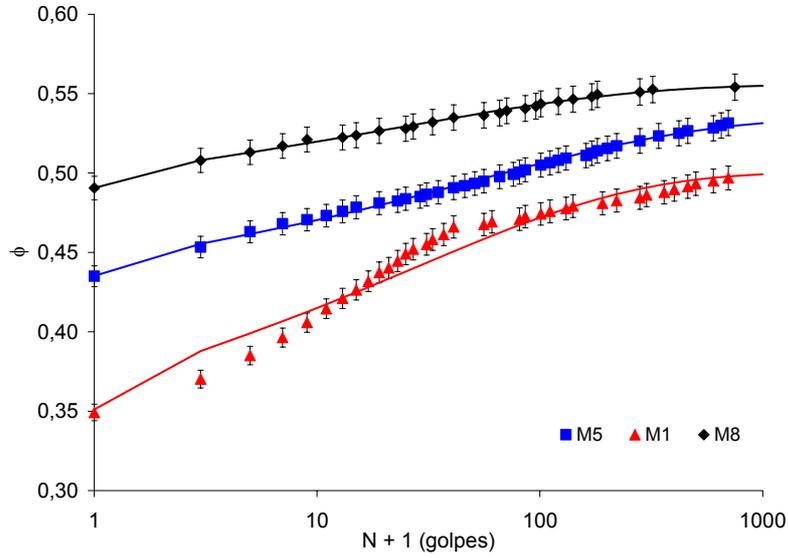


Figura 5.11 Variación de los valores experimentales de la compacidad del lecho con N . Ajuste de los datos experimentales a la ecuación de Heckel modificada, para las tres fracciones de cuarzo preparadas por CLA.

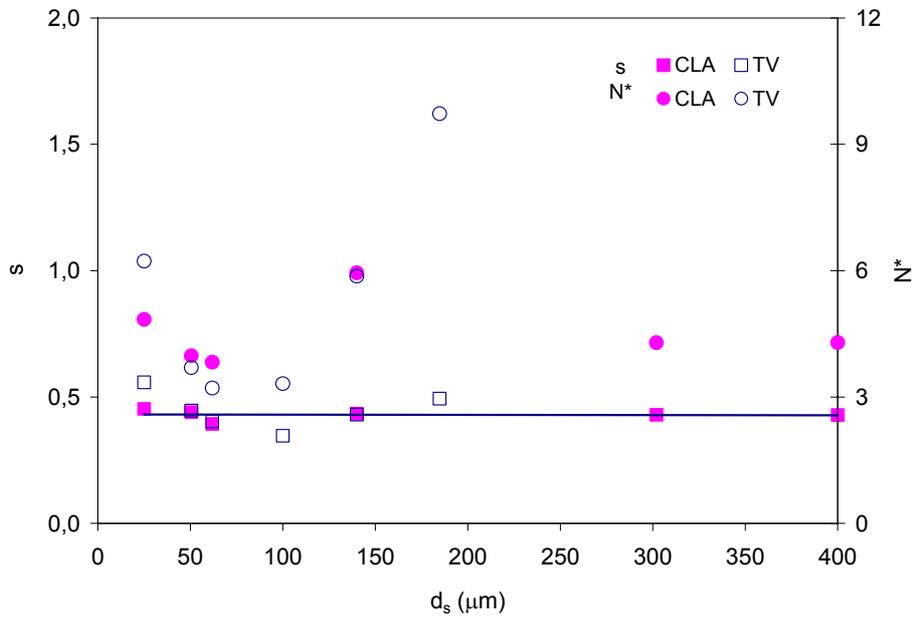


Figura 5.12 Variación de los parámetros S y N^* con el tamaño de las partículas.

En la Figura 5.12 se han representado los valores de los parámetros S y N^* obtenidos frente al tamaño medio de partícula del polvo, d_s . De acuerdo con los resultados obtenidos por distintos investigadores^{16, 100, 101} no ha sido posible establecer ninguna relación entre estos parámetros y d_s .

5.1.1.4.3. Ecuación de Knight

Al ajustar los resultados experimentales a la ecuación (2.24), dejando únicamente como parámetros de ajuste B y N^* , se ha comprobado que, en todos los casos, los valores de ϕ calculados para valores de N grandes son siempre apreciablemente menores a los experimentales. Además, en algunos casos la falta de ajuste también se observa incluso en el tramo de la curva correspondiente a valores de N pequeños (Figura 5.13).

En vista de ello se procedió a repetir los ajustes, añadiendo ϕ_∞ como tercer parámetro de ajuste. Se comprobó que la introducción de un parámetro más mejoraba considerablemente el ajuste (Figura 5.14). No obstante, aún así, el empleo de esta ecuación supone varios problemas.

El primero, ya comentado en la introducción (apartado 2.2.2.5), deriva del hecho de que los valores de ϕ_∞ obtenidos son, en general, muy superiores a los experimentales, especialmente para valores de d_s elevados (Figura 5.15), llegando, en casos extremos, a ser mayores que el valor correspondiente a un empaquetamiento de esferas ideales ($\phi = 0,64$), lo cual es injustificable físicamente. El segundo problema radica en la imposibilidad de justificar de forma lógica la variación que sigue el parámetro B con d_s (Figura 5.16).

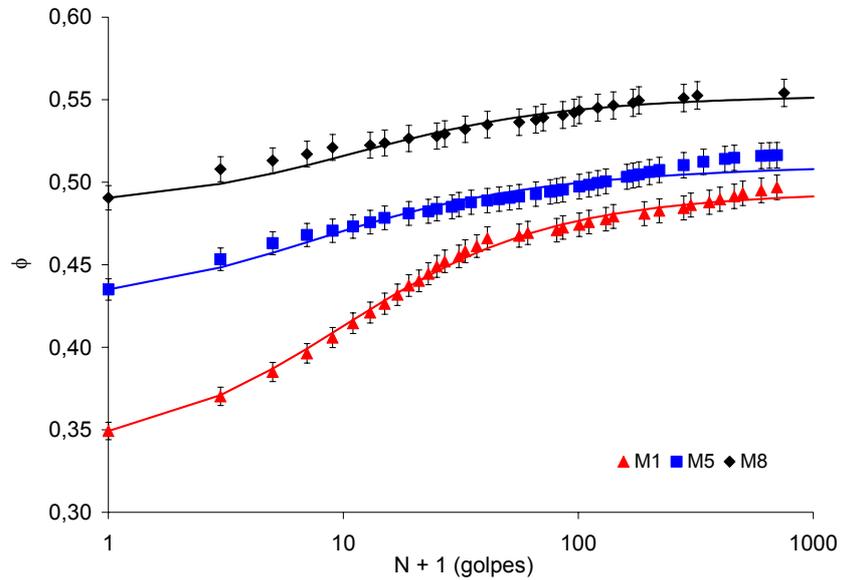


Figura 5.13 Variación de los valores de la compactación del lecho con los de N. Ajuste de los datos experimentales a la ecuación de Knight con dos parámetros (B y N*), para las tres fracciones de cuarzo preparadas por CLA.

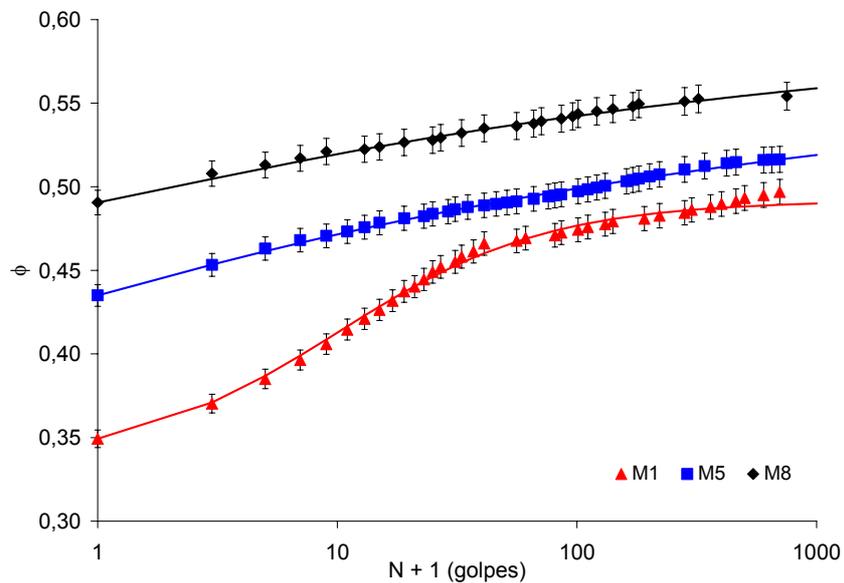


Figura 5.14 Variación de los valores de la compactación del lecho con los de N. Ajuste de los datos experimentales a la ecuación de Knight con tres parámetros (B, N* y φ_∞), para las tres fracciones de cuarzo preparadas por CLA.

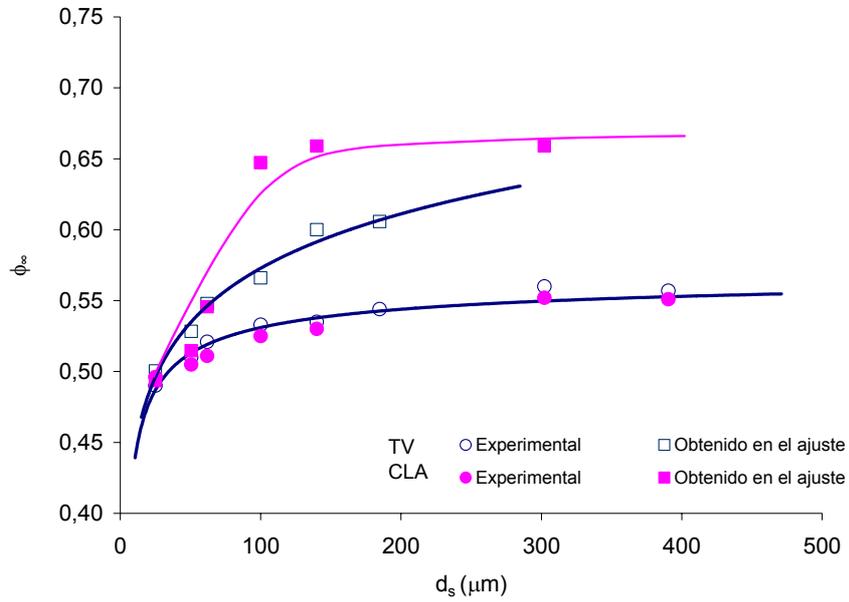


Figura 5.15 Variación de los valores de ϕ_∞ con los del tamaño de las partículas.

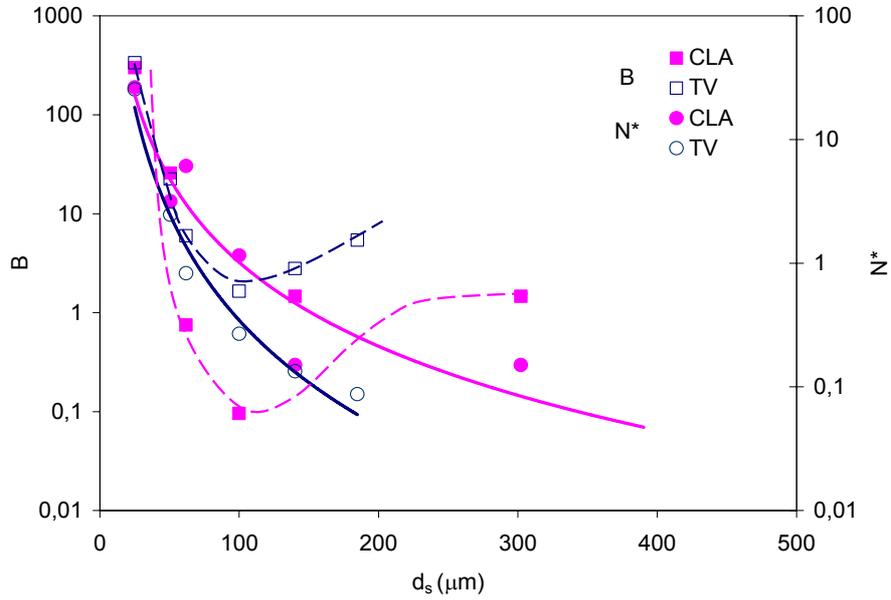


Figura 5.16 Variación de los valores de B y N^* con los del tamaño de las partículas.

5.1.1.4.4. Ecuación cinética propuesta

El acuerdo entre los valores de compacidad calculados a partir de las ecuaciones (2.37) y (2.38) y los obtenidos experimentalmente en todos los casos es muy bueno, tal como se aprecia en la Figura 5.17. En ésta se han representado los resultados correspondientes a los tres experimentos diferentes de “tapping” utilizados en la Figura 5.9, la Figura 5.11, y la Figura 5.13, para comparar la calidad de ajuste de las diferentes ecuaciones.

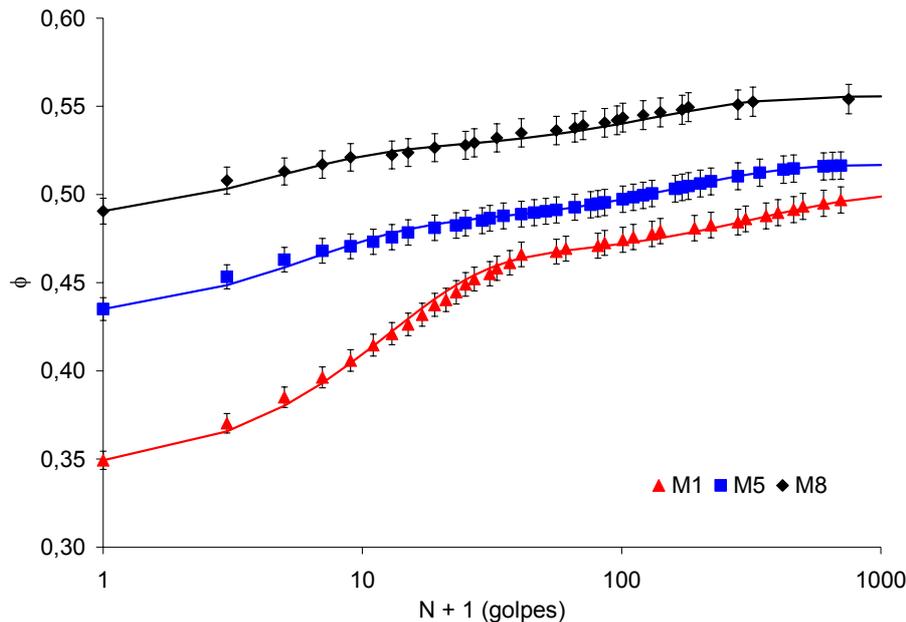


Figura 5.17 Variación de los valores de la compacidad con los de N . Ajuste de los datos experimentales al modelo propuesto, ecuaciones (2.37) y (2.38), para las tres fracciones de cuarzo preparadas por CLA.

En la Figura 5.18 y la Figura 5.19 se han representado los resultados de los 12 experimentos de “tapping” distintos realizados, en la forma: grado de avance de la densificación, ξ , frente al logaritmo del número de golpes, N . Se comprueba que, en general, la ecuación cinética propuesta (curvas continuas) describe muy bien el proceso de densificación. En la Figura 5.20 se han representado frente al tamaño medio de partícula del polvo, d_s , los valores experimentales del $\xi_{m\acute{a}x}$, que representa, como ya se ha indicado en el apartado 2.2.2.6, la fracción de porosidad inicial que ha sido eliminada en el proceso de densificación. Como era de esperar, la variación de $\xi_{m\acute{a}x}$ con d_s , para los dos procedimientos de llenado, es análoga a la que sigue con d_s el parámetro “a”, la compactabilidad según Kawakita, y que representa la contracción volumétrica máxima del lecho, correspondiente a $N=\infty$ golpes (Figura 5.10). En efecto, los dos parámetros dependen de forma muy parecida de la compacidad inicial, ϕ_0 y de la final, ϕ_∞ , del lecho.

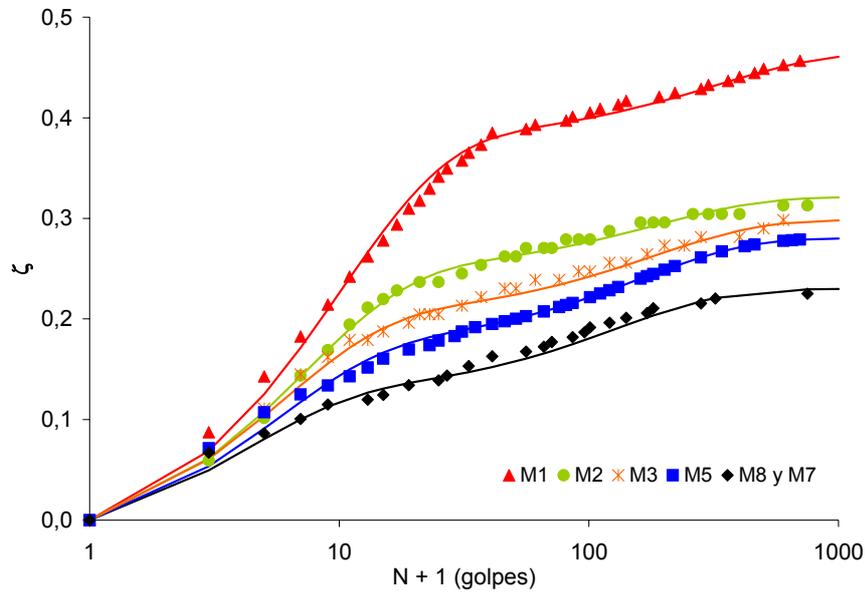


Figura 5.18 Comprobación del modelo propuesto (ec. (2.37)) para los lechos preparados por CLA.

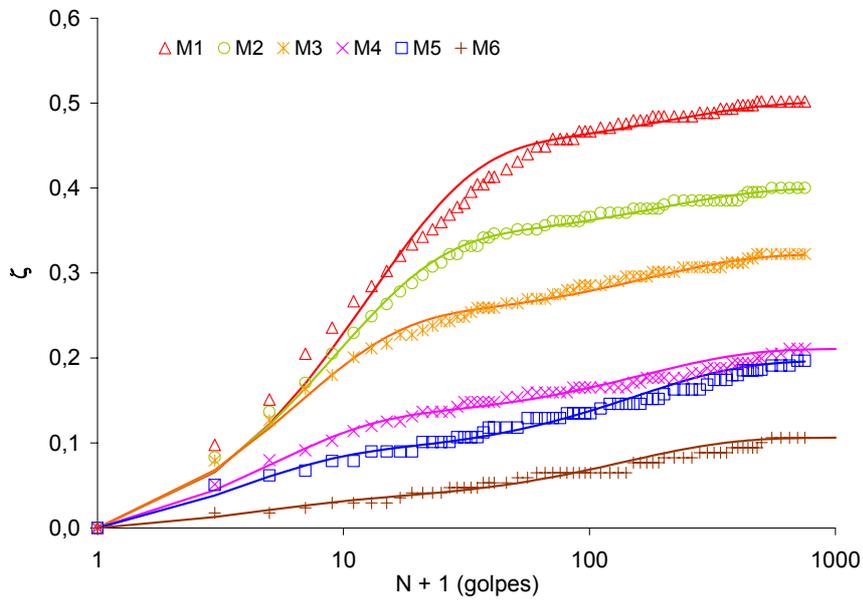


Figura 5.19 Comprobación del modelo propuesto (ec. (2.37)) para los lechos preparados por TV.

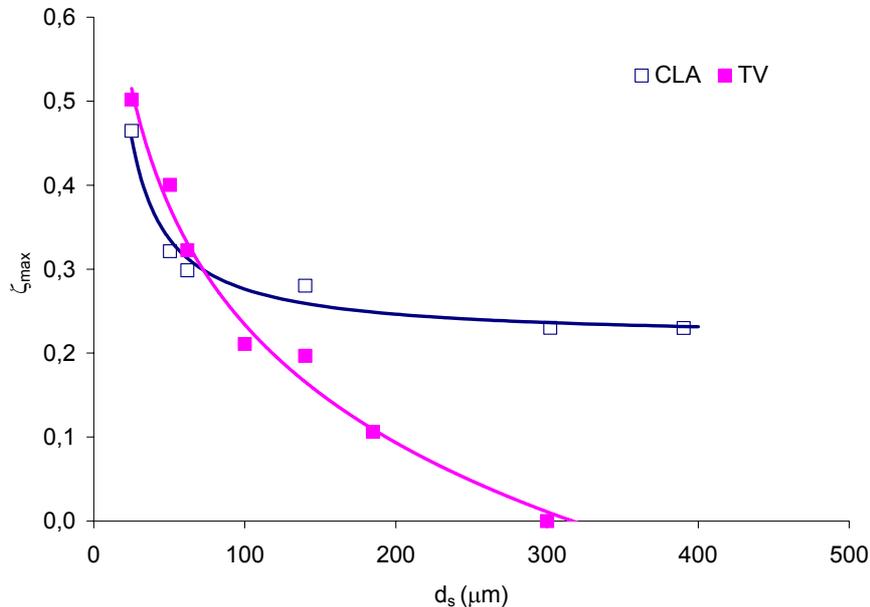


Figura 5.20 Variación de los valores de ζ_{max} con los del tamaño de las partículas.

Al representar los valores de los parámetros de ajuste obtenidos: f , N_1 y N_2 frente al tamaño medio de partícula de los polvos, d_s , (Figura 5.21, Figura 5.22 y Figura 5.23) se comprueba que los valores de estos parámetros cinéticos, cuyo significado físico es sencillo, varían de una forma también sencilla con esta característica del polvo. En efecto, el parámetro f (Figura 5.21) que representa la fracción de densificación que se produce por el mecanismo de eliminación de bóvedas o grandes poros, disminuye conforme aumenta el tamaño medio de las partículas. Este comportamiento se relaciona con las características del empaquetamiento de las partículas en el lecho antes del inicio del “tapping” y con la influencia que sobre éste ejercen el tamaño de partícula y el tipo de llenado. Cuando se utiliza el procedimiento de llenado CLA siempre, incluso para los polvos más gruesos, se obtienen lechos con un volumen significativo de bóvedas, huecos o poros grandes fácilmente eliminables, por lo que la variación de f con d_s debe tender asintóticamente a un valor constante. Esta tendencia queda matemáticamente bien descrita mediante la ecuación.

$$f - 0,56 = \frac{7,05}{d_s} \quad (5.9)$$

En cambio, cuando se emplea el otro procedimiento de llenado, TV, el volumen de este tipo de poros fácilmente eliminable se va reduciendo progresivamente conforme aumenta el tamaño de partícula del polvo hasta

anularse para valores de $d_s \leq 300 \mu\text{m}$. En consecuencia, la variación de f con d_s se ha ajustado bien, en este tramo, a una ecuación lineal del tipo:

$$f = 1 - 4 \cdot 10^{-3} d_s \quad (5.10)$$

Asimismo, se comprueba que, excepto para valores de tamaño de partícula pequeños, $d_s < 60-70 \mu\text{m}$, el procedimiento CLA conduce a lechos más porosos y con un volumen de huecos y bóvedas también más alto que el procedimiento TV.

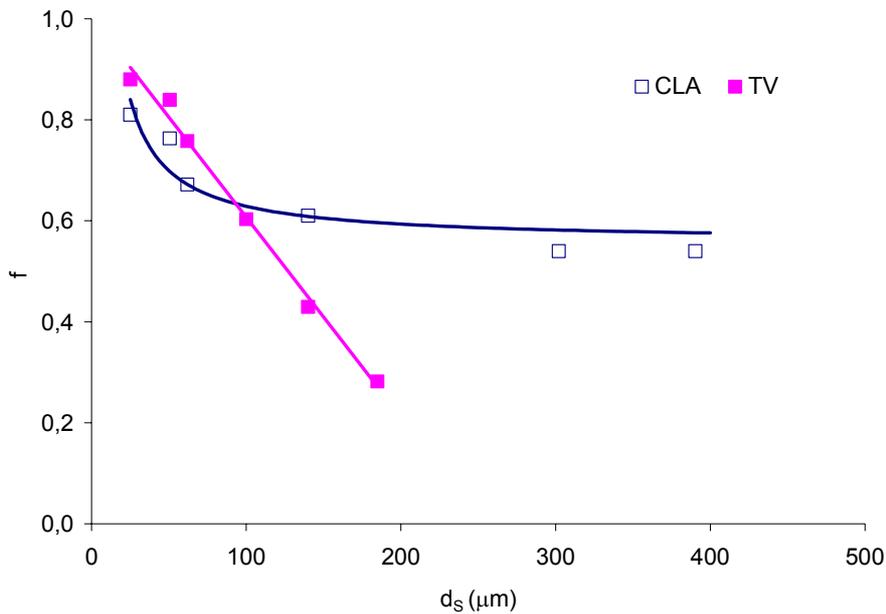


Figura 5.21 Evolución de los valores del parámetro f con los del diámetro de Sauter de las partículas. Ajuste de los valores obtenidos a las ecuaciones (5.9) y (5.10).

En lo que respecta a N_1 , que representa el número de golpes al que ya se ha eliminado el 63% de los poros o huecos grandes (apartado 2.2.2.6), en la Figura 5.22 se aprecia que dicho parámetro disminuye conforme aumenta el tamaño de partícula, tendiendo de forma asintótica a valores prácticamente constantes, para valores del tamaño medio partícula grandes. El hecho de que las curvas N_1 vs. d_s correspondientes a los dos tipos de llenado se crucen para valores de d_s próximos a $60-70 \mu\text{m}$, análogamente a como lo hacían las curvas f vs. d_s y las $\xi_{\text{máx}}$ vs. d_s parece indicar una cierta relación entre la estructura de poros del lecho inicial y la velocidad a la que éstos se eliminan. En efecto, para los polvos más finos ($d_s \leq 60-70 \mu\text{m}$) el procedimiento de llenado TV conduce a un lecho de partículas más poroso, que contiene un volumen mayor de bóvedas, huecos y poros grandes (menor ϕ_0 y f más alto), que el que se obtiene mediante el proceso CLA, lo

que ralentizaría la eliminación este tipo de porosidad (el valor de N_1 es más alto).

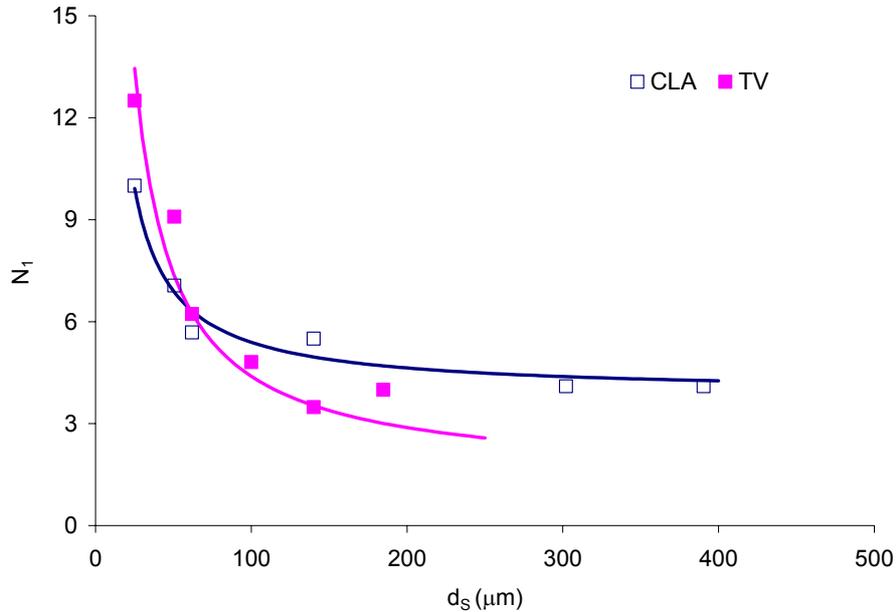


Figura 5.22 Variación de los valores de N_1 con los del tamaño de las partículas. Ajuste de los valores obtenidos a las ecuaciones (5.11) y (5.12).

La influencia del tamaño medio de partícula sobre N_1 puede describirse bien, para los procedimientos de llenado CLA y TV, mediante las ecuaciones respectivas:

$$N_1 - 3,9 = \frac{150}{d_s} \quad (5.11)$$

$$N_1 - 2,3 = \frac{265}{d_s} \quad (5.12)$$

El parámetro N_2 , que representa el valor del número de golpes al que se ha completado el 63% de la densificación por el segundo mecanismo, al igual que N_1 , también disminuye de forma asintótica con el tamaño medio de partícula (Figura 5.23), pero a diferencia de este último, su valor, como era de esperar, ya que caracteriza a la eliminación de la porosidad última y más fina, no se ve prácticamente afectado por el procedimiento empleado en preparar el lecho inicial del polvo.

Los resultados, para ambos tipos de experimentos, se han ajustado bien a la ecuación:

$$N_2 - 125 = \frac{3400}{d_s} \quad (5.13)$$

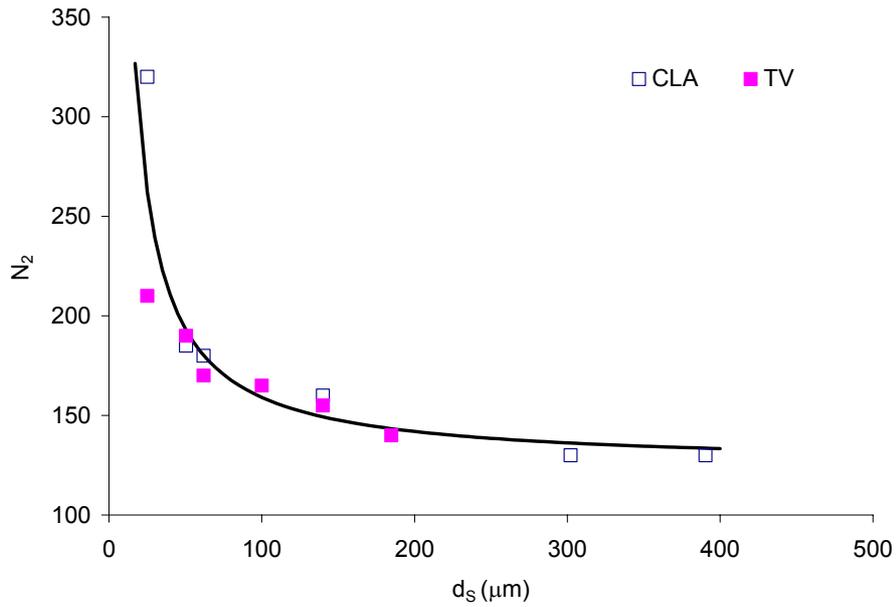


Figura 5.23 Variación de los valores de N_2 con los del diámetro de Sauter de las partículas. Ajuste de los valores obtenidos a la ecuación (5.13).

En las figuras 8.5 y 8.6 del Apéndice 8.6 se han representado, para todos los experimentos de densificación, junto a los valores experimentales de ϕ los calculados, utilizando para su estimación las relaciones entre los parámetros f , N_1 y N_2 y d_s dadas por las ecuaciones (5.9) a (5.13). Como puede comprobarse, el acuerdo entre los resultados experimentales y los calculados es muy bueno.

5.1.2. Lechos de polvos bimodales

En este apartado se estudia la densificación por “tapping” de lechos de polvos bimodales de partículas de cuarzo, determinando el efecto de la composición de la mezcla, X , y del tamaño de cada una de las fracciones, d_s , sobre la compacidad inicial, ϕ_0 , y final, ϕ_∞ , del lecho y sobre la cinética del proceso.

En numerosos trabajos de investigación^{183,184,185,70} se ha puesto de manifiesto que cuando se manipulan lechos con partículas de tamaño distinto, como es el caso de las mezclas binarias, éstas pueden segregarse con facilidad. Este fenómeno se ve favorecido por la fluidez del polvo y por la vibración del lecho. La segregación de las partículas condiciona la compacidad del lecho y, puesto que el objetivo de este trabajo no es estudiar este fenómeno, para tratar de minimizarlo o incluso eliminarlo, se ha utilizado únicamente como procedimiento de llenado el de caída libre y agitado.

5.1.2.1. Compacidad inicial

A partir de las fracciones granulométricas monomodales M1, M5 y M8 se han obtenido tres series de mezclas binarias mezclando dos a dos cada una de estas fracciones. Dentro de cada serie se han preparado cuatro mezclas de diferente composición expresadas en la forma de fracción másica, X , (o volumétrica ya que la densidad es constante) del componente más grueso.

En la Tabla 5.3 se presentan los valores experimentales de la compacidad inicial, ϕ_0 , de todos los lechos estudiados. Los valores de la compacidad corresponden a la media aritmética de, al menos, tres ensayos.

En la Figura 5.24, la Figura 5.25 y la Figura 5.26 se representan para cada serie los valores del volumen inicial específico del lecho, $1/\phi_0$, frente a la composición de la mezcla, X . En líneas discontinuas se representan los ajustes lineales por mínimos cuadrados de los puntos experimentales y, en líneas continuas, el comportamiento del lecho para el caso de mezcla ideal y de no mezcla (apartado 2.2.1.2.5).

Tabla 5.3 Compacidades iniciales, ϕ_0 , de lechos bimodales. Ensayos de “tapping”.

M1+M8	X	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
	ϕ_0	0,349	0,415	0,481	0,557	0,569	0,489
M1+M5	X	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
	ϕ_0	0,349	0,368	0,427	0,489	0,465	0,434
M5+M8	X	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
	ϕ_0	0,434	0,489	0,509	0,546	0,534	0,489

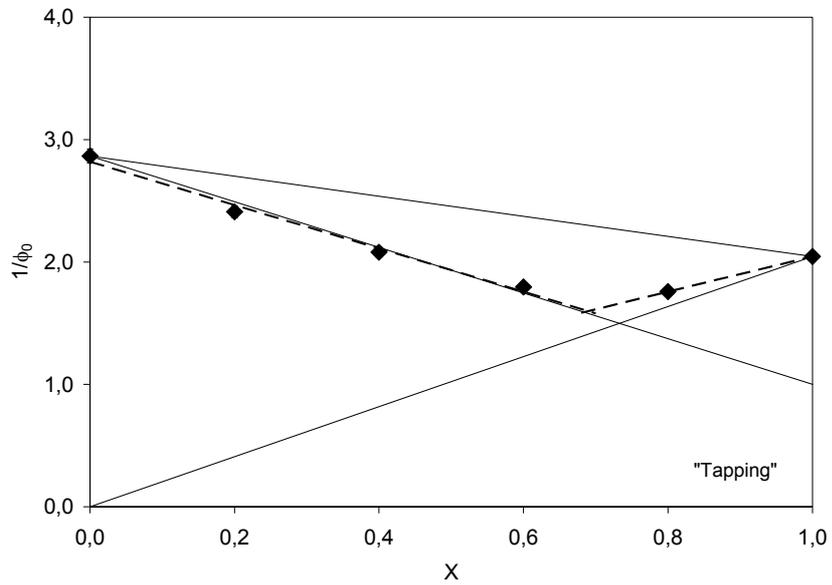


Figura 5.24 Variación de los valores del volumen inicial específico del lecho con los de la composición, para las composiciones del sistema M1+M8. Ensayos de "tapping".

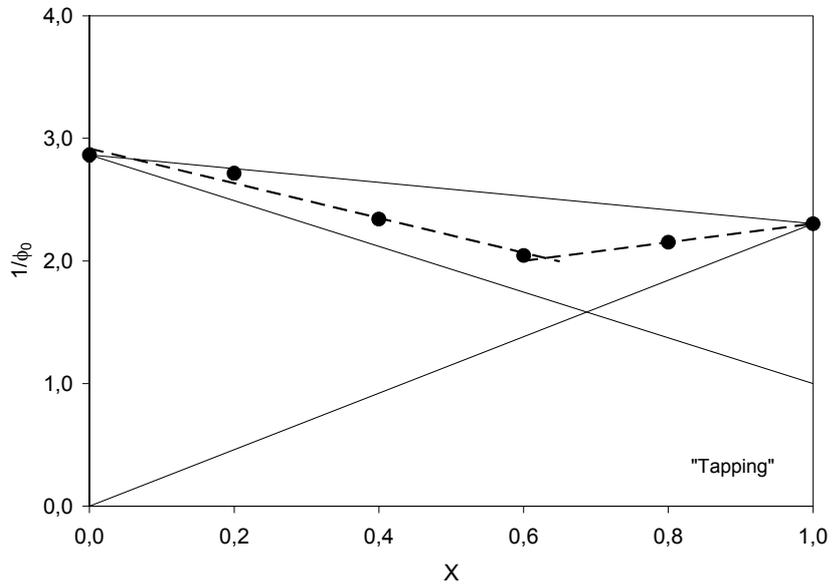


Figura 5.25 Variación de los valores del volumen inicial específico del lecho con los de la composición, para las composiciones del sistema M1+M5. Ensayos de "tapping".

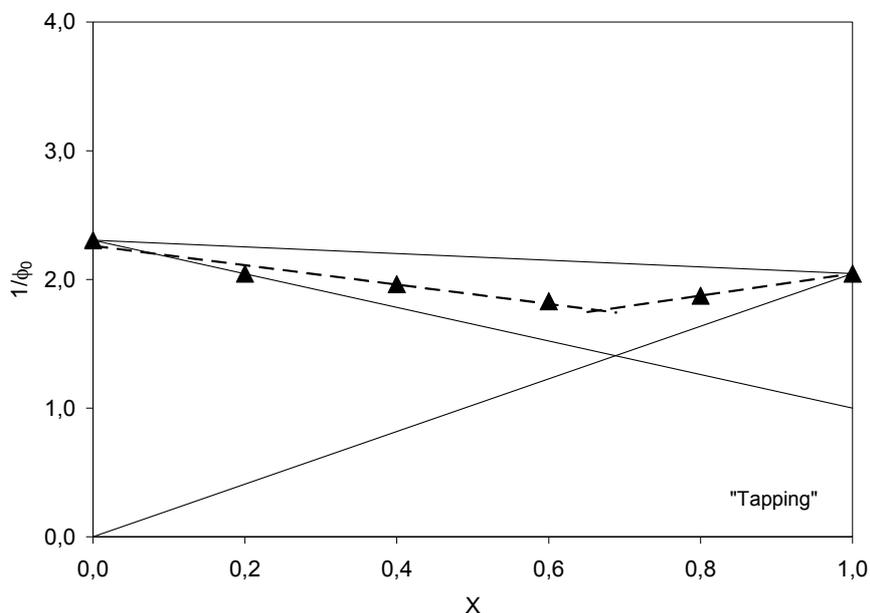


Figura 5.26 Variación de los valores del volumen inicial específico del lecho con los de la composición, para las composiciones del sistema M5+M8. Ensayos de "tapping".

Se comprueba que para los tres sistemas binarios estudiados, las curvas volumen inicial específico ($1/\phi_0$) vs. composición (X) se ajustan aceptablemente bien a líneas rectas de pendiente menor que la correspondiente a la mezcla ideal pero mayor que la que correspondería a un sistema completamente segregado o de no mezcla, tal y como se ha supuesto en la introducción.

Asimismo se aprecia que conforme aumenta la diferencia de tamaños medios entre los dos componentes, la variación del volumen específico del lecho con la composición, se aproxima más al correspondiente a la mezcla ideal, especialmente para valores de la composición, X , inferiores a la que se obtiene la máxima compacidad del lecho, X_m . Estos resultados son consistentes con los obtenidos por otros investigadores^{90, 91, 92}.

A la vista de la Figura 5.24, la Figura 5.25 y la Figura 5.26 para cada sistema binario se han calculado los valores del factor de eficacia de la mezcla, ϕ_0 , definido mediante la ec. (2.4) ajustando a la ecuación (2.10) los resultados experimentales correspondientes a las composiciones $X = 0, 0,2, 0,4$ y $0,6$ ($X < X_m$), utilizando, además, la ecuación (2.11). Para valores de $X = 0,8$ y $1,0$ ($X > X_m$), se ha calculado el factor de eficacia de la mezcla, ϕ_0' , empleando las ecuaciones (2.13) y (2.15). En la Tabla 5.4 se presentan estos resultados.

Tabla 5.4 Valores de los factores de eficacia, φ_0 y φ_0' , y de la razón de tamaños, d_s^F/d_s^G , para los tres sistemas binarios. Ensayos de "tapping".

Sistema binario	Razón de tamaños (d_s^F/d_s^G)	Factor de eficacia para $X < X_m$ (φ_0)	Factor de eficacia para $X > X_m$ (φ_0')
M1+M8	0,064	1,00	0,79
M1+M5	0,179	0,73	0,56
M5+M8	0,357	0,56	0,48

Se aprecia que para los tres sistemas binarios estudiados el factor de eficacia obtenido para el tramo $X > X_m$, al que corresponde un porcentaje pequeño de partículas finas, es sensiblemente menor que el del tramo $X < X_m$. Dicho fenómeno se debe probablemente a que las partículas pequeñas se adhieren a la superficie de las más grandes lo que provoca una dilatación de la estructura del lecho, tal y como se esquematiza en la Figura 2.8 y se sugiere en la bibliografía consultada⁸⁶⁻⁹².

Asimismo se aprecia que la diferencia entre los factores de eficacia, φ_0 y φ_0' , es menor para el sistema M5+M8 en el que el componente más fino (M5) posee un tamaño medio mayor que el correspondiente a las otras dos series (M1), lo que corrobora la explicación anterior, ya que cuanto menos cohesivo sea el polvo correspondiente a la fracción más fina, en menor medida se dará el fenómeno antes señalado.

Por otro lado, el factor de eficacia aumenta hasta alcanzar el valor de 1 conforme se incrementa la diferencia de tamaños de los dos componentes de las series o la relación de diámetros, d_s^F/d_s^G , disminuye, lo cual está de acuerdo con el efecto que ejerce dicha variable (d_s^F/d_s^G) sobre la compacidad del lecho descrito en la bibliografía^{74, 75, 85}.

Los valores experimentales de los factores de eficacia, φ_0 y φ_0' , se han tratado de relacionar con la razón de tamaños, d_s^F/d_s^G , mediante una ecuación del tipo:

$$\varphi_0 \text{ ó } \varphi_0' = 1 - \left(\frac{d_s^F}{d_s^G} \right)^n \quad (5.14)$$

En la selección de dicha ecuación se ha tenido en cuenta, además de la bondad del ajuste, que cumpliera dos condiciones. La primera que para valores pequeños de la razón de tamaños, el factor de eficacia fuese 1, ya que para estas condiciones el sistema debe comportarse como ideal. La segunda que, cuando el tamaño de los dos componentes es muy parecido, el factor de eficacia debe tender a 0.

En la Figura 5.27 se representan los valores de los factores de eficacia, φ_0 y φ_0' , frente a la razón de tamaños, d_s^F/d_s^G , de los componentes de la mezcla.

Las líneas continuas representan las ecuaciones de ajuste de los valores a la ec. (5.14). El valor de n obtenido para el factor de eficacia correspondiente al tramo $X < X_m$ (ϕ_0) es de 1, mientras que el correspondiente a ϕ_0' de 0,5.

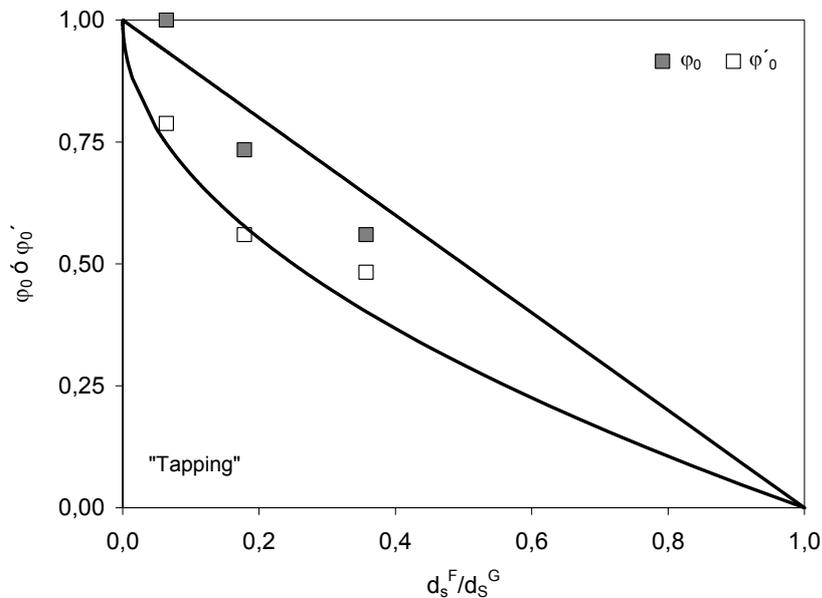


Figura 5.27 Variación de los valores de los factores de eficacia, ϕ_0 y ϕ_0' , con los de la razón de tamaños, d_s^F/d_s^G . Ajuste de los resultados obtenidos a la ecuación (5.14). Ensayos de "tapping".

A partir de las ecuaciones (2.10) y (2.12) de la introducción, de la ec. (5.3) del apartado 5.1.1.1 (que permite calcular la compacidad inicial de cada fracción monomodal, $\phi_0^{F \text{ ó } G}$, a partir del valor de d_s) y de la ec. (5.14) tomando como $n = 1$, se han calculado los valores de ϕ_0 para el tramo $X < X_m$. Del mismo modo se calculan los valores de ϕ_0 para el tramo $X > X_m$ (ecuaciones (2.13) y (2.15) de la introducción, ec. (5.3) del apartado 5.1.1.1 y considerando $n = 0,5$ en la ec. (5.14)). En la Figura 5.28 se comparan los valores de ϕ_0 obtenidos experimentalmente y los calculados. Como puede comprobarse el acuerdo entre ambos es bueno. Siendo bajas, las mayores discrepancias corresponden a composiciones cercanas a X_m , debido a que la forma en la que varía la compacidad con la composición de las mezclas es, en realidad, una curva y, en este trabajo, por simplicidad, se ha aproximado a dos líneas rectas.

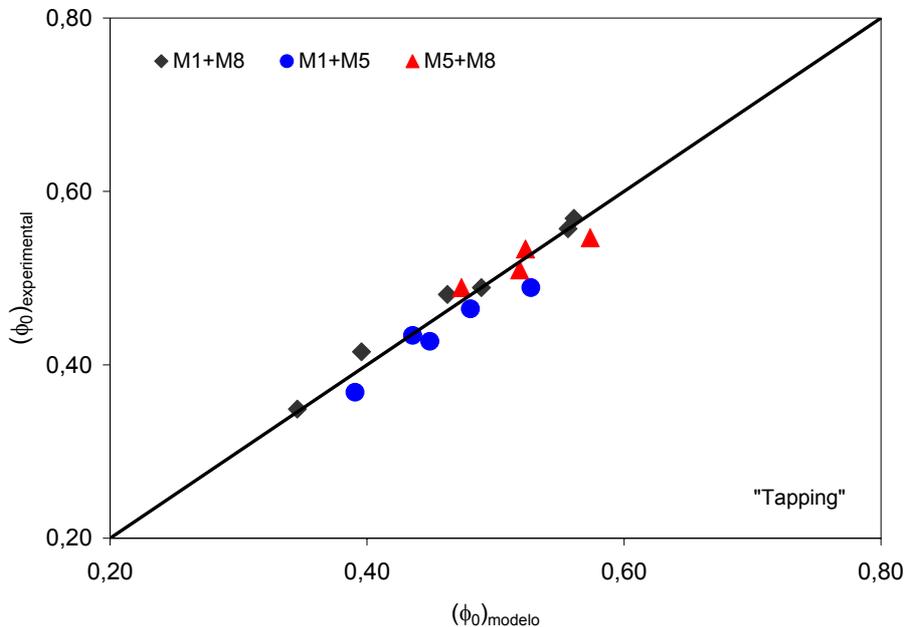


Figura 5.28 Comparación de los resultados experimentales, $(\phi_0)_{\text{experimental}}$ con los calculados mediante las ecuaciones (2.10) y (2.13), $(\phi_0)_{\text{modelo}}$. Ensayos de "tapping".

5.1.2.2. Compacidad final

En la Tabla 5.5 se presentan los valores de la compacidad final, ϕ_{∞} , del lecho para los diferentes polvos estudiados; se incluyen los valores de la compacidad inicial, ϕ_0 , y del índice de Hausner, IH. Los valores de la compacidad son la media aritmética de, al menos, tres ensayos.

Siguiendo el mismo procedimiento que en el apartado anterior, en la Figura 5.29, la Figura 5.30 y la Figura 5.31 se representan, para los tres sistemas binarios estudiados, la variación del volumen final específico del lecho, $1/\phi_{\infty}$, en función de la composición de la mezcla, X .

En general se aprecia que el comportamiento de los lechos de polvo una vez compactados se aproxima mucho más al ideal que el de lechos resultantes de la operación de llenado, descritos anteriormente. En efecto, para el sistema M1+M8 (Figura 5.29) en el que el tamaño de las fracciones es el más diferente, la variación que sigue el volumen específico con la composición coincide con el comportamiento ideal. Para los otros dos sistemas, con relaciones de tamaño más parecidas, el comportamiento, aunque no es el ideal, se aproxima mucho más que en el caso de la compacidad inicial, como puede comprobarse si se comparan la Figura 5.25 y la Figura 5.26 con la Figura 5.30 y la Figura 5.31 respectivamente.

Tabla 5.5 Valores de ϕ_∞ , ϕ_0 e IH correspondientes a los polvos estudiados. Ensayos de "tapping".

M1+M8	X	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
	ϕ_0	0,349	0,415	0,481	0,557	0,569	0,489
	ϕ_∞	0,496	0,555	0,619	0,707	0,689	0,551
	IH	1,42	1,34	1,29	1,27	1,21	1,13
M1+M5	X	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
	ϕ_0	0,349	0,368	0,427	0,489	0,465	0,434
	ϕ_∞	0,496	0,527	0,592	0,644	0,606	0,530
	IH	1,42	1,43	1,39	1,32	1,30	1,22
M5+M8	X	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
	ϕ_0	0,434	0,489	0,509	0,546	0,534	0,489
	ϕ_∞	0,530	0,569	0,605	0,641	0,637	0,551
	IH	1,22	1,16	1,19	1,17	1,19	1,13

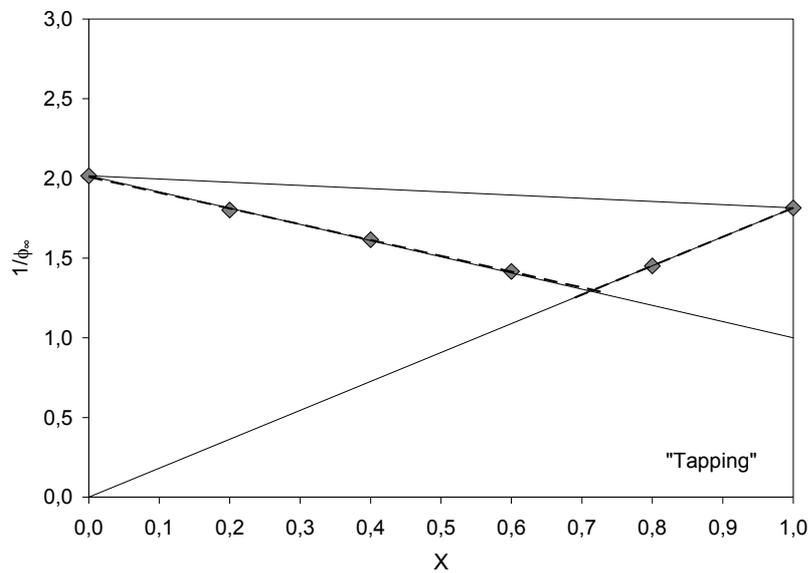


Figura 5.29 Variación de los valores del volumen final específico del lecho con los de la composición, para las composiciones del sistema M1+M8. Ensayos de "tapping".

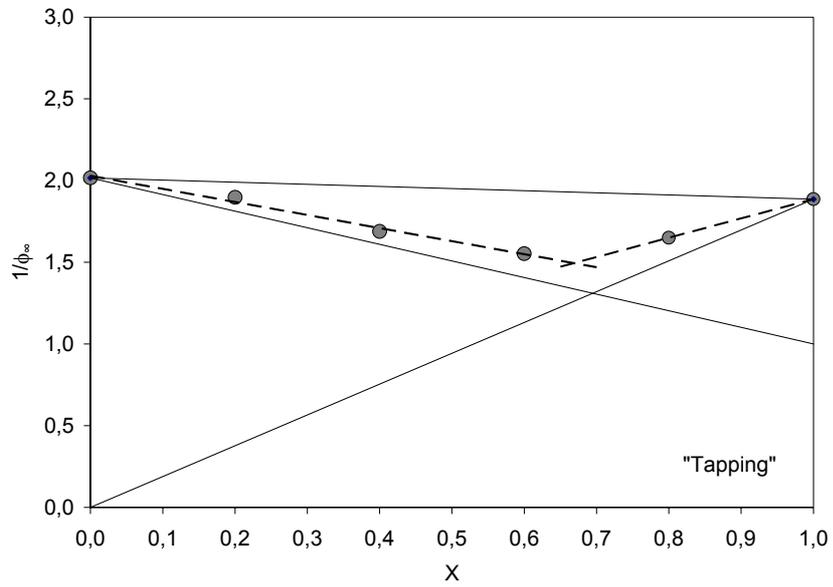


Figura 5.30 Variación de los valores del volumen final específico del lecho con los de la composición, para las composiciones del sistema M1+M5. Ensayos de "tapping".

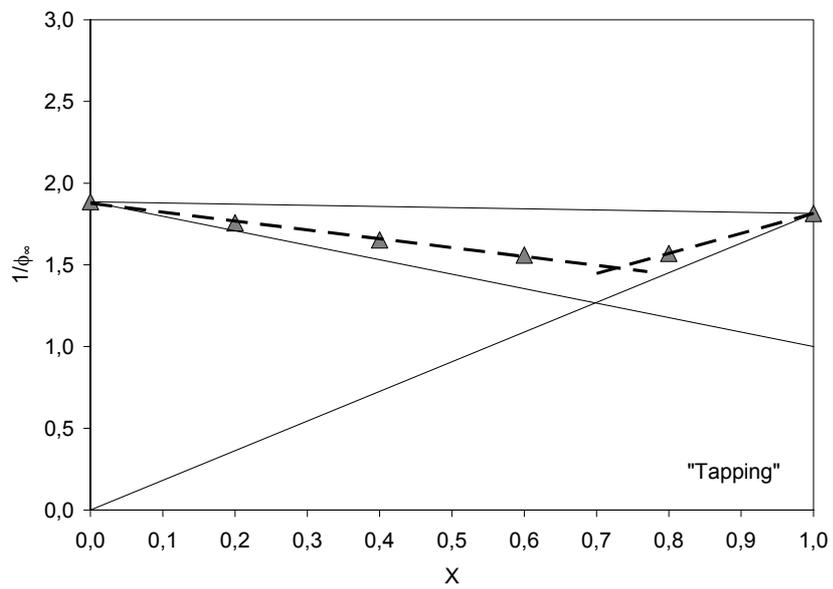


Figura 5.31 Variación de los valores del volumen final específico del lecho con los de la composición, para las composiciones del sistema M5+M8. Ensayos de "tapping".

En la Tabla 5.6 se detallan los valores de los factores de eficacia correspondientes al tramo de composición $X < X_m$ (ϕ_∞) y de $X > X_m$ (ϕ_∞'), para los tres sistemas estudiados.

Tabla 5.6 Valores de los factores de eficacia, ϕ_∞ y ϕ_∞' y de la razón de tamaños, d_s^F/d_s^G , para los tres sistemas binarios. Ensayos de "tapping".

Sistema binario	Razón de tamaños (d_s^F/d_s^G)	Factor de eficacia para $X < X_m$ (ϕ_∞)	Factor de eficacia para $X > X_m$ (ϕ_∞')
M1+M8	0,064	0,99	0,99
M1+M5	0,179	0,75	0,70
M5+M8	0,357	0,69	0,60

Como era de esperar, para cada sistema los valores son más altos que los calculados a partir de los valores de la compacidad inicial (Tabla 5.4). Además, para cada sistema binario, los valores del factor de eficacia correspondientes a uno y otro tramo son prácticamente iguales, si se tiene en cuenta el error experimental. Esto viene a corroborar que la causa de las diferencias en estos factores calculados para las compacidades iniciales, ϕ_0 y ϕ_0' , era la adhesión de las partículas más pequeñas a la superficie de las grandes. En efecto, durante el proceso de densificación muchas de estas partículas pequeñas deben despegarse de las más grandes, pasando a ocupar los huecos entre éstas lo que se traduce en que los factores de eficacia de uno y otro tramo tiendan a igualarse y sean mayores que los correspondientes al lecho inicial.

Análogamente a como se hizo en el apartado anterior y a la vista de los resultados de la Tabla 5.6, los valores de ϕ_∞ y ϕ_∞' se han ajustado a la ec. (5.14), resultando un buen ajuste con un valor de $n = 1$.

A partir de las ecuaciones (2.10) y (2.12) de la introducción, la ec. (5.4) del apartado 5.1.1.2 (que permite calcular la compacidad final de cada fracción monomodal ($\phi_\infty^{F \text{ ó } G}$) a partir del valor de d_s) y la ec. (5.14) tomando como $n = 1$, se han calculado los valores de ϕ_∞ para el tramo $X < X_m$. Del mismo modo se calculan los valores de ϕ_∞ para el tramo $X > X_m$. (ecuaciones (2.13) y (2.15) de la introducción, ec. (5.4) del apartado 5.1.1.2 y considerando $n = 1$ en la ec.(5.14)). En la Figura 5.32 se comparan los valores de ϕ_∞ obtenidos experimentalmente y los calculados. Como puede comprobarse el acuerdo entre ambos es bueno. Al igual que en el caso de la compacidad inicial, las mayores discrepancias, aún siendo bajas, corresponden a composiciones cercanas a X_m .

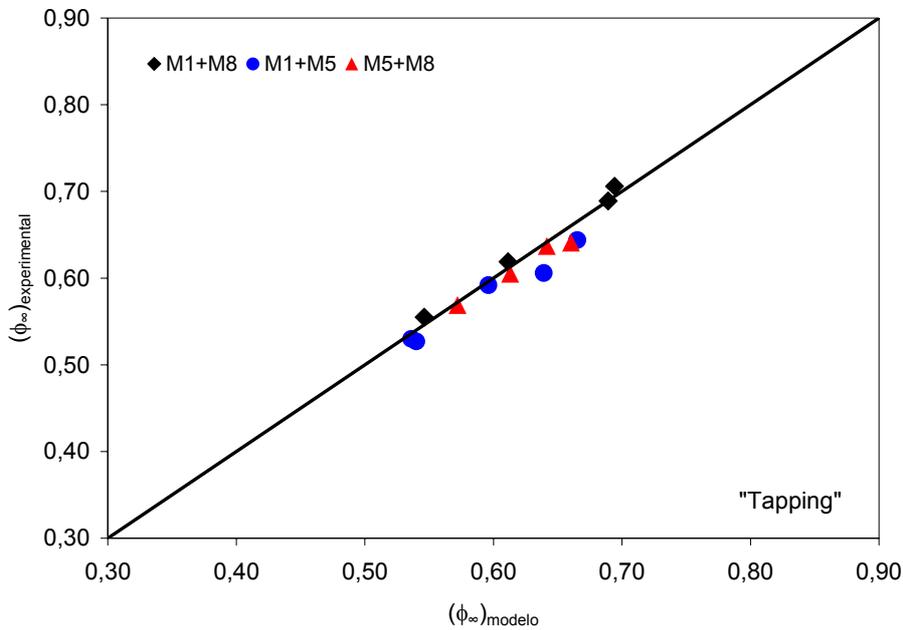


Figura 5.32 Comparación de los resultados experimentales $(\phi_{\infty})_{\text{experimental}}$ con los calculados mediante las ecuaciones (2.10) y (2.13), $(\phi_{\infty})_{\text{modelo}}$. Ensayos de "tapping".

5.1.2.3. Índice de Hausner

En la Figura 5.33 se ha representado la variación que sigue el índice de Hausner, IH, de las mezclas analizadas con su composición, X. En la misma se han delimitado las zonas que caracterizan el comportamiento de los materiales, de acuerdo con la clasificación recogida en la introducción (Tabla 2.3). Se aprecia que el índice de Hausner disminuye, de forma prácticamente lineal con la composición, X. Para todo el intervalo de composiciones los mayores valores del índice de Hausner, y por tanto los polvos con menor fluidez, corresponden a las mezclas M1+M5, los de fluidez intermedia a las mezclas M1+M8 y los de mayor fluidez son los que se han obtenido con las fracciones de mayor tamaño (M5+M8).

Asimismo se aprecia que sólo los polvos que contienen una elevada proporción de la fracción más fina estudiada (más del 80% de M1), pueden considerarse cohesivos, de acuerdo con esta clasificación. Por el contrario, todas las mezclas obtenidas por combinación de las fracciones más gruesas (M5+M8) presentan un flujo libre. El comportamiento del resto de las mezclas puede considerarse intermedio o de transición.

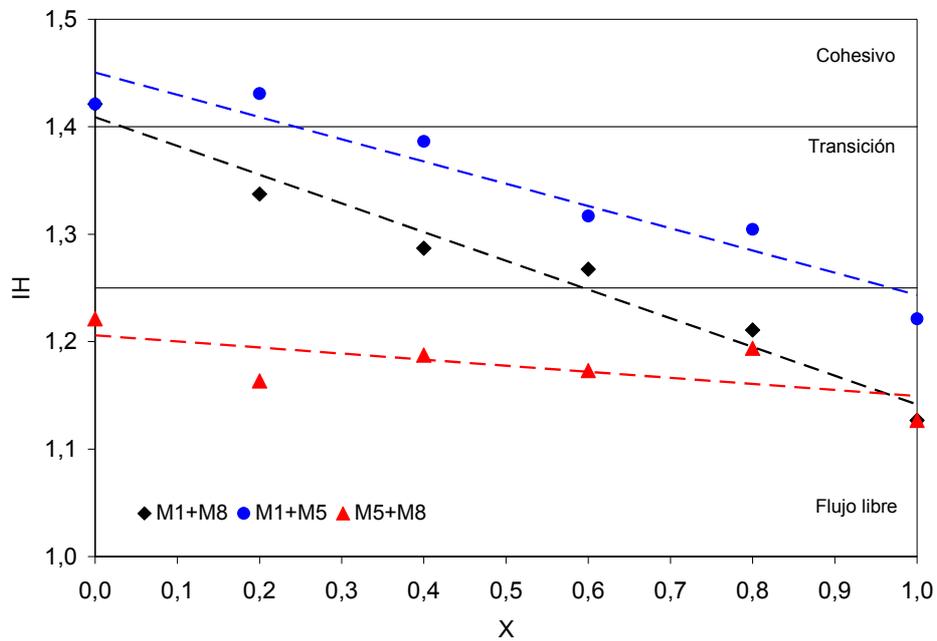


Figura 5.33 Evolución de los valores del índice de Hausner con los de la composición de las mezclas.

Análogamente a como se hizo en el apartado 5.1.1.3, en la Figura 5.34, se han representado los valores experimentales del índice de Hausner (IH) obtenidos para todas las mezclas frente al diámetro medio superficial de Sauter (d_s), calculado de acuerdo con la ec. (4.3). En la misma se han representado también los resultados obtenidos siguiendo el mismo procedimiento de llenado (CLA) para los polvos monomodales que se detallan en la tabla 5.2.

Se comprueba que todos los resultados se ajustan muy bien a una única curva, lo que indica que el diámetro medio superficial para los polvos de la misma naturaleza, independientemente de que sean mezclas o no, determina el índice de Hausner y, en consecuencia, la fluidez.

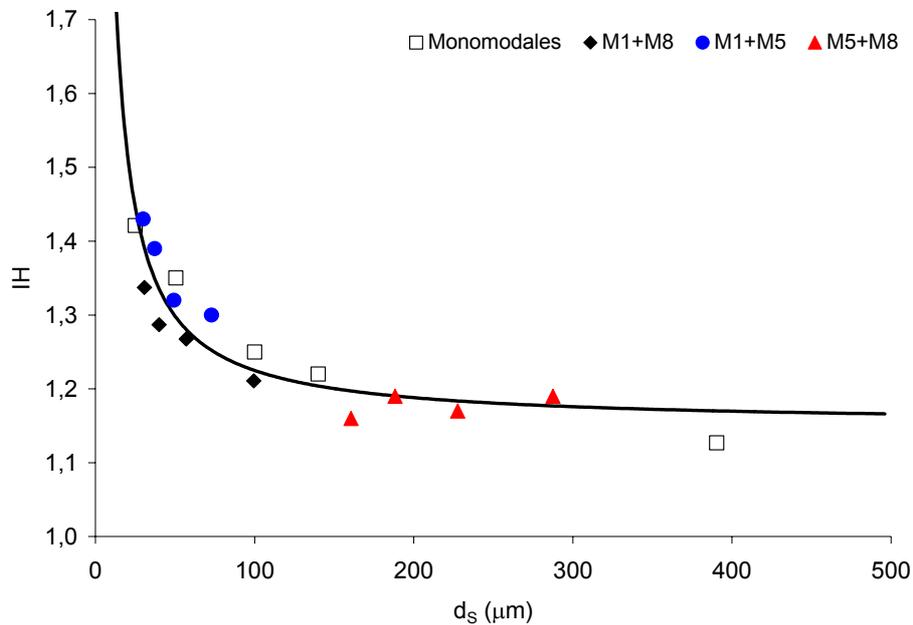


Figura 5.34 Variación de los valores del Índice de Hausner con el diámetro de Sauter. Ajuste de los valores experimentales a la ecuación (5.15).

La relación entre el índice de Hausner (IH) y el diámetro de Sauter (d_s) obtenida por ajuste de todos los valores experimentales ha sido:

$$IH - 1,15 = \frac{7,4}{d_s} \quad (5.15)$$

Al comparar esta ecuación con la ec. (5.6), obtenida para los lechos monomodales, se comprueba que el valor asintótico de ambas es el mismo (1,15). En cambio, al introducir nuevos valores en el ajuste, el otro parámetro de la ecuación ha disminuido sensiblemente, de 10,5 a 7,4 μm .

5.1.2.4. Cinética de densificación por "tapping"

A la vista de los resultados obtenidos en el apartado 5.1.1.4, los resultados de los experimentos de densificación correspondientes a las tres series de mezclas binarias (M1+M8), (M1+M5) y (M5+M8) se han ajustado a la ecuación (2.37), representativa del modelo cinético propuesto. Como puede comprobarse en la Figura 5.35, la Figura 5.36 y la Figura 5.37 el acuerdo entre los valores experimentales y los calculados utilizando las ecuaciones (2.37) y (2.38) es muy bueno, al igual que ocurría en el caso de polvos monomodales.

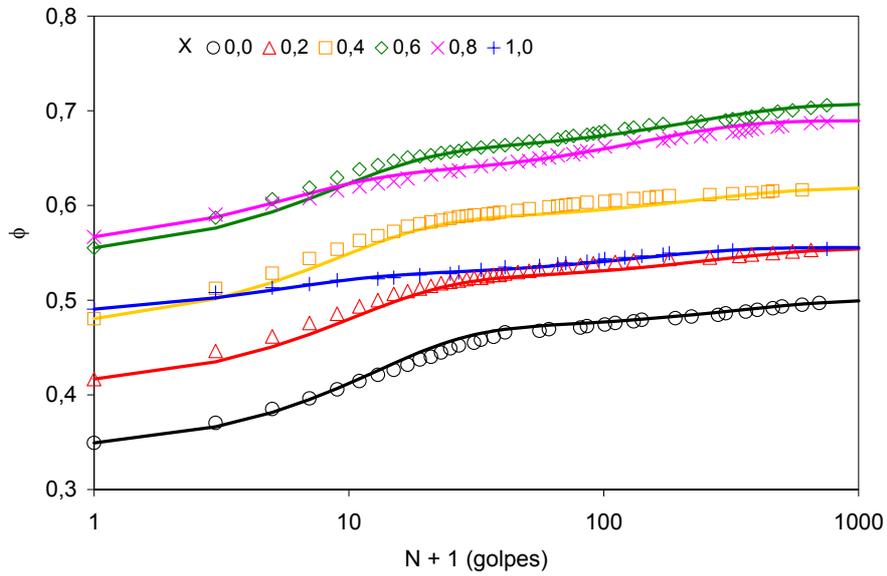


Figura 5.35 Variación de los valores de la compacidad con el número de golpes. Ajuste de los datos experimentales al modelo propuesto (ecuaciones (2.37) y (2.38)) para las mezclas M1+M8.

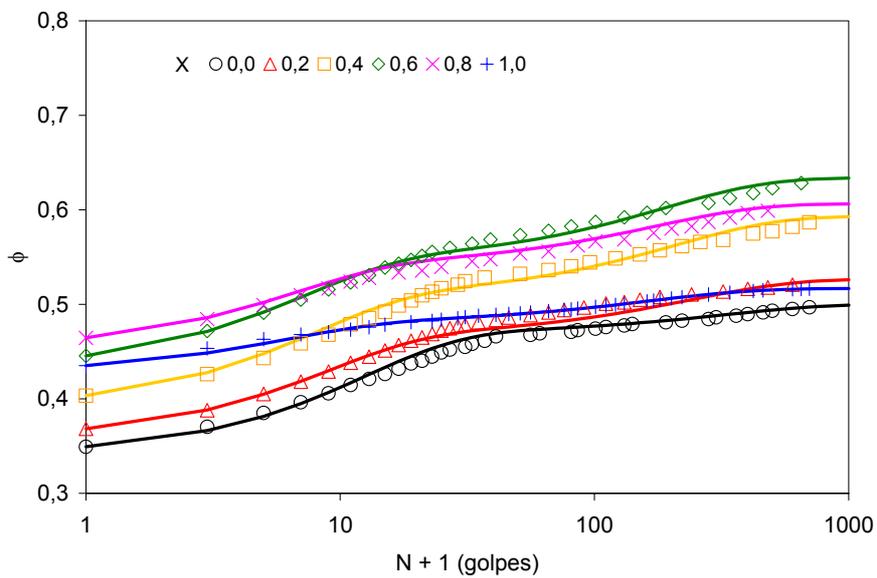


Figura 5.36 Variación de los valores de la compacidad con el número de golpes. Ajuste de los datos experimentales al modelo propuesto (ecuaciones (2.37) y (2.38)) para las mezclas M1+M5.

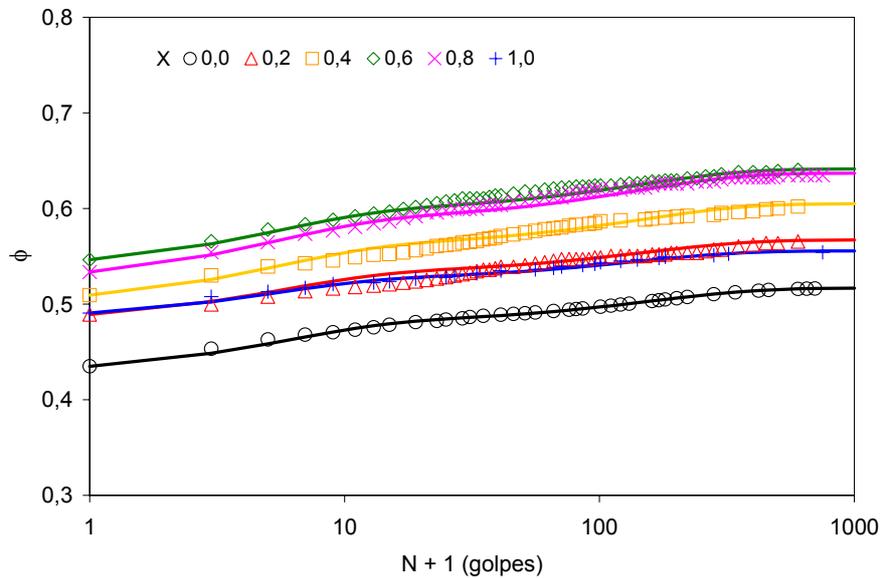


Figura 5.37 Variación de los valores de la compacidad con el número de golpes. Ajuste de los datos experimentales al modelo propuesto (ecuaciones (2.37) y (2.38)) para las mezclas M5+M8.

En la Figura 5.38 se representan, frente a la composición de la mezcla, X , los valores de la fracción de porosidad inicial eliminada durante la densificación, ξ_{∞} , obtenidos a partir de los valores experimentales de ϕ_0 y ϕ_{∞} , empleando la ecuación 2.38.

Como era de esperar, los valores de ξ_{∞} correspondientes a las mezclas son siempre mayores que los de los componentes individuales. Asimismo, los valores máximos de estas curvas se presentan para valores de la composición de la mezcla, X_m , a los que el lecho alcanza la máxima compacidad, tanto inicial, ϕ_0 , como final, ϕ_{∞} . Este comportamiento es consecuencia del efecto que ejerce la composición de la mezcla sobre la compactación del lecho, tratado en el apartado anterior.

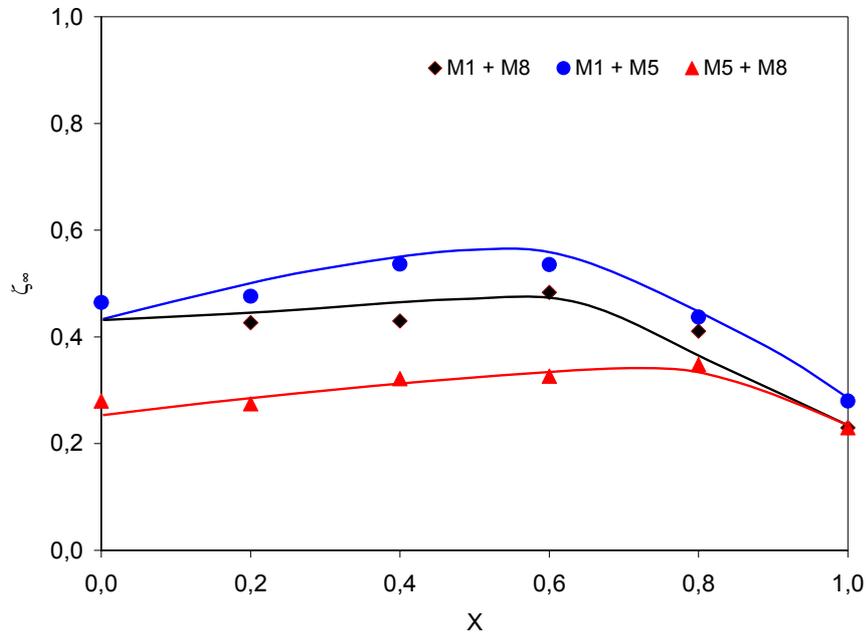


Figura 5.38 Variación de los valores de ζ_{∞} , con la composición de la mezcla para los tres sistemas binarios estudiados.

En la Figura 5.39 se representa, frente a la composición de las mezclas, X , los valores del parámetro de ajuste f , representativo de la fracción de la densificación total que se desarrolla por el primer mecanismo y que se asocia con la eliminación temprana y completa de los huecos, poros grandes y bóvedas. Se aprecia que f varía de forma aproximadamente lineal con la composición. Únicamente para la mezcla (M1+M8) y para valores de X pequeños, los valores de f se desvían significativamente de la linealidad. A la vista de los resultados obtenidos para polvos monomodales (apartado 5.1.1.4) los valores de f se han representado frente a los valores de los diámetros de Sauter de las mezclas. En la Figura 5.40 se representan estos resultados junto con los obtenidos para polvos monomodales.

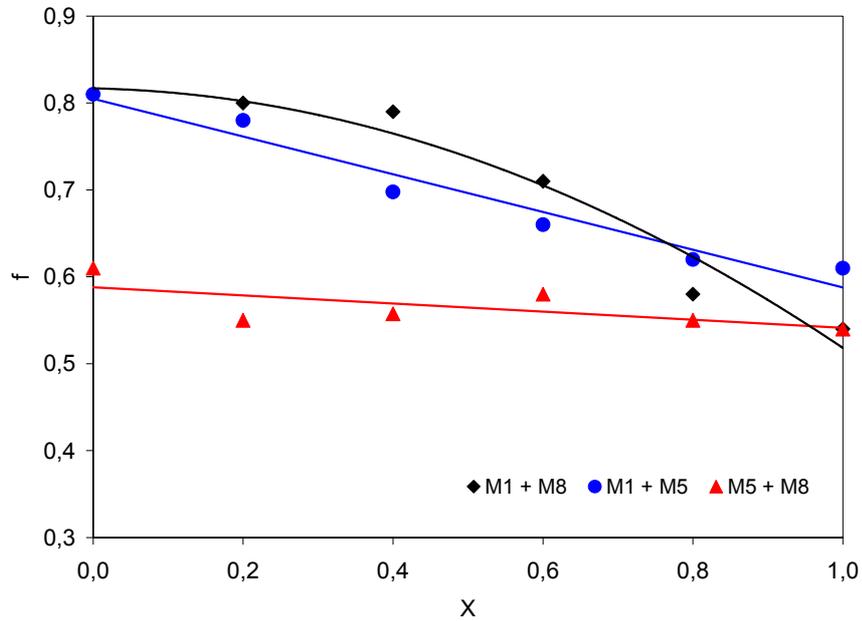


Figura 5.39 Variación de los valores del parámetro f con la composición de las mezclas para los tres sistemas binarios estudiados.

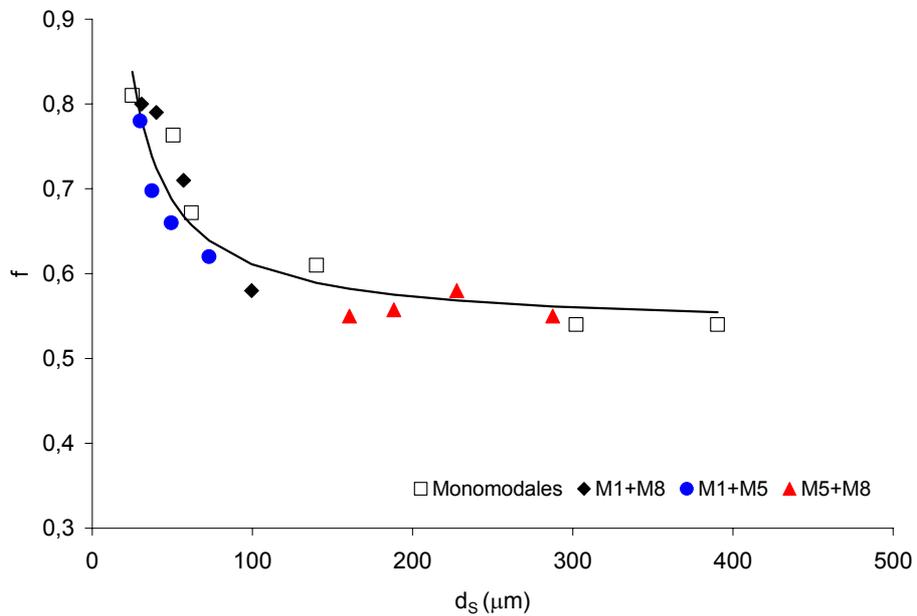


Figura 5.40 Variación de los valores del parámetro f con los del diámetro de Sauter de todos los lechos estudiados. Ajuste de los valores obtenidos a la ecuación (5.16).

Todos los valores de f se han ajustado a una única curva, cuya ecuación es:

$$f - 0,54 = \frac{7,55}{d_s} \quad (5.16)$$

Se comprueba, por consiguiente que el valor del parámetro f , íntimamente relacionado con la formación y posterior eliminación temprana de bóvedas, huecos y poros grandes que se originan en el lecho inicial de las partículas, debido a las fuerzas de adhesión entre ellas, depende de la inversa del tamaño de las partículas, siendo dicha relación independiente de la composición de la mezcla. Dicho comportamiento es análogo al que sigue el índice de Hausner, I_H , con dicha variable, d_s (Figura 5.34), ec. (5.15)

En lo que respecta al parámetro de ajuste N_1 , representativo del número de golpes al que ya se ha eliminado un 63% de la porosidad más gruesa, en la Figura 5.41 se comprueba que N_1 sigue una variación prácticamente lineal con la composición de la mezcla, X .

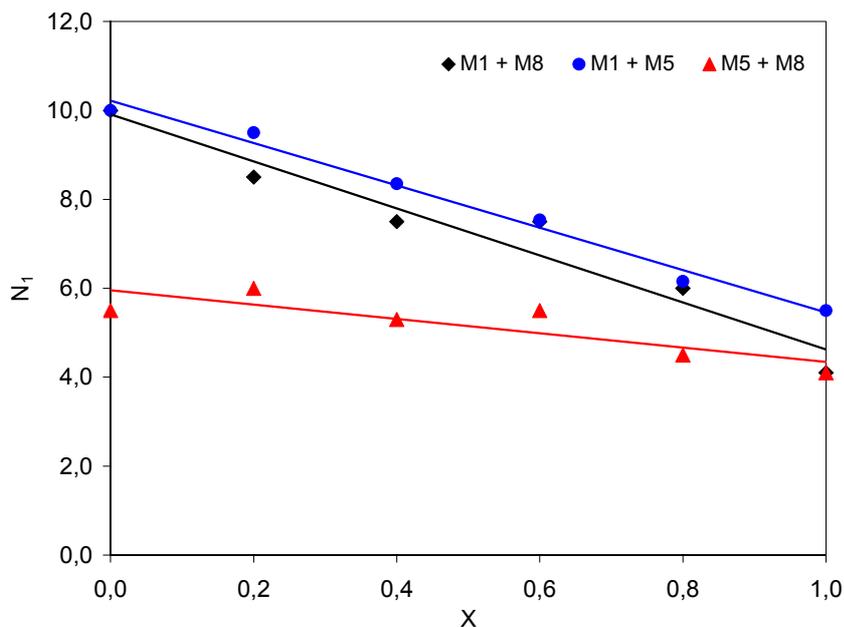


Figura 5.41 Variación de los valores del parámetro N_1 con la composición de las mezclas para los tres sistemas binarios estudiados.

Análogamente a como se hizo en el apartado 5.1.1.4.4 para lechos monomodales, en la Figura 5.42 se han representado los valores de N_1 frente a los del tamaño medio superficial, d_s , de las distintas mezclas. Se incluyen en esta gráfica los valores de N_1 obtenidos para los polvos monomodales (apartado 5.1.1.4.4). Se comprueba que, al igual que ocurría

con el parámetro f , todos los valores de N_1 se pueden ajustar a una única curva, cuya ecuación es:

$$N_1 - 4,3 = \frac{142}{d_s} \quad (5.17)$$

Así pues, se comprueba que el parámetro cinético N_1 , íntimamente relacionado con la velocidad a la que se eliminan las bóvedas, huecos y poros más gruesos, al igual que ocurre con el parámetro f , depende de la inversa del tamaño de partícula, siendo dicha relación independiente de la composición de la mezcla.

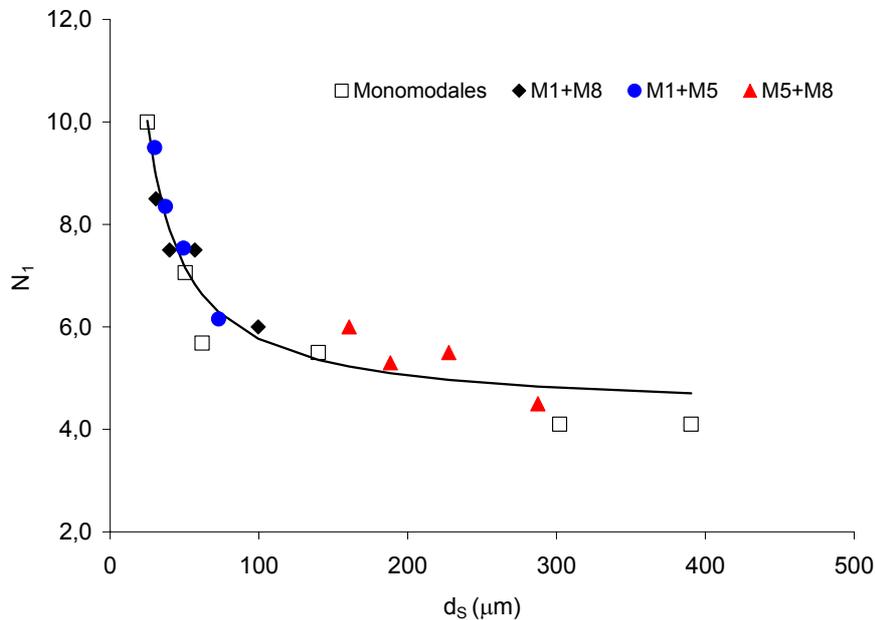


Figura 5.42 Variación de los valores del parámetro N_1 con los del tamaño de las partículas para todos los lechos estudiados. Ajuste de los resultados a la ecuación (5.17).

Como era de esperar, el efecto de X y de d_s sobre el parámetro de ajuste N_2 , representativo del número de golpes al que se ha completado el 63% de la densificación por el segundo mecanismo, sigue la misma tendencia que la observada para f y para N_1 , tal como se comprueba en la Figura 5.43 y la Figura 5.44. También en este caso la relación entre N_2 y d_s es independiente de la composición de la mezcla y puede describirse mediante la ecuación:

$$N_2 - 120 = \frac{4700}{d_s} \quad (5.18)$$

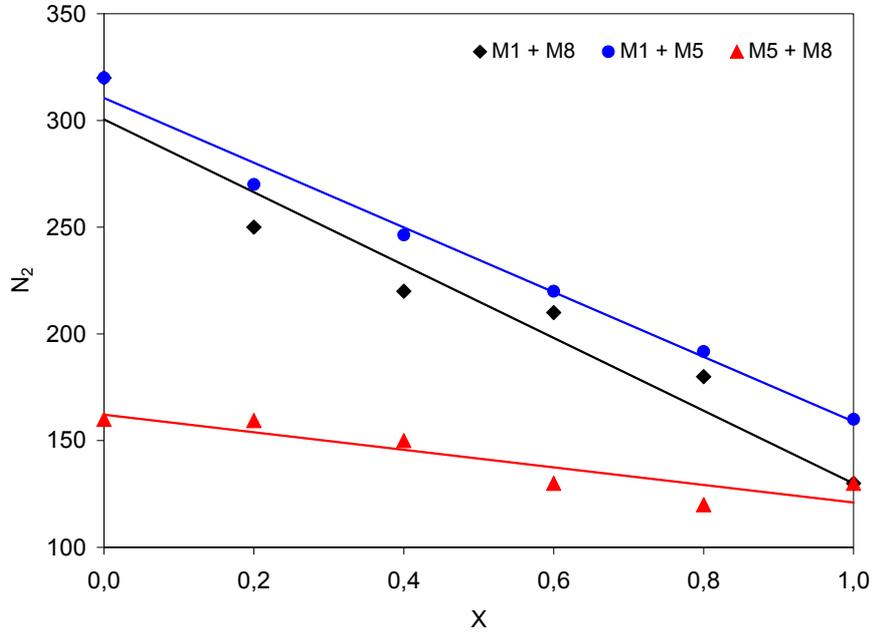


Figura 5.43 Variación de los valores del parámetro N_2 con la composición de las mezclas para los tres sistemas binarios estudiados.

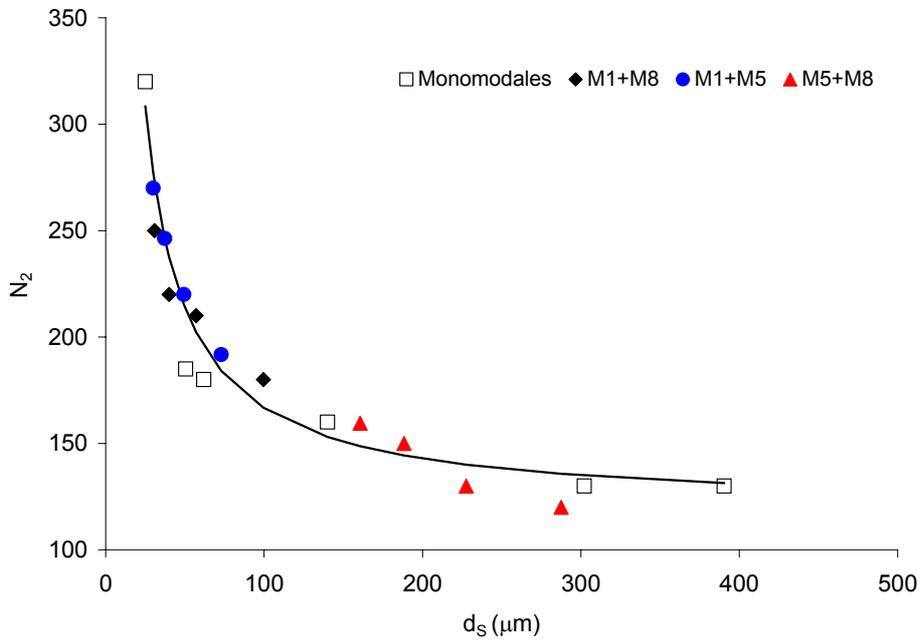


Figura 5.44 Variación de los valores del parámetro N_2 con los del tamaño de las partículas para todos lechos. Ajuste de los resultados a la ecuación (5.18).

En las Figuras 8.7, 8.8 y 8.9 del Apéndice 8.7 se han representado para todas las mezclas estudiadas, los valores experimentales de ϕ frente a los calculados, utilizando para su estimación las relaciones entre los parámetros f , N_1 y N_2 y d_s dadas por las ecuaciones (5.16), (5.17) y (5.18). Como puede comprobarse, pese a la simplicidad y aplicabilidad de estas relaciones, el acuerdo entre los valores experimentales y los calculados es bastante bueno.

5.2. Flujo y densificación de lechos de partículas sometidos simultáneamente a tensiones normales y de cizalla

Para estudiar el comportamiento de lechos de partículas sometidos simultáneamente a tensiones normales y de cizalla se ha utilizado la célula rotacional descrita en el apartado 4.3 de este trabajo. Para validar los ensayos de fluencia se ha utilizado un polvo patrón empleado para calibrar la célula de Jenike, constituido por partículas de carbonato de calcio de tamaño medio aproximado de 4 μm y de características perfectamente especificadas y constantes¹⁸⁰. Los resultados obtenidos con este material también se han empleado para seleccionar la ecuación que mejor describe la curva de fluencia de un lecho.

Con vistas a establecer relaciones entre el comportamiento de los lechos durante el proceso de compactación por “tapping” y cuando se les somete simultáneamente a tensiones normales y de cizalla, se han estudiado los mismos polvos, tanto monomodales como las mezclas de éstos, que en el apartado anterior.

5.2.1. Comprobación de la validez de los ensayos de fluencia realizados con la célula rotacional

Como ya se ha comentado en el procedimiento experimental, algunos investigadores han encontrado ciertas discrepancias entre las curvas de fluencia obtenidas por la célula de Jenike y la célula rotacional utilizada en este trabajo^{178, 179}.

Para tratar de validar los resultados obtenidos con la célula rotacional o en su caso determinar las diferencias existentes entre éstos y los obtenidos con la célula de Jenike, se han realizado experimentos con la célula rotacional utilizando el polvo patrón antes señalado. El procedimiento operacional seguido ha sido idéntico al descrito en el Report EUR 14022 EN¹⁸⁰, en el que se recogen las curvas de fluencia, elaboradas y contrastadas para este mismo polvo por diferentes laboratorios, empleando la célula de Jenike.

Para ello se han determinado las curvas de fluencia de lechos consolidados inicialmente a las siguientes tensiones normales (σ_c): 3, 6, 9, 15, 20 y 25 kPa. Para cada σ_c se han realizado cinco experimentos, con vistas a determinar el error experimental y compararlo con el que se obtiene con la célula de Jenike según el informe antes citado. En el apéndice 8.8 se detallan los resultados obtenidos en estos experimentos.

En la Figura 5.45 se han representado las curvas de fluencia correspondientes a 3, 6, 9 y 15 kPa obtenidas experimentalmente con la célula rotacional, junto a las correspondientes a la célula de Jenike recogidas en el informe citado anteriormente¹⁸⁰. En esta representación se han incluido las barras de error correspondientes a los ensayos obtenidos utilizando la célula de Jenike.

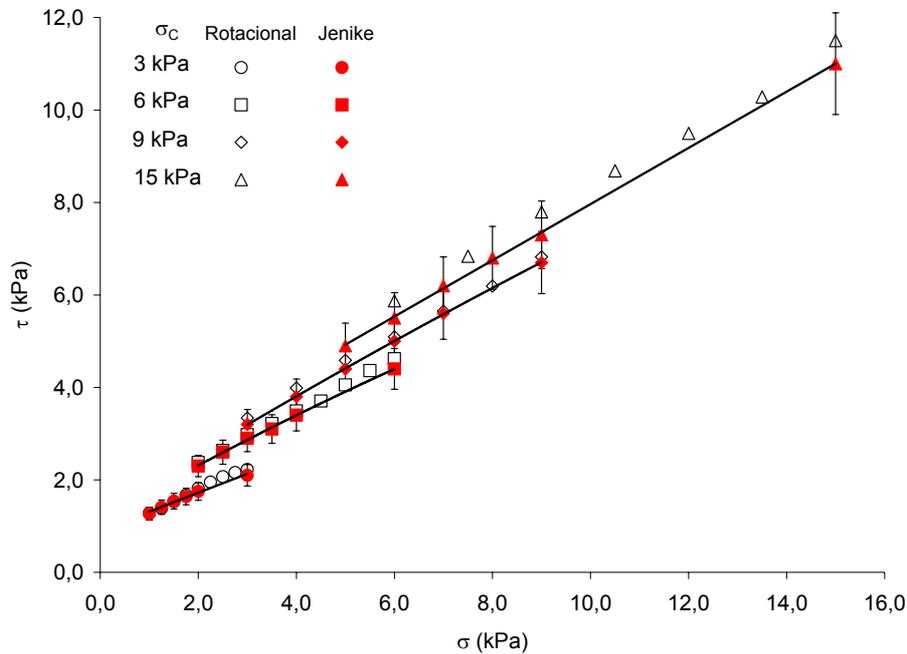


Figura 5.45 Comparación de los resultados obtenidos con las dos células de cizalla.

En esta figura se aprecia que, para todas las curvas de fluencia, los puntos experimentales correspondientes a los valores medios de tensión de fluencia (τ) medidos con la célula rotacional, se encuentran dentro de los márgenes de error obtenidos con la célula de Jenike, siendo en muchos casos prácticamente coincidentes. En consecuencia, puede concluirse que los resultados obtenidos por ambos equipos, al menos para el intervalo de tensiones analizado, son equivalentes.

Para comparar la repetibilidad de las medidas obtenidas en uno y otro equipo, en la Figura 5.46 se representa la evolución de los errores relativos correspondientes a las tensiones de fluencia (ϵ_r) en función de dichas tensiones (τ). Se aprecia que el error relativo es siempre inferior al 5% en ambos equipos. Asimismo puede observarse que el error relativo disminuye ligeramente conforme se incrementa la tensión de fluencia. Finalmente, es de destacar que los errores correspondientes a la célula rotacional (símbolos huecos) son menores que los de la célula de Jenike (símbolos rellenos).

En esta misma figura se incluyen los resultados correspondientes a las curvas de fluencia obtenidas con la célula rotacional para tensiones normales iniciales utilizadas en la preparación del polvo, σ_c , de 20 y 25 kPa, ya que éstas son las variables de operación que serán empleadas en este trabajo para determinar el efecto de las características del lecho sobre su comportamiento al flujo.

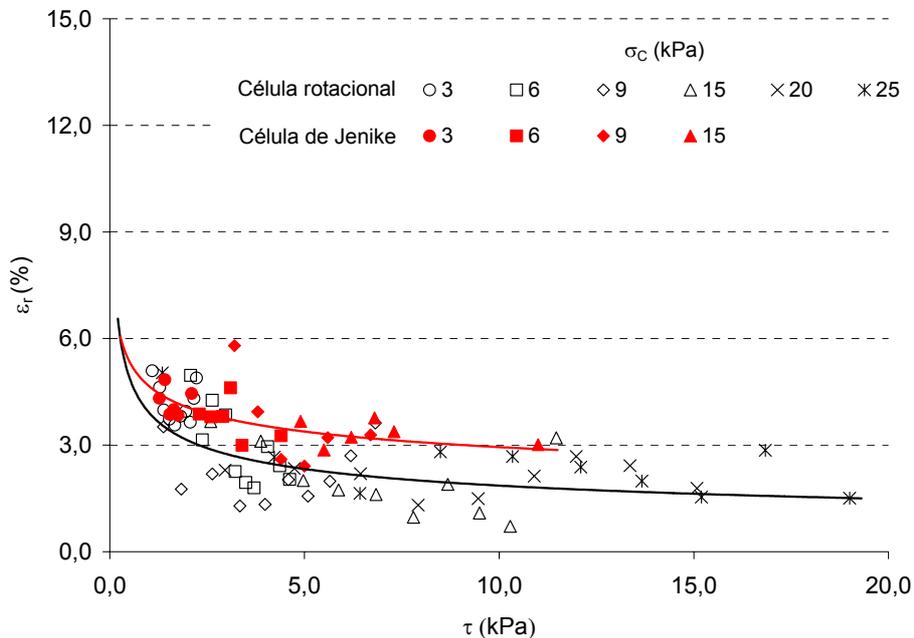


Figura 5.46 Variación de los valores del error relativo cometido en la medida de la tensión de cizalla, τ , en función de dicha variable, para las dos células utilizadas.

5.2.2. Selección de la ecuación de la curva de fluencia

En las tablas 8.12 a 8.17 del Apéndice 8.8 se detallan los valores experimentales de las curvas de fluencia obtenidas para el carbonato cálcico. Los resultados experimentales se han tratado de ajustar a las tres ecuaciones descritas en la introducción: ecuación del Warren-Springs Laboratory (WSLA), ecuación de Coulomb y el modelo propuesto basado en el contacto de esferas elásticas (modelo JKR).

5.2.2.1. Ecuación del Warren Spring Laboratory (WSLA)

Los resultados experimentales se han ajustado aceptablemente bien a la ecuación de la WSLA (Ec. (2.39)), teniendo en cuenta únicamente la restricción^{105, 106} de que el valor de n debe estar comprendido entre 1 y 2.

En la Tabla 5.7 se detallan los valores obtenidos para los tres parámetros de la ecuación (C , T y n). Se aprecia que la variación de estos parámetros con la tensión normal aplicada en la preparación del lecho (σ_c), y por consiguiente con la compacidad del lecho (ϕ), no sigue una tendencia lógica.

Tabla 5.7 Variación de los parámetros de ajuste de la ecuación (2.39) obtenidos considerando $2 > n > 1$.

σ_c (kPa)	3,00	6,00	9,00	15,00	20,00	25,00
C (kPa)	0,36	1,15	0,89	1,37	1,14	1,66
T (kPa)	0,13	1,71	0,57	1,15	0,89	1,35
n	1,75	1,08	1,39	1,25	1,23	1,23

En vista de ello y teniendo en cuenta que según algunos autores^{105, 106} el índice de cizalla, n , debe ser independiente de σ_c , se han tratado de ajustar los resultados experimentales a la misma ecuación pero considerando un valor de n constante. Los resultados también se ajustaron aceptablemente bien; no obstante tampoco en este caso los dos parámetros de ajuste, la cohesión, C , y la resistencia a la tracción, T , varían de forma lógica con σ_c (Tabla 5.8). En efecto, tanto los valores de C como los de T , presentan un mínimo para valores de σ_c intermedios (20 kPa), lo cual no puede interpretarse desde el punto de vista físico. No obstante, el valor de n obtenido (1,23) es consistente con el de otros investigadores¹⁰⁶ para el carbonato de calcio precipitado de tamaño 5-7 μm ($n = 1,35$) y para tamaños inferiores a 12 μm ($n = 1,42$).

Tabla 5.8 Valores de los parámetros de ajuste de la ecuación (2.39) obtenidos para $n=1,23$.

σ_c (kPa)	3,00	6,00	9,00	15,00	20,00	25,00
C (kPa)	0,68	1,00	1,24	1,43	1,11	1,63
T (kPa)	0,86	1,08	1,27	1,27	0,86	1,31

A la vista de estos resultados y teniendo en cuenta una posible proporcionalidad entre C y T propuesta por Farley et al.¹⁰⁶ se han tratado de ajustar los resultados experimentales a la misma ecuación (2.39) pero considerando además que C y T son proporcionales. Operando de este modo se obtuvo una relación entre la cohesión, C , y la resistencia a la tracción, T , dada por la ecuación:

$$C = 1,08 T \quad (5.19)$$

mientras que el valor de n resultante es de 1,20. Los resultados obtenidos se ajustan aceptablemente bien a la ecuación propuesta (Figura 5.47).

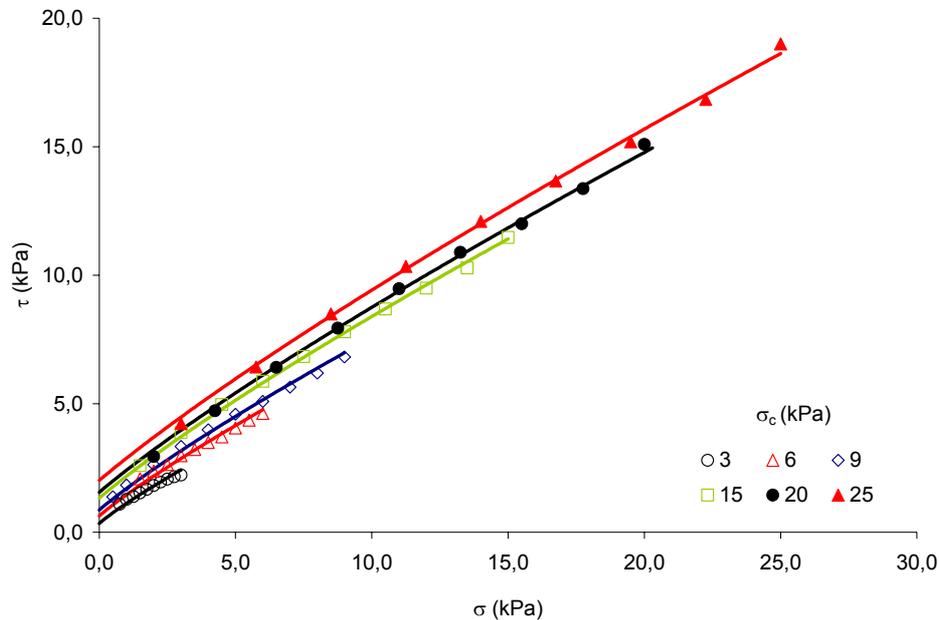


Figura 5.47 Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (2.39) considerando $n=1,20$ y la ecuación (5.19).

En la Tabla 5.9 se detallan para los diferentes valores de la tensión normal aplicada en la preparación del lecho, σ_c , los de su compactación medida, ϕ , y de su cohesión, C , resultante del ajuste. Se aprecia que, a diferencia de los que ocurría en los casos anteriores, la cohesión del lecho varía de forma lógica con σ_c y con su compactación, ϕ . En efecto, conforme aumenta la tensión normal aplicada, σ_c , y con ello la compactación del lecho, ϕ , se incrementa considerablemente su cohesión, C .

Asimismo se han incluido en la tabla los valores de la tensión de consolidación del lecho, σ_1 , y los de su resistencia mecánica a la compresión, f_c , obtenidos de acuerdo con el procedimiento descrito en el apartado 2.1.1 (Figura 2.3) a partir de las curvas de fluencia respectivas.

Tabla 5.9 Valores de C , σ_1 y f_c determinados a partir de las curvas de fluencia calculadas (Figura 5.47).

σ_c (kPa)	3,00	6,00	9,00	15,00	20,00	25,00
ϕ	0,398	0,426	0,445	0,467	0,486	0,494
C (kPa)	0,34	0,64	0,87	1,33	1,55	2,02
σ_1 (kPa)	7,03	13,80	20,32	33,38	43,54	54,72
f_c (kPa)	1,64	3,08	4,25	6,65	8,01	10,27

5.2.2.2. Ecuación de Coulomb

Los resultados experimentales de las tablas 8.12 a 8.17 del apéndice 8.8 se han ajustado aceptablemente bien a la ecuación (2.40), obteniéndose las diferentes rectas de la Figura 5.48. Únicamente los puntos del tramo de la curva de fluencia correspondiente a bajas tensiones normales, se desvían significativamente de las rectas.

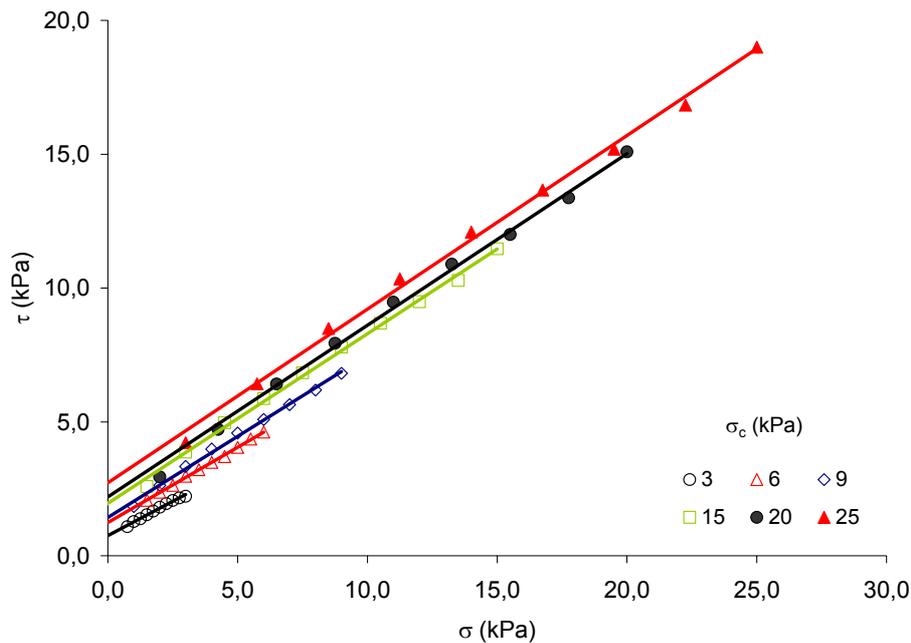


Figura 5.48 Ajuste de los valores experimentales a la ecuación de Coulomb (2.40).

En la Tabla 5.10 se detallan los valores de la cohesión, C , de la resistencia a la tracción, T , y del coeficiente de fricción, μ , del polvo obtenidos a partir de los ajustes lineales correspondientes. Se incluyen además, en esta tabla, los valores medidos de la compacidad del lecho, ϕ , y los de la tensión de consolidación, σ_1 , y resistencia mecánica a la compresión, f_c , determinados a partir de la curva de fluencia.

Como puede apreciarse conforme se incrementa la tensión de consolidación, σ_1 , aumentan la compacidad, ϕ , y con ello los valores de la resistencia mecánica del lecho (C , T y f_c) y del coeficiente de fricción del mismo, μ .

Tabla 5.10 Valores de C , μ , T , σ_1 y f_c , determinados a partir de las curvas de fluencia calculados (Figura 5.48).

σ_c (kPa)	3,00	6,00	9,00	15,00	20,00	25,00
ϕ	0,398	0,426	0,445	0,467	0,486	0,494
C (kPa)	0,76	1,24	1,31	1,96	1,99	2,72
μ	0,51	0,56	0,62	0,63	0,66	0,65
T (kPa)	1,49	2,21	2,11	3,11	3,02	4,18
σ_1 (kPa)	6,74	13,87	21,40	35,68	48,16	59,89
f_c (kPa)	2,48	4,24	4,71	7,10	7,39	10,02

5.2.2.3. Ecuación propuesta basada en el modelo de contacto adhesivo de esferas elásticas (JKR)

En la Figura 5.49 se representan los valores experimentales de las curvas de fluencia y el ajuste de estos a la ec. (2.48). Como puede comprobarse, el acuerdo entre los valores experimentales y los calculados (líneas continuas), es muy bueno, no apreciándose desviaciones significativas entre los valores experimentales y los calculados en ningún tramo de la curva.

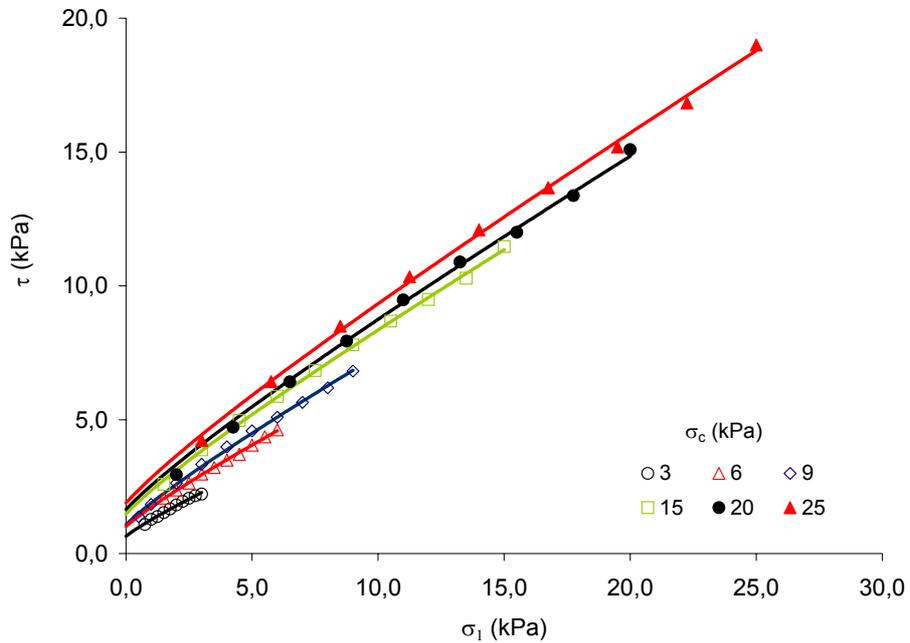


Figura 5.49 Ajuste de los valores experimentales al modelo propuesto (ecuación (2.48)).

En la Tabla 5.11 se detallan los valores de los parámetros de ajuste de la ecuación (C y μ) obtenidos y los valores de T calculados a partir de la ec. (2.48). Se incluyen también en esta tabla los valores de la tensión de consolidación, σ_1 , y de la resistencia mecánica a la compresión, f_c , calculados de acuerdo con la metodología descrita en el apartado 2.1.1 (Figura 2.3).

Como puede apreciarse, tanto los valores de la resistencia mecánica del lecho (C, T y f_c) como su coeficiente de fricción, μ , varían de forma lógica con la tensión de consolidación, σ_1 , aumentando cuando se incrementa esta variable de operación.

Tabla 5.11 Valores de C, μ , T, σ_1 y f_c , determinados a partir de las curvas de fluencia calculados (Figura 5.49).

σ_c (kPa)	3,00	6,00	9,00	15,00	20,00	25,00
ϕ	0,398	0,426	0,445	0,467	0,486	0,494
C (kPa)	0,66	1,02	1,08	1,49	1,65	1,90
μ	0,35	0,40	0,46	0,48	0,49	0,51
T (kPa)	0,47	0,64	0,59	0,78	0,83	0,93
σ_1 (kPa)	6,61	13,53	20,85	34,73	46,60	58,24
f_c (kPa)	2,39	3,97	4,55	6,45	7,19	8,54

5.2.2.4. Comparación entre los resultados obtenidos con las distintas ecuaciones

En general las tres ecuaciones utilizadas reproducen aceptablemente bien las curvas de fluencia experimentales obtenidas para el carbonato de calcio patrón (Figura 5.47, Figura 5.48 y Figura 5.49), ya que los valores medios estimados se encuentran dentro de la banda de error calculada experimentalmente.

En vista de ello, para tratar de comparar la calidad del ajuste que se obtiene con cada una de las ecuaciones, se ha calculado para cada una de éstas y para cada curva de fluencia, el sumatorio del cuadrado de las desviaciones entre los valores medios experimentales y los calculados ($\sum (x_i - x_e)^2$). En la Tabla 5.12 se detallan los resultados obtenidos. Se comprueba que en todos los casos, el valor de dicho parámetro correspondiente a la ecuación propuesta, es menor que los que se obtienen para las otras ecuaciones.

Tabla 5.12 Comparación de la bondad de los ajustes obtenidos con las diferentes ecuaciones ensayadas.

σ_c (kPa)	$\sum (x_i - x_e)^2$		
	WSLA	Coulomb	Propuesta
3	0,12	0,012	0,008
6	0,16	0,02	0,011
9	0,19	0,18	0,06
15	0,14	0,18	0,09
20	0,3	0,4	0,18
25	0,3	0,6	0,3

De los resultados obtenidos en este apartado puede concluirse que la ecuación del WSLA, ec. (2.39), considerando que el parámetro n es independiente de la compacidad y que la relación entre la cohesión, C , y la resistencia a la tracción, T , también lo es, ajusta aceptablemente bien los resultados experimentales requiriendo tres parámetros de ajuste: n , C y T . En cambio, la ecuación propuesta (ec. (2.48)) en este trabajo, solo requiere dos parámetros de ajuste, C y μ , siendo la bondad del mismo mejor que con las restantes ecuaciones (Tabla 5.12).

En lo que respecta a la ecuación de Coulomb (ec. (2.40)) conviene señalar que, aunque describe bien la curva de fluencia, también con sólo dos parámetros (C y μ), para los tramos de la misma correspondientes a valores altos de la tensión normal, en general la calidad del ajuste es peor que la obtenida con la ecuación propuesta (Tabla 5.12), especialmente para el tramo de bajas tensiones normales (Figura 5.48).

En consecuencia, de ahora en adelante, para describir las curvas de fluencia de los lechos de partículas de cuarzo se empleará exclusivamente la ecuación propuesta.

5.2.3. Flujo y densificación de lechos de partículas de cuarzo sometidos a tensiones

En este apartado se analizan y discuten los resultados correspondientes a las curvas de fluencia de los lechos de cuarzo estudiados. En primer lugar se tratará los resultados correspondientes a los lechos monomodales de partículas de cuarzo (M1, M2, M4, M5 y M8) y posteriormente se analizará el comportamiento de las mezclas binarias obtenidas a partir de tres de estos lechos (M1+M8, M1+M5 y M5+M8).

5.2.3.1. Lechos de polvos monomodales

5.2.3.1.1. Curvas de fluencia

En el Apéndice 8.9 se detallan los valores experimentales de las curvas de fluencia obtenidas para las cinco fracciones monomodales de cuarzo antes señaladas. Cada valor corresponde a una media aritmética de tres experimentos. De acuerdo con el apartado anterior los valores experimentales se han ajustado a la ec. (2.48) propuesta en este trabajo. En la Figura 5.50 a la Figura 5.54 se representan, para cada uno de los lechos monomodales de cuarzo, los valores medios obtenidos experimentalmente junto con los valores calculados (curvas continuas).

Del examen de las representaciones se aprecia que, como era de esperar, el modelo propuesto ajusta muy bien los valores experimentales. Asimismo, para todas las curvas de fluencia se comprueba que el sumatorio del cuadrado de las diferencias entre los valores experimentales y los calculados son muy bajos (Tabla 5.13).

Tabla 5.13 Comparación de la bondad de la ecuación utilizada para reproducir los resultados experimentales de las diferentes fracciones.

σ_c (kPa)	$\sum (x_i - x_e)^2$				
	M1	M2	M4	M5	M8
0,49	0,0005	0,0007	0,0002	0,0002	0,0005
0,98	0,0009	-	-	-	-
1,96	0,005	-	-	0,004	-
4,41	-	0,04	0,03	-	0,06
5,88	0,008	-	-	-	-
7,35	0,004	0,08	0,07	0,03	0,03
11,76	0,1	0,2	0,3	0,05	0,14
14,70	0,08	0,16	0,3	0,04	0,2

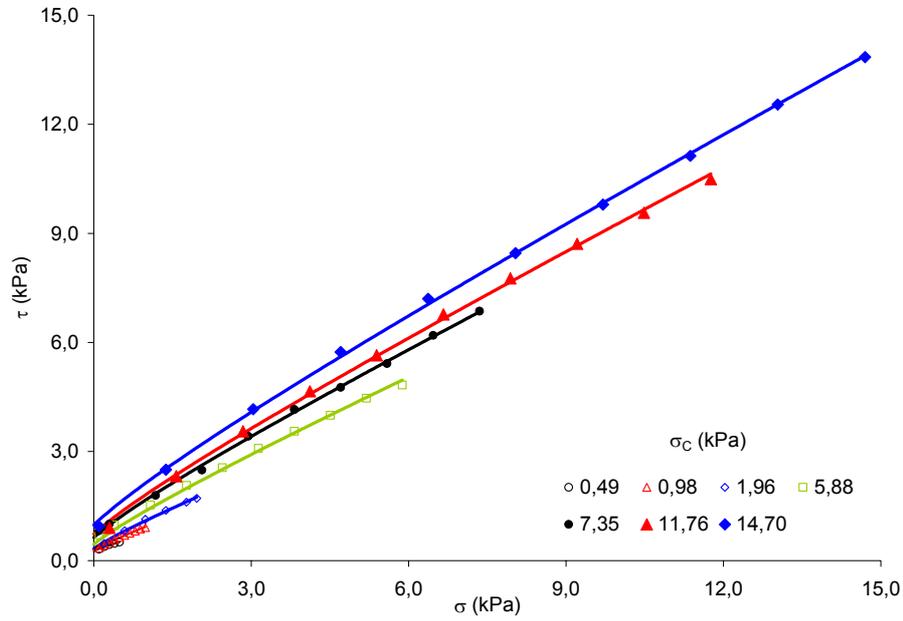


Figura 5.50 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción monomodal M1. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

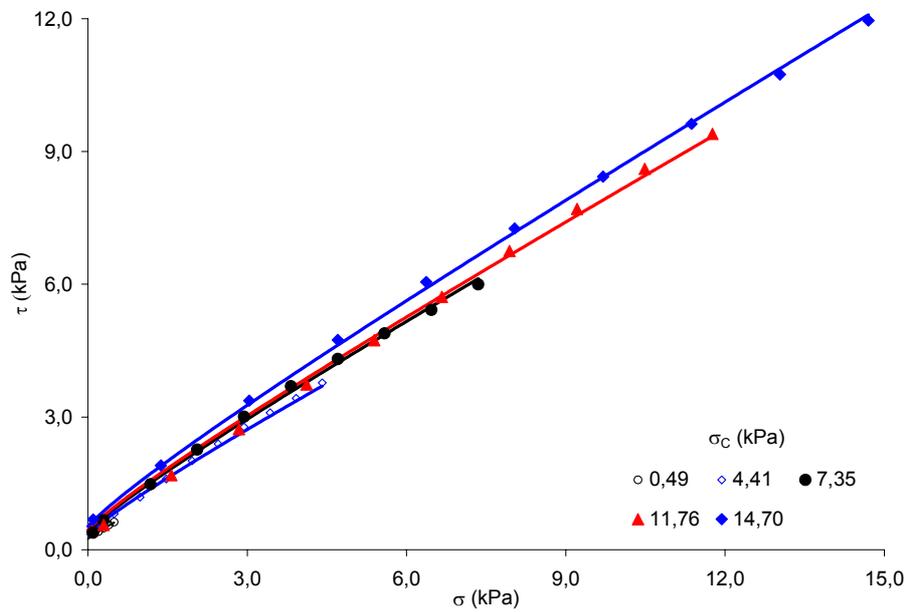


Figura 5.51 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción monomodal M2. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

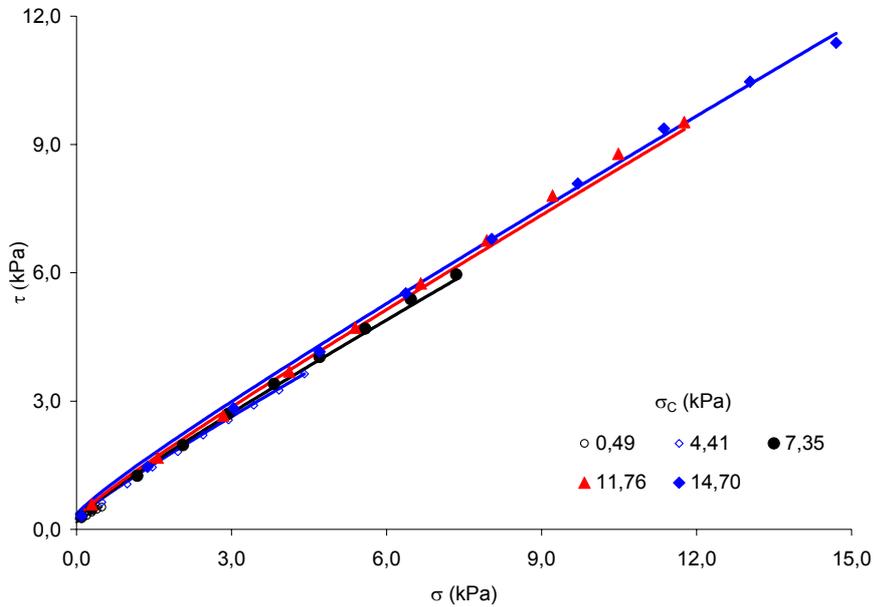


Figura 5.52 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción monomodal M4. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

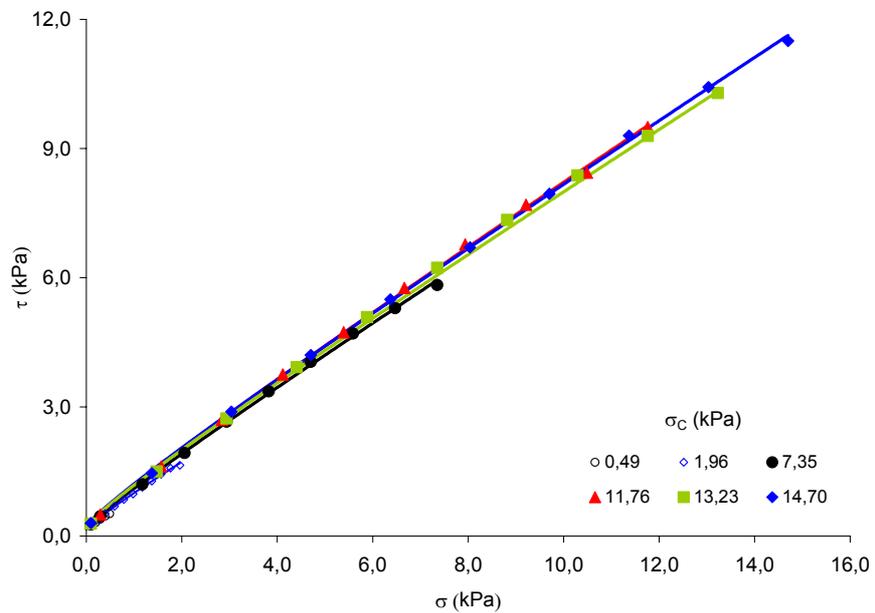


Figura 5.53 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción monomodal M5. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

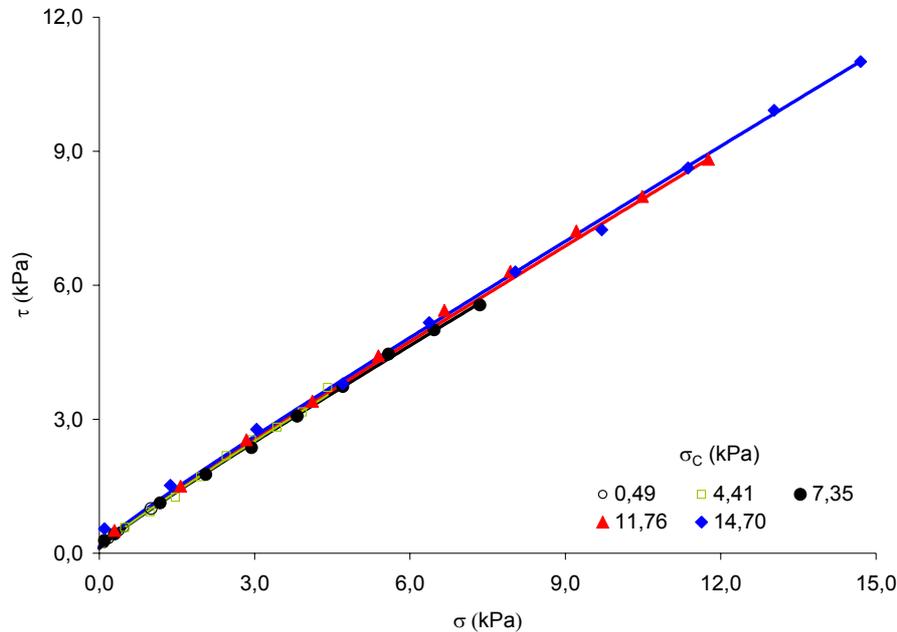


Figura 5.54 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción monomodal M8. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

En la Tabla 5.14 se detallan, para las cinco fracciones monomodales estudiadas, junto a los valores medidos de la compacidad del lecho, ϕ , los de la cohesión, C , y el coeficiente de fricción, μ , obtenidos a partir de la ec. (2.48), los valores de la tensión de consolidación, σ_1 , y de la resistencia mecánica a la compresión, f_c , calculados de acuerdo con el método descrito en el apartado 2.1.1 (figura 2.3) y los del ángulo de fricción interna, δ , obtenidos según el epígrafe 2.3.4.2.

Al comparar las Figura 5.50 a Figura 5.54 se aprecia que, a medida que aumenta el tamaño de las partículas el efecto que ejercen las condiciones de consolidación del lecho sobre la curva de fluencia, para cada fracción granulométrica ensayadas, se va reduciendo hasta anularse prácticamente para la fracción M8, para la que todas las curvas de fluencia se superponen. Este comportamiento es consecuencia del efecto que ejerce la tensión normal aplicada, σ_c , sobre la compacidad del lecho, ϕ . En efecto, como puede comprobarse en la Tabla 5.14, la influencia de σ_c sobre la compacidad del lecho resultante se va haciendo cada vez más pequeña conforme se incrementa el tamaño de las partículas del mismo, por lo que el efecto de σ_c sobre el número de microcontactos entre éstas, responsables últimas de la fluencia del lecho, también se reduce.

De forma general se aprecia que, para cada fracción granulométrica ensayada, conforme se incrementa la tensión de consolidación, σ_1 ,

aumentan ϕ , C , f_c y μ , siendo el efecto de esta variable, σ_1 , sobre las propiedades y características antes señaladas, tanto mayor cuanto menor es el tamaño medio de las partículas, d_s . Dicho comportamiento se debe, como ya se ha indicado anteriormente, a que el efecto de σ_1 sobre ϕ disminuye conforme se incrementa el tamaño medio de las partículas.

Asimismo, para cada fracción granulométrica, puede apreciarse que el efecto de σ_1 sobre la compacidad, ϕ , y sobre el coeficiente de fricción del lecho, μ , va disminuyendo conforme se incrementa dicha variable, σ_1 , hasta tender a un valor prácticamente constante para ambas propiedades a elevados valores de la tensión de consolidación. En cambio el efecto de σ_1 sobre la cohesión, C , y sobre la resistencia mecánica a la compresión, f_c , es prácticamente lineal.

La relación entre cada una de estas propiedades, C , μ y f_c , y la compacidad, ϕ , así como el efecto de σ_1 sobre cada una de ellas, se tratará con mayor detalle en los apartados siguientes.

De forma general se aprecia que, a igualdad de condiciones de consolidación, a las que corresponden valores de σ_1 muy parecidos, conforme aumenta el tamaño medio de las partículas, la cohesión, C , y la resistencia mecánica a la compresión, f_c , disminuyen. Por el contrario, el coeficiente de fricción, μ , y la compacidad, ϕ , aumentan. La relación cuantitativa entre estas propiedades del lecho de partículas y su tamaño, d_s , se analizará y discutirá con mayor detalle en los apartados siguientes.

Finalmente, se aprecia que el valor del ángulo efectivo de fricción interna (δ), propiedad que no depende ni de la compacidad, ϕ , ni de la tensión de consolidación, σ_1 , ya que es una función de las características de las partículas que integran el polvo, disminuye ligeramente conforme aumenta d_s .

Tabla 5.14 Valores de d_s , σ_1 , ϕ , C , μ , f_c y δ correspondientes a los diferentes lechos monomodales estudiados.

	d_s (μm)	σ_1 (kPa)	ϕ	C (kPa)	μ	f_c (kPa)	δ ($^\circ$)
M1	25,5	0,00	0,319				42,5
		1,29	0,360	0,27	0,29	0,90	
		2,61	0,382	0,28	0,43	1,12	
		5,13	0,386	0,33	0,50	1,46	
		15,37	0,415	0,45	0,59	2,23	
		21,27	0,426	0,64	0,65	3,37	
		33,48	0,443	0,74	0,67	3,97	
		43,39	0,446	0,98	0,69	5,44	
M2	50,5	0,00	0,354				38,8
		1,64	0,415	0,25	0,45	1,06	
		11,43	0,445	0,35	0,58	1,72	
		19,26	0,453	0,41	0,62	2,09	
		29,65	0,466	0,45	0,62	2,30	
		38,41	0,472	0,53	0,65	2,81	
M4	100,0	0,00	0,400				38,4
		1,48	0,440	0,17	0,48	0,71	
		11,40	0,479	0,25	0,61	1,05	
		18,61	0,481	0,25	0,63	1,17	
		30,52	0,488	0,27	0,66	1,39	
		37,23	0,492	0,36	0,65	1,67	
M5	140,0	0,00	0,422				37,9
		1,51	0,464	0,14	0,52	0,65	
		5,26	0,481	0,16	0,60	0,82	
		19,04	0,486	0,17	0,67	0,92	
		30,78	0,488	0,21	0,69	1,18	
		33,58	0,496	0,23	0,67	1,22	
		37,66	0,501	0,23	0,68	1,28	
M8	390,4	0,00	0,479				37,6
		1,66	0,529	0,11	0,63	0,57	
		11,35	0,531	0,11	0,66	0,6	
		18,06	0,540	0,11	0,65	0,6	
		29,91	0,540	0,13	0,69	0,71	
		35,88	0,554	0,16	0,66	0,84	

5.2.3.1.2. Diagramas de compactación

Para cuantificar la evolución de la compacidad de los lechos con la tensión de consolidación aplicada se han ensayado los modelos de Kawakita⁹⁹ y semilogarítmico^{105, 106} descritos en la introducción (ec. (2.17) y ec. (2.65)).

Ecuación de Kawakita

La ecuación de Kawakita descrita en el apartado 2.2.2.1 de la introducción (ec. (2.18)) aplicada a la densificación de lechos sometidos a tensiones de consolidación (σ_1), queda de la forma:

$$\frac{\sigma_1}{C_K} = \frac{\sigma_1}{a} + \frac{1}{ab} \tag{5.20}$$

donde en este caso C_K es la contracción de volumen que experimenta el lecho de partículas durante la consolidación:

$$C_K = \frac{V_0 - V}{V_0} = \frac{\phi - \phi_0}{\phi_0} \tag{5.21}$$

En la Figura 5.55 se representan los valores del cociente σ_1/C_K , calculados a partir de los valores experimentales de la Tabla 5.14, frente a los valores de la tensión de consolidación, σ_1 . Se aprecia que los resultados se ajustan aceptablemente bien a líneas rectas, de acuerdo con la ec. (5.20). A partir de los valores de la pendiente y de la ordenada en el origen de las rectas de ajuste, se han calculado los valores de los parámetros a y b de la ecuación de Kawakita (Tabla 5.15).

Tabla 5.15 Parámetros de Kawakita para los lechos monomodales de partículas. Ensayos de consolidación.

Referencias	d_s (μm)	a	b (kPa^{-1})
M1	25,0	0,302	0,314
M2	50,5	0,260	0,412
M4	100,0	0,205	0,390
M5	140,0	0,165	0,350
M8	390,4	0,133	0,381

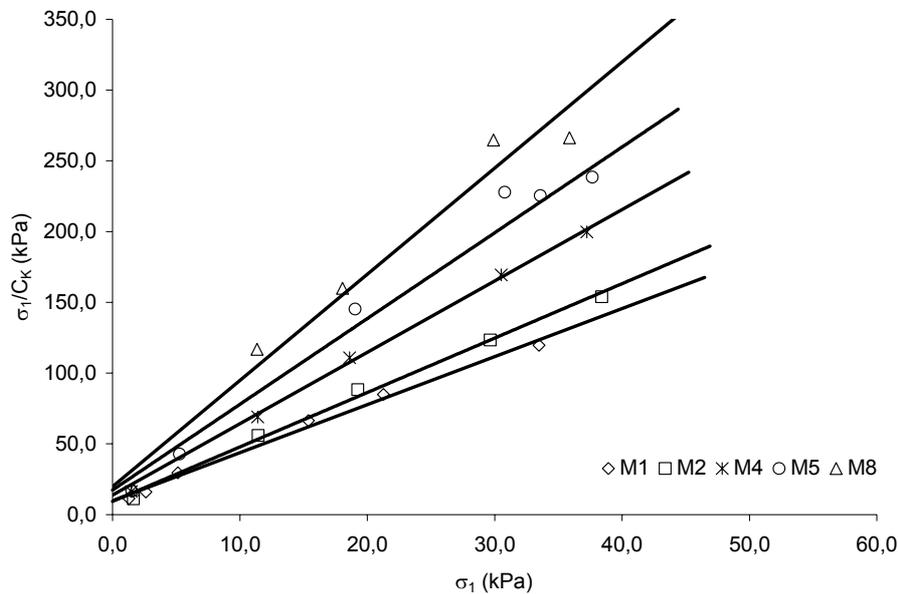


Figura 5.55 Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.20). Ensayos de consolidación.

En la Figura 5.56 y la Figura 5.57 se han representado la variación de los parámetros a y b , con el tamaño medio de las partículas, d_s . Se aprecia que el parámetro b , que algunos autores relacionan con la resistencia mecánica de las partículas, se mantiene prácticamente constante alrededor de $0,364 \text{ kPa}^{-1}$. Este comportamiento puede deberse a que a estas bajas tensiones de consolidación, las partículas, independientemente de su tamaño, no experimentan ninguna deformación apreciable, a diferencia de lo que ocurre a presiones mucho más elevadas durante el prensado de aglomerados de partículas.

Por el contrario, el valor de " a ", la compactabilidad según Kawakita, que representa el valor asintótico al que tiende C_k cuando σ_1 tiende a infinito, disminuye conforme aumenta el tamaño medio de las partículas del lecho (Figura 5.57).

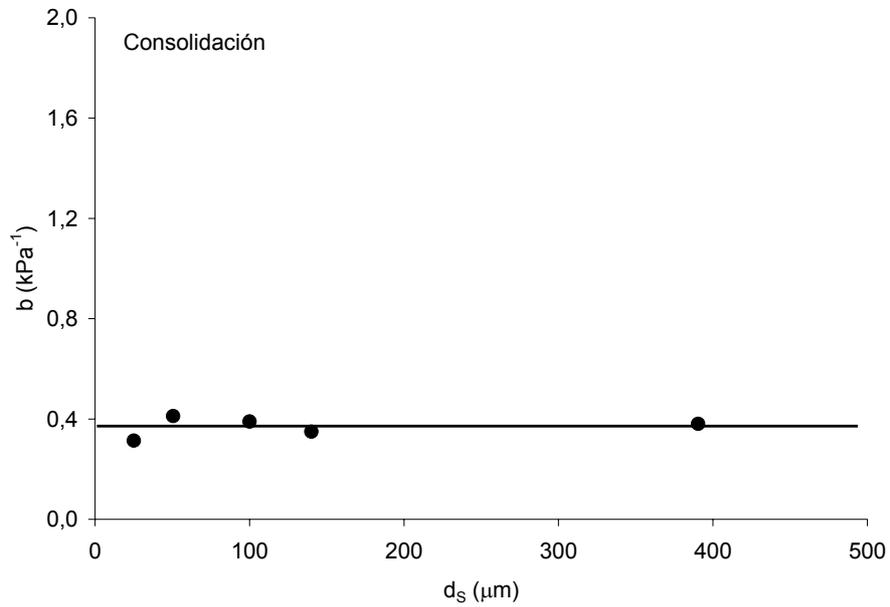


Figura 5.56 Evolución de los valores del parámetro b con los del diámetro medio de las partículas. Ensayos de consolidación.

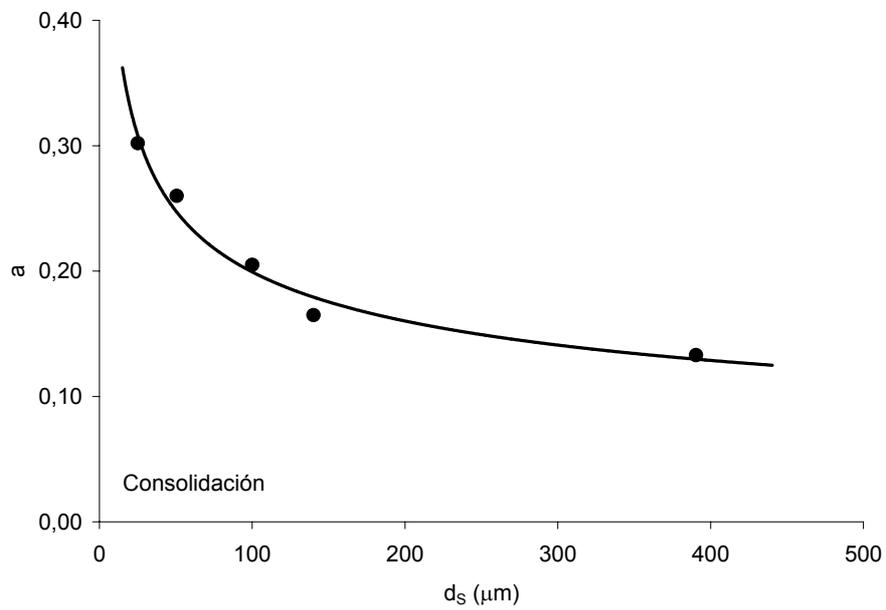


Figura 5.57 Variación de los valores del parámetro a con los del tamaño de las partículas. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.22). Ensayos de consolidación.

En la Tabla 5.16 se detallan, para las diferentes fracciones granulométricas, los valores de la compacidad del lecho resultante del llenado, ϕ_0 , los de esta propiedad a la máxima tensión de consolidación ensayada, ϕ^* , y los valores asintóticos de la compacidad para $\sigma_1 = \infty$, ϕ_∞ , calculados a partir de los valores de “a” y ϕ_0 , teniendo en cuenta la definición de C_k (ec. (5.21)). En la Figura 5.58 se representan los valores de ϕ_0 y de ϕ_∞ frente a d_s .

Tabla 5.16 Valores de ϕ_0 , ϕ^* y ϕ_∞ correspondientes a los diferentes lechos monomodales. Ensayos de consolidación.

	M1	M2	M4	M5	M8
d_s (μm)	25,0	50,5	100,0	140,0	390,4
ϕ_0	0,319	0,354	0,400	0,422	0,479
ϕ^*	0,446	0,472	0,492	0,501	0,554
ϕ_∞	0,457	0,478	0,503	0,505	0,553

Se aprecia que los valores de la compacidad de los lechos obtenidos para el máximo valor de la tensión de consolidación, ϕ^* , son, por lo general, ligeramente más bajos que los calculados para $\sigma_1 = \infty$, ϕ_∞ , disminuyendo dichas diferencias, hasta anularse, conforme aumenta el tamaño medio de las partículas, d_s .

Asimismo se observa que tanto los valores de ϕ_0 como los de ϕ_∞ aumentan conforme se incrementa d_s (Figura 5.58), siendo el efecto de dicha variable tanto más acusado cuanto menor es el tamaño medio de partícula, d_s . Así pues, queda claro que la disminución de la compactabilidad de Kawakita, a, con el aumento de tamaño medio de las partículas se debe al incremento que experimenta tanto ϕ_0 como ϕ_∞ con dicha variable. No obstante, hay que destacar que el efecto de d_s sobre ϕ_0 es mayor que sobre ϕ_∞ , análogamente a como ocurría en el proceso de densificación por “tapping” (apartados 5.1.1.1 y 5.1.1.2), lo que pone claramente de manifiesto la similitud existente entre los dos procedimientos de densificación estudiados, en lo que al comportamiento del polvo se refiere.

A la vista de la variación que sigue “a” con d_s (Figura 5.57), los resultados se han ajustado aceptablemente bien, curva continua de la Figura 5.57, a la ecuación:

$$a = 0,84 d_s^{-0.3} \quad (5.22)$$

Los valores de la compacidad inicial, ϕ_0 , y máxima teórica, ϕ_∞ , del lecho se han relacionado con el tamaño medio de las partículas, mediante las ecuaciones:

$$0,52 - \phi_0 = 1,1 d_s^{-0.5} \quad (5.23)$$

$$0,58 - \phi_{\infty} = 0,7 d_s^{-0.5} \quad (5.24)$$

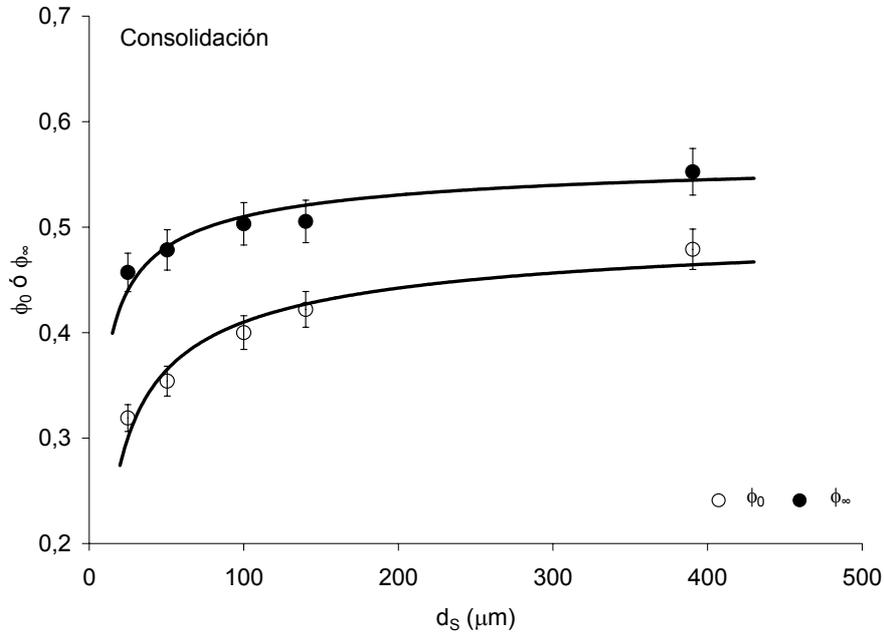


Figura 5.58 Variación de los valores de la compactación inicial (ϕ_0) y de la máxima teórica (ϕ_{∞}), con los del diámetro de Sauter. Ajustes de los resultados obtenidos a las ecuaciones (5.23) y (5.24). Ensayos de consolidación.

El ajuste entre los valores experimentales y los calculados (curva continua de la Figura 5.58), es muy bueno, ya que estos últimos siempre quedan dentro de la banda de error.

Los resultados obtenidos demuestran claramente que la compactación del lecho compactado a una determinada tensión de consolidación, σ_1 , depende exclusivamente de la tensión de consolidación aplicada y del tamaño medio de las partículas, d_s , ya que b es una constante y "a" y ϕ_0 dependen únicamente de d_s de acuerdo con las ecuaciones (5.22) y (5.23).

En vista de ello se han calculado los valores de la compactación del lecho para diferentes valores de σ_1 (diagramas de compactación) mediante las ecuaciones (5.20) y (5.21), tomando para b el valor de $0,364 \text{ kPa}^{-1}$ y teniendo en cuenta la relación de "a" y de ϕ_0 con d_s dadas por las ecuaciones (5.22) y (5.23). El acuerdo entre los resultados experimentales y los calculados, como puede comprobarse en la Figura 5.59, es bueno.

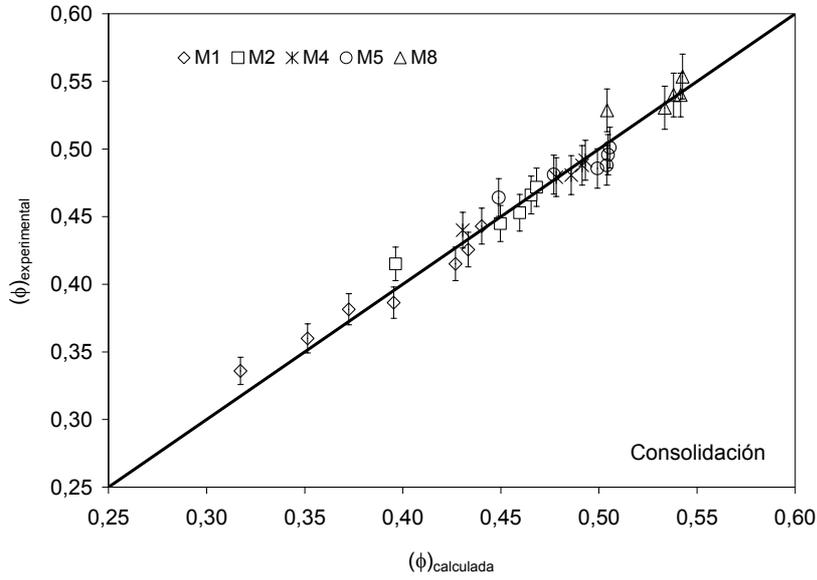


Figura 5.59 Comparación de los resultados experimentales, $(\phi)_{\text{experimental}}$, con los calculados mediante las ecuaciones (5.20), (5.21), (5.22) y (5.23), $(\phi)_{\text{calculada}}$. Ensayos de consolidación.

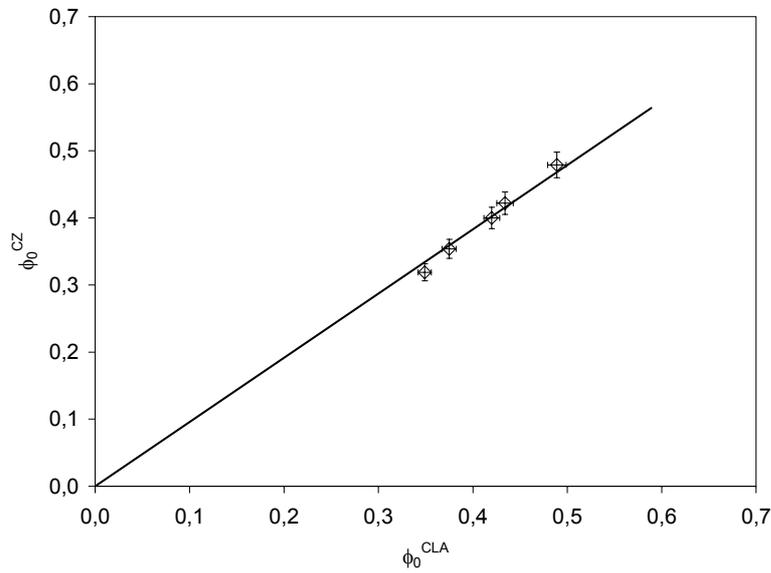


Figura 5.60 Relación entre la compacidad inicial del lecho preparado para "tapping", ϕ_0^{CLA} , y las correspondientes a los ensayos de cizalla ϕ_0^{CZ} , para las fracciones monomodales estudiadas.

En la Figura 5.60 se han representado para las fracciones granulométricas estudiadas, los valores de la compacidad del lecho resultantes del llenado de la célula, ϕ_0^{CZ} , frente a los que se obtienen por caída libre y agitado en el experimento de densificación por “tapping”, ϕ_0^{CLA} . Como era de esperar, dada la similitud entre los procedimientos de llenado, los valores de ϕ_0^{CZ} y de ϕ_0^{CLA} , para cada fracción, son muy parecidos y proporcionales obteniéndose una buena correlación entre ambos valores, expresada mediante la ecuación:

$$\phi_0^{CZ} = 0,96 \phi_0^{CLA} \quad (5.25)$$

En cambio, el comparar para cada fracción, los valores de la compacidad máxima alcanzada mediante densificación por “tapping” (Figura 5.3) con los que predice la ecuación de Kawakita (Figura 5.58) se ha comprobado que, aunque existe una cierta relación entre ambos, ésta no es de proporcionalidad.

xxvii) Modelo semilogarítmico

Los pares de valores (σ_1, ϕ) , que se detallan en la Tabla 5.14 se han tratado de ajustar a la ec. (2.65), tomando $(\sigma_1)_{min} = 1$ kPa.

En la Figura 5.61 se representan los valores experimentales de la compacidad, ϕ , frente a los del logaritmo de la tensión de consolidación, σ_1 . Como puede comprobarse los resultados experimentales se ajustan muy bien a líneas rectas de acuerdo con la ecuación (2.65), cuya pendiente, compresibilidad del lecho, K , disminuye conforme aumenta el tamaño de las partículas (Tabla 5.17). Asimismo se aprecia que en todos los casos los valores calculados se encuentran dentro de las barras de error de los valores experimentales.

Tabla 5.17 Parámetros del modelo semilogarítmico para los lechos monomodales de partículas. Ensayos de consolidación.

Fracción	d_s (μm)	$K \times 10^3$	ϕ_{min}
M1	25,0	56,1	0,353
M2	50,5	40,4	0,405
M4	100,0	31,6	0,442
M5	140,0	21,6	0,462
M8	390,4	14,5	0,522

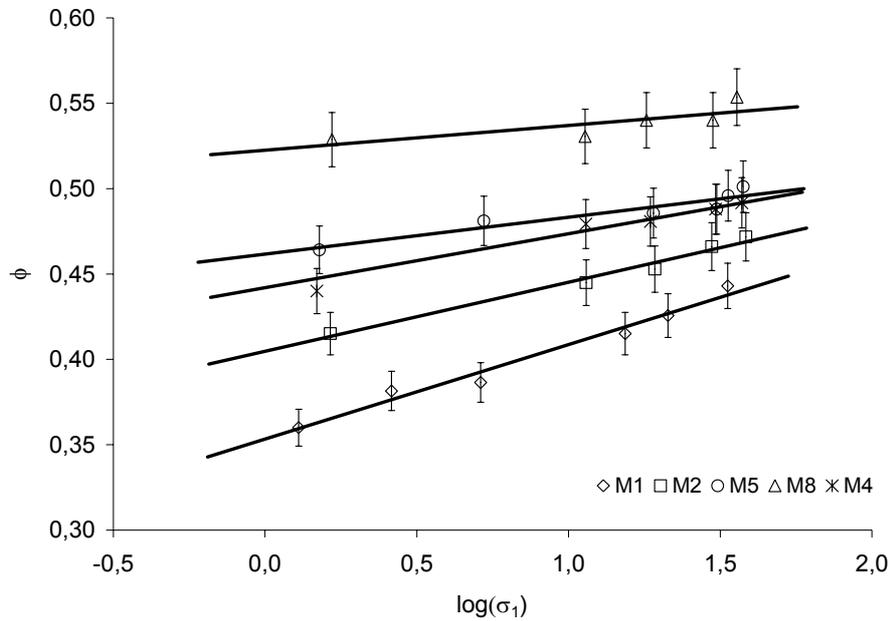


Figura 5.61 Diagrama de compactación. Ajuste de los resultados al modelo semilogarítmico.

En la Figura 5.62 se ha representado la variación que sigue la compresibilidad del lecho, K , con el tamaño medio de las partículas, d_s . Se aprecia una variación análoga a la que sigue el parámetro “a”, compactabilidad según Kawakita (Figura 5.57), por lo que, para relacionar K con d_s se ha utilizado el mismo tipo de ecuación que la empleada para relacionar “a” con esta misma variable, d_s (ec. (5.22)). Operando de este modo se obtiene la expresión:

$$K = 0,3 d_s^{-0,5} \quad (5.26)$$

Como puede apreciarse los resultados experimentales se ajustan bien a esta ecuación (línea continua de la Figura 5.62).

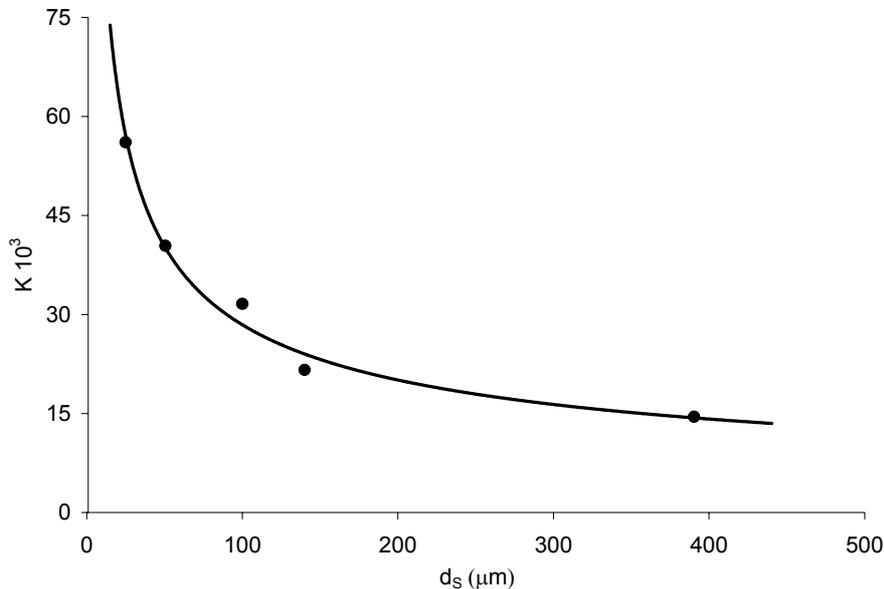


Figura 5.62 Variación de los valores de la compresibilidad del lecho, K , con los de d_s . Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.26).

Se comprueba que existe una clara relación entre K y “ a ” que, a la vista de las ecuaciones (5.22) y (5.26), debe ser de tipo potencial. Al ajustar ambos parámetros se obtiene la ecuación:

$$K = 0,361 (a)^{1,58} \quad r^2 = 0,994 \quad (5.27)$$

En lo que respecta al valor de la compacidad del lecho a la mínima tensión de consolidación ($(\sigma_1)_{\min} = 1$ kPa), ϕ_{\min} , el otro parámetro de la ec. (2.65), como era de esperar su valor aumenta conforme lo hace el tamaño de las partículas, d_s , (Tabla 5.17), de forma análoga a como varía el valor de la compacidad inicial del lecho medido experimentalmente (ϕ_0 de la Tabla 5.14). En vista de ello se han ajustado los valores de ϕ_{\min} y d_s a una ecuación de mismo tipo que la (5.23) (que relaciona ϕ_0 con d_s), obteniéndose unos valores de los parámetros de ajuste muy parecidos:

$$\phi_{\min} = 0,57 - 1,22 d_s^{-0,5} \quad (5.28)$$

A partir de la ec. (2.65), representativa del modelo semilogarítmico, de la (5.26), que describe la relación entre la compresibilidad del lecho, K , y d_s , y de la (5.28) que relaciona ϕ_{\min} también con d_s , se han calculado, para todas las fracciones granulométricas y tensiones de consolidación, σ_1 , estudiadas, los correspondientes valores de la compacidad del lecho, ϕ . Como puede comprobarse en la Figura 5.63, el acuerdo entre los valores experimentales y

los calculados, es muy bueno. En efecto, todos los valores calculados están dentro de la banda del error experimental.

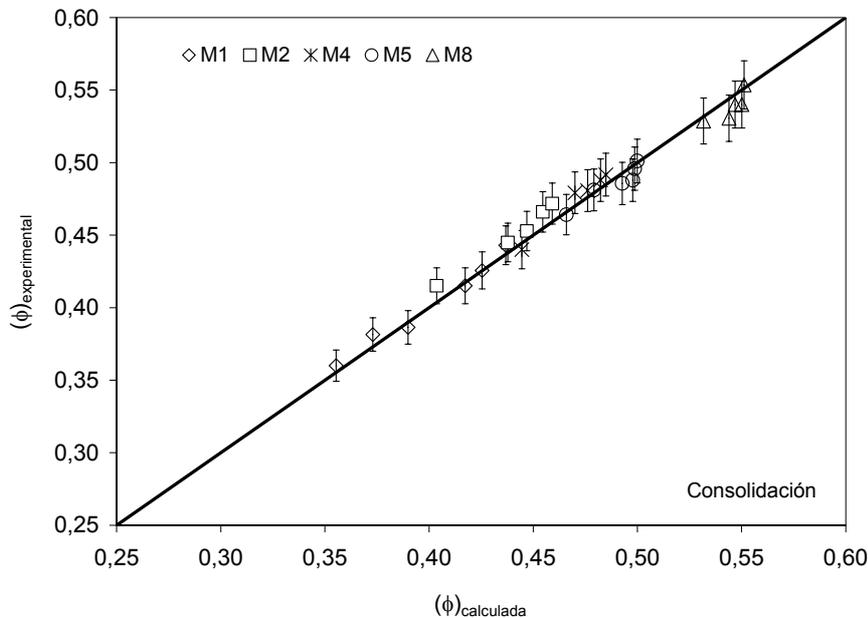


Figura 5.63 Comparación de los resultados experimentales, $(\phi)_{\text{experimental}}$, con los calculados mediante las ecuaciones (2.65), (5.26) y (5.28), $(\phi)_{\text{calculada}}$. Ensayos de consolidación.

Al comparar estos resultados (Figura 5.63) con los calculados de forma análoga pero utilizando la ecuación de Kawakita y las correspondientes relaciones de "a" y d_s (ec. (5.22)) y ϕ_0 y d_s (ec. (5.23)) (Figura 5.59), se comprueba que a partir del modelo semilogarítmico se consigue describir con mayor precisión que con la ecuación de Kawakita, el efecto combinado de la tensión de consolidación, σ_1 , y el tamaño medio de las partículas del lecho, d_s , sobre su compacidad, ϕ .

5.2.3.1.3. Relación entre la cohesión, C, y la resistencia mecánica a la compresión, f_c .

Como ya se ha analizado en el apartado 2.3.2 de la introducción, debe existir una estrecha relación entre f_c y C ya que se trata, en los dos casos, de dos tipos de resistencia mecánica, a la tensión de cizalla en el caso de la cohesión y, a la compresión en el caso de f_c .

Para comprobarlo, en la Figura 5.64 se han representado los pares de valores (C, f_c) que figuran en la Tabla 5.14. Al ajustar los resultados se obtiene una buena relación de proporcionalidad entre ambos:

$$f_c = 5,17 C \quad (5.29)$$

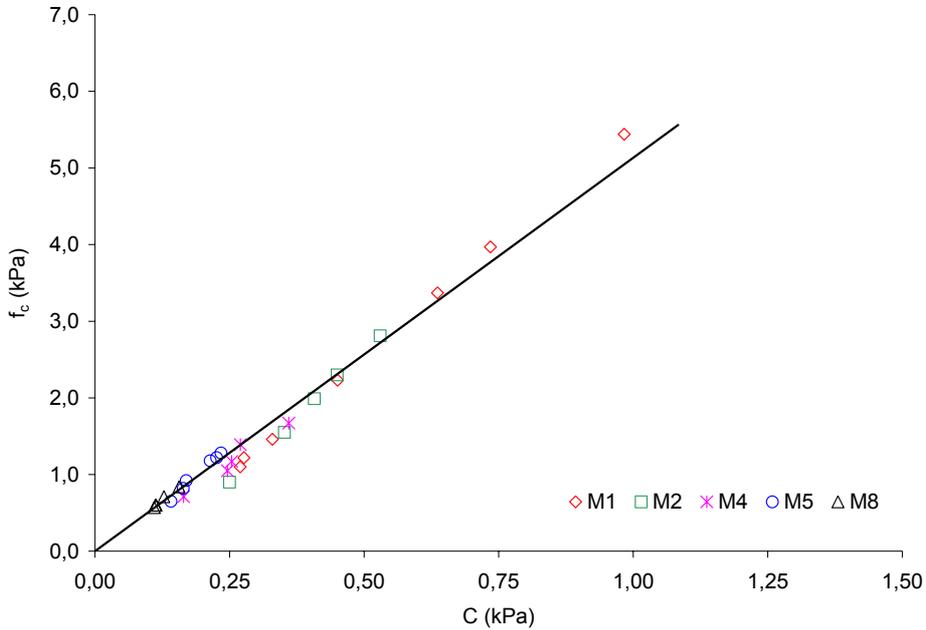


Figura 5.64 Relación entre los valores de la cohesión, C , y los de la resistencia mecánica a la compresión, f_c , obtenidos para los lechos monomodales. Ajuste de los valores a la ecuación (5.29).

Así pues, para los lechos estudiados, independientemente de las condiciones de consolidación y del tamaño de las partículas del lecho, la resistencia mecánica a la compresión, f_c , es unas 5 veces mayor que la resistencia mecánica a la cizalla, C .

Ahora bien, puesto que C y f_c son proporcionales, para no ser redundante, se estudiará la relación entre la tensión de consolidación, σ_1 , y la resistencia mecánica a la compresión, f_c , ya que ésta constituye la función de flujo del material, propiedad ampliamente utilizada en la bibliografía para clasificar los materiales de acuerdo con su fluidez y necesaria para el diseño de equipos empleados en el manejo de materiales pulverulentos. Análogamente sólo se analizará y discutirá la relación entre la compacidad, ϕ , y la cohesión, C . En los dos casos se estudiará el efecto del tamaño medio de las partículas sobre ambas relaciones.

5.2.3.1.4. Cohesión de un lecho de partículas, C . Su relación con la compacidad, ϕ , y el tamaño medio de las partículas, d_s .

Para describir el efecto combinado que ejerce la compacidad del lecho, ϕ , y el tamaño medio de las partículas, d_s , sobre la cohesión, C , en el apartado 2.3.2.5 se propuso la ecuación (2.60). Para comprobar su validez, en la

Figura 5.65 se han representado los valores de la cohesión, C , y de la compacidad que se detallan en la Tabla 5.14 en la forma $\log(C)$ vs. $\log(\phi)$.

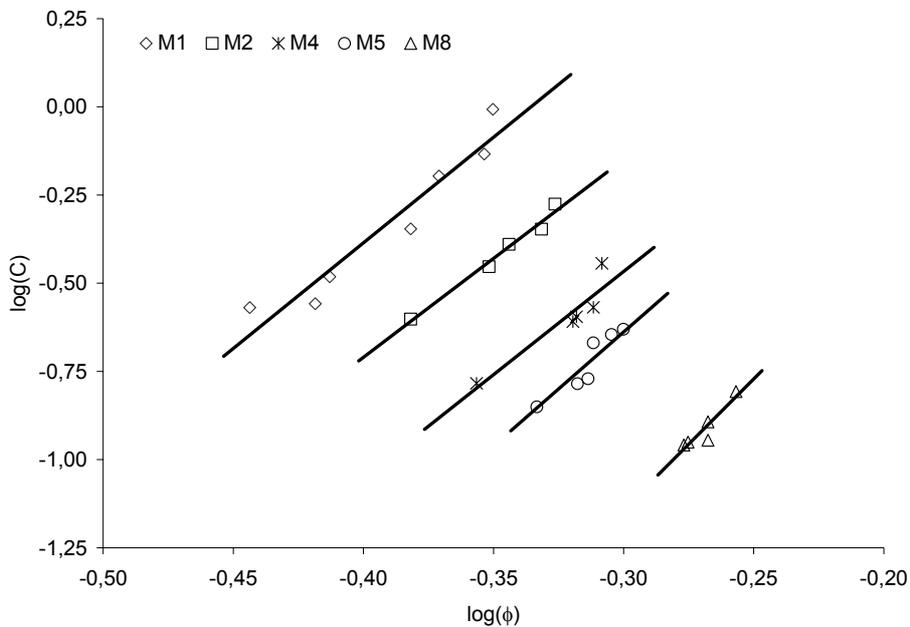


Figura 5.65 Variación de los valores de la cohesión con los de la compacidad (en escala doble logarítmica) para los lechos monomodales estudiados.

Como puede comprobarse los resultados se ajustan bien a líneas rectas de pendiente positiva y prácticamente paralelas, de acuerdo con la ec. (2.60). En vista de ello, los resultados se ajustaron a dicha ecuación, considerando un valor del parámetro m único, independiente del tamaño de partícula, d_s . Operando de este modo se obtuvo la ecuación:

$$C = \frac{5730}{d_s^{1,15}} \phi^{6,4} \quad (5.30)$$

En la Figura 5.66 se representan los valores de la cohesión, C , obtenidos a partir de las curvas de fluencia (Tabla 5.14), frente a los de la compacidad, ϕ , para las distintas fracciones granulométricas monomodales ensayadas. Las curvas continuas representan los valores calculados mediante la ec. (5.30). Como puede comprobarse, el acuerdo entre los valores experimentales y los calculados es muy bueno.

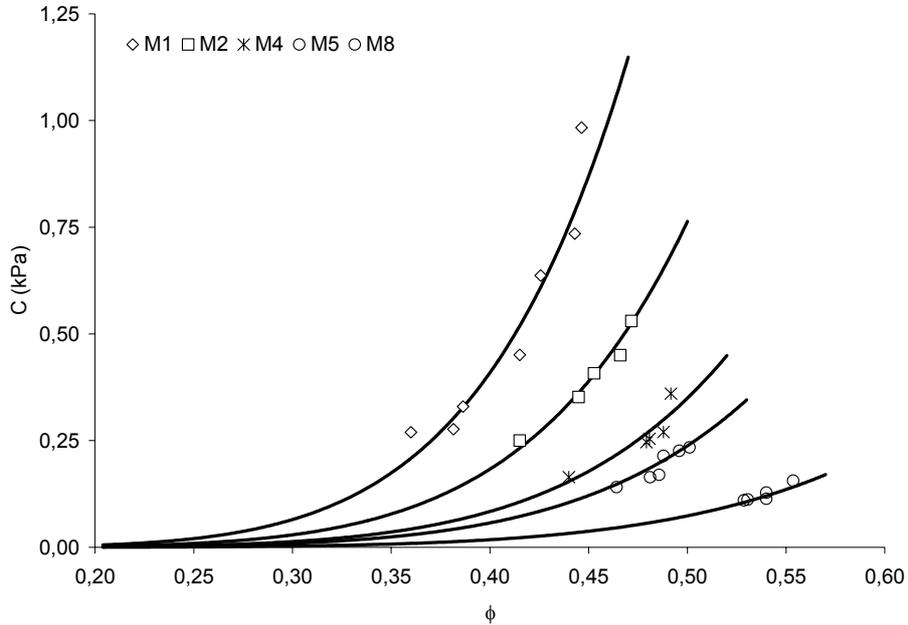


Figura 5.66 Comparación de los valores experimentales de C con los calculados mediante la ecuación (5.30).

Se comprueba que el efecto de la compacidad sobre la cohesión es mucho más alto ($m=6,4$) que el que predicen los modelos teóricos de Rumpf o de Kendall ($m=4$) debido fundamentalmente al marcado efecto que ejerce ϕ sobre el número de microcontactos reales entre partículas, tal y como se ha comentado en la introducción (apartado 2.3.2.5).

Este valor de $m=6,4$, es muy parecido al obtenido ajustando los resultados experimentales que se detallan en la bibliografía^{143, 144} para otros polvos a la ec. (2.60) propuesta. En efecto, operando de este modo los valores de m obtenidos para diferentes materiales varían entre 4 y 8, siendo un valor de m próximo a 6 el más frecuente.

En lo que respecta al efecto del tamaño de partícula, d_s , hay que resaltar que el valor del exponente obtenido ($n = 1,15$), está muy próximo a 1, que es el valor que predicen los modelos teóricos (apartados 2.3.2.1 y 2.3.2.2 de la introducción).

5.2.3.1.5. Coeficiente de fricción (μ)

En la Figura 5.67 se representan los valores del coeficiente de fricción del polvo, μ , que se detallan en la Tabla 5.14, en función de la tensión de consolidación, σ_1 . Se comprueba, tal y como se había indicado en la introducción (apartado 2.3.1.3), que el coeficiente de fricción depende de las características del lecho, por lo que su valor varía no sólo con el tamaño de partícula, d_s , sino también de las condiciones de consolidación.

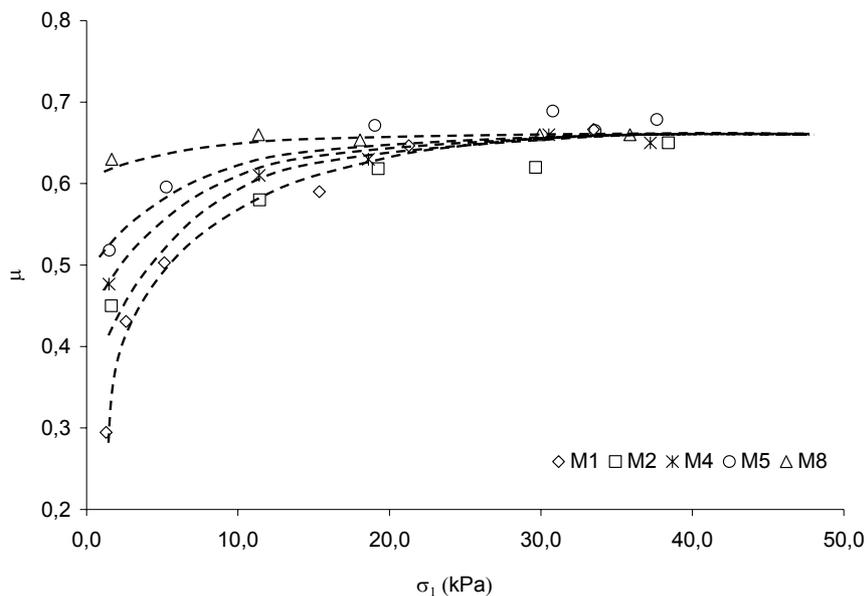


Figura 5.67 Variación de los valores del coeficiente de fricción, μ , con los de la tensión de consolidación, σ_1 , para los lechos monomodales estudiados.

En efecto, conforme se incrementa la tensión de consolidación, σ_1 , aumenta μ , siendo el efecto de dicha variable, σ_1 , tanto menor cuanto mayor es su valor y el tamaño de partícula del polvo, d_s .

Para tratar de relacionar μ con las características del lecho de polvo, ϕ y d_s , en la Figura 5.68 se han representado los valores de μ frente a los de la compacidad, ϕ , para los diferentes lechos estudiados.

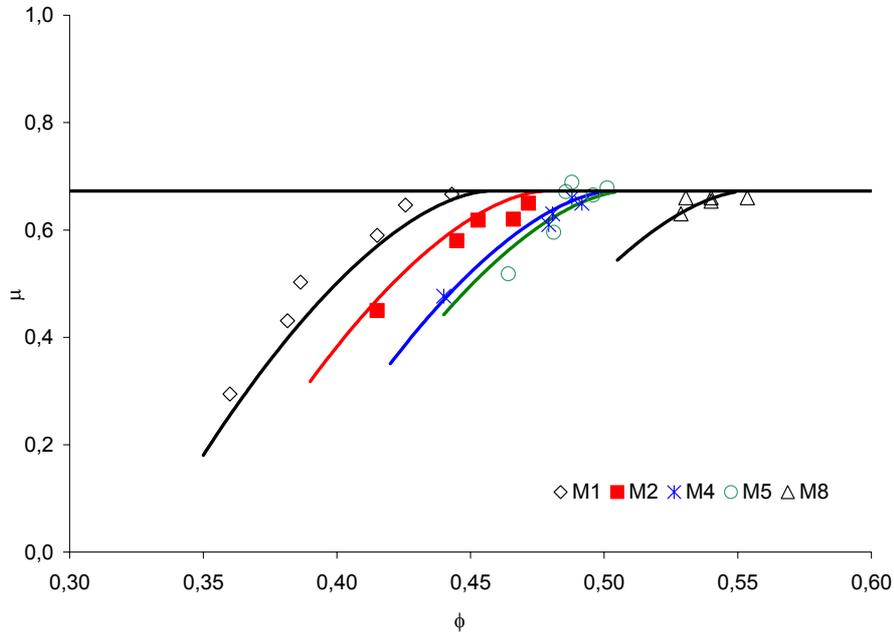


Figura 5.68 Variación de los valores de μ con los de la compacidad para los lechos monomodales estudiados. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.32).

Se comprueba que el coeficiente de fricción aumenta conforme lo hace la compacidad hasta alcanzar un valor prácticamente constante a una valor de la compacidad del lecho, ϕ^* , que depende del tamaño medio de las partículas. No obstante, la variación que sigue μ con ϕ es independiente del tamaño medio de las partículas (curvas paralelas), al igual que el valor al que tiende el coeficiente de fricción, μ_f .

En vista de ello, los resultados experimentales se han tratado de ajustar a una ecuación del tipo:

$$(\mu_f - \mu) \propto (\phi^* - \phi)^5 \tag{5.31}$$

Dado que los valores de ϕ^* obtenidos eran muy parecidos a los correspondientes a la máxima compacidad posible según Kawakita, ϕ_∞ , se utilizaron estos últimos como valores de ϕ^* . Operando de este modo se obtiene la ecuación:

$$0,67 - \mu = 20,7 (\phi_\infty - \phi)^{1,7} \tag{5.32}$$

Como puede comprobarse, el acuerdo entre los valores experimentales y los calculados según la ec. (5.32) (líneas continuas de la Figura 5.68), es bueno.

Por otra parte, conviene señalar que el efecto que ejerce el tamaño de partícula, d_s , y la compacidad del lecho, ϕ , sobre el coeficiente de fricción calculado mediante la ec. (2.48), es análogo al que describen distintos investigadores empleando para el cálculo la ecuación de Coulomb^{125 a 129} (ec. (2.40)).

5.2.3.1.6. Función de flujo del material (FFM). Su relación con el tamaño medio de las partículas.

En la Figura 5.69 se representa para cada fracción granulométrica estudiada, su correspondiente función de flujo; es decir, los valores de la resistencia mecánica a la compresión, f_c , en función de los de la tensión de consolidación, σ_1 .

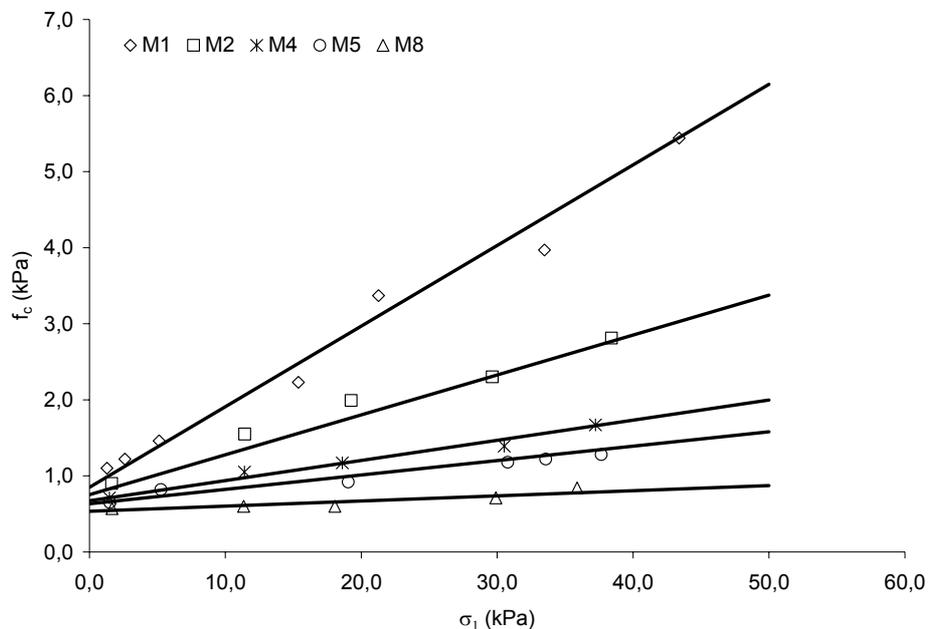


Figura 5.69 Funciones de flujo de las fracciones monomodales estudiadas. Ajuste de los datos experimentales a la ec. (5.33).

Se comprueba que, para el intervalo de tensiones de consolidación normales utilizadas, las funciones de flujo de las diferentes fracciones se ajustan aceptablemente bien a líneas rectas, tal y como se ha discutido en el apartado 2.3.4.1.ii de la introducción.

En la Figura 5.70 se representan en coordenadas doble logarítmicas los valores de la pendiente, α , y de la ordenada en el origen, f_{c0} , de estas representaciones, en función del tamaño medio de las partículas, d_s . Se aprecia que ambos parámetros se reducen al aumentar el tamaño de

partícula, d_s , siendo el efecto de d_s mucho mayor en el caso de la pendiente, de acuerdo con lo indicado en el apartado 2.3.4.1.ii.

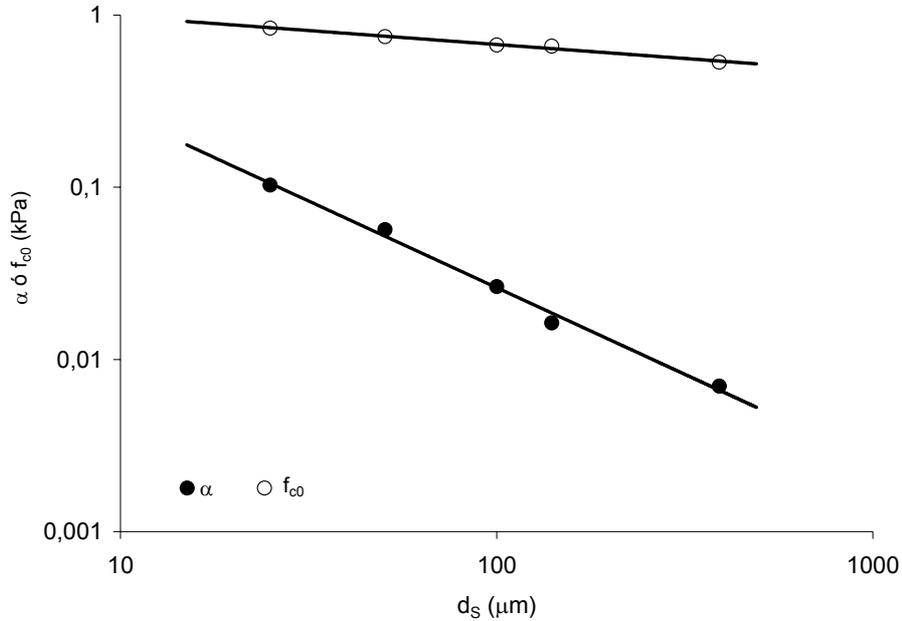


Figura 5.70 Variación de α y de f_{c0} con el tamaño medio superficial de las partículas, d_s , para las fracciones monomodales estudiadas.

La variación de la pendiente de la función de flujo, α , con el tamaño medio de las partículas, d_s , puede explicarse, al menos de forma cualitativa, atendiendo al efecto de la tensión de consolidación, σ_1 , sobre el número de microcontactos por unidad de superficie de fractura, n , y a la evolución que sigue con d_s . En efecto, como ya se ha descrito en el apartado 2.3.4.1.ii, el aumento que experimenta la resistencia mecánica a la compresión del lecho, f_c , con el incremento de la tensión de consolidación, σ_1 , pendiente de la función de flujo, α , se debe al aumento paralelo que sufre el número de microcontactos por unidad de superficie, n , con esta variable, σ_1 , durante la densificación del lecho. En consecuencia, un incremento del tamaño de partícula debe provocar una disminución del efecto de σ_1 sobre n y por consiguiente, sobre α como el observado (Figura 5.70) debido a que la compresibilidad del lecho, K , y su influencia sobre aquella, α , también disminuyen.

Un análisis más riguroso de este comportamiento debe realizarse basándose en la ec. (2.68). En efecto, la pendiente, α , disminuye conforme se aumenta el tamaño de las partículas, d_s , debido al efecto directo de este parámetro sobre d_s (ec. (2.68)) y al que ejerce, de forma indirecta, sobre la compresibilidad del lecho, K (ec. (5.26)), sobre ϕ_0 (ec. (5.23)) y sobre ϕ (ec.

(2.65)), parámetros de los que depende α de la forma expresado por la ecuación 2.67 del apartado 2.3.4.1.ii.

En lo que respecta a f_{c0} , parámetro que se interpreta como la resistencia mecánica a la compresión del lecho resultante del llenado, la pequeña variación que experimenta con d_s , se debe a que el efecto de éste sobre el número de microcontactos por unidad de superficie, n , es también muy pequeño. En efecto, de acuerdo con el ec. (2.69), el valor de f_{c0} para fracciones monomodales, será función únicamente del tamaño de las partículas y su efecto será menor que el que este parámetro ejerce sobre α , ya que conforme disminuye d_s también lo hace ϕ_0^m , contrarrestando, en gran medida, el efecto directo que d_s ejerce sobre f_{c0} .

Como puede comprobarse en la Figura 5.70, los valores de la pendiente, α , y de la ordenada en el origen, f_{c0} , se ajustan aceptablemente bien a ecuaciones de tipo potencial, por lo que el efecto del tamaño medio de las partículas sobre la función de flujo del material puede describirse mediante la ecuación:

$$f_c = \frac{2,70}{d_s} \sigma_1 + \frac{1,46}{d_s^{0,17}} \quad (5.33)$$

El acuerdo entre los resultados experimentales y los calculados mediante la ec. (5.33), líneas continuas de la Figura 5.69, es bueno.

5.2.3.1.7. Ángulo efectivo de fricción interna (δ)

En la Figura 5.71 se han representado los valores del ángulo efectivo de fricción interna, δ , de las distintas fracciones granulométricas estudiadas, frente a su tamaño medio, d_s .

Se aprecia que los valores de este parámetro de flujo disminuyen conforme aumenta el tamaño medio de partícula, siendo el efecto de esta característica tanto más pequeño cuanto mayor es el tamaño de las partículas, hasta anularse prácticamente. Dicho comportamiento, como ya se ha indicado en el apartado 2.3.4.2 de la introducción, es similar al observado para otros parámetros de flujo utilizados (índice de Hausner, N_1 , etc.).

En consecuencia, para describir el efecto del tamaño de partícula sobre el ángulo efectivo de fricción interna, se ha recurrido al mismo tipo de ecuación al utilizado para estos parámetros de flujo. Operando de este modo se ha obtenido la ecuación:

$$(\delta - 37) = \frac{136}{d_s} \quad (5.34)$$

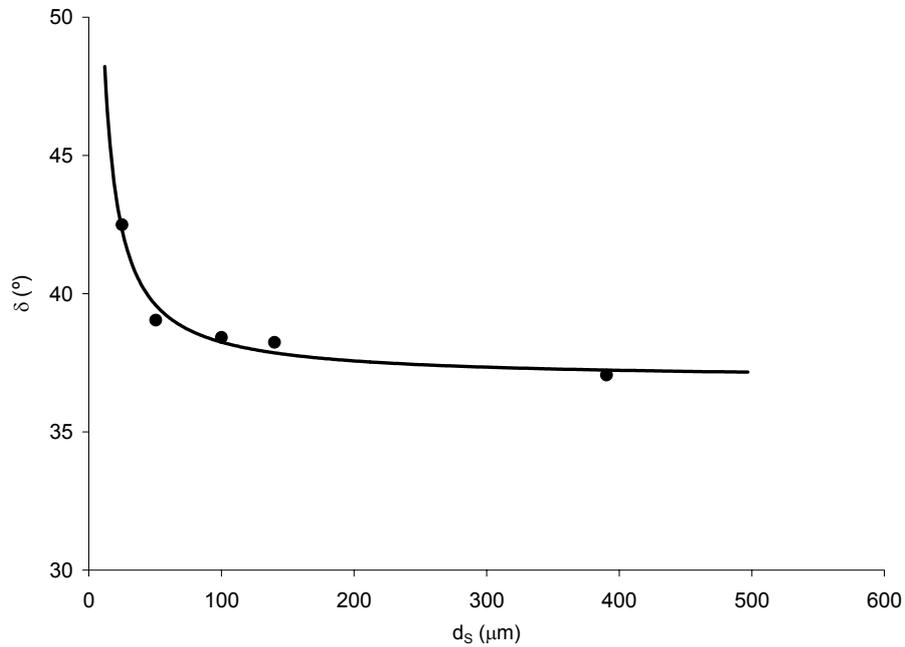


Figura 5.71 Variación de los valores de δ con los del tamaño medio de las partículas, d_s , para las fracciones monomodales estudiadas. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.34).

5.2.3.2. Lechos de polvos bimodales

5.2.3.2.1. Curvas de fluencia

En el Apéndice 8.9 de este trabajo se adjuntan los valores experimentales de las curvas de fluencia obtenidos con la célula rotacional para las mezclas binarias de partículas de cuarzo. Cada uno de estos valores de la tensión de cizalla corresponde a una media aritmética de tres experimentos. Los resultados experimentales se han ajustado a la ecuación propuesta (Ec. (2.48)).

En la Figura 5.72 a la Figura 5.83 se representan estos resultados para cada una de las mezclas. Se comprueba que el modelo propuesto reproduce bien los resultados experimentales obtenidos.

Curvas de fluencia correspondientes a las composiciones del sistema binario M1+M8.

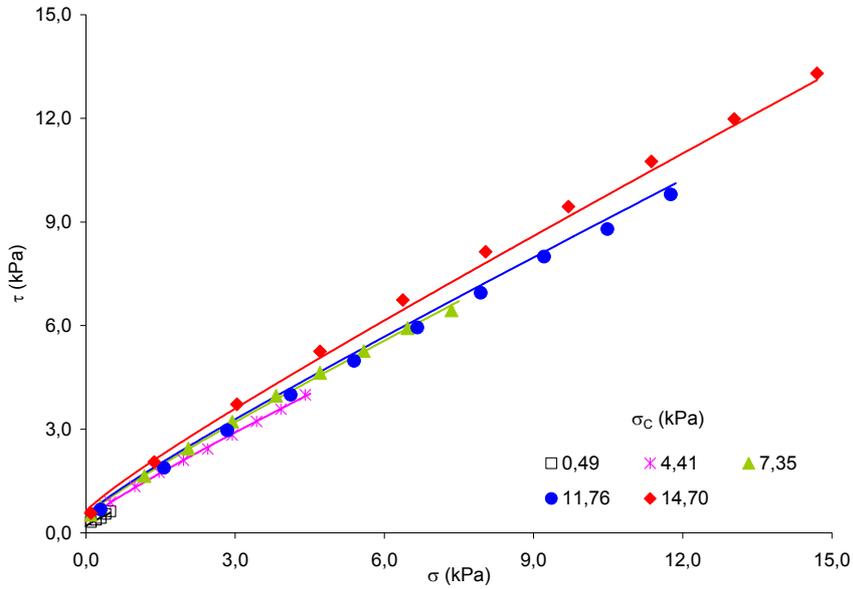


Figura 5.72 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,2$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

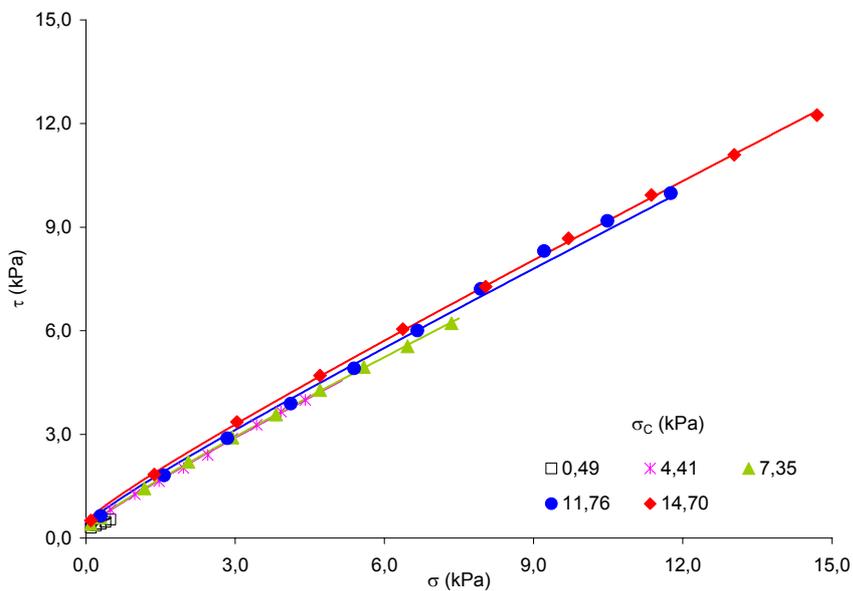


Figura 5.73 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,4$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

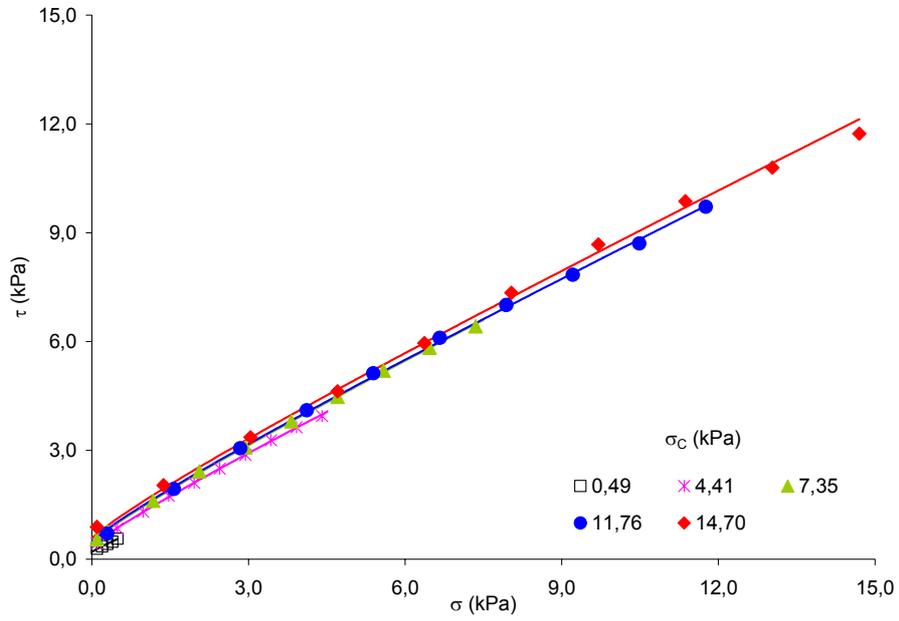


Figura 5.74 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,6$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

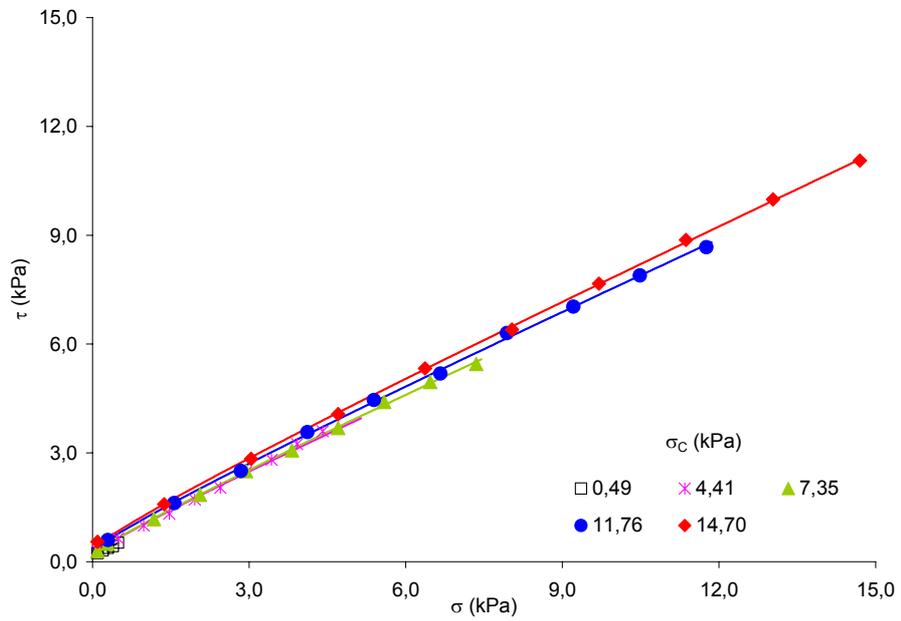


Figura 5.75 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,8$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

xxviii) Curvas de fluencia correspondientes a las composiciones del sistema binario M1+M5.

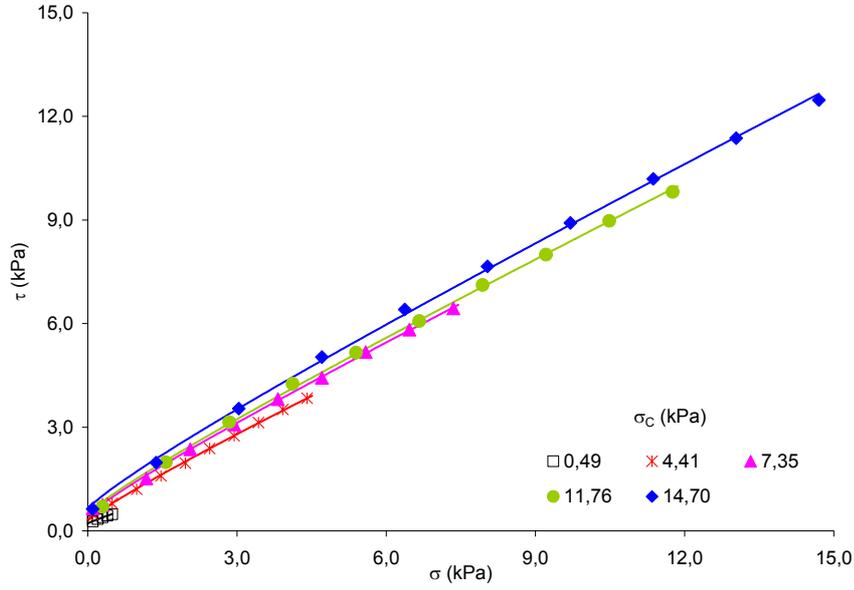


Figura 5.76 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,2$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

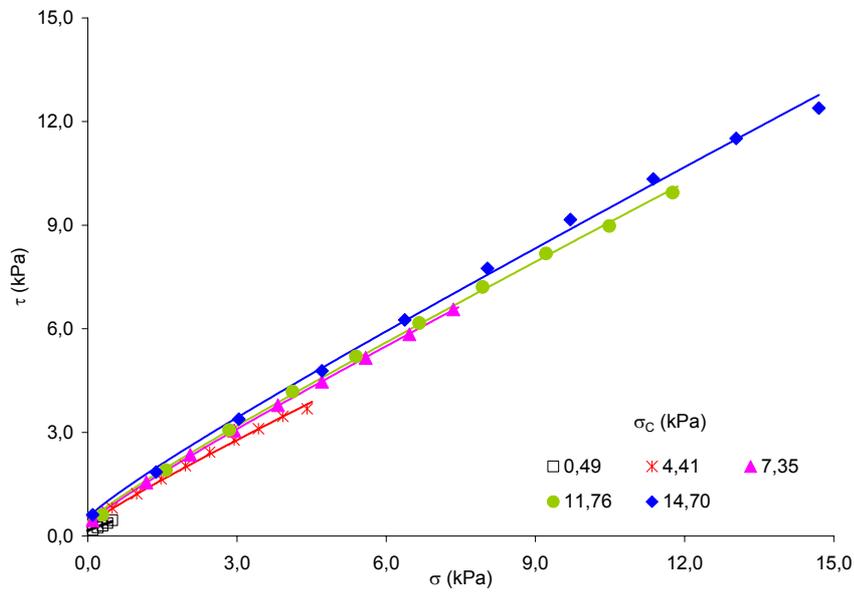


Figura 5.77 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,4$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

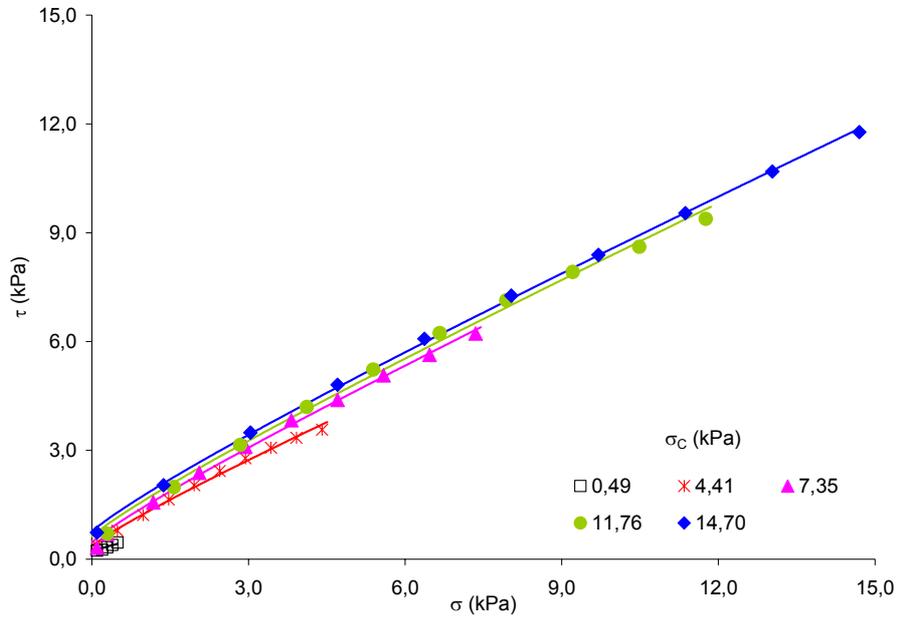


Figura 5.78 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,6$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

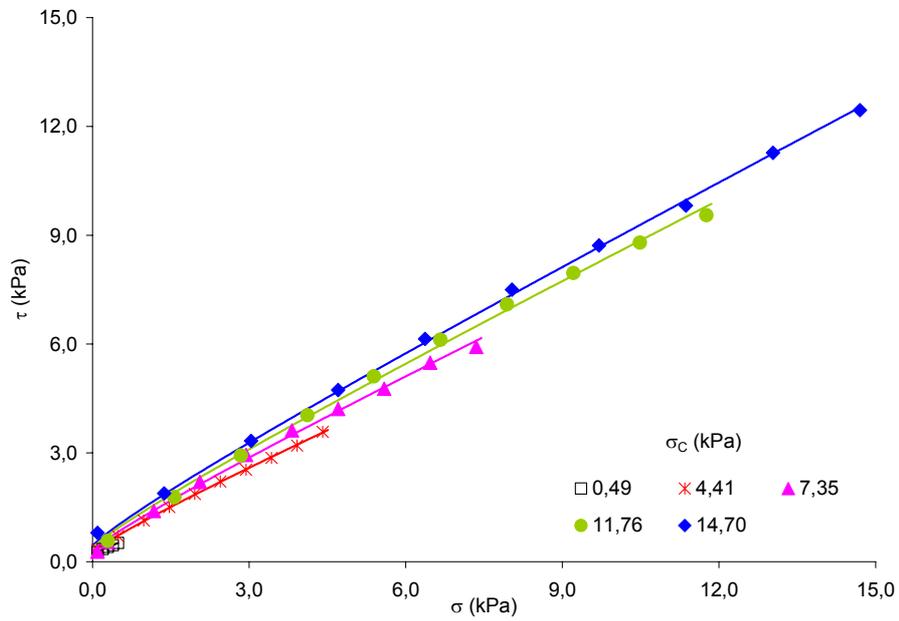


Figura 5.79 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,8$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

xxix) Curvas de fluencia correspondientes a las composiciones del sistema binario M5+M8.

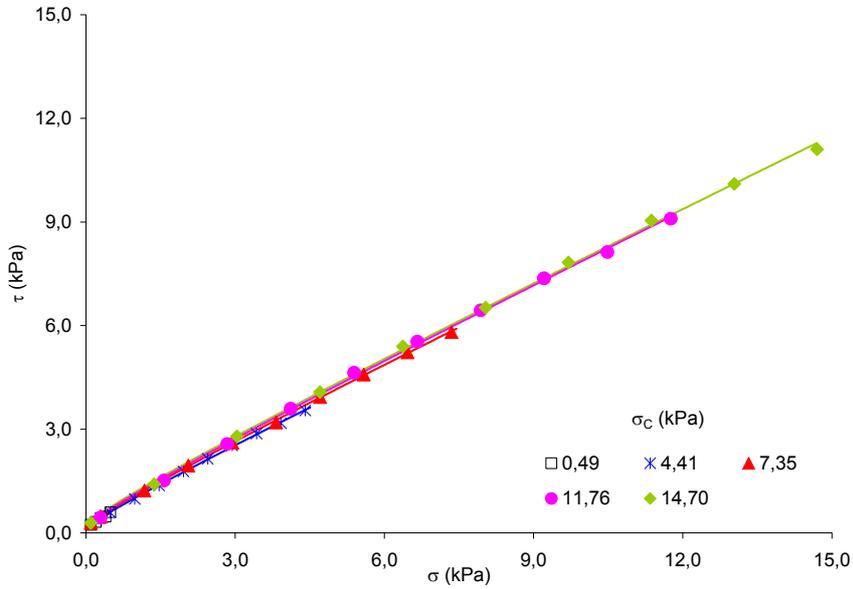


Figura 5.80 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,2$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

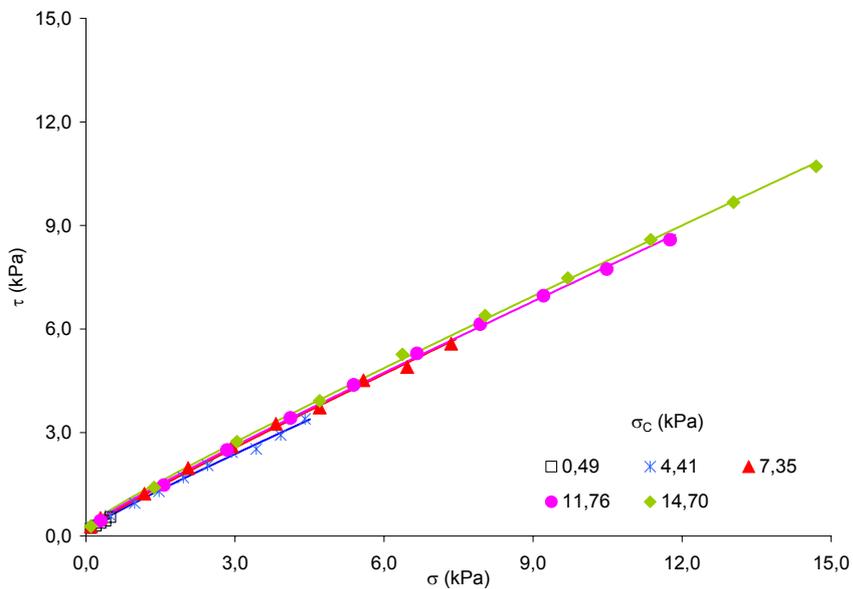


Figura 5.81 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,4$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

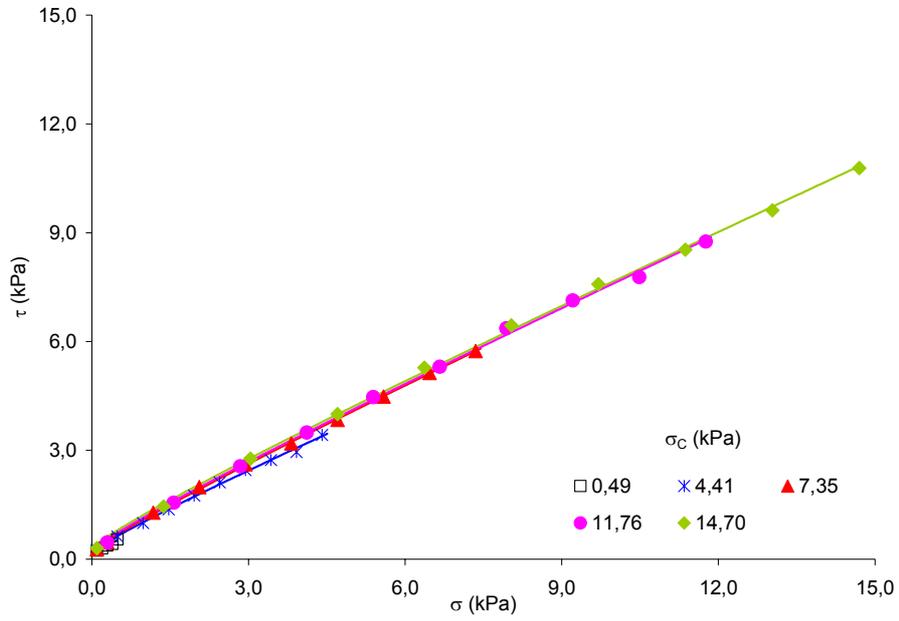


Figura 5.82 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,6$ Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

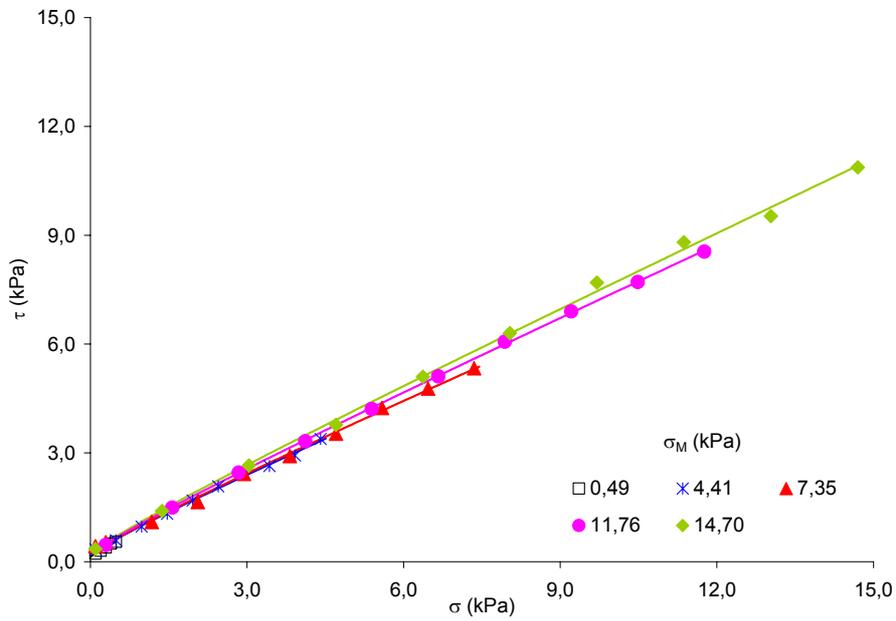


Figura 5.83 Curvas de fluencia correspondientes a la composición $X = 0,8$. Ajuste de los resultados experimentales al modelo propuesto (ec. (2.48)).

Siguiendo el mismo procedimiento que el empleado para los lechos monomodales, se han determinado para cada mezcla binaria los valores de la cohesividad del lecho, C , del coeficiente de fricción, μ , de la tensión de consolidación, σ_1 , del ángulo efectivo de fricción interna, δ y de la resistencia mecánica a la compresión, f_c . Sus valores, junto al diámetro de Sauter, d_s , el diámetro correspondiente al 50% en peso, d_{50} , y la compacidad de cada lecho, ϕ , se muestran en la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20.

Tabla 5.18 Valores de d_s , d_{50} , σ_1 , ϕ , C , μ , f_c y δ , correspondientes a las composiciones del sistema binario M1+M8.

X	d_s (μm)	d_{50} (μm)	σ_1 (kPa)	ϕ	C (kPa)	μ	f_c (kPa)	δ ($^\circ$)
0,2	30,8	98,1	0,00	0,377				41,3
			1,73	0,427	0,20	0,54	0,94	
			12,23	0,484	0,37	0,62	1,91	
			20,61	0,503	0,48	0,65	2,56	
			31,77	0,516	0,52	0,66	2,78	
			42,70	0,522	0,63	0,71	3,61	
0,4	40,0	171,2	0,00	0,459				40,1
			1,39	0,509	0,23	0,37	0,87	
			12,52	0,557	0,28	0,66	1,55	
			19,80	0,571	0,31	0,66	1,63	
			31,41	0,582	0,40	0,67	2,16	
			39,40	0,583	0,49	0,67	2,65	
0,6	57,0	244,2	0,00	0,518				39,4
			1,50	0,579	0,20	0,45	0,83	
			12,38	0,611	0,35	0,64	1,83	
			20,28	0,638	0,46	0,65	2,41	
			30,84	0,635	0,49	0,64	2,56	
			38,44	0,648	0,58	0,65	3,03	
0,8	99,5	317,3	0,00	0,528				36,8
			1,44	0,580	0,15	0,48	0,65	
			10,94	0,603	0,19	0,60	0,95	
			17,70	0,608	0,19	0,61	0,97	
			26,72	0,624	0,25	0,58	1,20	
			32,44	0,636	0,31	0,56	1,48	

Tabla 5.19 Valores de d_s , d_{50} , σ_1 , ϕ , C , μ , f_c y δ correspondientes a las composiciones del sistema binario M1+M5.

X	d_s (μm)	d_{50} (μm)	σ_1 (kPa)	ϕ	C (kPa)	μ	f_c (kPa)	δ ($^\circ$)
0,2	29,9	48,0	0,00	0,370				40,4
			1,28	0,417	0,22	0,33	0,77	
			11,96	0,471	0,30	0,63	1,56	
			20,26	0,479	0,45	0,65	2,36	
			31,32	0,495	0,50	0,65	2,67	
			39,95	0,498	0,66	0,66	3,57	
0,4	37,2	71,0	0,00	0,404				40,3
			1,20	0,456	0,16	0,33	0,58	
			11,74	0,510	0,30	0,62	1,74	
			20,70	0,526	0,36	0,68	1,96	
			32,01	0,526	0,41	0,68	2,26	
			40,63	0,540	0,54	0,69	2,99	
0,6	49,3	94,0	0,00	0,462				38,9
			1,14	0,490	0,22	0,24	0,65	
			11,47	0,540	0,36	0,58	1,76	
			19,99	0,546	0,46	0,63	2,15	
			30,29	0,565	0,63	0,61	3,18	
			37,29	0,565	0,77	0,60	3,84	
0,8	72,9	117,0	0,00	0,450				39,7
			1,10	0,498	0,14	0,32	0,49	
			11,13	0,523	0,26	0,59	1,27	
			19,27	0,525	0,31	0,64	1,62	
			31,19	0,536	0,39	0,67	2,08	
			37,81	0,547	0,44	0,69	2,75	

Tabla 5.20 Valores de d_s , d_{50} , σ_1 , ϕ , C , μ , f_c y δ correspondientes a las composiciones del sistema binario M5+M8.

X	d_s (μm)	d_{50} (μm)	σ_1 (kPa)	ϕ	C (kPa)	μ	f_c (kPa)	δ ($^\circ$)
0,2	160,6	190,1	0,00	0,475				37,5
			1,75	0,515	0,12	0,66	0,63	
			11,37	0,546	0,14	0,65	0,72	
			18,75	0,543	0,17	0,66	0,92	
			29,58	0,553	0,20	0,66	1,06	
			36,54	0,557	0,24	0,66	1,29	
0,4	188,3	240,2	0,00	0,500				36,3
			1,54	0,548	0,13	0,55	0,61	
			10,57	0,574	0,16	0,59	0,78	
			18,13	0,572	0,17	0,63	0,88	
			28,06	0,578	0,22	0,62	1,13	
			35,03	0,580	0,27	0,62	1,38	
0,6	227,6	290,2	0,00	0,525				36,7
			1,50	0,585	0,13	0,53	0,61	
			10,74	0,598	0,19	0,59	0,95	
			18,38	0,603	0,20	0,63	1,04	
			28,40	0,606	0,24	0,62	1,26	
			35,00	0,607	0,31	0,61	1,56	
0,8	287,5	340,3	0,00	0,515				36,3
			1,59	0,567	0,13	0,57	0,64	
			10,58	0,585	0,18	0,58	0,89	
			17,12	0,582	0,18	0,59	0,91	
			27,83	0,595	0,19	0,62	0,96	
			35,48	0,595	0,21	0,64	1,08	

5.2.3.2.2. Diagramas de compactación

En este apartado se ha seguido un procedimiento análogo al utilizado al estudiar la compactación de lechos de partículas monomodales (apartado 5.2.3.1.2).

Ecuación de Kawakita

Los resultados se ajustaron aceptablemente bien a la ec. (5.20). En la Tabla 5.21 se detallan los valores de los parámetros de la ecuación de Kawakita (a, b) para cada una de las mezclas correspondientes a las tres series.

Tabla 5.21 Parámetros de Kawakita correspondientes a las composiciones de los tres sistemas binarios. Ensayos de consolidación.

Referencia	X	a	b (kPa ⁻¹)
M1+M8	0,2	0,281	0,368
	0,4	0,225	0,413
	0,6	0,208	0,362
	0,8	0,177	0,280
M1+M5	0,2	0,272	0,368
	0,4	0,262	0,352
	0,6	0,230	0,374
	0,8	0,180	0,370
M5+M8	0,2	0,155	0,361
	0,4	0,147	0,425
	0,6	0,146	0,403
	0,8	0,149	0,424

En la Figura 5.84 y la Figura 5.85 se representan los valores de estos parámetros frente a la composición de la mezcla de cada serie. Se comprueba que el parámetro b se mantiene prácticamente constante alrededor del mismo valor que el obtenido para los lechos monomodales ($b = 0,364 \text{ kPa}^{-1}$).

En cambio, el valor del parámetro “a”, la compactabilidad según Kawakita, disminuye de forma prácticamente lineal conforme aumenta la proporción del componente más grueso en cada una de las mezclas, siendo el efecto de esta variable, X, tanto más acusada cuanto mayor es la diferencia de tamaños entre los componentes de cada serie.

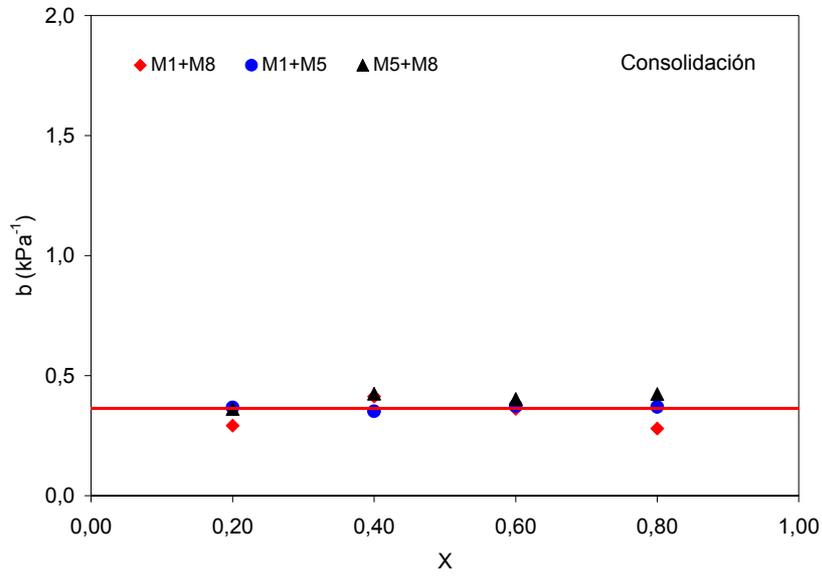


Figura 5.84 Evolución de los valores de b con la composición para los tres sistemas binarios estudiados. Ensayos de consolidación.

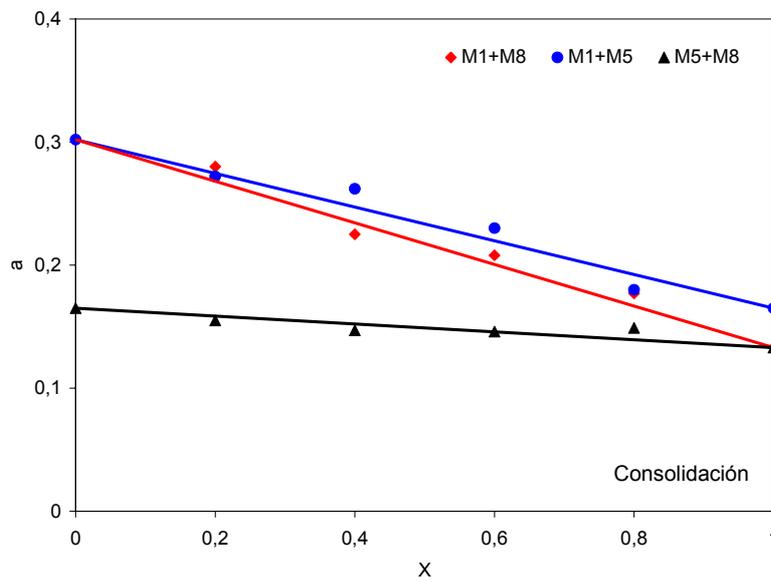


Figura 5.85 Evolución de los valores de a con la composición para los tres sistemas binarios estudiados. Ensayos de consolidación.

A la vista de estos resultados y teniendo en cuenta la relación entre el diámetro de Sauter de la mezcla y su composición, en la Figura 5.86 se han representado para cada serie los valores de “a” frente a los de d_s . Se incluyen en la misma serie los valores de “a” correspondientes a las fracciones monomodales (Tabla 5.15). Se comprueba que la variación que sigue con d_s el parámetro “a”, que representa la contracción volumétrica teórica que experimenta el lecho al someterlo a una tensión de consolidación infinita ($\sigma_1 = \infty$), es única, independientemente de la composición de la mezcla.

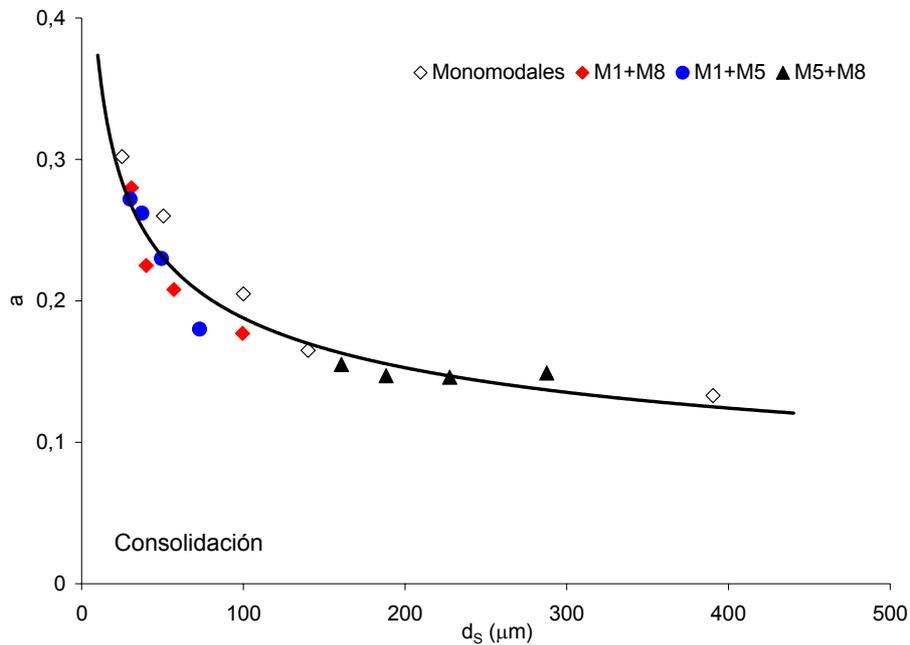


Figura 5.86 Variación de los valores de a con los de d_s para todos los polvos estudiados. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.35). Ensayos de consolidación.

Al ajustar estos resultados a una expresión del tipo de la 5.22, se obtiene la ecuación:

$$a = 0,74 d_s^{-0,3} \quad (5.35)$$

Se comprueba que la inclusión de los valores de las mezclas en el ajuste, sólo modifica sensiblemente el valor de uno de los parámetros de la ecuación.

Asimismo, se comprueba que el efecto que ejerce el tamaño medio de las partículas, d_s , sobre “a”, obtenidos a partir de los experimentos de densificación del polvo por aplicación de tensiones, es análogo al efecto que ejerce d_s sobre otros parámetros tales como el índice de Hausner (Figura

5.34), o los parámetros f y N_1 de la ecuación cinética (Figuras 5.40 y 5.42), obtenidos a partir de experimentos de densificación por “tapping”. Estos resultados parecen indicar que el tamaño medio de las partículas del polvo es el factor que mayoritariamente determina su comportamiento durante el proceso de densificación.

En la Figura 5.87, se han representado, para todos los polvos estudiados (fracciones monomodales y mezclas binarias), los valores de la compacidad del lecho resultante del llenado de la célula, ϕ_0^{CZ} , frente a los que se obtienen por caída libre y agitado, ϕ_0^{CLA} , en el experimento de densificación por “tapping”. Al igual que ocurría para las fracciones monomodales, los valores de ϕ_0^{CZ} y ϕ_0^{CLA} para cada lecho, son prácticamente iguales, existiendo una buena proporcionalidad entre ambos descrita mediante la ec. (5.25).

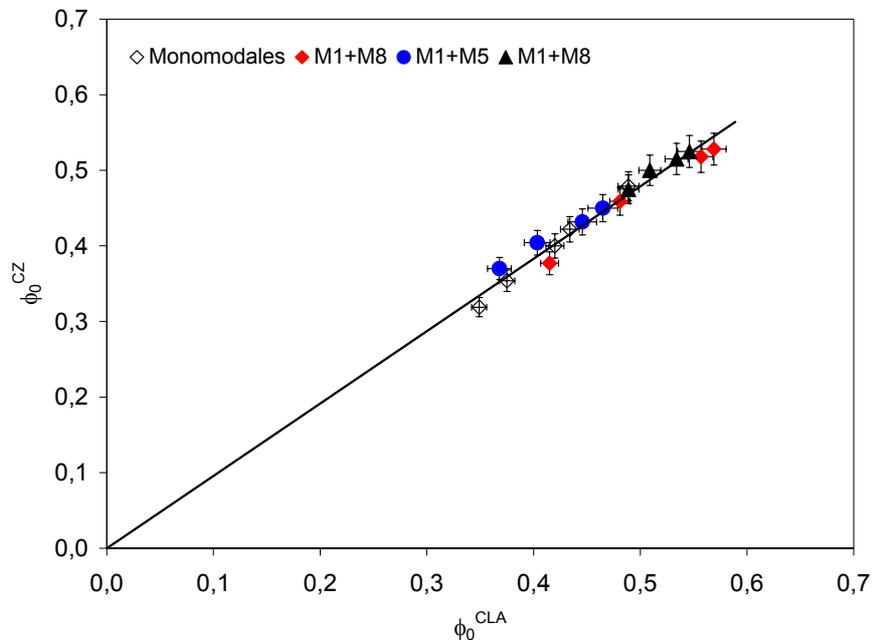


Figura 5.87 Relación entre los valores de la compacidad inicial del lecho preparado para “tapping”, ϕ_0^{CLA} , y el correspondiente a los ensayos de cizalla, ϕ_0^{CZ} , para todos los polvos estudiados.

En la Tabla 5.22 se detallan, para las diferentes mezclas, los valores de la máxima compacidad teórica (para $\sigma_1 = \infty$), ϕ_∞ , calculadas a partir de los valores de “a” y de ϕ_0 de la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20, teniendo en cuenta la definición de C_K (ec.(5.21))

Tabla 5.22 Valores de ϕ_{∞} correspondientes a todos los polvos estudiados. Ensayos de consolidación.

X \ Ref.	0,0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
M1+M8	0,457	0,537	0,592	0,654	0,642	0,553
M1+M5	0,457	0,508	0,547	0,576	0,549	0,405
M5+M8	0,505	0,562	0,586	0,615	0,605	0,553

Siguiendo el mismo procedimiento que en el apartado 5.1.2, en la Figura 5.88, la Figura 5.89 y la Figura 5.90 se representan, para los tres sistemas binarios estudiados, la variación del volumen específico del lecho correspondiente a la máxima compacidad teórica, $1/\phi_{\infty}$, frente a la composición de la mezcla, X.

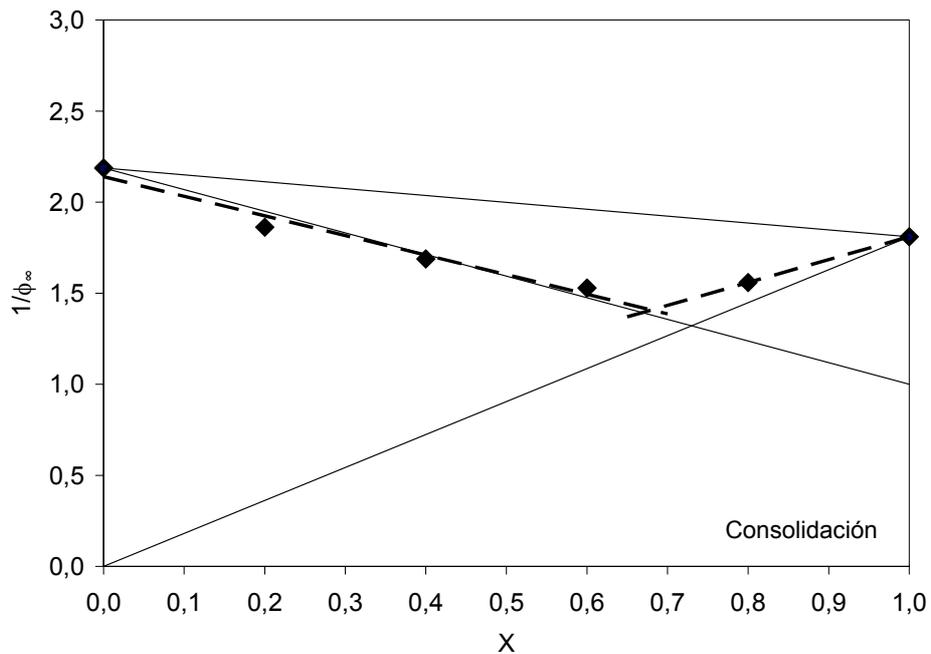


Figura 5.88 Variación de los valores del volumen final específico del lecho con la composición para las composiciones del sistema M1 + M8. Ensayos de consolidación.

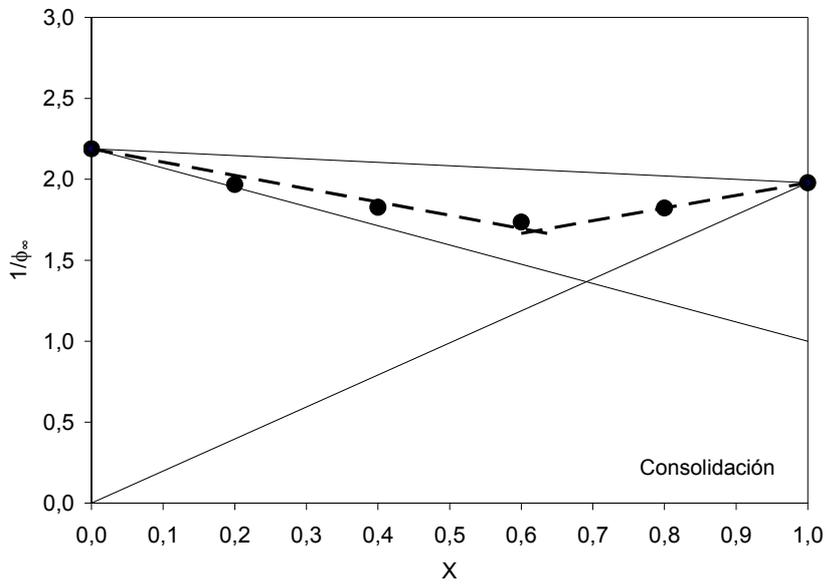


Figura 5.89 Variación de los valores del volumen final específico del lecho con la composición correspondientes a las composiciones del sistema binario M1 + M5.

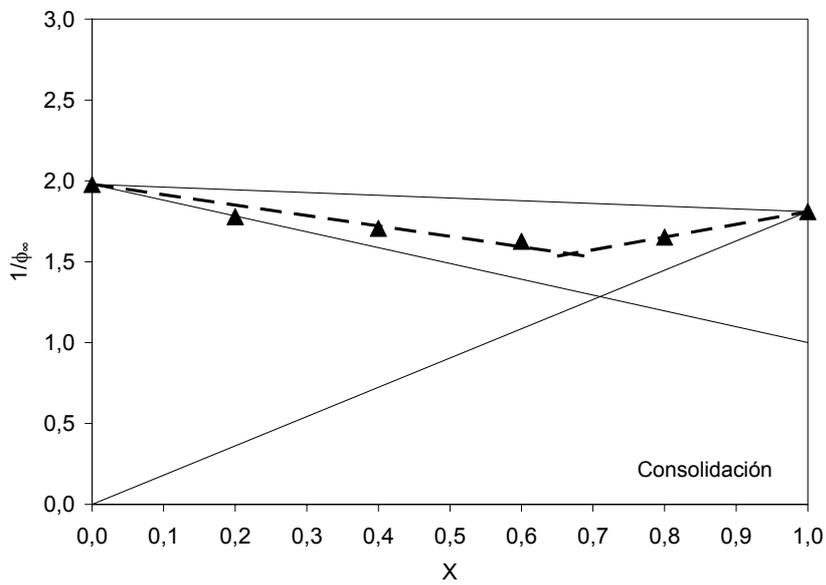


Figura 5.90 Variación de los valores del volumen final específico del lecho con la composición correspondientes a las composiciones del sistema binario M5 + M8.

En general se aprecia que la tendencia que sigue $1/\phi_\infty$ con la composición, es más parecida a la del volumen específico de los lechos resultantes del llenado en experimentos de “tapping” ($1/\phi_0^{CLA}$) (apartado 5.1.2.1) que la correspondiente al lecho compactado por este último procedimiento (apartado 5.1.2.2).

En efecto, tanto en un caso como en otro, Figura 5.24 y Figura 5.88, para la serie M1+M8, en la que el tamaño de las fracciones es el más diferente, la variación que sigue el volumen específico con la composición coincide con el comportamiento ideal para el tramo en el que $X < X_m$. En cambio, para el tramo $X > X_m$, los resultados se desvían apreciablemente del comportamiento ideal en ambos casos, a diferencia de lo que se observa en la Figura 5.29, correspondiente a los lechos densificados por “tapping”. La misma similitud se observa al analizar los resultados para los otros dos sistemas binarios (Figura 5.25 y Figura 5.89 para la serie M1+M5 y Figura 5.26 y Figura 5.90 para la serie M5+M8).

En la Tabla 5.23 se detallan los valores de los factores de eficacia correspondientes al tramo de composición $X < X_m$ (ϕ_∞), calculados mediante las ecuaciones (2.10) y (2.12), y al tramo $X > X_m$ (ϕ_∞'), calculados mediante las ecuaciones (2.13) y (2.15), para los tres sistemas binarios estudiados.

Tabla 5.23 Valores de los factores de eficacia, ϕ_∞ y ϕ_∞' y de la razón de tamaños, d_s^F/d_s^G , para los tres sistemas binarios. Ensayos de consolidación.

Sistema binario	Razón de tamaños (d_s^F/d_s^G)	Factor de eficacia para $X < X_m$ (ϕ_∞)	Factor de eficacia para $X > X_m$ (ϕ_∞')
M1+M8	0,064	0,99	0,75
M1+M5	0,179	0,71	0,55
M5+M8	0,357	0,59	0,48

Como era de esperar, los valores obtenidos son muy similares a los que resultan para la compacidad inicial del lecho (Tabla 5.4). Dicho comportamiento pone de manifiesto que la densificación por aplicación de tensiones, aunque provoca un incremento de la compacidad del lecho, no reduce tanto como el “tapping” las heterogeneidades iniciales que se forman durante el llenado, por lo que la desviación respecto del comportamiento ideal es mayor. En efecto, el mecanismo de densificación por “tapping” es radicalmente distinto al que resulta por aplicación de tensiones y provoca una mayor movilidad de las partículas, lo que conduce a un empaquetamiento de partículas más homogéneo.

A la vista de estos resultados, los valores de los factores de eficacia obtenidos en este apartado (Tabla 5.23) se han representado junto con los correspondientes al llenado (Tabla 5.4), frente a la razón de tamaños (Figura 5.91).

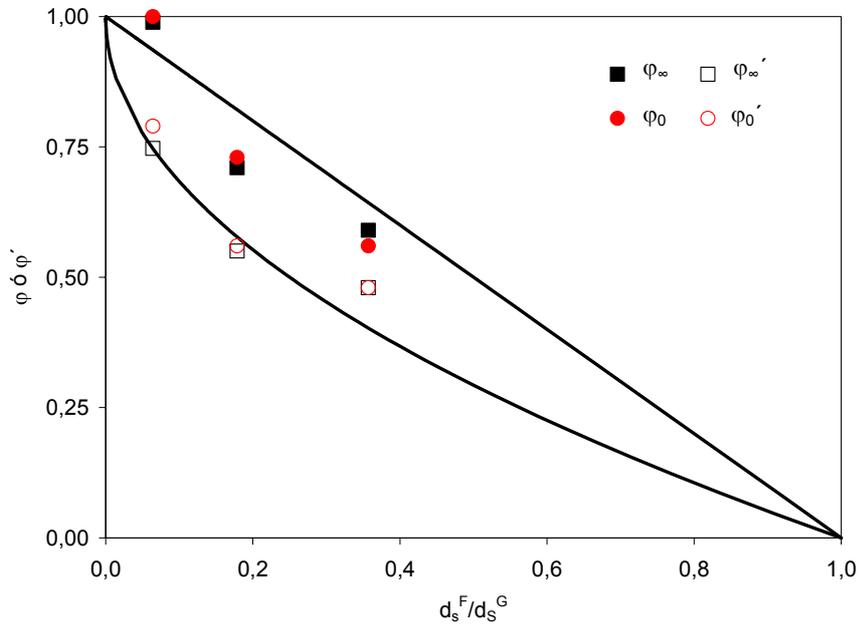


Figura 5.91 Variación de los valores de los factores ϕ_0 , ϕ_0' , ϕ_∞ , ϕ_∞' , con los de la razón de tamaños, d_s^F/d_s^G . Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.14). Ensayos de consolidación.

Como era de esperar los resultados se ajustan a dos curvas, una para los factores de eficacia correspondientes al tramo $X < X_m$, ϕ_0 y ϕ_∞ , y la otra para el tramo $X > X_m$, ϕ_0' y ϕ_∞' . La ecuación que describe estas dos relaciones es la (5.14), con los mismos valores de n que los correspondientes al llenado ($n=1$ para el tramo $X < X_m$ y $n=0,5$ para el tramo $X > X_m$).

Siguiendo un procedimiento análogo al descrito en el apartado 5.1.2.1, se han calculado los valores asintóticos de la compacidad del modelo de Kawakita (ϕ_∞), para el tramo $X > X_m$ a partir de las ecuaciones (2.10) y (2.12) del apartado 2.2.1.2.5, de la ecuación (5.24) y de la ec. (5.14). Lo propio se ha realizado para el cálculo de ϕ_∞ para el tramo $X < X_m$ (ecuaciones (2.13) y (2.15) del apartado 2.2.1.2.5, etc.). Como puede comprobarse en la Figura 5.92 el acuerdo entre los resultados experimentales y los calculados es bastante bueno; sólo unos pocos puntos se desvían apreciablemente de la recta de ajuste.

En vista de ello se han calculado los valores de la compacidad del lecho para los diferentes valores de σ_1 ensayados, empleando la ecuación de Kawakita, ec. (5.20), tomando para b un valor de $0,364 \text{ kPa}^{-1}$ y teniendo en cuenta las relaciones (5.35) y (5.23) para calcular el valor de "a" y de ϕ_0 . El acuerdo entre los valores experimentales y los calculados es bastante bueno (Figura 5.93).

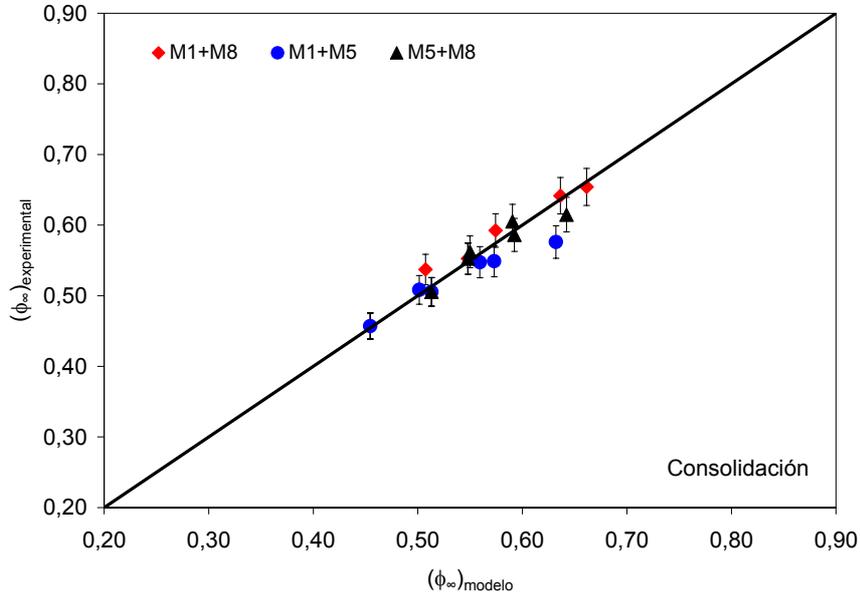


Figura 5.92 Comparación de los resultados experimentales, $(\phi_{\infty})_{\text{experimental}}$ con los calculados mediante las ecuaciones (2.10), (2.12), (5.24) y (5.14), $(\phi_{\infty})_{\text{modelo}}$.

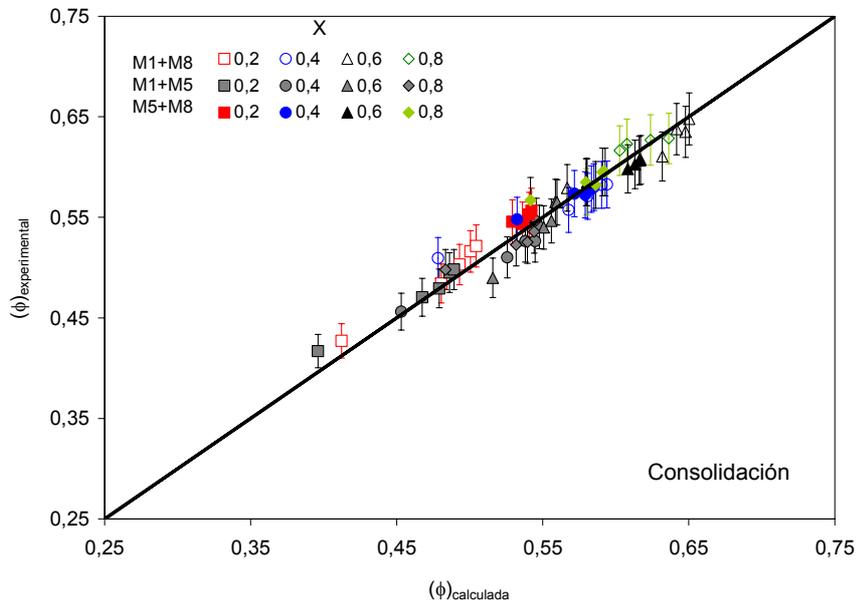


Figura 5.93 Comparación de los resultados experimentales, $(\phi)_{\text{experimental}}$ con los calculados mediante las ecuaciones (5.20), (5.35) y (5.23), $(\phi)_{\text{calculada}}$.

xxx) Modelo semilogarítmico

Los valores de σ_1 y ϕ que se detallan en la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20 se han tratado de ajustar a la ec. (2.65), tomando $(\sigma_1)_{\min} = 1$ kPa. Los valores de los parámetros K y ϕ_{\min} , se detallan en la Tabla 5.24.

Tabla 5.24 Parámetros del modelo semilogarítmico correspondientes a las composiciones de los tres sistemas binarios. Ensayos de consolidación.

Referencia	X	K x 10 ³	ϕ_{\min}
M1+M5	0,2	55,7	0,429
	0,4	42,5	0,515
	0,6	38,9	0,580
	0,8	27,9	0,582
M1+M4	0,2	50,9	0,416
	0,4	43,5	0,466
	0,6	40,2	0,500
	0,8	28,3	0,495
M4+M5	0,2	24,1	0,517
	0,4	23,6	0,545
	0,6	19,4	0,578
	0,8	20,8	0,562

En la Figura 5.94 se comparan los valores del parámetro ϕ_{\min} de la Tabla 5.24 con los de la compacidad inicial resultantes del llenado, ϕ_0 (Tabla 5.18, Tabla 5.19 y Tabla 5.20), para todas las mezclas ensayadas. Se han incluido en esta representación los valores correspondientes a los lechos obtenidos con las fracciones monomodales (Tabla 5.14). Se comprueba, como era de esperar, una buena relación de proporcionalidad entre ambos parámetros dada mediante la ecuación:

$$(\phi)_{\min} = 1,11(\phi_0) \quad (5.36)$$

Por otra parte, a la vista de los resultados que se detalla en la Tabla 5.24 y teniendo en cuenta la relación entre la compresibilidad, K, y el tamaño medio de las partículas, d_s , obtenido para lechos monomodales, ec. (5.26), en la Figura 5.95 se han representado para todas las mezclas los valores de K vs. d_s . Se incluyen en esta representación los valores correspondientes a los lechos monomodales estudiados. Se comprueba que todos los resultados se ajustan a una única curva descrita mediante la ecuación:

$$K = 0,25 d_s^{-0,5} \quad (5.37)$$

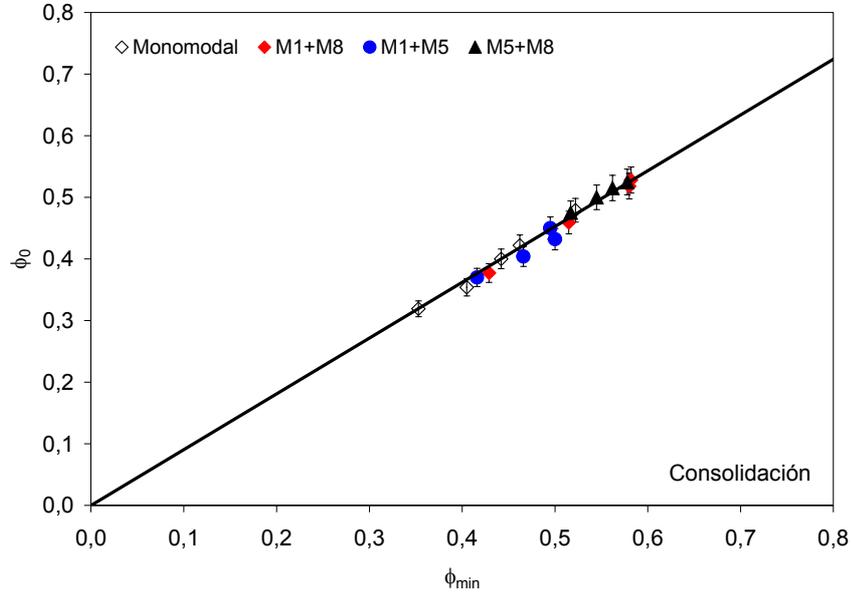


Figura 5.94 Relación entre los valores de ϕ_{min} y los de la compacidad inicial del lecho, ϕ_0 , para todos los polvos estudiados.

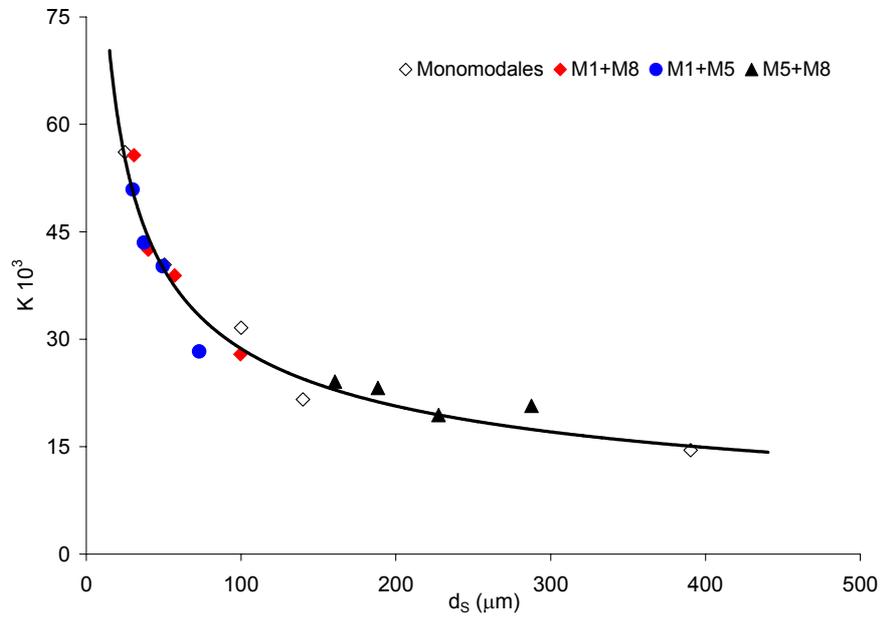


Figura 5.95 Relación entre los valores de la compresibilidad, K , y los del diámetro de Sauter, d_s , para todos los polvos estudiados. Ajuste de puntos experimentales a la ecuación (5.37).

Así pues, puede concluirse que la compresibilidad de un lecho de partículas es únicamente función del diámetro medio de Sauter; siendo, por tanto, independiente de la composición de la mezcla.

Al igual que se hizo en el apartado 5.2.3.1.2, para tratar de obtener una relación entre la compactabilidad "a", según Kawakita, y la compresibilidad, K, del modelo semilogarítmico, en la Figura 5.96 se han representado los valores de K de la Tabla 5.24 frente a los de "a" de la Tabla 5.21. Se han incluido los valores correspondientes a las fracciones monomodales (Tabla 5.15 y Tabla 5.17). Como era de esperar existe una buena correlación entre ambos parámetros que puede describirse mediante la ecuación:

$$K = 0,35 a^{1,52} \quad (5.38)$$

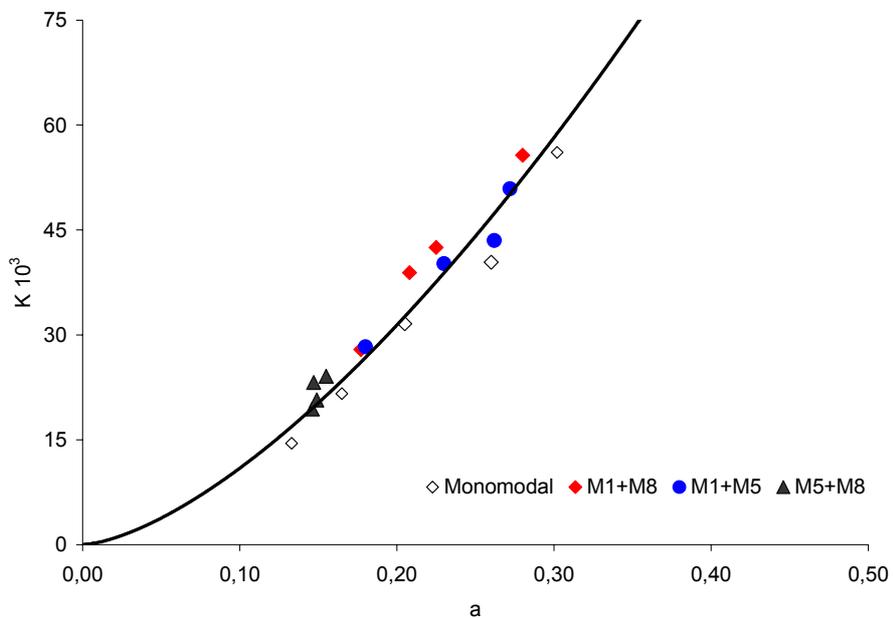


Figura 5.96 Relación entre los valores de la compresibilidad, K, y de la compactabilidad, "a", para todos los polvos estudiados. Ajuste de los puntos experimentales a la ecuación (5.38).

En la Figura 5.97 se ha representado la variación que sigue la compresibilidad de la mezcla, K, con su composición, X, para los tres sistemas binarios estudiados. Como era de esperar los resultados se ajustan bien a líneas rectas al igual que sucedía con el parámetro "a" de la ecuación de Kawakita (Figura 5.85).

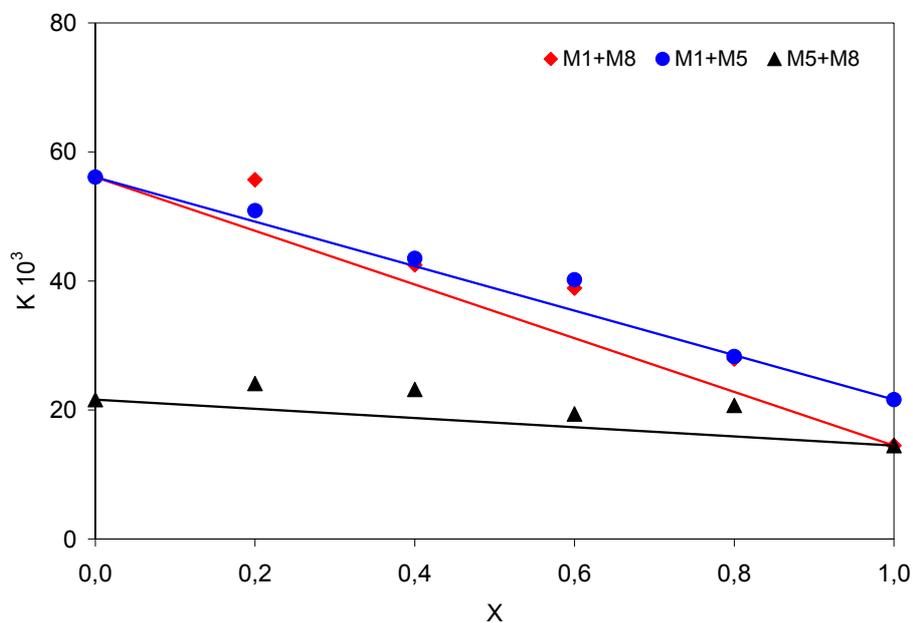


Figura 5.97 Variación de los valores del parámetro K con la composición para los tres sistemas binarios.

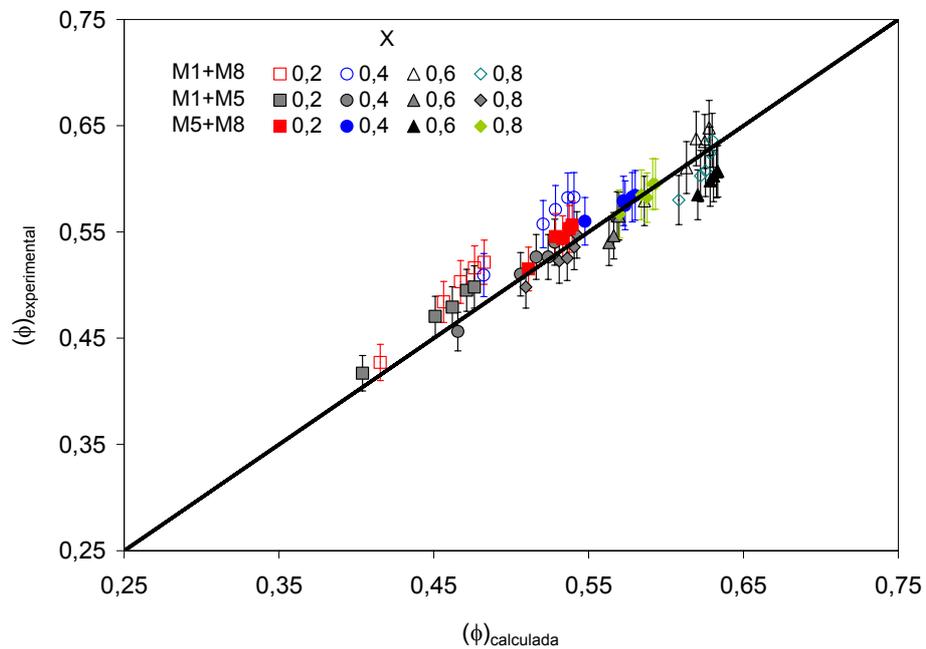


Figura 5.98 Comparación de los resultados experimentales, $(\phi)_{\text{experimental}}$, con los calculados mediante las ecuaciones (2.65), (5.36) y (5.37), $(\phi)_{\text{calculada}}$.

A partir de la ec. (2.65), representativa del modelo semilogarítmico, de la ec. (5.37), que describe la relación entre la compresibilidad del lecho, K , y el tamaño de partícula, d_s , y de la ec. (5.36), se han calculado para todas las mezclas y tensiones de consolidación estudiadas, los valores de la compacidad del lecho, ϕ . Como puede comprobarse en la Figura 5.98, el acuerdo entre los valores experimentales y los calculados es bastante bueno.

5.2.3.2.3. Relación entre la cohesión, C , y la resistencia mecánica a la compresión, f_c .

Análogamente a como se hizo en el apartado 5.2.3.1.3, en la Figura 5.99 se han representado, para todas las mezclas estudiadas, los valores de la cohesión, C , frente a los de la resistencia mecánica a la compresión, f_c , que se detallan en la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20. Se han incluido en esta representación los valores correspondientes a los lechos de partículas monomodales.

Se comprueba que todos los valores se ajustan aceptablemente bien a una única recta que pasa por el origen. Al ajustar por mínimos cuadrados los resultados se obtiene la ecuación:

$$f_c = 5,18 C \quad (5.39)$$

prácticamente coincidente con la obtenida para lechos monomodales (ec. (5.29))

Así pues, para todos los lechos estudiados, independientemente de las condiciones de consolidación, σ_1 , y del tamaño de partículas del lecho, d_s , tanto para mezclas binarias como para fracciones monomodales, la resistencia mecánica a la compresión, f_c , es unas cinco veces mayor que la resistencia a la cizalla, C .

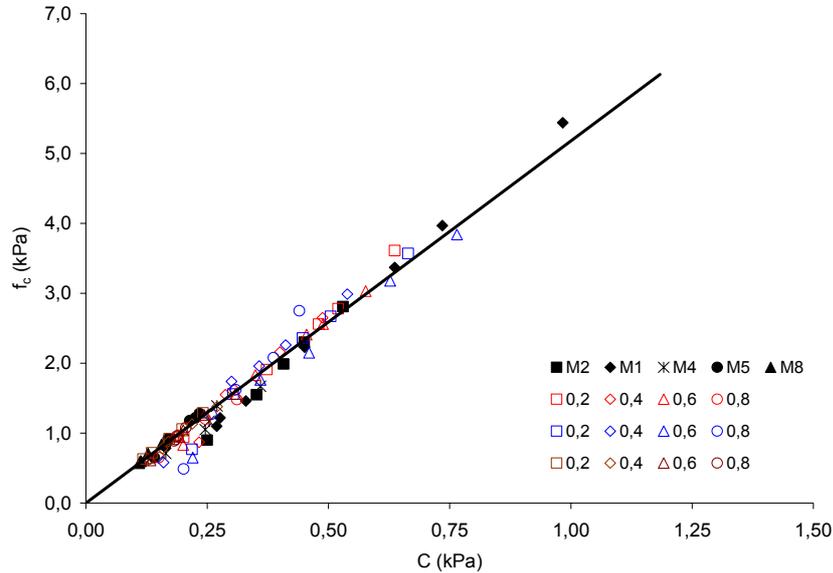


Figura 5.99 Relación entre los valores de la cohesión, C , y los de la resistencia mecánica a la compresión, f_c , para todos los polvos estudiados. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.39).

Análogamente, como se hizo al estudiar el comportamiento de las fracciones monomodales, en primer lugar se analizará y discutirá la relación entre la compacidad, ϕ , y la cohesión, C , y el efecto que sobre esta ejerce el tamaño medio de partícula. Posteriormente se discutirá el efecto de esta última variable, sobre la función de flujo.

5.2.3.2.4. Cohesión de un lecho de partículas, C . Su relación con la compacidad, ϕ , y el tamaño medio de las partículas, d_s .

Los pares de valores (C , ϕ) que se detallan en la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20, se han tratado de ajustar a la ec. (2.60), propuesta en la introducción y que predice una relación potencial entre ambas propiedades, obteniéndose buenos resultados con un valor del exponente $m \approx 6,0$, próximo al obtenido para lechos monomodales. En vista de ello los resultados, de las mezclas y de las fracciones monomodales, se volvieron a ajustar a esta ecuación considerando un valor de m único e independiente de d_s y X . Operando de este modo se obtuvo la ecuación:

$$C = B \phi^{6.5} \tag{5.40}$$

En la Figura 5.100, la Figura 5.101 y la Figura 5.102, se aprecia que la ec. (5.40), describe muy bien el efecto de la compacidad del lecho sobre su cohesión, destacando que el valor de m obtenido, es independiente del tamaño de las partículas, tanto para las mezclas como para los lechos monomodales.

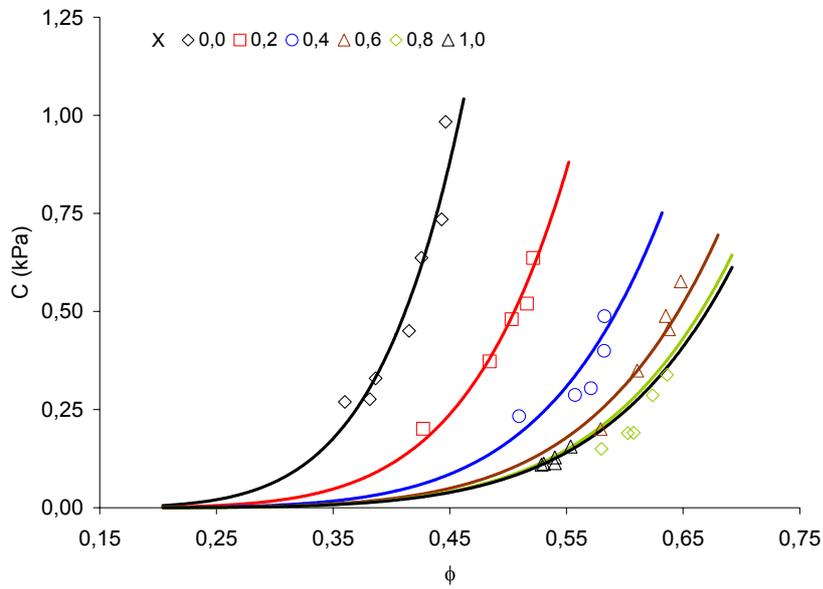


Figura 5.100 Variación de los valores de C con los de ϕ para las composiciones del sistema binario M1+M8. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.40).

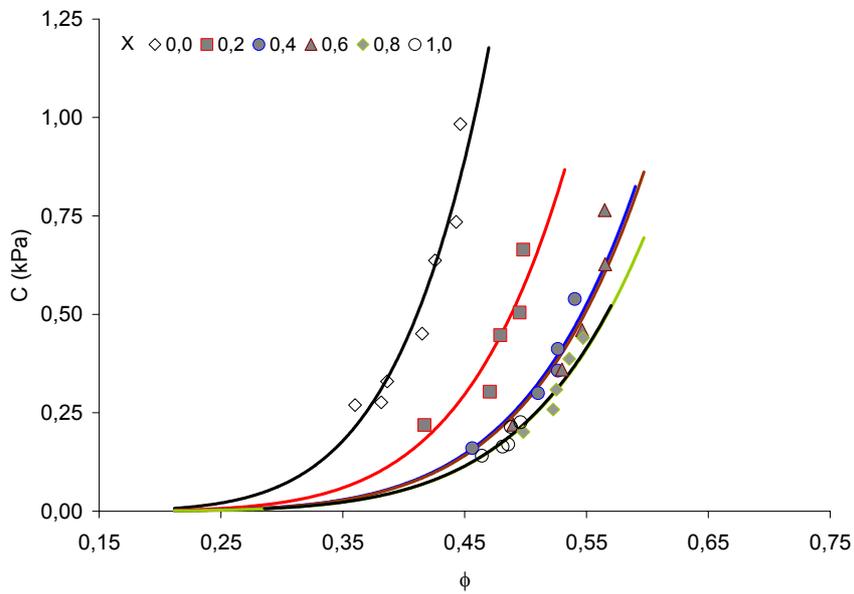


Figura 5.101 Variación de los valores de C con los de ϕ para las composiciones del sistema binario M1+M5. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.40).

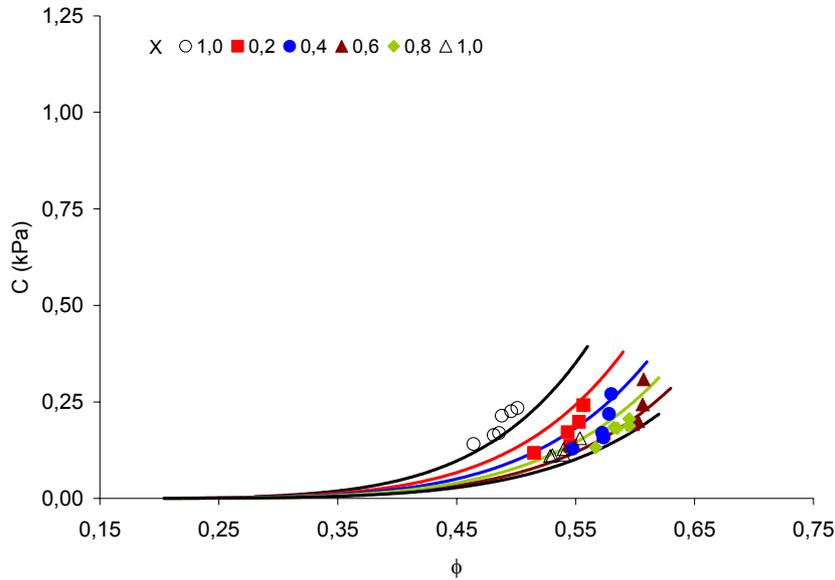


Figura 5.102 Variación de los valores de C con los de ϕ para las composiciones del sistema binario $M5+M8$. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.40).

Siguiendo con el modelo propuesto, el parámetro B de la ec. (5.40) debe disminuir conforme aumenta el tamaño medio de la partícula, siguiendo una ley potencial. En consecuencia, para tratar de determinar el efecto del tamaño de las partículas, d_s , sobre la cohesión, C , se han representado los valores de B obtenidos de la Ec. (5.40), frente al diámetro medio superficial o de Sauter de las mezclas, d_s , en escala doble logarítmica (Figura 5.103). Se comprueba que los resultados, a diferencia de lo que ocurre para lechos monomodales, no se ajustan ni siquiera a una relación única, tal y como predice el modelo.

En vista de ello, para describir el efecto del tamaño de partícula sobre la cohesión, se ha elegido otro tamaño medio de partícula, distinto del superficial o de Sauter, que da más peso al porcentaje de partículas gruesas de la mezcla. El elegido ha sido el diámetro al 50%, d_{50} . En la Figura 5.104 se comprueba que todos los valores, tanto los correspondientes a las mezclas como a las fracciones monomodales, se ajustan aceptablemente bien a una única línea recta de pendiente negativa de acuerdo con el modelo previsto. Así pues, el efecto combinado del tamaño medio de partícula, d_{50} , y de la compacidad, ϕ , sobre la cohesión, tanto para polvos monomodales como para mezclas binarias de ellos puede describirse mediante la ecuación:

$$C = \frac{6360}{d_{50}^{1,2}} \phi^{6,5} \quad (5.41)$$

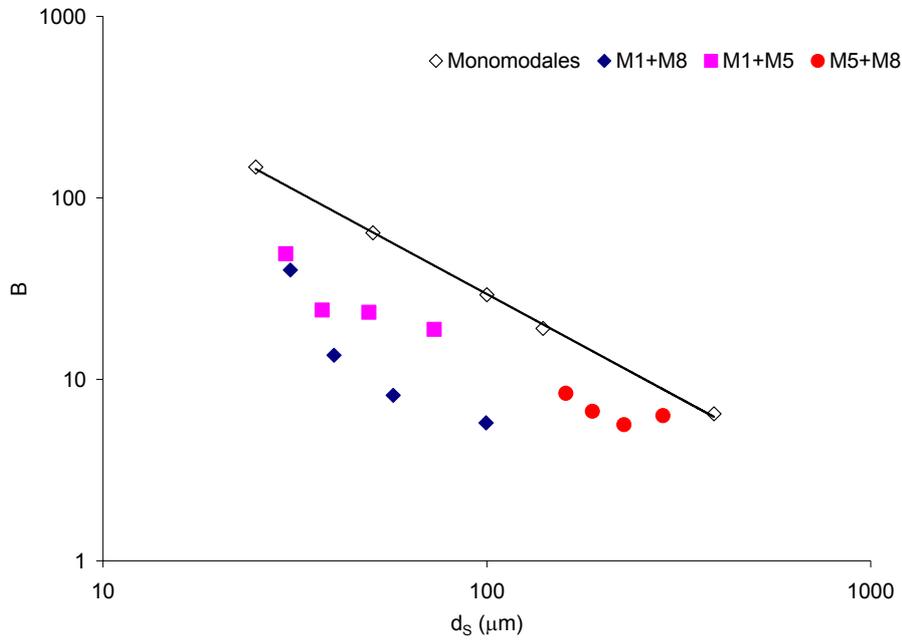


Figura 5.103 Variación de los valores del parámetro B de la ec. (5.40) con los del diámetro de Sauter.

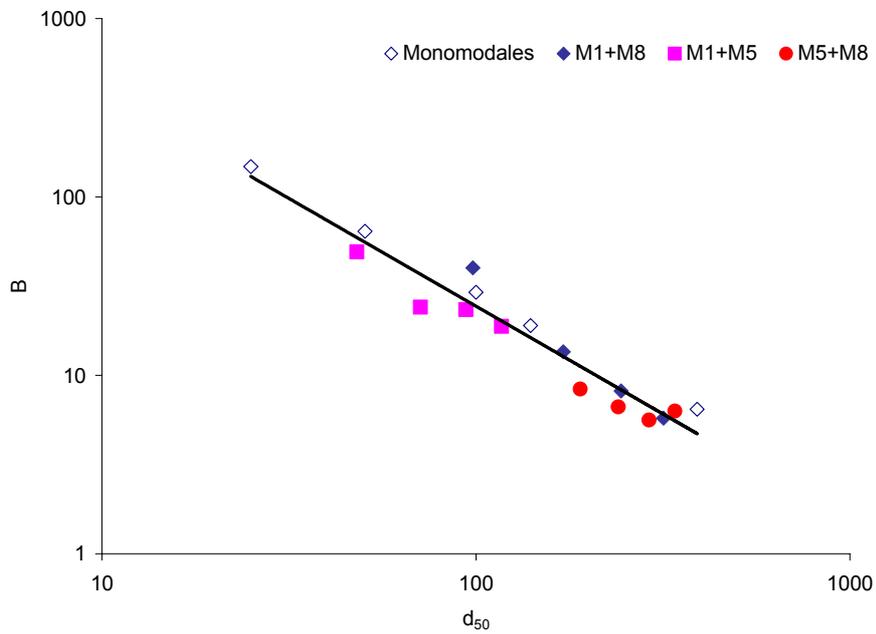


Figura 5.104 Variación de los valores del parámetro B de la ec. (5.40) con los del tamaño medio d_{50} .

Se comprueba que el valor del exponente obtenido ($n = 1,2$), que describe el efecto del tamaño medio de las partículas, d_{50} , sobre la cohesión del lecho en los polvos estudiados, es muy próximo al que predicen los modelos teóricos de Rumpf y Kendall para partículas esféricas de tamaño uniforme ($n = 1$).

En el Apéndice 8.10 se representan los valores experimentales de la cohesión (Tabla 5.18, Tabla 5.19 y Tabla 5.20) y los calculados de acuerdo con la ecuación (5.41), curvas continuas. Se observa que, en general, existe un buen acuerdo entre los valores experimentales y los calculados. Únicamente se aprecian, para algunas mezclas en concreto, desviaciones apreciables.

5.2.3.2.5. Cohesión de un lecho de partículas, C. Su relación con la compacidad, ϕ , y con la composición de la mezcla, X.

Una forma alternativa de estimar la cohesión consiste en tratar de relacionar el parámetro B de la ec. (5.40) con la composición de la mezcla, X, para los tres sistemas binarios estudiados. Además, dado que la variación que sigue dicho parámetro con la composición del lecho, a igualdad de compacidad, es análoga a la que sigue su cohesión, un análisis de estas representaciones permite determinar el efecto específico de la composición sobre dicha propiedad, C, manteniendo constante la compacidad del lecho, ϕ .

Para ello en la Figura 5.105 se han representado los valores de B de la ec. (5.40) correspondientes a todas las mezclas de los tres sistemas binarios frente a su composición, X. Se aprecia para los tres sistemas binarios que conforme aumenta la fracción volumétrica de partículas gruesas, X, se reduce el valor del parámetro B, siendo el efecto de dicha variable tanto mayor cuanto menor es la razón de tamaños del sistema (d_S^F/d_S^G) (más diferentes son los tamaños medios de los componentes) y cuando más baja es la proporción de la fracción gruesa, X.

En efecto, para el sistema binario compuesto por las dos fracciones más gruesas (M5+M8), la variación del parámetro B con X, es prácticamente despreciable. En cambio, para el sistema M1+M8 el efecto de la composición, X, sobre B (pendiente de la curva correspondiente) es el más alto y disminuye conforme aumenta X. En consecuencia, un aumento de la fracción volumétrica de las partículas gruesas en la mezcla, si se modifica adecuadamente la tensión de consolidación para mantener constante la compacidad del lecho, se traducirá en una disminución de la cohesión del mismo, siguiendo la tendencia antes señalada (Figura 5.105).

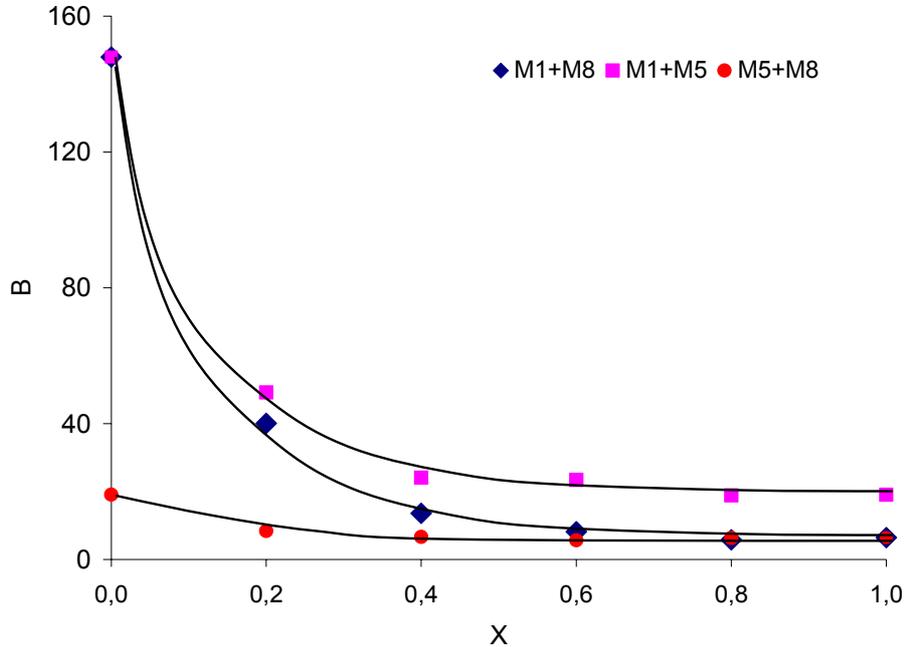


Figura 5.105 Variación de los valores del parámetro B con la composición de los lechos.

A la vista de esta representación, los valores de B se han tratado de ajustar a una ecuación del tipo:

$$\beta = \frac{B - B^G}{B^F - B^G} = \exp(-ZX) \quad (5.42)$$

siendo B^G y B^F los valores de este parámetro para las fracciones gruesa y fina de cada sistema respectivamente.

En la Figura 5.106 se han representado los valores de β frente a los de X. Se comprueba que los resultados se ajustan a una única curva, lo que indica que el efecto de la composición sobre la resistencia mecánica del lecho, a igualdad de compacidad, queda perfectamente descrito mediante la ec. (5.42) para un valor de $Z = 8$, independientemente del sistema binario utilizado. Se comprueba (Figura 5.106) que la ecuación anterior describe el efecto de la composición sobre el parámetro B, siendo el parámetro Z independiente de la mezcla utilizada.

En la Figura 5.107 se representan los valores de C calculados a partir de la Ec. (5.30), Ec. (5.40) y de la Ec. (5.42) frente a los experimentales, que se detallan en la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20. Como puede apreciarse la concordancia entre unos y otros es muy buena.

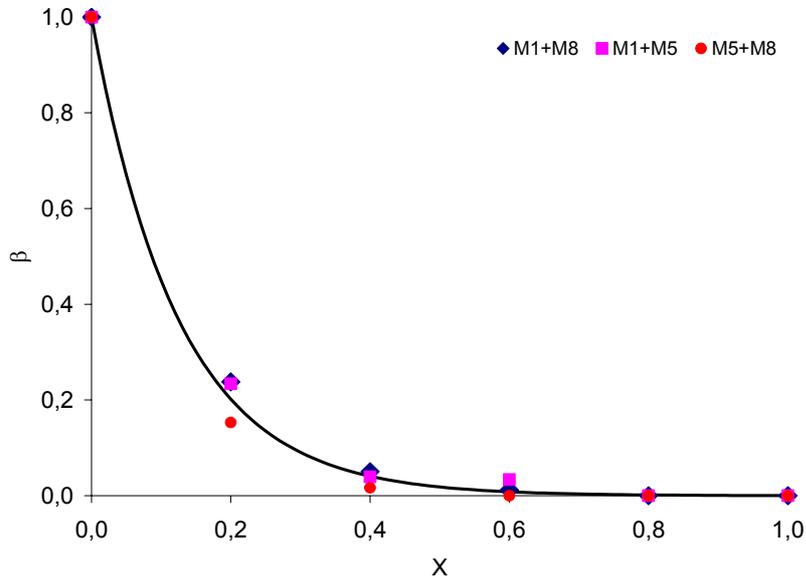


Figura 5.106 Variación de β con la composición del lecho, para los tres sistemas binarios. Ajuste de los resultados a la ecuación (5.42).

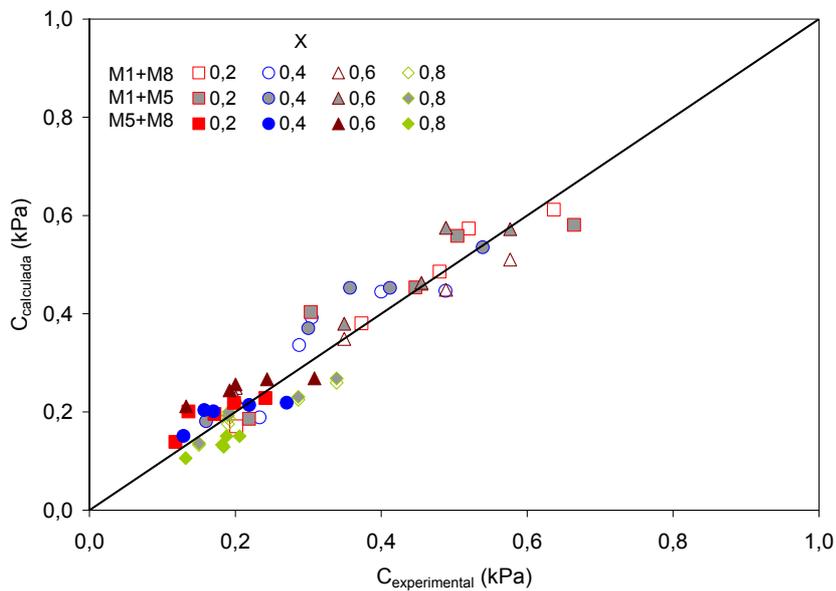


Figura 5.107 Comparación de los valores experimentales, $C_{\text{experimental}}$, con los calculados, $C_{\text{calculados}}$, de acuerdo con las ecuaciones (5.30), (5.40) y (5.42).

5.2.3.2.6. Coeficiente de fricción (μ)

Para todas las mezclas los valores del coeficiente de fricción, μ , aumentan conforme lo hace su compacidad, de forma similar a lo observado en los lechos monomodales por lo que los resultados trataron de ajustarse al mismo tipo de ecuación, la (5.32).

En la Figura 5.108, la Figura 5.109 y la Figura 5.110, se representan los valores del coeficiente de fricción del lecho, μ , frente a los de su compacidad que se detallan en la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20. Todos los resultados, tanto los correspondientes a las fracciones monomodales como a las mezclas, se han logrado ajustar aceptablemente bien a una ecuación única:

$$0,67 - \mu = 35 (\phi_{\infty} - \phi)^2 \quad (5.43)$$

En efecto, el acuerdo entre los valores experimentales y los calculados (curvas continuas) es, por lo general, bastante bueno. Únicamente para algunas mezclas se observan desviaciones apreciables.

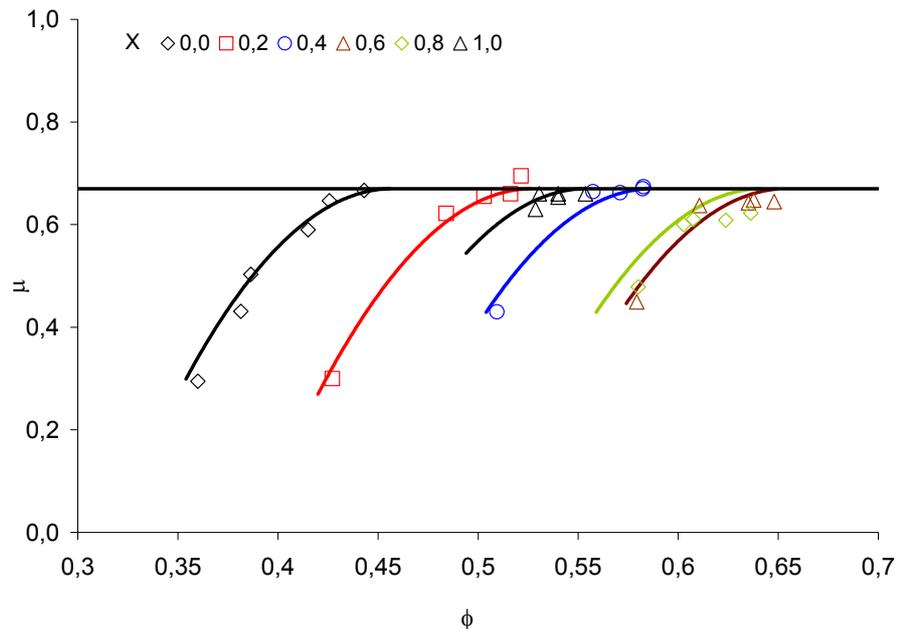


Figura 5.108 Variación de los valores de μ con ϕ para las composiciones del sistema binario M1+M8. Ajuste de los valores experimentales a la ecuación (5.43).

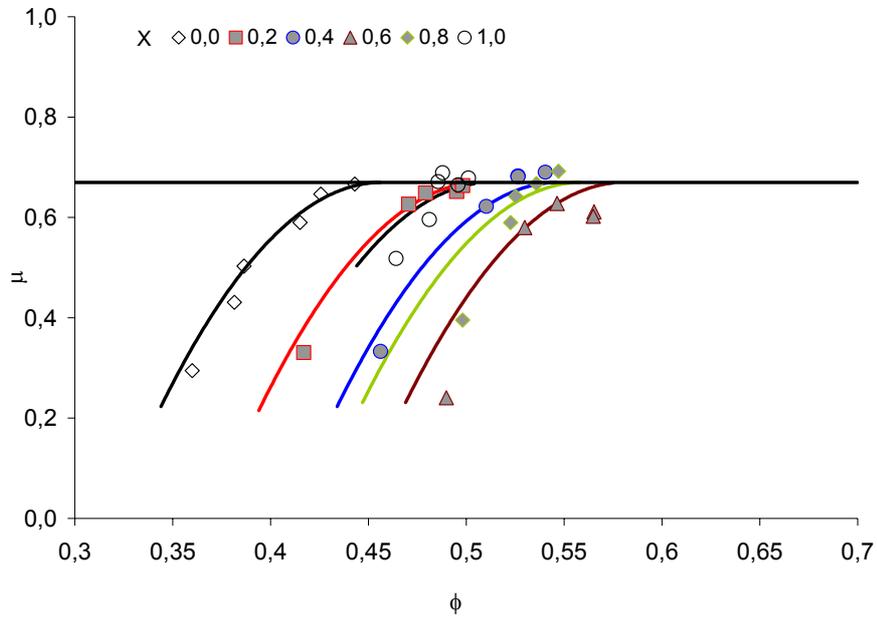


Figura 5.109 Variación de los valores de μ con ϕ para las composiciones del sistema binario M1+M5. Ajuste de los valores experimentales a la ecuación (5.43).

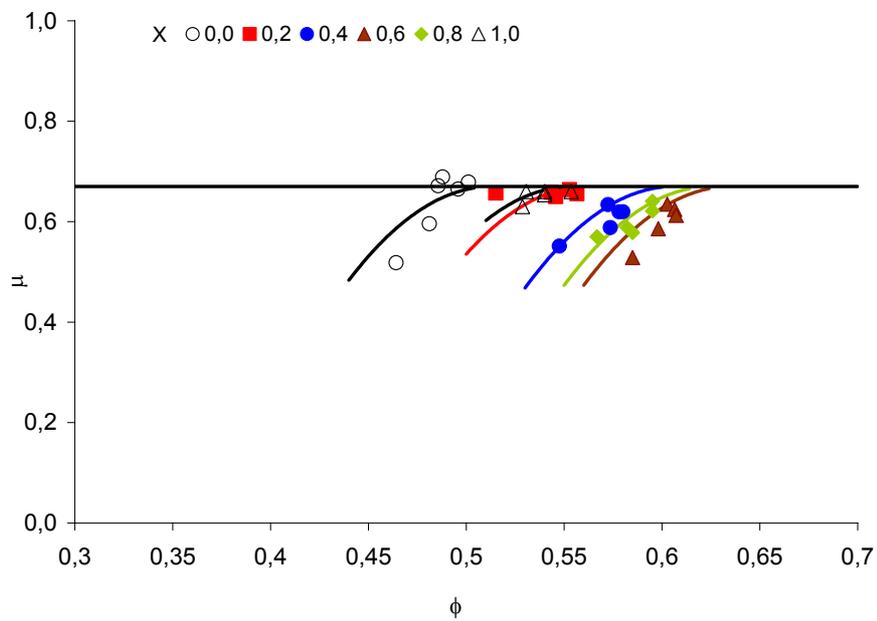


Figura 5.110 Variación de los valores de μ con ϕ para las composiciones del sistema binario M5+M8. Ajuste de los valores experimentales a la ecuación (5.43).

La influencia que ejerce la composición del lecho, X , sobre su coeficiente de fricción, μ , se debe al efecto que ejerce dicha variable, X , sobre la compacidad, ϕ , y sobre el valor asintótico que alcanzaría la compacidad a tensiones infinitas, ϕ_∞ . En efecto, tal y como ya se ha indicado en el apartado 5.2.3.2.2, la compacidad del lecho depende de la tensión de consolidación y de la composición de la mezcla. En cambio, el valor de ϕ_∞ (Tabla 5.22) solo depende de esta última variable.

5.2.3.2.7. Función de flujo

En la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20 se detallan los pares de valores (f_c , σ_1), correspondientes a las distintas mezclas ensayadas. Su representación en la forma f_c vs. σ_1 (función de flujo) se presenta, para cada composición y los tres sistemas binarios estudiados, en la Figura 5.111, la Figura 5.112 y la Figura 5.113.

Se comprueba que la resistencia mecánica a la compresión del lecho aumenta de forma prácticamente lineal con la tensión de consolidación, siguiendo el mismo comportamiento que el observado en lechos monomodales.

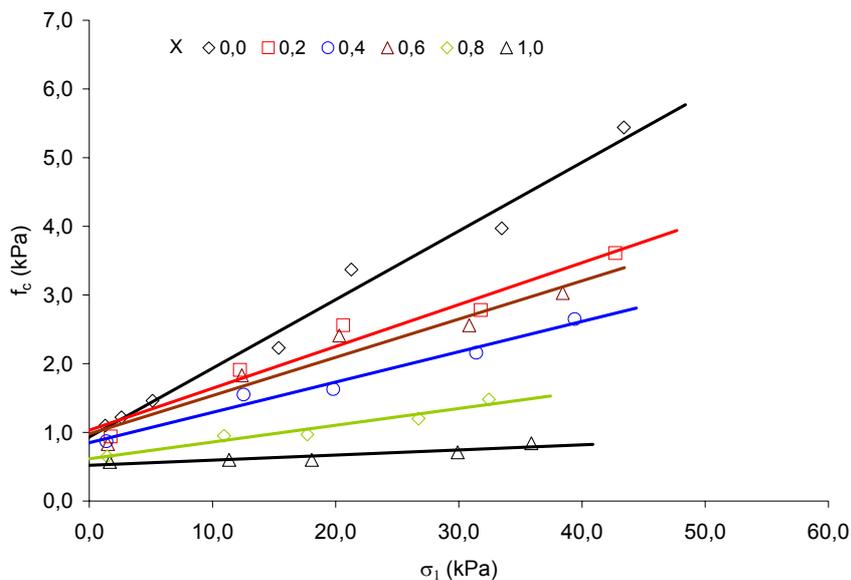


Figura 5.111 Funciones de flujo correspondientes a las composiciones del sistema binario M1+M8.

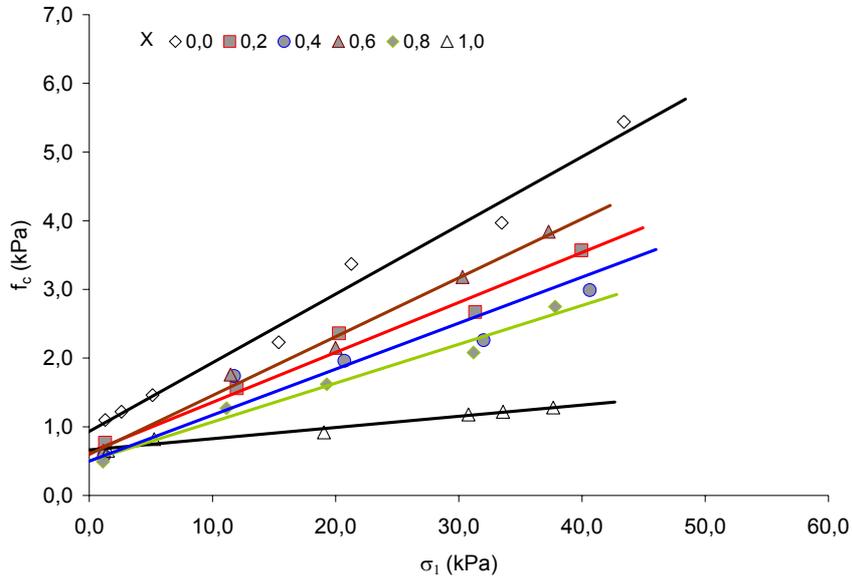


Figura 5.112 Funciones de flujo correspondientes a las composiciones del sistema binario M1+M5.

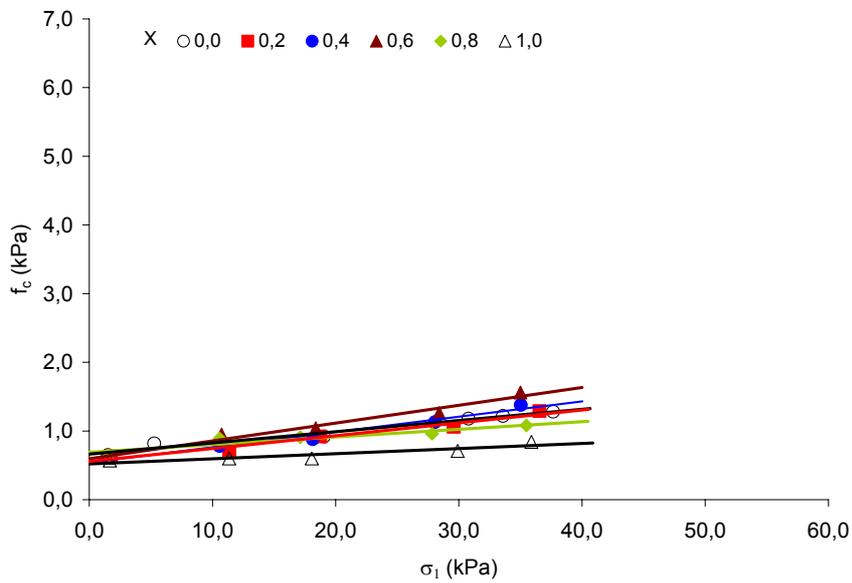


Figura 5.113 Funciones de flujo correspondientes a las composiciones del sistema binario M5+M8.

Para tratar de relacionar la pendiente de la función de flujo, α , con el tamaño medio de las partículas, d_s , al igual que se hizo con las fracciones monomodales, se han representado, para todas las composiciones (fracciones monomodales y mezclas), los valores de α frente a los de d_s (Figura 5.114) y se han ajustado a una ecuación de tipo potencial, resultando:

$$\alpha = 1,32 d_s^{-0,8} \quad (5.44)$$

Los resultados, aunque dispersos, se ajustan aceptablemente bien a una curva única.

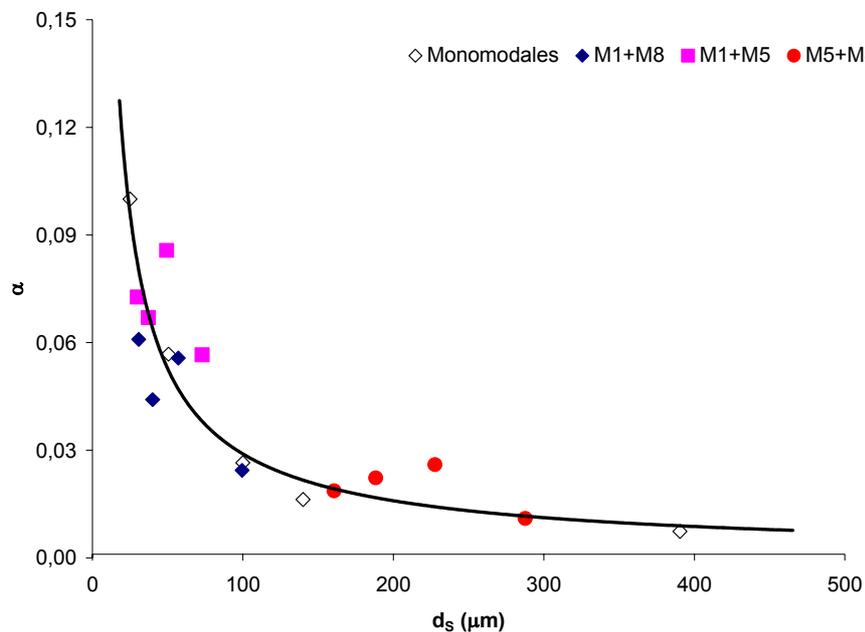


Figura 5.114 Variación de los valores de α con los de d_s para todos los polvos estudiados. Ajuste de los valores obtenidos a la ecuación (5.44).

Sin embargo, al comparar los valores experimentales de α con los calculados mediante la ec. (5.44), se observan diferencia apreciables, como puede comprobarse en la Figura 5.115 obtenida para las composiciones de la serie M1+M8. En efecto, los valores calculados disminuyen de forma prácticamente lineal conforme se incrementa el porcentaje de partículas gruesas, X . En cambio, los valores experimentales, aunque siguen una tendencia general también descendente con X , presentan un máximo para valores de X próximos a la máxima compacidad del lecho ($X \approx 0,6$). Este mismo comportamiento se ha observado para los dos restantes sistemas binarios. La utilización del d_{50} en lugar del diámetro de Sauter, d_s , no mejoró la relación entre α y el tamaño medio de partícula (ec. (5.44)).

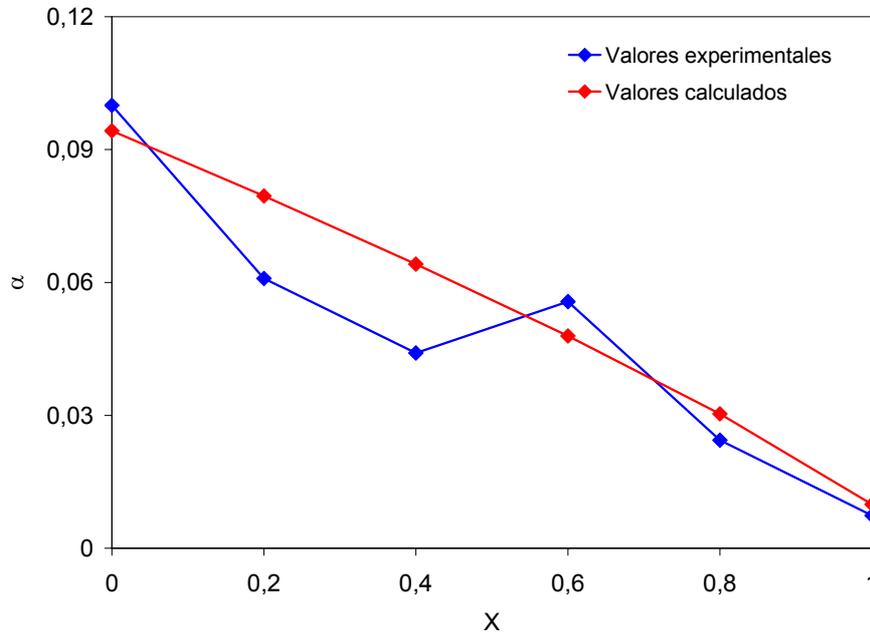


Figura 5.115 Comparación de los valores experimentales de α con los calculados mediante la ecuación (5.44).

Estos resultados parecen indicar que la relación entre la pendiente de la función de flujo, α , y las características del lecho, en el caso de las mezclas bimodales, es más compleja que la obtenida para lechos monomodales.

Teniendo en cuenta que α y las características de cualquier lecho de partículas están relacionadas según la ec. (2.68), se pensó que la pendiente de la función de flujo, en el caso de mezclas bimodales, debía ser función, además del tamaño de las partículas que integran el lecho, d_s , de la compresibilidad del mismo, K , y de su compacidad inicial, ϕ_0 . En consecuencia, por su sencillez, se ensayó la ecuación:

$$\alpha \propto d_s^{-n} K^p \phi_0^m \quad (5.45)$$

Los resultados, aunque mejoraron sensiblemente, no reproducían de forma satisfactoria la variación que sigue α con X para ninguna de las tres series. Se pensó que esto se debía probablemente al brusco aumento que experimenta el diámetro de Sauter con X para valores de esta variable próximos a la unidad (Figura 4.3 del apartado 4.1.2.1.3).

En vista de ello se ensayó de nuevo la ec. (5.45) pero utilizando d_{50} en vez del diámetro de Sauter, d_s . Operando de este modo se obtuvo la ecuación:

$$\alpha = 1200 d_{50}^{-0.8} K^{1.1} \phi_0^{3.2} \quad (5.46)$$

El acuerdo entre los valores experimentales y los calculados es muy bueno, ya que se reproduce de forma fiel la variación compleja que sigue α con la composición, X , como puede comprobarse en la Figura 5.116 para el sistema binario M1+M8. Para el resto de las mezclas los resultados fueron similares.

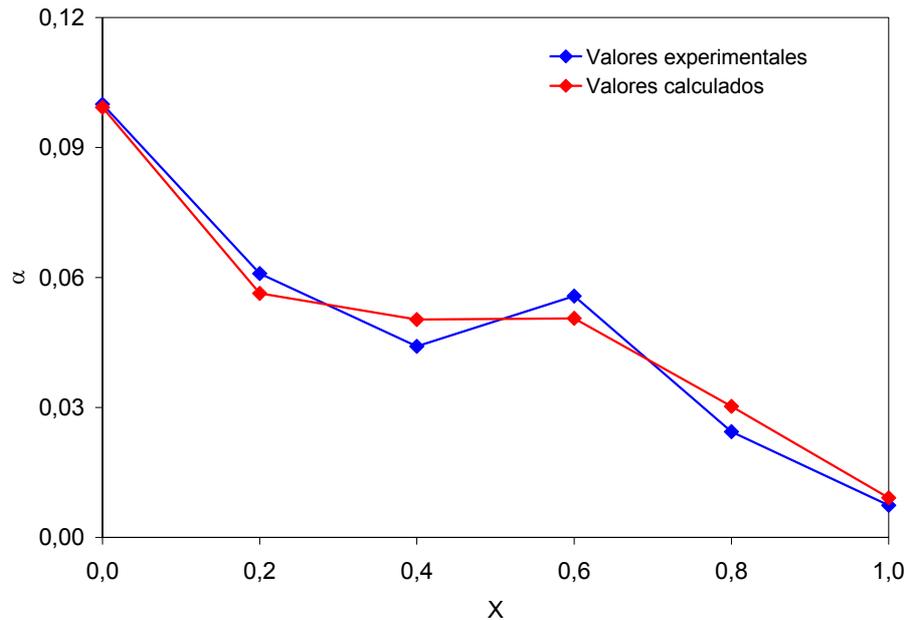


Figura 5.116 Comparación de los valores experimentales de α con los calculados mediante la ecuación (5.46).

Por lo que respecta a f_{co} , en la Figura 5.111, la Figura 5.112 y la Figura 5.113, se aprecia que sus valores son bajos y muy parecidos para todos los polvos estudiados. En efecto, como puede comprobarse en la Figura 5.117, la variación de f_{co} con X no sigue una tendencia clara debido probablemente a que el efecto de dicha variable sobre f_{co} es pequeño y al marcado error que puede cometerse en su determinación.

Como ya se ha indicado en la introducción (Apartado 2.3.4.1.ii) y se ha comprobado para lechos monomodales, los valores de f_{co} deben variar muy poco con el tamaño medio de partícula del lecho (Figura 5.70). En consecuencia, se han tratado de relacionar ambos mediante una ecuación de tipo potencial, utilizando como tamaño medio característico del lecho, por coherencia con el empleado en el caso de la pendiente, el d_{50} . Operando de este modo se obtuvo la ecuación:

$$f_{co} = 1,9 d_{50}^{-0,2} \quad (5.47)$$

Como era de esperar, el efecto del tamaño de partícula sobre f_{co} es muy bajo y la dispersión de los valores elevada (Figura 5.118).

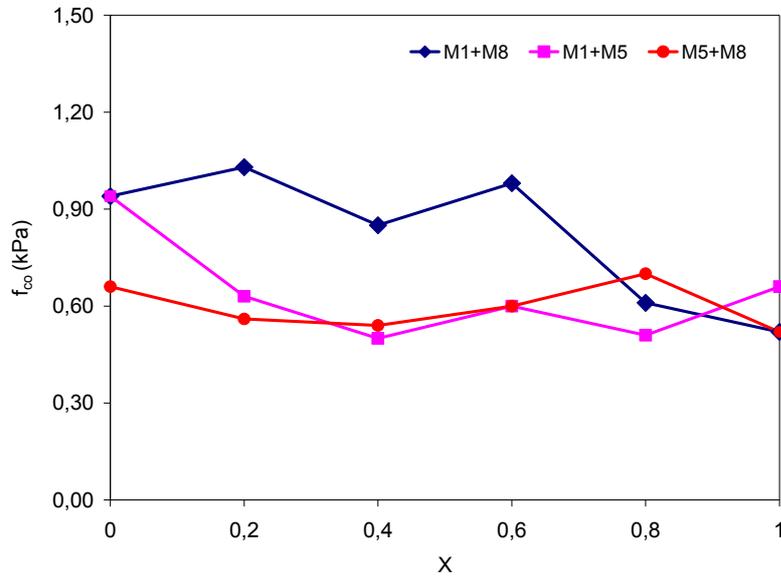


Figura 5.117 Variación de los valores de f_{co} con los de X para los tres sistemas binarios estudiados.

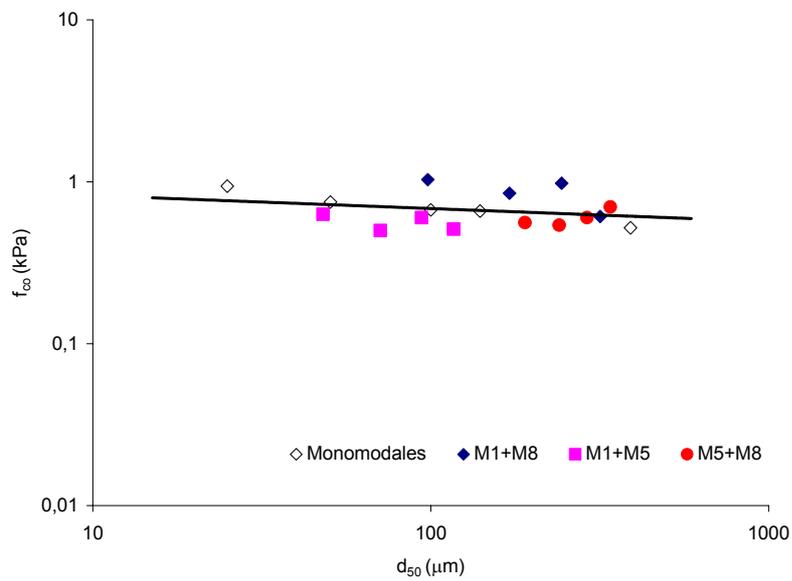


Figura 5.118 Variación de los valores de f_{co} con los de d_{50} para todos los polvos estudiados. Ajuste de los valores experimentales a la ecuación (5.47).

A partir de la ec. (5.46), que relaciona la pendiente de la función de flujo con las características y propiedades del lecho (d_{50} , K y ϕ_0), de los valores de estos últimos que se detallan en la Tabla 5.14, Tabla 5.17, Tabla 5.18, Tabla 5.19, Tabla 5.20 y la Tabla 5.24, y la ec. (5.47), que determina el efecto de d_{50} sobre f_{co} , se han calculado los valores de f_c . En la Figura 5.119 se comparan, para todas las composiciones ensayadas, los valores experimentales con los calculados. Como puede comprobarse el acuerdo entre unos y otros es bueno.

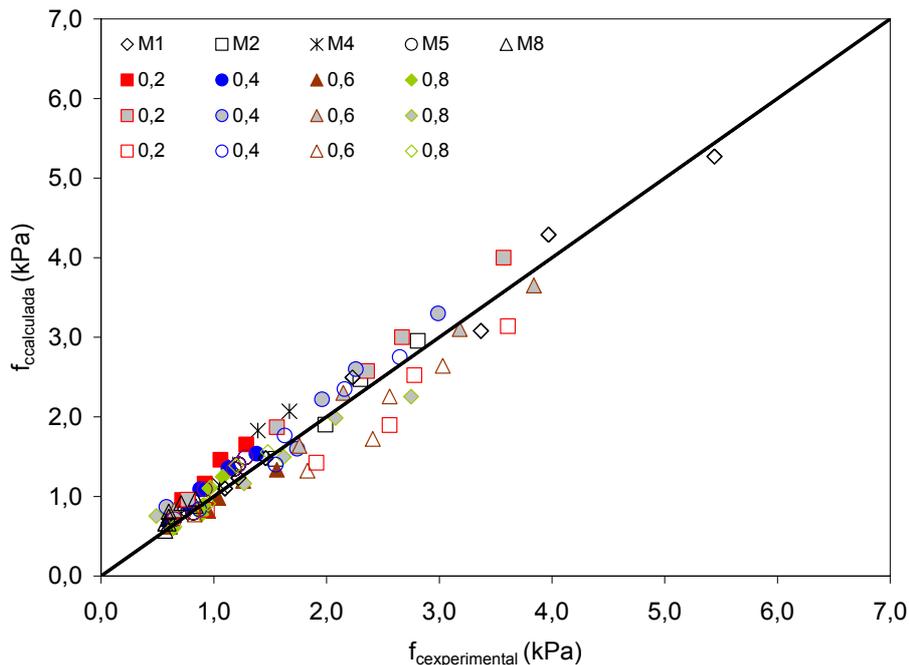


Figura 5.119 Comparación de los valores experimentales, $(f_c)_{experimental}$, con los calculados, $(f_c)_{calculada}$, mediante las ecuaciones (5.46) y (5.47).

5.2.3.2.8. Ángulo efectivo de fricción interna (δ)

En la Figura 5.120 se han representado los valores del ángulo efectivo de fricción interna, δ , de las distintas mezclas estudiadas detallados en la Tabla 5.18, la Tabla 5.19 y la Tabla 5.20, frente al diámetro de Sauter, d_s . Se incluyen en esta representación los valores correspondientes a los lechos monomodales que se detallan en la Tabla 5.14.

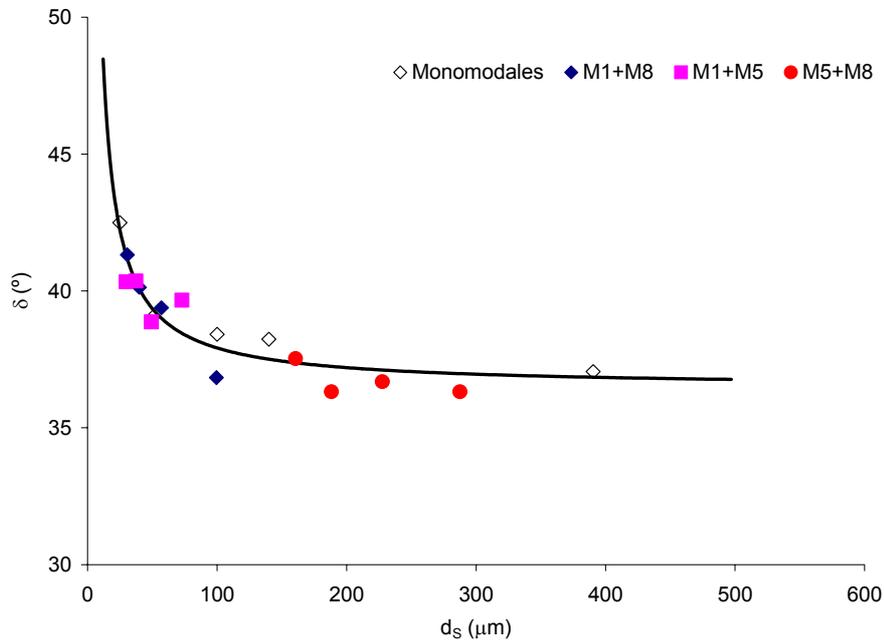


Figura 5.120 Variación de los valores de δ con los de d_s para todos los lechos estudiados. Ajuste de los resultados experimentales a la ecuación (5.48).

Se comprueba que todos los valores se adaptan a una única curva por lo que todos los resultados se han ajustado a la ecuación del mismo tipo que la utilizada para las fracciones monomodales (ec. (5.34)). Operando de este modo se obtiene:

$$\delta - 36,5 = \frac{144}{d_s} \quad (5.48)$$

Como era de esperar los valores de los parámetros de las ecuaciones (5.34) y (5.48) son muy parecidos.

5.3. Interrelaciones entre los distintos parámetros empleados para la evaluación de la fluidez

5.3.1. Relación entre los parámetros obtenidos mediante densificación por "tapping"

En los apartados 5.1.2.3 y 5.1.2.4 se ha comprobado, para todos los polvos ensayados, que el efecto que ejerce el tamaño de partícula, d_s , sobre los parámetros de la ecuación cinética propuesta para la densificación por "tapping" (ec. (2.37)) (f , N_1 y N_2) descrita mediante las ecuaciones (5.16), (5.17) y (5.18), es similar al que ejerce esta misma variable, d_s , sobre el índice de Hausner (ec. (5.15)). En consecuencia, debe existir una íntima relación entre los parámetros f , N_1 y N_2 y el índice de Hausner.

Como se comprueba en la Figura 5.121, la Figura 5.122 y la Figura 5.123, la relación entre los citados parámetros y el índice de Hausner es única, bastante estrecha, creciente y prácticamente lineal para todos los polvos. Al ajustar los valores por mínimos cuadrados a una recta se obtiene:

$$f = 0,90 \text{ IH} - 0,48 \quad (5.49)$$

$$N_1 = 17,0 \text{ IH} - 15,0 \quad (5.50)$$

$$N_2 = 517 \text{ IH} - 462 \quad (5.51)$$

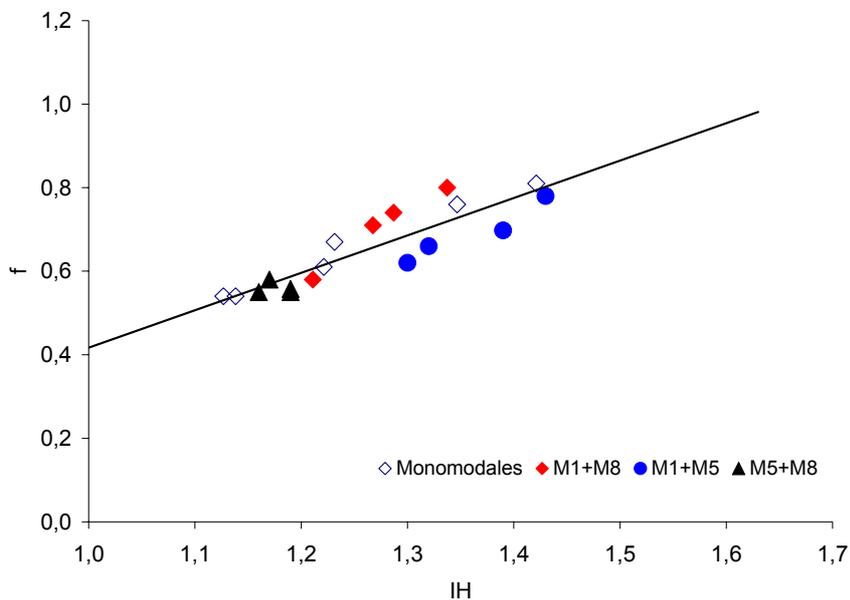


Figura 5.121 Relación entre los valores del parámetro f y los del índice de Hausner, IH , para todos los polvos estudiados. Ajuste de los resultados a la ec. (5.49).

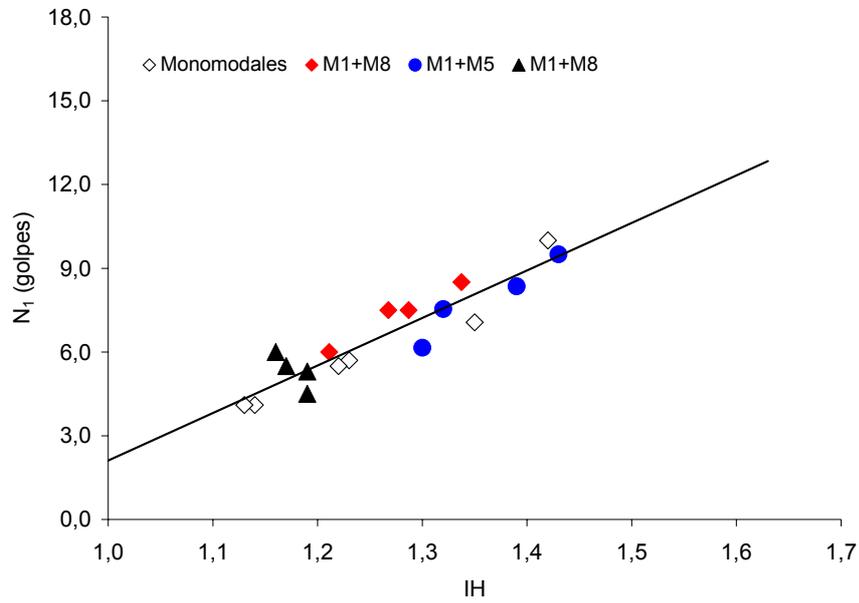


Figura 5.122 Relación entre los valores del parámetro N_1 y los del índice de Hausner, IH , para todos los polvos estudiados. Ajuste de los resultados a la ec.(5.50).

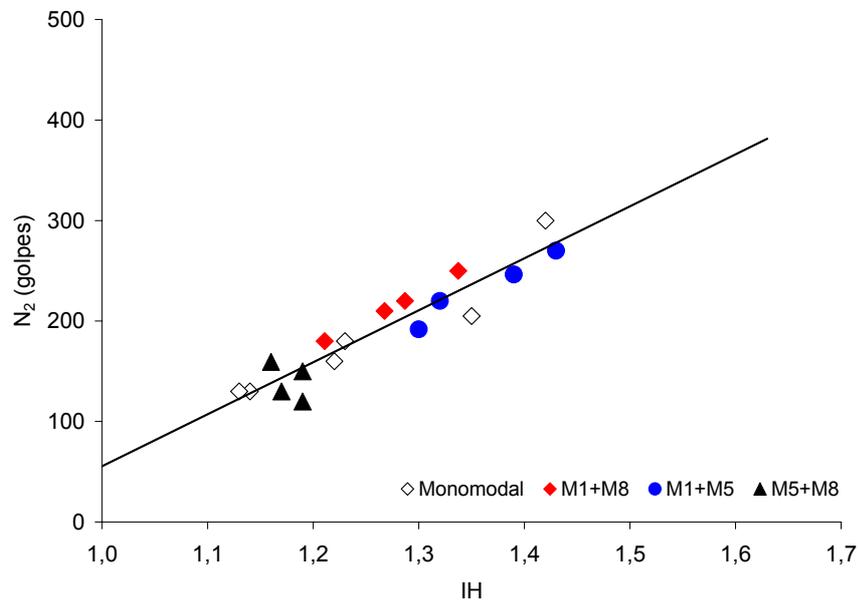


Figura 5.123 Relación entre los valores del parámetro N_2 y los del índice de Hausner, IH , para todos los polvos estudiados. Ajuste de los resultados a la ec. (5.51).

5.3.2. Relación entre los parámetros obtenidos mediante densificación por "tapping" y mediante consolidación por aplicación de tensiones

Análogamente, al comparar los resultados obtenidos mediante densificación por "tapping" (Apartados 5.1.2.3 y 5.1.2.4) con los que resultan de la compactación por aplicación de tensiones (Apartado 5.2.3.2.2), para todos los polvos estudiados, se aprecia una clara analogía en cuanto al comportamiento del polvo se refiere.

En efecto, la variación que sigue la compactabilidad del lecho, "a", con el diámetro de Sauter, d_s , (Figura 5.86) y la que experimenta la compresibilidad, K, con esa misma variable (Figura 5.95) son muy similares entre sí (Figura 5.96), y a la que siguen el índice de Hausner, f , N_1 y N_2 con d_s (Figuras 5.34, 5.40, 5.42 y 5.44).

De acuerdo con los resultados del apartado anterior, y para no ser redundante, únicamente se analizará la relación entre los parámetros K y "a", obtenidos de los experimentos de densificación por aplicación de tensiones, y el índice de Hausner ya que es el más utilizado de los parámetros resultantes de los ensayos de densificación por "tapping". Para ello, en la Figura 5.124 y en la Figura 5.125 se han representado los valores de K y "a" frente a los del índice de Hausner respectivamente.

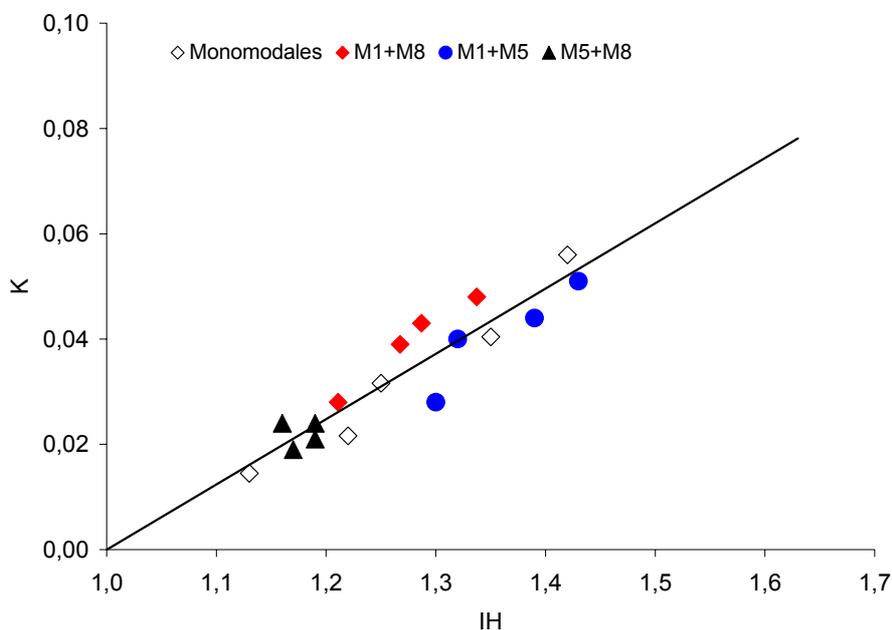


Figura 5.124 Relación entre los valores de la compresibilidad, K, y los del índice de Hausner, IH, para todos los polvos estudiados. Ajuste de los resultados a la ec. (5.52).

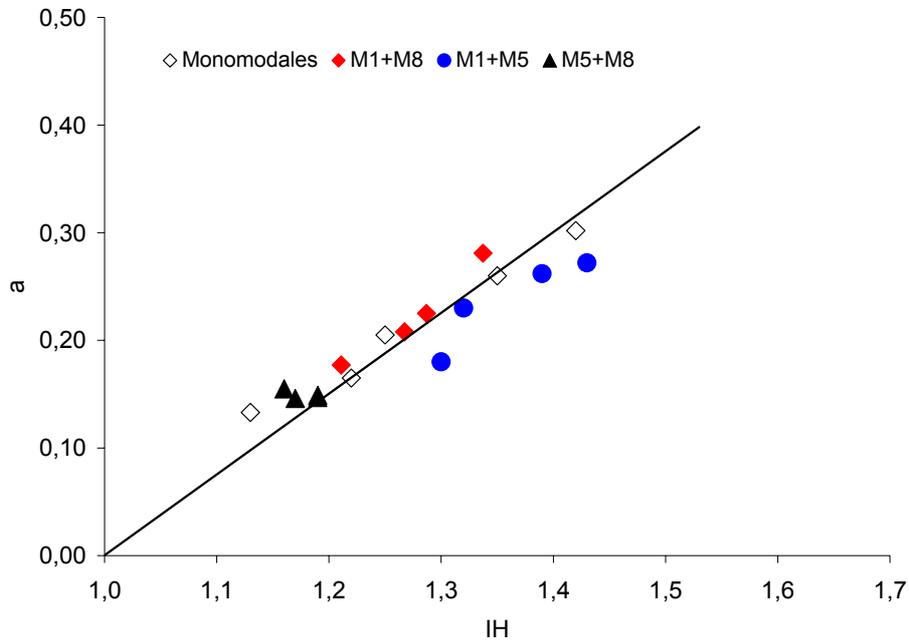


Figura 5.125 Relación entre los valores del parámetro “a” y los del índice de Hausner, IH, para todos los polvos estudiados. Ajuste de los resultados a la ec.(5.53).

Como puede comprobarse en las figuras anteriores, al aumentar el índice de Hausner se incrementan, de forma prácticamente lineal, los valores de los parámetros K y “a”, independiente de la composición del lecho. La relación, además de ser bastante estrecha, pasa, en ambos casos y como era de esperar, por el punto (1 , 0), lo cual indica que los materiales con buena fluidez (IH = 1) tiene compresibilidad o compactabilidad nula (a = K = 0).

Al ajustar los valores experimentales se obtuvieron las ecuaciones:

$$K = 0,12 IH - 0,12 \quad (5.52)$$

$$a = 0,75 IH - 0,75 \quad (5.53)$$

5.3.3. Relación entre los parámetros de fluidez obtenidos a partir de las curvas de fluencia

La razón entre resistencia mecánica a la compresión, f_c , y la tensión de consolidación, σ_1 , para un valor dado de σ_1 , se denomina índice de fluidez (ff_c) y es, como ya se ha indicado en el Apartado 2.1.1 de la introducción, el parámetro más utilizado para medir la fluidez. No obstante, otros parámetros como el ángulo de fricción interna, δ , y la cohesión, C , esta última para un valor dado de σ_1 , también se emplean como indicadores de la fluidez.

Con vista a determinar la relación existente entre estos parámetros se han calculado, para todos los polvos ensayados, los valores de ff_c y C para un valor de $\sigma_1 = 20$ kPa (valor intermedio de los utilizados) y el ángulo efectivo de fricción interna. En la Figura 5.126 y en la Figura 5.127 se han representado los valores de C y δ en función del índice de fluidez, ff_c , por ser este último el parámetro más utilizado como indicador de la fluidez del polvo.

Se aprecia una muy buena relación entre la cohesión, C , y el índice de fluidez, ff_c , siendo mayor la dispersión entre los valores del ángulo efectivo de fricción interna, δ , y ff_c . Este hecho puede deberse a la poca variación que experimenta el valor de δ con la fluidez del lecho en los experimentos realizados, apenas 6° de variación máxima, y al error experimental cometido en su determinación. En ambos casos la relación entre los parámetros es de tipo potencial decreciente. Al ajustar los resultados experimentales por mínimos cuadrados se obtuvieron las ecuaciones:

$$C = \frac{4,1}{ff_c} \quad (5.54)$$

$$\delta = \frac{50,0}{ff_c^{0,1}} \quad (5.55)$$

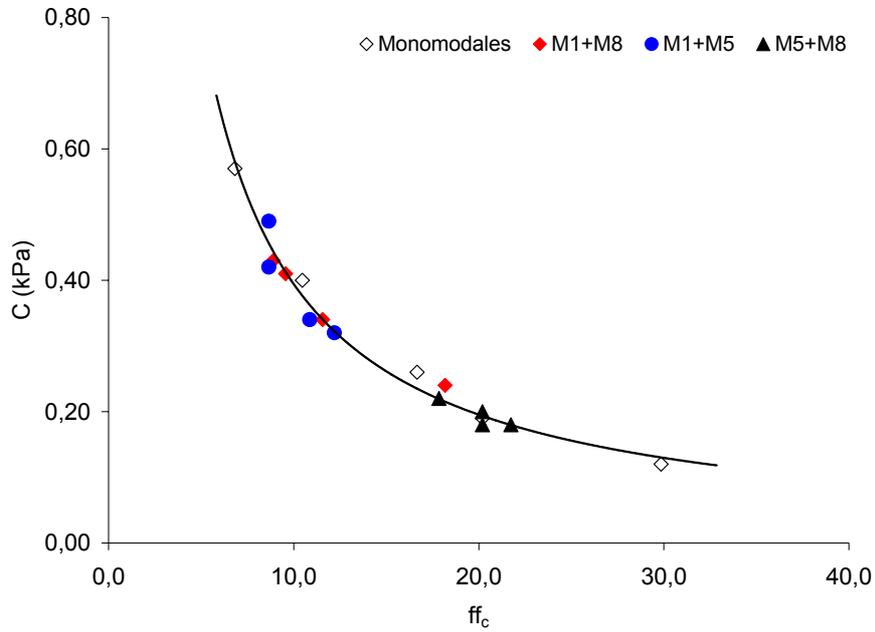


Figura 5.126 Relación entre los valores de la cohesión, C , y los del índice de fluidez, ff_c , para todos los polvos estudiados. Ajuste de los resultados a la ec. (5.54).

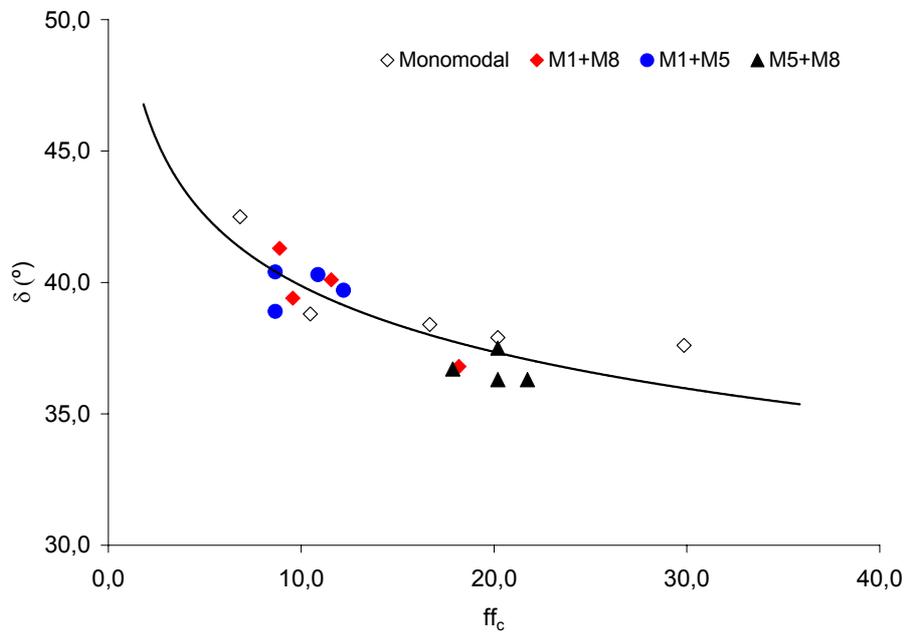


Figura 5.127 Relación entre los valores del ángulo de fricción interna, δ , y los del índice de fluidez, ff_c , para los polvos estudiados. Ajuste de los resultados a la ec. (5.55).

A la vista de los resultados, se podría tratar de establecer multitud de relaciones entre los parámetros obtenidos por los diferentes procedimientos. No obstante, para no ser repetitivo, sólo se analizará la relación entre el índice de Hausner y el índice de fluidez, ff_c , ya que ambos parámetros son los más empleados. Para ello, en la Figura 5.128 se representan los valores de ff_c , en función de los del índice de Hausner, IH.

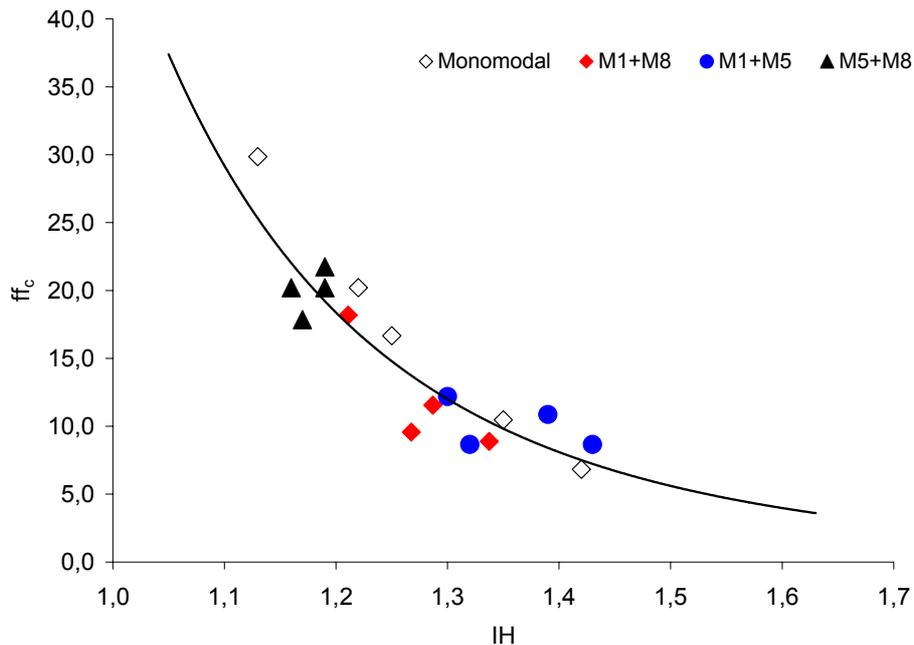


Figura 5.128 Relación entre los valores del índice de fluidez, ff_c , y los del índice de Hausner, IH, para los polvos estudiados. Ajuste de los resultados a la ec. (5.56).

En la Figura 5.128 se aprecia que existe una buena relación de tipo potencial entre ambos parámetros, que es además única, es decir independiente de la composición de los lechos. Al ajustar los valores experimentales por mínimos cuadrados se obtuvo la ecuación:

$$ff_c = \frac{48,5}{IH^{5,3}} \quad (5.56)$$

De los resultados obtenidos en este apartado puede concluirse que debido a que existen multitud de buenas relaciones entre los distintos parámetros de flujo, en principio, cualquiera de ellos podría ser utilizado para evaluar la fluidez del polvo para unas condiciones de operación dadas. No obstante, como ya se ha indicado en la introducción, si se requiere un conocimiento más exhaustivo del comportamiento al flujo del material a diferentes condiciones de operación y ambientales, es imprescindible recurrir a la determinación de las curvas de fluencia del lecho obtenidas a diferentes

tensiones de consolidación, duración de la aplicación de la misma y humedad ambiental para conseguir las correspondientes funciones de flujo. Asimismo conviene señalar, como ya se ha indicado en el apartado 2.1.1 de la introducción, que para el diseño y correcta operación de almacenamiento y descarga de sólidos pulverulentos en silos se requiere conocer la función de flujo de un material, FFM, y su ángulo efectivo de fricción interna, δ .

apartado 6

6. Conclusiones

Del estudio realizado se han deducido las siguientes conclusiones:

1. La compacidad inicial de los lechos de polvos monomodales, aumenta de forma asintótica conforme se incrementa su tamaño medio de partícula (diámetro de Sauter), siendo dicha relación dependiente del procedimiento utilizado para su preparación.
2. La compacidad final de los lechos de polvos monomodales resultante de la densificación por “tapping” aumenta, también de forma asintótica, con el tamaño medio de las partículas, siendo dicha relación prácticamente independiente del procedimiento utilizado para su preparación.
3. Los valores del índice de Hausner obtenidos para los diferentes polvos monomodales disminuyen de forma asintótica conforme aumenta el tamaño medio de las partículas (diámetro de Sauter), estando dicha relación afectada por el procedimiento utilizado en la preparación del lecho.
4. La compacidad tanto inicial como final de lechos de polvo correspondientes a mezclas binarias de fracciones monomodales depende de su composición y de la razón de tamaños de los componentes. Su comportamiento sigue las mismas pautas del correspondiente a mezclas ideales de esferas lisas de razón de tamaño infinito. Su desviación es tanto mayor cuanto más próximos están los tamaños de ambos componentes.
5. Para mezclas bimodales se ha propuesto una ecuación que relaciona los valores de la compacidad “tanto inicial como final” con la composición de la mezcla, a partir de los valores de las compacidades inicial y final de cada componente y de un factor empírico, factor de eficacia, dependiente de la razón de tamaños de los componentes.
6. Los valores del índice de Hausner obtenidos para todos los polvos bimodales estudiados, siguen la misma variación con el diámetro de Sauter de la mezcla que la que experimentan los lechos monomodales. En otras palabras, manteniendo constantes las condiciones experimentales, la relación entre el índice de Hausner y el diámetro de Sauter es única, independientemente de que se trate de mezclas binarias o polvos monomodales.
7. Se ha propuesto una ecuación cinética que describe adecuadamente el proceso de densificación por “tapping”, basada en la evolución que sigue la estructura porosa con el número de golpes y en los mecanismos de la densificación. Los parámetros empíricos que en ella aparecen, tienen un significado físico sencillo y se han relacionado fácilmente con las características del polvo (tamaño medio de las

partículas y composición). Se ha comprobado que, manteniendo constante el procedimiento experimental, las relaciones entre los valores de los parámetros cinéticos y el diámetro de Sauter del polvo, tanto para los lechos monomodales como para los bimodales, son únicas.

8. Se ha comprobado la utilidad de la célula rotacional de cizalla empleada en este estudio, para la determinación de las curvas de fluencia y el diagrama de compactación de los lechos de partículas.
9. El aumento que sigue la compacidad de un lecho de partículas con la tensión de consolidación, en experimentos de cizalla, se ha descrito adecuadamente utilizando la ecuación de Kawakita y una relación de tipo semilogarítmico. Los parámetros de ambas ecuaciones se han relacionado de forma sencilla con las características del polvo (tamaño medio de las partículas en polvos monomodales y, además, composición en los polvos bimodales).
10. Se ha propuesto una ecuación sencilla que describe adecuadamente la curva de fluencia de un lecho de polvo, basada en el contacto adhesivo de esferas elásticas, utilizando sólo como parámetros la cohesión y el coeficiente de fricción del polvo.
11. Se ha propuesto una ecuación que describe adecuadamente el efecto combinado del tamaño medio de partícula y de la compacidad del lecho, sobre su cohesión. Se ha comprobado que dicha propiedad aumenta con la sexta potencia de la compacidad del lecho, siendo dicha relación independiente de las características del polvo. Para polvos monomodales la cohesión aumenta de forma aproximada con la inversa del diámetro de Sauter. En cambio, para polvos bimodales, la relación es la misma pero debiendo utilizar el d_{50} en vez del diámetro de Sauter.
12. Se ha comprobado que el coeficiente de fricción del lecho aumenta de forma asintótica conforme se incrementa su compacidad, siendo dicha relación dependiente de las características del polvo (tamaño de partícula y composición)
13. Se ha comprobado que el ángulo efectivo de fricción interna del polvo disminuye de forma asintótica conforme se incrementa el diámetro de Sauter del mismo. Dicha relación es independiente de las restantes características del polvo.
14. Para todos los polvos estudiados se ha comprobado que su función de flujo (FFM) se describe aceptablemente bien mediante una línea recta de pendiente y ordenada en el origen positivas. El valor de la ordenada en el origen varía muy poco con las características del lecho.

Por el contrario, la pendiente disminuye conforme aumenta el diámetro de Sauter, pudiendo relacionarse ambas de forma aproximada mediante una relación única. No obstante la relación entre la pendiente de la FFM

y las características del polvo mejora sustancialmente, en especial para polvos bimodales, cuando en ésta se introducen la compresibilidad y la compacidad inicial del lecho y además se emplea el d_{50} en lugar del diámetro de Sauter.

15. Para todos los polvos estudiados se ha comprobado que existen relaciones únicas y buenas entre el índice de Hausner y los parámetros de flujo siguientes: índice cinético de la ecuación de "tapping" indicativo de la velocidad de eliminación de poros gruesos, cohesión y factor de flujo, estos últimos obtenidos para unas condiciones de consolidación determinadas.

apartado 7

6. Conclusiones

7. Recomendaciones

En los últimos años, en la industria cerámica, principalmente en la fabricación de pigmentos cerámicos, se utilizan cada vez mas procesos en vía seca empleando tanto materias primas como productos intermedios y acabados de tamaños de partícula próximos a $1 \mu\text{m}$ y, por consiguiente, más cohesivos que los estudiados en esta investigación.

Además, para este tipo de materiales el efecto de las condiciones de operación (tensión de consolidación, duración de la aplicación de la misma y humedad ambiental) sobre su comportamiento o flujo debe ser muy importante.

Por todo ello sería recomendable estudiar el comportamiento al flujo determinando las curvas de fluencia de polvos muy finos de tamaño de partícula y forma previamente seleccionados, modificando las variables de operación antes citadas.

apartado 8

8. Apéndice

8.1. Representación del estado de tensiones en materiales granulares mediante el círculo de Mohr

Consideremos un lecho de polvo contenido en una matriz cilíndrica (Figura 8.1a). Supóngase que el contacto entre el polvo y la matriz es ideal, sin fricción. La tensión normal σ_α y la de cizalla τ_α , que actúan sobre un plano que forma un ángulo α con la dirección de aplicación de la carga y , calculadas basándose en el equilibrio de fuerzas que actúan en este elemento de sección triangular son:

$$\sigma_\alpha = \frac{\sigma_v + \sigma_h}{2} + \frac{\sigma_v - \sigma_h}{2} \cos(2\alpha) \quad (8.1)$$

$$\tau_\alpha = \frac{\sigma_v - \sigma_h}{2} \sin(2\alpha) \quad (8.2)$$

Al representar estas ecuaciones en un diagrama tensión de cizalla, τ , vs. tensión normal, σ , se obtiene el círculo de tensiones de Mohr, con su centro en $(\sigma_v + \sigma_h)/2$ y de radio $(\sigma_v - \sigma_h)/2$ (Figura 8.1b). Así pues, el círculo de Mohr representa la magnitud de las tensiones σ_α , τ_α , que actúan sobre un plano, en función de su orientación.

El círculo de Mohr corta siempre al eje σ en dos puntos correspondientes a valores de $\alpha=0$ y $\alpha=\pi/2$. Estos puntos de intersección son representativos de los planos en los que la tensión de cizalla es igual a cero. A las correspondientes tensiones normales se les denomina principales. A la más grande, σ_1 , se le denomina “tensión principal mayor” y a la más pequeña σ_2 , “tensión principal menor”. La posición y el tamaño del círculo de Mohr representativo del estado de tensiones del sistema, queda perfectamente definido por la magnitud de estas dos tensiones principales σ_1 y σ_2 .

En el ejemplo considerado, en el que no actúa ninguna tensión de cizalla en las paredes, y en el que σ_v es mayor que σ_h , σ_v es σ_1 y σ_h es σ_2 .

En definitiva, el círculo de Mohr representa todos los posibles valores de las tensiones que provocan el mismo comportamiento (efecto) en el material.

Así pues, consideraremos la curva de fluencia correspondiente a un lecho de polvo que ha sido consolidado a unas condiciones σ_c , τ_c (Figura 8.2). Cualquier punto de la curva (σ, τ) obtenido en experimentos de cizalla, representa el estado de tensiones en el que se produce la fractura del lecho y es equivalente o queda perfectamente definido por los valores de las tensiones principales del círculo de Mohr tangentes a la curva en el punto A (círculo A).

Consideremos ahora de nuevo el experimento de compresión uniaxial ideal descrito en la introducción (Figura 2.2). En este caso la tensión vertical de

consolidación, σ_1 , que conduce a un lecho de las mismas características que los obtenidos en el experimento de consolidación (σ_c, τ_c), de acuerdo con lo antes expuesto vendrá dada por la magnitud de la tensión principal mayor correspondiente al círculo de Mohr tangente a la curva de fluencia y que pasa por este punto (círculo B). Operando del mismo modo, la resistencia mecánica a la compresión, f_c , vendrá también dada por la tensión principal mayor correspondiente al círculo de Mohr que, siendo tangente a la curva de fluencia, pasa por el origen de coordenadas (Círculo C).

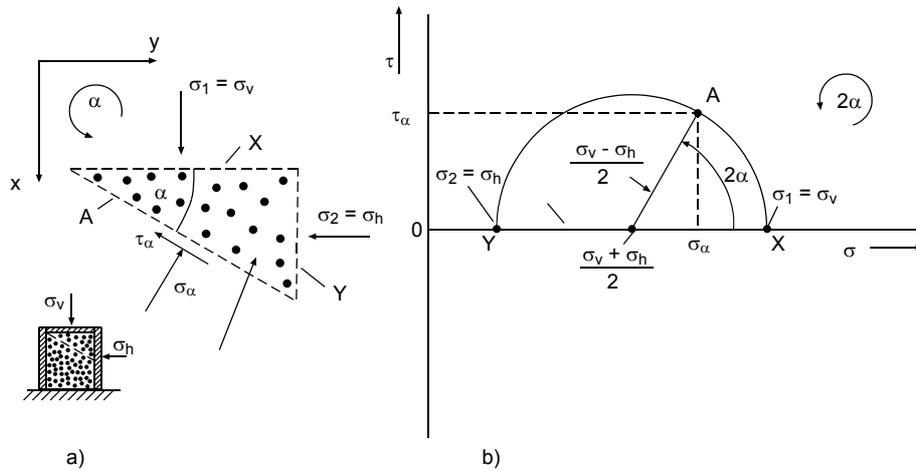


Figura 8.1 Representación del estado de tensiones de materiales granulares mediante el círculo de Mohr.

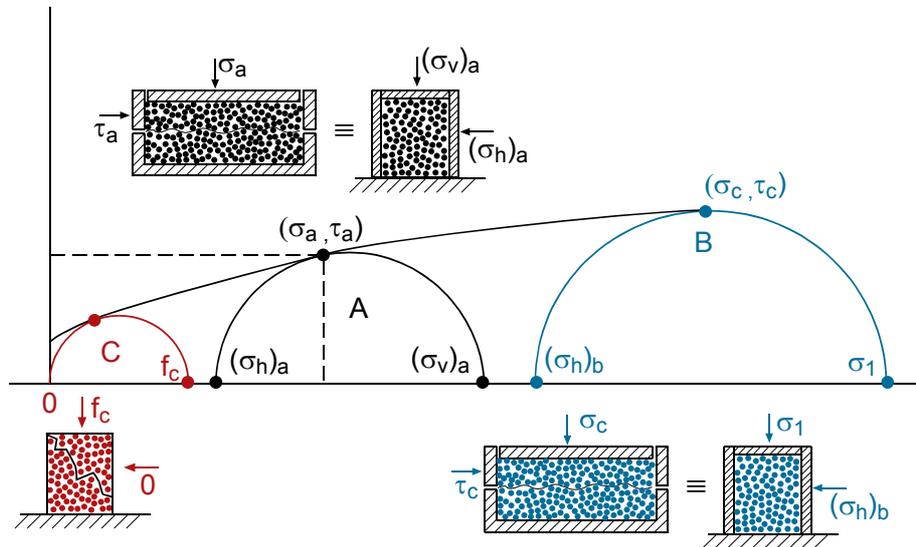


Figura 8.2 Obtención de los valores de f_c y σ_1 a partir de la curva de fluencia del lecho.

8.2. Relación entre la compacidad del lecho, ϕ , y el grado de avance de la compactación, ξ .

Se define el grado de avance del proceso de compactación del lecho de polvo, ξ , al compactarlo por "tapping" hasta un número de golpes N como:

$$\xi = \frac{V_{p0} - V_p}{V_{p0}} \quad (8.3)$$

siendo:

V_{p0} = volumen de poros del lecho de polvo resultante del llenado (m^3)

V_p = volumen de poros del lecho compactado tras un número de golpes N (m^3)

Teniendo en cuenta la aditividad de volúmenes, en cualquier estado del proceso el volumen total del lecho, o volumen aparente V , es igual a la suma de los volúmenes del sólido (V_s), y de los poros (V_p).

$$V = V_p + V_s \text{ o bien } V_p = V - V_s \quad (8.4)$$

Al sustituir la ec.(8.4) en la ec.(8.3), se obtiene la relación:

$$\xi = \frac{(V_0 - V_s) - (V - V_s)}{V_0 - V_s} \quad (8.5)$$

Dividiendo la ec. (8.5) por el volumen del sólido se obtiene:

$$\xi = \frac{\left(\frac{V_0}{V_s} - \frac{V}{V_s}\right)}{\left(\frac{V_0}{V_s} - 1\right)} \quad (8.6)$$

La relación entre la compacidad del lecho, ϕ , y entre los volúmenes aparentes, V , y del sólido, V_s , es:

$$\phi = \frac{V_s}{V} \quad (8.7)$$

Al introducir (8.7) en (8.6) y reordenar términos se obtiene:

$$\xi = \frac{\phi - \phi_0}{\phi(1 - \phi_0)} \quad (8.8)$$

8.3. Deducción de la relación entre la pendiente de la función de flujo del material, α , y las características del lecho para polvos monomodales

Experimentalmente se constata que para lechos de polvo que aumentan su compacidad y no experimenten grandes cambios microestructurales con la tensión normal, y para valores usuales de dicha variable ($5 \text{ kPa} < \sigma_1 < 50 \text{ kPa}$), la FFM puede describirse mediante la ecuación:

$$f_c = f_{c0} + \alpha \sigma_1 \quad (8.9)$$

Además, para lechos monomodales de partículas, de acuerdo con la ec. (2.60) de la introducción:

$$f_c = a \phi^m d_s^{-n} \quad (8.10)$$

Para un intervalo de presiones relativamente pequeño, como el que se emplea en las células de cizalla, el diagrama de compactación de un polvo puede describirse con la ec. (2.65) de la introducción:

$$\phi = \phi_0 + K \ln \left(\frac{\sigma_1}{(\sigma_1)_0} \right) \quad (8.11)$$

De acuerdo con la ec. (8.9) y la ec. (8.10):

$$\alpha = \left(\frac{\partial f_c}{\partial \sigma_1} \right)_{d_s} = \left(\frac{\partial f_c}{\partial \phi} \right)_{d_s} \left(\frac{\partial \phi}{\partial \sigma_1} \right)_{d_s} \quad (8.12)$$

cuyos valores pueden obtenerse a partir de la ec. (8.10) y la ec. (8.11):

$$\left(\frac{\partial f_c}{\partial \phi} \right)_{d_s} = a d_s^{-n} m \phi^{m-1} \quad (8.13)$$

$$\left(\frac{\partial \phi}{\partial \sigma_1} \right)_{d_s} = \frac{K}{\sigma_1} = K (\sigma_1)_0 \exp \left(-\frac{\phi - \phi_0}{K} \right) \quad (8.14)$$

Sustituyendo la ec. (8.13) y la ec. (8.14) en la ec. (8.12) se obtiene:

$$\alpha = (a d_s^{-n} m \phi^{m-1}) K (\sigma_1)_0 \exp \left(-\frac{\phi - \phi_0}{K} \right) \quad (8.15)$$

En esta última ecuación los valores de a , m y $(\sigma_1)_0$ son constantes por lo que, agrupándolos en una constante, A , queda:

$$\alpha = A d_s^{-n} K \phi^{m-1} \exp \left(-\frac{\phi - \phi_0}{K} \right) \quad (8.16)$$

En la Figura 8.3 se comprueba que para los lechos monomodales, en el intervalo de tensiones normales utilizadas, el producto de los dos últimos factores de la ec. (8.16) es aproximadamente constante para cada lecho, aumentando conforme aumenta d_s (Figura 8.4).

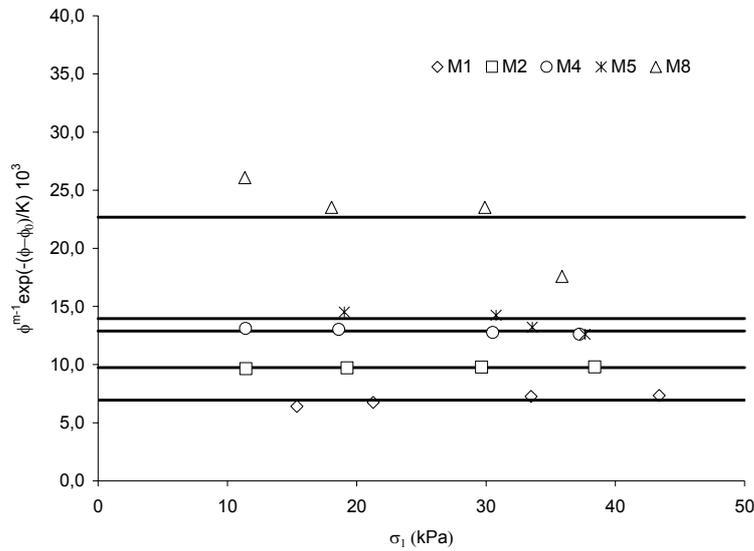


Figura 8.3 Comprobación de la independencia de los valores de $\phi^{m-1} \exp(-(\phi-\phi_0)/K)$ de σ_1 .

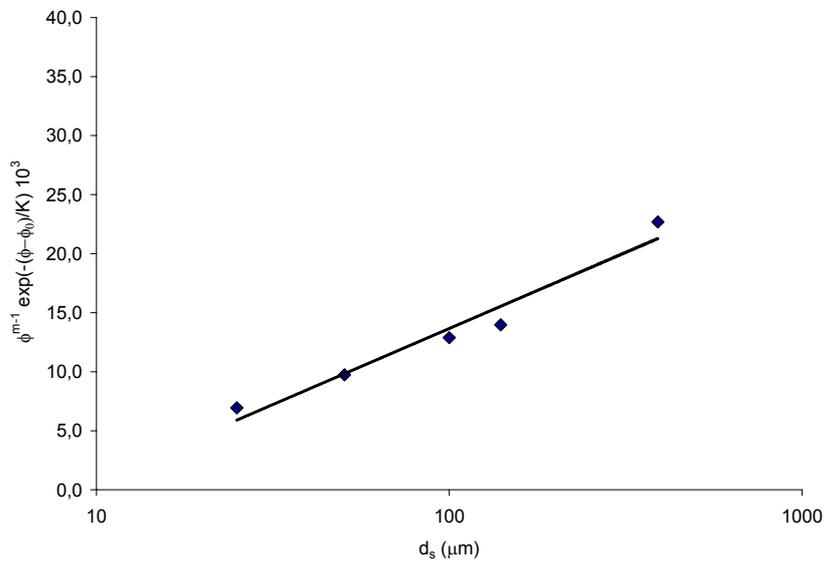


Figura 8.4 Variación de los valores del producto $\phi^{m-1} \exp(-(\phi-\phi_0)/K)$ con los del diámetro de Sauter.

8.4. Influencia de algunas variables de operación sobre la cinética de la densificación por “tapping” de un lecho. Cálculo de errores.

8.4.1. Influencia de algunas variables de operación sobre la cinética de la densificación por “tapping” de un lecho.

A continuación se recogen los valores experimentales de los ensayos realizados para estudiar la influencia de la naturaleza de la superficie del cilindro, de su diámetro y de la altura inicial del lecho, sobre la compacidad del lecho. Los valores anotados en las tablas corresponden a una media aritmética de, al menos, tres experimentos.

Tabla 8.1 Variación de los valores de la compacidad del lecho, ϕ , con el número de golpes, N , para un cilindro de metacrilato y uno de vidrio.

Golpes (N)	Metacrilato	Vidrio
0	0,397	0,486
2	0,409	0,499
4	0,418	0,507
6	0,425	0,510
8	0,428	0,514
10	0,432	0,517
12	0,434	
14	0,438	0,520
16	0,439	
18		0,522
20	0,442	0,524
24	0,442	
26	0,446	
28		0,525
30	0,447	0,527
32	0,449	
34	0,450	
38	0,452	
45	0,454	0,529
55	0,456	0,530
70	0,459	
85	0,460	0,532
120	0,465	
140	0,466	
150		0,534
170	0,468	0,536
280	0,473	
300	0,474	0,539
380	0,476	0,541
400	0,477	
480	0,479	0,543
500	0,481	
550	0,482	0,544
600	0,484	0,544
650	0,485	0,546
750	0,485	0,548
1000	0,487	0,548

Tabla 8.2 Variación de los valores de la compacidad del lecho, ϕ , con el número de golpes, N , para cilindros de diferente diámetro y para las fracciones monomodales M1 y M8.

Golpes (N)	M1			M8		
	Diámetro del cilindro (mm)			Diámetro del cilindro (mm)		
	20	30	35	20	30	35
0	0,342	0,342	0,343	0,485	0,494	0,490
2	0,358	0,363	0,361	0,502	0,511	0,508
4	0,371	0,379	0,377	0,507	0,516	0,513
6	0,380	0,390	0,387	0,512	0,521	0,518
8	0,391	0,398	0,400	0,515	0,524	0,521
14	0,415	0,423	0,423	0,518	0,527	0,523
16	0,421	0,430	0,430			
18	0,427	0,436	0,436	0,520	0,529	0,526
20	0,432	0,441	0,441			
22	0,439	0,446	0,443			
24	0,442	0,450	0,448			
26	0,447	0,454	0,452	0,523	0,532	0,529
28	0,451	0,457	0,455			
30	0,454	0,461	0,457			
32	0,458	0,463	0,460	0,526	0,535	0,532
40	0,467	0,470	0,467	0,529	0,538	0,534
45	0,471	0,474	0,470			
50	0,475	0,478	0,472			
55	0,477		0,475	0,532	0,541	0,537
60	0,479	0,480	0,477			
65	0,481	0,484	0,011			
70	0,483		0,480	0,534	0,543	0,540
95	0,489				0,546	0,543
100		0,492				
110	0,493		0,488			
120				0,540	0,549	0,546
170	0,502			0,543	0,552	0,549
280	0,506			0,546	0,555	0,552
300		0,510	0,011			
380		0,515	0,011	0,546	0,555	0,552
500		0,519		0,546	0,555	0,552
550	0,518	0,522	0,497			
600				0,546	0,555	0,552
650	0,518	0,522	0,500			
700	0,520			0,546	0,555	0,552
750	0,522	0,522	0,500			
1000	0,527	0,526	0,506	0,549	0,558	0,555

Tabla 8.3 Variación de los valores de la compacidad del lecho, ϕ , con el número de golpes, N , para diferentes alturas iniciales del lecho y las fracciones monomodales M1 y M8.

Golpes (N)	M1			M8		
	Altura inicial (cm)			Altura inicial (cm)		
	10	15	25	15	20	25
0	0,323	0,327	0,332	0,507	0,492	0,502
2	0,344	0,350	0,350	0,523	0,505	0,519
4	0,360	0,364	0,366	0,529	0,513	0,525
6	0,372	0,380	0,376	0,533	0,519	0,530
8	0,386	0,389	0,388	0,536	0,522	0,533
10	0,396	0,399	0,398		0,524	
12	0,406	0,405	0,406	0,539	0,527	
14	0,417	0,411	0,412	0,543		0,535
16	0,423	0,417	0,418		0,530	
18	0,429	0,422	0,425	0,546		0,538
20	0,435	0,425	0,429		0,533	
24	0,447	0,432	0,436	0,550		
26	0,453	0,435	0,441			0,541
30	0,460	0,441	0,446	0,553	0,536	
32		0,446	0,448			0,544
40	0,474		0,456	0,557		0,547
55		0,465	0,464		0,542	0,550
70		0,473	0,469			0,553
90		0,477	0,474		0,549	
110	0,505	0,479	0,477			
130		0,481				
140					0,552	
150		0,483				
160				0,572		
170	0,513					
180			0,480			
190	0,521					
200					0,555	
220						0,562
260	0,530		0,483			
280		0,488		0,576		0,565
320					0,558	
340		0,490				
360	0,539		0,483			
380				0,576		0,565
400		0,492				
420			0,486		0,558	
480	0,549	0,494		0,576		0,565
500					0,562	
550			0,486			
600	0,549	0,494		0,576	0,562	0,565
650			0,488			
700	0,559			0,579	0,562	0,565
750		0,494	0,488			
1000	0,569	0,494	0,494	0,579	0,562	0,568

8.4.2. Determinación del error experimental que se comete en la medida de las densidades y compacidades del lecho en el estado inicial y final del “tapping”.

Las ecuaciones utilizadas para calcular el error absoluto, $\varepsilon_a(x)$, y relativo, $\varepsilon_r(x)$, del valor medio de una variable, x_{media} , a partir de la medida de N valores experimentales, x_i , son:

$$\varepsilon_a(x) = t \frac{s_x}{\sqrt{N}} \quad (8.17)$$

$$\varepsilon_r(x) = \frac{\varepsilon_a}{x_{\text{media}}} \quad (8.18)$$

dónde:

s_x = desviación típica de las N medidas realizadas

t = t de Student

La desviación típica, s_x , de la media se calcula de acuerdo con la ecuación:

$$s_x = \sqrt{\frac{\sum(x_i - x_{\text{media}})^2}{(N-1)}} \quad (8.19)$$

El nivel de significación utilizado es del 95% para el que $t = 2,776$.

En el análisis de resultados de este trabajo se utiliza habitualmente la compacidad, ϕ , en lugar de la densidad. El error de la medida de la compacidad se calculará de forma analítica, a partir del error obtenido anteriormente para la densidad del lecho.

La compacidad se define como:

$$\phi = \frac{\rho}{\rho_s} \quad (8.20)$$

siendo ρ_s la densidad del sólido (2650 kg/m³).

El error absoluto de la compacidad ($\varepsilon_a(\phi)$) se calculará a partir de la expresión:

$$\varepsilon_a(\phi) = \frac{1}{\rho_s} \varepsilon_a(\rho) + \frac{\rho}{\rho_s^2} \varepsilon_a(\rho_s) \quad (8.21)$$

siendo $\varepsilon_a(\rho_s)$ el valor del error absoluto de la medida de la densidad del sólido que es de 20 kg/m³ (apartado 4.1.3.3).

Utilizando tres fracciones monomodales de distinto tamaño medio de partícula, se han realizado tres medidas de la densidad inicial y final del lecho preparando los mismos por CLA y por TV.

En la Tabla 8.4 y en la Tabla 8.5 se anotan, los valores medios de la densidad, ρ , y de la compacidad, ϕ , (calculada esta última de acuerdo con la ec. (8.20)) para los dos procedimientos de llenado respectivamente (TV y CLA). En las mismas se incluyen los valores del error absoluto, ε_a , (calculado mediante las ecuaciones (8.17), (8.19) y (8.21)) y del relativo, ε_r , (calculado utilizando la ec. (8.18)), para la compacidad media.

Tabla 8.4 Valores de ε_a y ε_r de las compacidades inicial, ϕ_0 , y final, ϕ_{∞} , correspondientes a lechos preparados por el procedimiento TV.

	Inicial			final		
	M1	M5	M8	M1	M5	M8
d_s (μm)	25,0	140,0	390,4	25,0	140,0	390,4
ρ (kg/m^3)	868	1267	1484	1320	1423	1484
ϕ	0,327	0,478	0,560	0,494	0,537	0,560
ε_a	0,009	0,006	0,005	0,003	0,003	0,005
ε_r (%)	3	1,3	1,1	0,5	0,6	1,0

Tabla 8.5 Valores de ε_a y ε_r de las compacidades inicial, ϕ_0 , y final, ϕ_{∞} , correspondientes a lechos preparados por el procedimiento CLA.

	Inicial			Final		
	M1	M5	M6	M1	M5	M8
d_s (μm)	25,0	140,0	390,4	25,0	140,0	390,4
ρ (kg/m^3)	926	1153	1300	1327	1412	1441
ϕ	0,350	0,348	0,349	0,501	0,533	0,544
ε_a	0,004	0,002	0,002	0,004	0,006	0,004
ε_r (%)	1,1	0,5	0,4	0,9	1,2	0,7

Para la compacidad inicial, los mayores valores del error absoluto se obtienen para los lechos preparados por el método de llenado por TV (Tabla 8.4), independientemente del tamaño de las partículas, correspondiendo el mayor de ellos al del lecho de menor tamaño de partícula, con una ligera tendencia a reducirse al aumentar el tamaño de las partículas tanto para el método de TV como el de CLA; los valores del error absoluto de la

compacidad final son más homogéneos para los dos métodos de llenado, no apreciándose una tendencia clara con el tamaño medio de las partículas.

De acuerdo con los resultados obtenidos, para simplificar la presentación de los resultados y siguiendo los criterios más restrictivos, en la presentación de los resultados de este trabajo se han utilizado los errores anotados en la Tabla 8.6.

Tabla 8.6 Errores considerados en la determinación de ϕ_0 y ϕ_∞ por “tapping” en este trabajo.

	ϵ_a		ϵ_r (%)	
	ϕ_0	ϕ_∞	ϕ_0	ϕ_∞
TV	0,009	0,005	3	2
CLA	0,005	0,008	2	2

Los errores de la compacidad correspondientes a lechos bimodales de partículas, se consideraran igual al mayor del de las fracciones monomodales utilizadas para obtenerlas. Los errores absolutos encontrados para la densidad intermedia durante los experimentos de densificación por “tapping”, son siempre inferiores a los de ρ_0 y ρ_∞ , por lo que el error considerado para estos valores es el mayor de ambos en cada caso.

8.5. Resultados experimentales obtenidos en los ensayos de densificación por “tapping”

En este anexo se anotan los valores experimentales correspondientes a los ensayos de densificación por “tapping” de los lechos monomodales y de las mezclas binarias obtenidas a partir de M1, M5 y M8. Los valores anotados corresponden, en todos los casos, a una media de, al menos, tres experimentos.

8.5.1. Lechos de polvo monomodales

Tabla 8.7. Valores experimentales de la compacidad, ϕ , en función del número de golpes, N , para los lechos preparados por CLA.

Golpes (N)	M1	M2	M3	M5	M8
0	0,349	0,415	0,438	0,435	0,491
2	0,37	0,43	0,447	0,453	0,508
4	0,385	0,441	0,468	0,463	0,513
6	0,396	0,453	0,477	0,468	0,517
8	0,406	0,461	0,482	0,471	0,521
10	0,415	0,468	0,488	0,473	
12	0,421	0,474	0,488	0,476	0,522
14	0,426	0,476	0,49	0,478	0,524
18	0,437		0,493	0,481	0,527
20	0,44	0,482	0,495		
30	0,455	0,485	0,498	0,487	
55	0,468	0,493		0,491	0,536
80	0,471	0,496		0,495	
100	0,474	0,496	0,509	0,497	0,544
120		0,499	0,512	0,5	0,545
140	0,479		0,512		0,547
180		0,502		0,505	0,55
200		0,502	0,518	0,506	
280	0,484		0,521	0,51	0,551
300	0,486	0,505			
400	0,49	0,505	0,521		
500	0,493		0,524		
600	0,495	0,508	0,527	0,516	
750	0,497	0,508	0,527	0,516	0,554
1000	0,501	0,511	0,527	0,517	0,552

Tabla 8.8. Valores experimentales de la compacidad, ϕ , en función del número de golpes, N , para los lechos preparados por TV.

Golpes (N)	M1	M2	M3	M4	M5	M6
0	0,327	0,388	0,429	0,478	0,484	0,519
2	0,350	0,409	0,449	0,491	0,497	0,524
4	0,364	0,424	0,462	0,499	0,500	0,524
6	0,380	0,434	0,473	0,502	0,502	0,525
8	0,389	0,444	0,478	0,505	0,505	0,527
10	0,399	0,452	0,484	0,508	0,505	0,527
12	0,405	0,458	0,487	0,510	0,508	0,527
14	0,411	0,463	0,489	0,511	0,508	0,527
16	0,417	0,468	0,493	0,511	0,508	0,528
18	0,422	0,471	0,493	0,513	0,508	0,530
20	0,425	0,475	0,494	0,515	0,511	0,530
30	0,441	0,487	0,500	0,518	0,512	0,531
40	0,453	0,493	0,503	0,518	0,516	0,533
50	0,461	0,495	0,505	0,520	0,516	0,534
60	0,469	0,495	0,507	0,521	0,519	0,536
70	0,473	0,498	0,508	0,521	0,519	0,536
90	0,477	0,498	0,512	0,523	0,520	0,536
110	0,479	0,502	0,512	0,523	0,522	0,536
150	0,483	0,504	0,516	0,525	0,524	0,539
200	0,486	0,506	0,518	0,527	0,527	0,541
260	0,486	0,508	0,520	0,528	0,529	0,541
300	0,488	0,508	0,520	0,530	0,530	0,542
360	0,490	0,508	0,522	0,530	0,532	0,542
400	0,492	0,508	0,522	0,532	0,534	0,544
460	0,492	0,512	0,524	0,532	0,535	0,544
500	0,494	0,512	0,525	0,534	0,536	0,546
550	0,494	0,514	0,525	0,535	0,537	0,547
600	0,494	0,514	0,525	0,535	0,537	0,547
650	0,494	0,514	0,525	0,537	0,537	0,547
700	0,494	0,514	0,525	0,537	0,539	0,547
750	0,494	0,514	0,525	0,537	0,539	0,547

8.5.2. Lechos de polvo bimodales

Tabla 8.9. Valores experimentales de la compacidad, ϕ , en función del número de golpes, N, para las composiciones del sistema binario M1+M8.

Golpes (N)	X			
	0,2	0,4	0,6	0,8
0	0,417	0,480	0,555	0,567
2	0,446	0,512	0,587	0,590
4	0,462	0,528	0,607	0,602
6	0,476	0,544	0,619	0,608
8	0,486	0,554	0,629	0,616
10	0,493	0,563	0,638	0,620
12	0,500	0,568	0,643	0,623
14	0,507	0,573	0,647	0,625
16	0,509	0,578	0,651	0,628
18	0,512	0,581	0,652	
20	0,515	0,582	0,653	0,633
30	0,524	0,590		
32	0,524		0,661	0,642
34	0,525	0,591		
36	0,527	0,592	0,662	
38	0,527	0,593		0,644
40	0,528		0,664	
50	0,531	0,597	0,667	0,647
60		0,598		0,651
70	0,536	0,600	0,672	
80	0,537			0,656
90	0,539		0,676	
100		0,604	0,678	0,662
150		0,608	0,685	
200				0,672
260	0,545	0,611		0,676
300			0,690	
360			0,693	0,679
400				0,682
460	0,550	0,615		
500				0,684
550	0,551		0,700	
600		0,616		
650	0,553		0,703	0,687
750			0,706	0,688
1000	0,555	0,619	0,707	0,689

Tabla 8.10. Valores experimentales de la compacidad, ϕ , en función del número de golpes, N, para las composiciones del sistema binario M1+M5.

Golpes (N)	X			
	0,2	0,4	0,6	0,8
0	0,368	0,403	0,446	0,464
2	0,388	0,426	0,472	0,484
4	0,405	0,443	0,491	0,499
6	0,418	0,459	0,505	0,510
8	0,429	0,468	0,516	0,517
10	0,438	0,479	0,523	0,524
12	0,445	0,485	0,531	0,528
14	0,451	0,492	0,539	
16	0,457	0,499	0,543	0,534
18	0,461	0,504	0,547	
20	0,465	0,509	0,551	0,536
22	0,469	0,513	0,556	
24	0,472	0,517		0,540
26	0,475		0,560	
28	0,477	0,521		
30	0,478	0,524		
32			0,564	0,546
34	0,481			
36		0,528		
38			0,569	0,548
40	0,483			
50		0,532	0,573	0,554
75	0,494			
80		0,540	0,583	
90	0,497			
95		0,544		
100			0,587	0,567
150	0,505	0,553		
200	0,508	0,557	0,602	0,580
260		0,566		
400	0,516			0,597
460	0,518	0,575	0,617	
500		0,577	0,623	
600	0,521	0,582		
650			0,628	
700		0,587		
1000	0,527	0,592	0,634	0,606

Tabla 8.11. Valores experimentales de la compacidad, ϕ , en función del número de golpes, N , para las composiciones del sistema binario M5+M8.

Golpes (N)	X			
	0,2	0,4	0,6	0,8
0	0,489	0,509	0,546	0,534
2	0,500	0,530	0,566	0,554
4	0,508	0,539	0,578	0,565
6	0,514	0,543	0,584	0,573
8	0,517	0,546	0,588	0,577
10	0,518	0,549	0,592	0,581
12	0,519	0,551	0,595	0,584
14	0,521	0,552	0,597	0,586
16	0,522	0,554	0,600	0,590
18	0,524	0,556	0,602	0,592
20	0,525	0,558	0,604	0,596
22	0,527	0,561	0,606	0,596
24	0,528	0,562	0,608	0,598
26	0,530	0,562	0,609	0,600
28	0,531	0,564	0,611	0,600
30	0,533	0,565	0,611	0,600
32	0,534	0,566	0,611	0,600
34	0,536	0,568	0,611	0,604
36	0,536	0,569	0,612	0,604
38	0,538	0,569	0,614	0,604
40	0,539	0,571	0,614	0,604
50	0,541	0,575	0,618	0,608
60	0,544	0,578	0,620	0,612
70	0,547	0,580	0,622	0,612
80	0,547	0,583	0,623	0,616
90	0,547	0,584	0,623	0,618
100	0,549	0,587	0,624	0,620
150	0,550	0,589	0,627	0,622
200	0,554	0,591	0,629	0,626
300	0,557	0,595	0,636	0,630
360	0,560	0,596	0,638	0,633
400	0,562	0,597	0,638	0,633
460	0,564	0,599	0,638	0,633
500	0,564	0,600	0,639	0,635
600	0,565	0,602	0,640	0,635
700	0,566		0,640	0,635
750		0,603		0,635
1000	0,567	0,605	0,641	0,637

8.6. Comparación entre los resultados experimentales y los calculados mediante la ecuación cinética de densificación propuesta, para polvos monomodales

En las figuras siguientes se representan los puntos experimentales de los ensayos de densificación por “tapping” para los polvos monomodales, junto a las líneas correspondientes al modelo cinético multiparamétrico propuesto, utilizando las ecuaciones (2.37) y (2.38) y las (5.9) a (5.13).

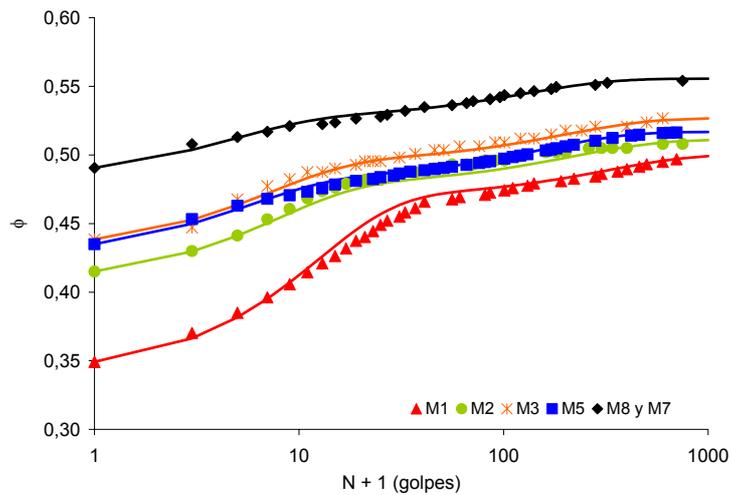


Figura 8.5 Comprobación del modelo cinético para los lechos preparados por CLA.

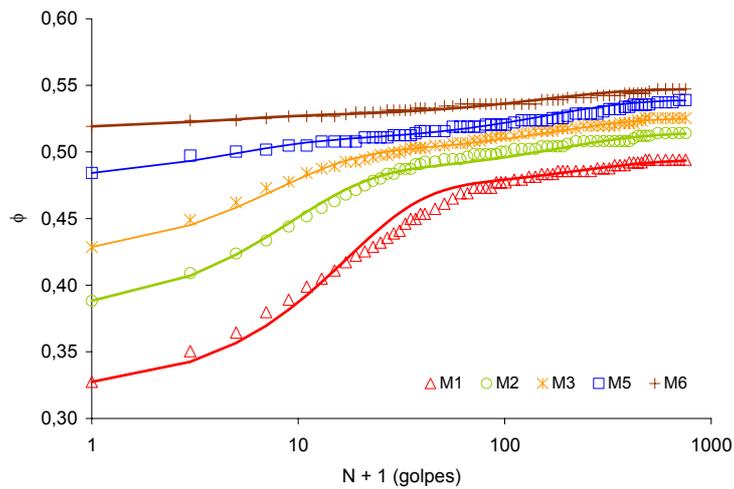


Figura 8.6 Comprobación del modelo cinético para los lechos preparados por TV.

8.7. Comparación entre los resultados experimentales y los calculados mediante la ecuación cinética de densificación propuesta, para las series de mezclas bimodales

En las figuras siguientes se representan los puntos experimentales de los ensayos de densificación por “tapping” para los lechos bimodales, junto a las líneas correspondientes al modelo cinético multiparamétrico propuesto, utilizando las ecuaciones (2.37) y (2.38) y las (5.16) a (5.18).

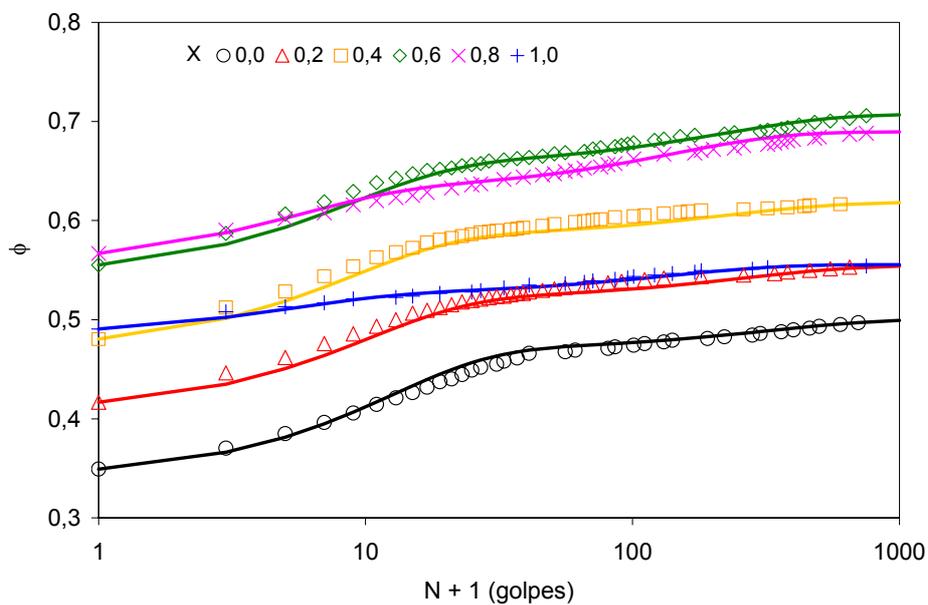


Figura 8.7 Comprobación del modelo cinético para las composiciones del sistema binario M1+M8.

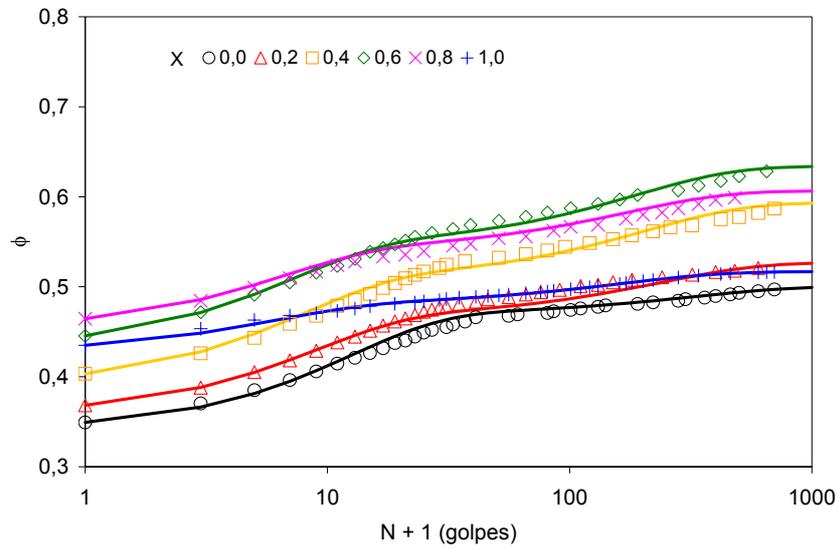


Figura 8.8 Comprobación del modelo cinético para las composiciones del sistema binario M1+M5.

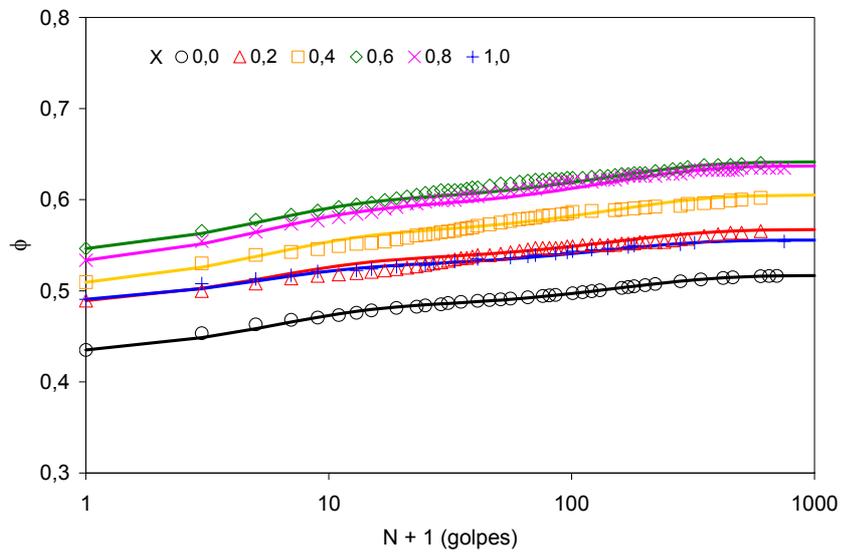


Figura 8.9 Comprobación del modelo cinético para las composiciones del sistema binario M5+M8.

8.8. Comprobación de la validez de los ensayos de fluencia realizados con la célula rotacional. Cálculo de errores

A continuación se detallan los valores utilizados para comprobar la validez de la célula rotacional empleada en este estudio utilizando el carbonato de calcio empleado en el trabajo¹⁸⁰ publicado por la Dirección general de Telecomunicaciones, Información e Innovación de la Comisión de la Comunidad Europea en 1992.

En este mismo apéndice se detallan los valores experimentales que permiten la estimación del error cometido en la determinación de las curvas de fluencia de los lechos de cuarzo empleados en este trabajo.

8.8.1. Ensayos de fluencia correspondientes al carbonato cálcico

Se han determinado 6 curvas de fluencia utilizando 3, 9, 6, 15, 20 y 25 kPa de tensión normal de preparación del lecho, σ_c . Siguiendo el mismo procedimiento del informe de certificación, para cada valor de σ_c se realizaron cinco determinaciones de la curva de fluencia. Los valores experimentales se anotan en la Tabla 8.12 a la Tabla 8.17.

Para el cálculo de los errores se han utilizado las ecuaciones (8.17), (8.18) y (8.19) del apartado 8.4.2

Tabla 8.12 Curvas de fluencia y valores del error experimental correspondientes a $\sigma_c = 3$ kPa.

Tensión normal (σ) (kPa)	Tensión de cizalla (τ) (kPa)					τ_{media} (kPa)	S_x (kPa)	ϵ_a (kPa)	ϵ_r (%)
	1	2	3	4	5				
3,00	2,26	2,31	2,29	2,13	2,13	2,22	0,09	0,07	2,9
2,75	2,20	2,12	2,27	2,10	2,10	2,16	0,08	0,09	4,3
2,50	2,05	2,01	2,17	2,05	2,05	2,07	0,06	0,08	3,6
2,25	1,91	1,87	1,96	2,03	1,98	1,95	0,06	0,08	4,0
2,00	1,80	1,75	1,84	1,80	1,90	1,82	0,06	0,07	3,8
1,75	1,64	1,60	1,71	1,70	1,70	1,67	0,05	0,06	3,6
1,50	1,56	1,50	1,60	1,50	1,50	1,53	0,05	0,06	3,7
1,25	1,37	1,40	1,44	1,32	1,40	1,39	0,05	0,06	4,0
1,00	1,27	1,24	1,36	1,25	1,27	1,28	0,05	0,06	4,6
0,75	1,07	1,07	1,17	1,07	1,07	1,09	0,05	0,06	5,1

Tabla 8.13 Curvas de fluencia y valores del error experimental correspondientes a $\sigma_c = 6$ kPa.

Tensión normal (σ) (kPa)	Tensión de cizalla (τ) (kPa)					τ_{media} (kPa)	S_x (kPa)	ϵ_a (kPa)	ϵ_r (%)
	1	2	3	4	5				
6,00	4,55	4,75	4,60	4,60	4,60	4,62	0,08	0,09	2,0
5,50	4,21	4,40	4,40	4,40	4,40	4,36	0,09	0,11	2,4
5,00	3,88	4,08	4,10	4,10	4,10	4,05	0,10	0,12	3,0
4,50	3,64	3,79	3,70	3,70	3,70	3,71	0,05	0,07	1,8
4,00	3,40	3,55	3,50	3,50	3,50	3,49	0,06	0,07	1,9
3,50	3,17	3,32	3,20	3,20	3,20	3,22	0,06	0,07	2,3
3,00	2,87	3,01	3,10	3,00	2,90	2,98	0,09	0,12	3,9
2,50	2,63	2,73	2,50	2,60	2,70	2,63	0,09	0,11	4,3
2,00	2,33	2,45	2,30	2,40	2,40	2,38	0,06	0,08	3,1
1,50	2,00	2,08	2,20	2,10	2,00	2,08	0,08	0,13	5,0

Tabla 8.14 Curvas de fluencia y valores del error experimental correspondientes a $\sigma_c = 9$ kPa.

Tensión normal (σ) (kPa)	Tensión de cizalla (τ) (kPa)					τ_{media} (kPa)	S_x (kPa)	ϵ_a (kPa)	ϵ_r (%)
	1	2	3	4	5				
9,00	6,75	7,03	7,03	6,69	6,60	6,8	0,2	0,3	3,6
8,00	6,40	6,12	6,24	6,05	6,15	6,2	0,2	0,2	2,7
7,00	5,79	5,60	5,68	5,56	5,61	5,65	0,09	0,11	2,0
6,00	5,19	5,03	5,11	5,04	5,09	5,09	0,06	0,08	1,6
5,00	4,71	4,53	4,60	4,53	4,56	4,59	0,08	0,09	2,0
4,00	4,04	3,96	3,99	3,93	4,01	3,99	0,04	0,05	1,3
3,00	3,36	3,31	3,33	3,31	3,39	3,34	0,04	0,04	1,3
2,00	2,65	2,57	2,64	2,60	2,69	2,63	0,05	0,06	2,2
1,00	1,87	1,80	1,83	1,83	1,85	1,84	0,03	0,03	1,8
0,50	1,43	1,35	1,41	1,35	1,35	1,38	0,04	0,05	3,5

Tabla 8.15 Curvas de fluencia y valores del error experimental correspondientes a $\sigma_c = 15$ kPa.

Tensión normal (σ) (kPa)	Tensión de cizalla (τ) (kPa)					τ_{media} (kPa)	s_x (kPa)	ϵ_a (kPa)	ϵ_r (%)
	1	2	3	4	5				
15,00	11,16	11,13	11,70	11,71	11,64	11,5	0,3	0,4	3,2
13,50	10,20	10,30	10,25	10,35	10,32	10,28	0,06	0,08	0,7
12,00	9,41	9,50	9,48	9,45	9,63	9,49	0,08	0,10	1,1
10,50	8,56	8,71	8,56	8,71	8,88	8,7	0,13	0,2	1,9
9,00	7,75	7,79	7,73	7,87	7,85	7,80	0,06	0,08	1,0
7,50	6,81	6,80	6,73	6,96	6,89	6,84	0,09	0,11	1,6
6,00	5,95	5,84	5,97	5,80	5,80	5,96	0,08	0,10	1,7
4,50	4,90	4,91	4,93	5,03	5,08	4,97	0,08	0,10	2,0
3,00	3,80	3,84	3,80	3,91	4,03	3,88	0,10	0,12	3,1
1,50	2,50	2,60	2,53	2,63	2,69	2,59	0,08	0,10	3,7

Tabla 8.16 Curvas de fluencia y valores del error experimental correspondientes a $\sigma_c = 20$ kPa.

Tensión normal (σ) (kPa)	Tensión de cizalla (τ) (kPa)					τ_{media} (kPa)	s_x (kPa)	ϵ_a (kPa)	ϵ_r (%)
	1	2	3	4	5				
20,00	15,24	15,29	14,77	15,23	14,93	15,1	0,2	0,3	1,9
17,75	13,63	13,65	13,36	13,00	13,20	13,4	0,3	0,4	2,6
15,50	12,35	12,17	11,89	11,84	11,75	12,0	0,3	0,3	2,6
13,25	11,08	10,91	10,92	10,56	10,99	10,9	0,2	0,3	2,3
11,00	9,63	9,45	9,52	9,27	9,51	9,48	0,13	0,16	1,7
8,75	8,04	8,01	7,93	7,81	7,92	7,94	0,09	0,11	1,4
6,50	6,48	6,57	6,27	6,39	6,37	6,42	0,11	0,14	2,2
4,25	4,75	4,76	4,63	4,75	4,73	4,72	0,05	0,07	1,4
2,00	2,93	2,97	2,88	2,96	3,00	2,95	0,05	0,06	1,9
0,10	1,03	1,00	0,97	1,01	1,01	1,00	0,02	0,03	2,7

Tabla 8.17 Curvas de fluencia y valores del error experimental correspondientes a $\sigma_c = 25$ kPa.

Tensión normal (σ) (kPa)	tensión de cizalla (τ) (kPa)					τ_{media} (kPa)	s_x (kPa)	ε_a (kPa)	ε_r (%)
	1	2	3	4	5				
25,00	18,76	19,25	19,17	19,08	18,76	19,0	0,2	0,3	1,5
22,25	16,61	16,70	17,36	17,11	16,41	16,8	0,4	0,5	2,9
19,50	15,01	15,28	15,17	15,47	15,04	15,2	0,2	0,2	1,5
16,75	13,40	13,57	13,79	13,97	13,60	13,7	0,2	0,3	2,0
14,00	11,78	11,97	12,27	12,36	12,09	12,1	0,2	0,3	2,4
11,25	10,10	10,16	10,48	10,64	10,33	10,3	0,2	0,3	2,7
8,50	8,31	8,32	8,52	8,78	8,53	8,5	0,19	0,2	2,8
5,75	6,31	6,37	6,48	6,52	6,45	6,43	0,09	0,11	1,6
3,00	4,12	4,17	4,28	4,35	4,21	4,23	0,09	0,12	2,7
0,25	1,29	1,39	1,29	1,39	1,39	1,35	0,06	0,07	5,0

Para comparar el funcionamiento de la célula rotacional y la de cizalla, en la Figura 8.10 a Figura 8.13 se representan las curvas de fluencia medidas con los dos equipos. Para favorecer la interpretación de los resultados los valores experimentales de la célula de Jenike (puntos rellenos), se han representado con el error absoluto anotado en el certificado¹⁸⁰ y se han ajustado a una ecuación polinómica de segundo grado, correspondiente a las líneas de trazo continuo en cada una de las figuras.

En las figuras se aprecia que todos los valores de la tensión de cizalla medidos con la célula rotacional (puntos huecos), independientemente de la tensión normal aplicada, σ , se encuentran dentro de los límites de error absoluto obtenidos para el carbonato de calcio en el certificado.

A la vista de los resultados obtenidos puede decirse que, para el intervalo de tensiones normales de preparación del lecho ensayadas (3-15 kPa) y para el producto utilizado (carbonato de calcio), la diferencia entre la tensión de cizalla medida con la célula rotacional y la correspondiente a la de Jenike es inferior al error absoluto previsto por el trabajo de certificación realizado por cinco laboratorios europeos¹⁸⁰ utilizando una célula de Jenike.

Por lo tanto, puede concluirse que los resultados obtenidos con la célula rotacional y de Jenike son muy parecidos. De hecho las diferencias encontradas entre los valores de las tensiones de cizalla medidas con ambos equipos son siempre inferiores al 7%.

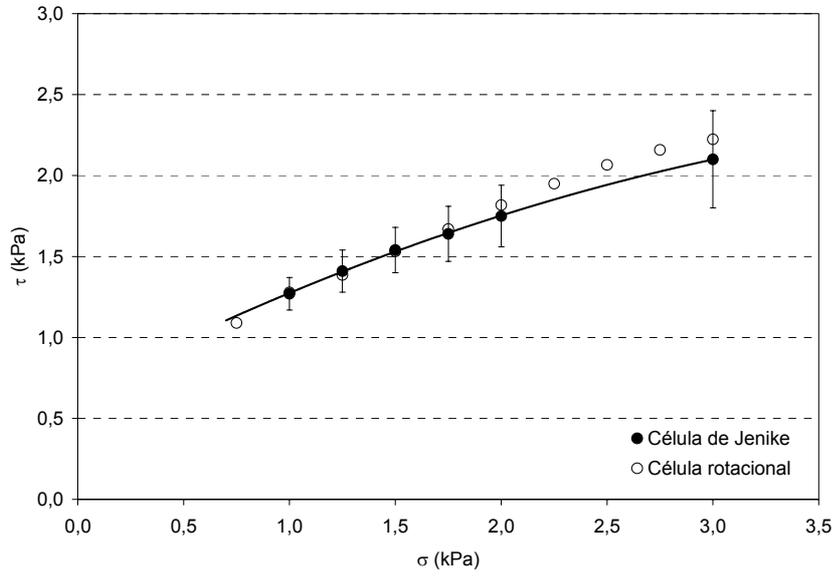


Figura 8.10 Comparación de las curvas de fluencia correspondientes a las dos células de cizalla para $\sigma_c = 3$ kPa.

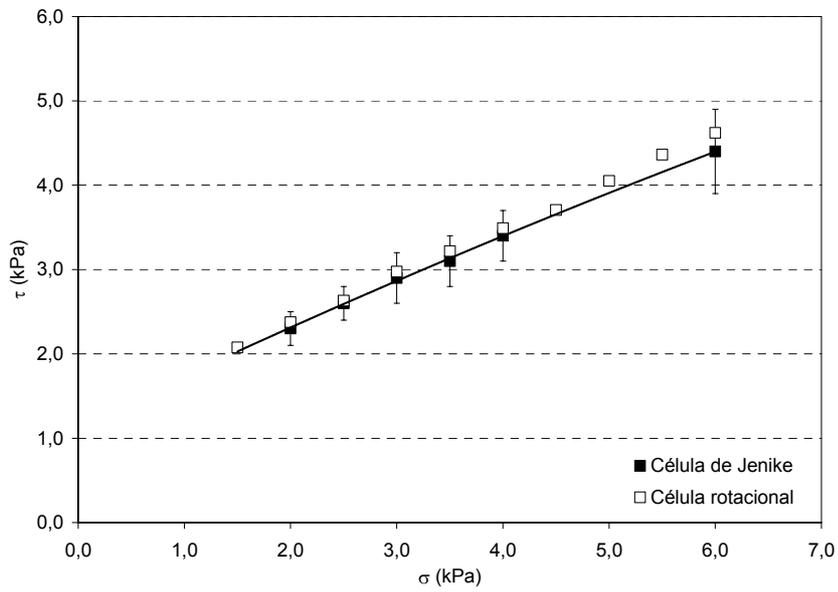


Figura 8.11 Comparación de las curvas de fluencia correspondientes a las dos células de cizalla para $\sigma_c = 6$ kPa.

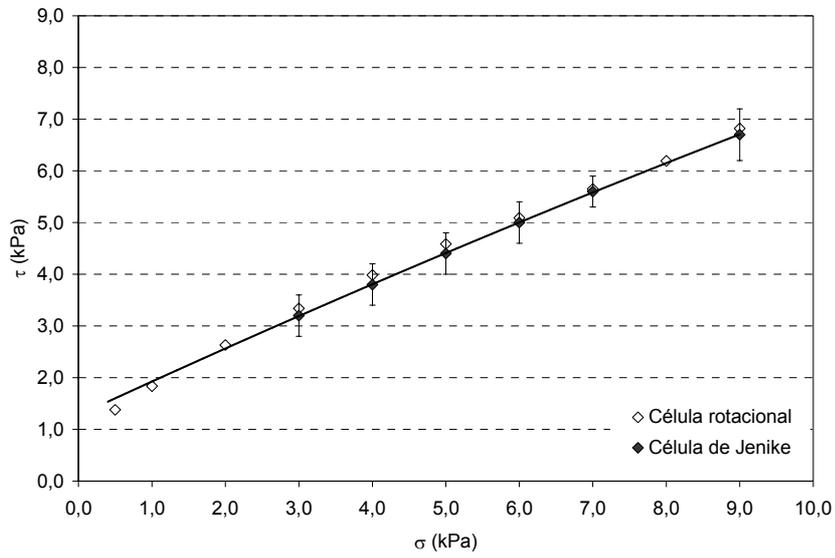


Figura 8.12 Comparación de las curvas de fluencia correspondientes a las dos células de cizalla para $\sigma_c = 9$ kPa.

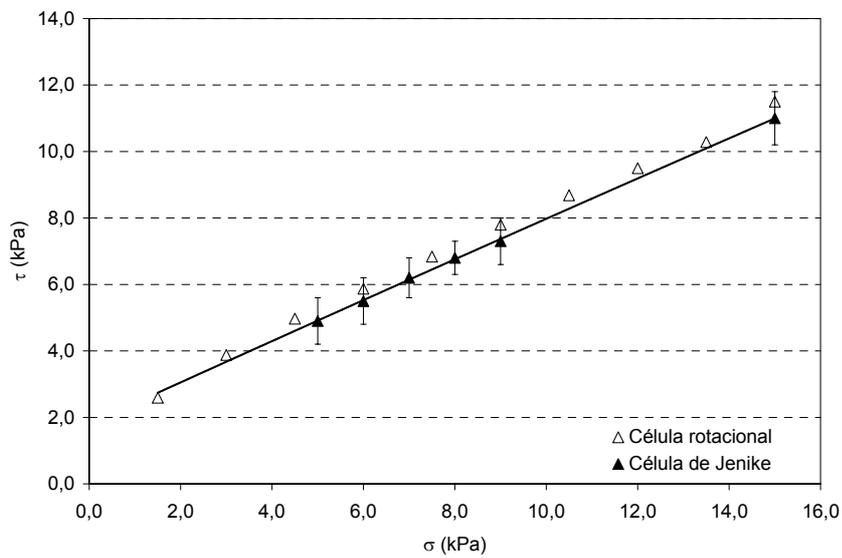


Figura 8.13 Comparación de las curvas de fluencia correspondientes a las dos células de cizalla para $\sigma_c = 15$ kPa.

8.8.1.1. Análisis de errores

En la Figura 8.14 se representa la evolución de los errores relativos inter e intralaboratorios¹⁸⁰ de la medida de la tensión de cizalla con la célula de Jenike, en función dicha tensión. Se aprecia que los errores relativos de las medidas de los cinco laboratorios son, como era de esperar, mayores y más dispersos que los correspondientes a un laboratorio. En ambos casos se aprecia una ligera tendencia a disminuir a medida que aumenta la tensión de cizalla, estabilizándose a partir de cierto valor de la misma.

Para comparar estos resultados con los de la célula rotacional, en la Figura 8.15 se representan conjuntamente la evolución de los errores relativos en la medida de la tensión de cizalla con ambas células. Se aprecia que la evolución del error relativo es muy parecida con ambas células, reduciéndose hasta estabilizarse alrededor de un valor constante para tensiones de cizalla superiores a 10 kPa.

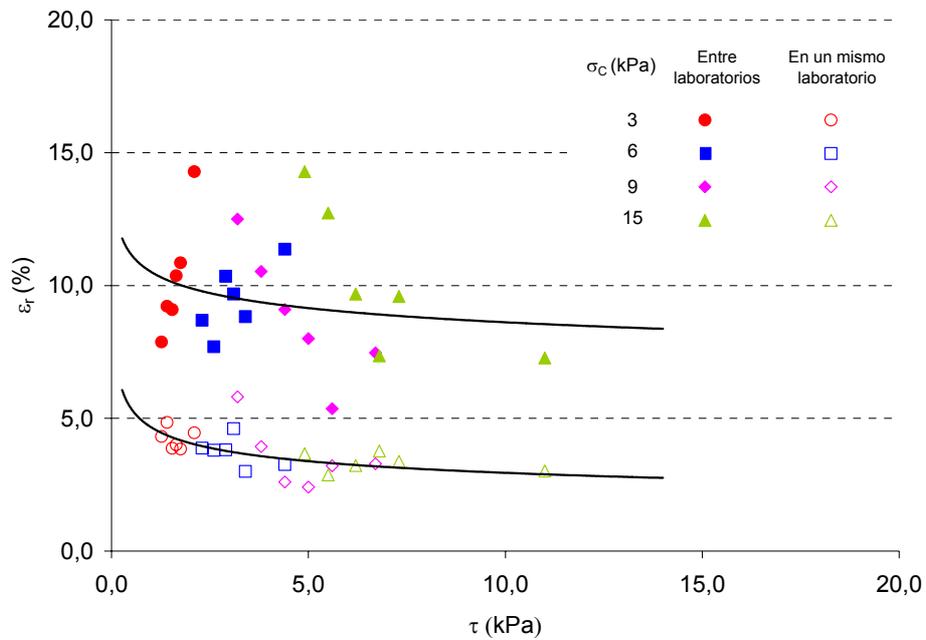


Figura 8.14 Variación de los valores del error relativo cometido en la determinación de la tensión de cizalla con esta variable, utilizando para la célula de Jenike.

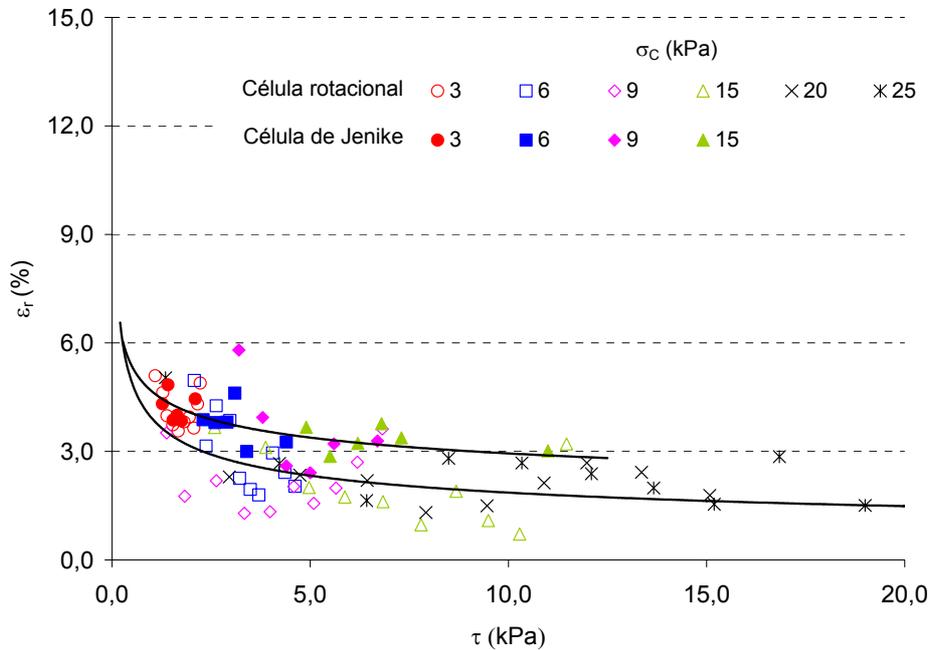


Figura 8.15 Variación de los valores del error relativo, cometido en la determinación de la tensión de cizalla con esta variable. Comparación entre células de cizalla.

De los ensayos realizados con el carbonato de calcio certificado puede concluirse que el funcionamiento de las células de Jenike y rotacional en las condiciones y rango de variables ensayados en este trabajo, es muy parecido (Figura 8.10 a Figura 8.13). En todo el intervalo de tensiones de cizalla ensayado, los errores relativos de las medidas realizadas con la célula rotacional son ligeramente menores que los correspondientes a los de la célula de Jenike (Figura 8.15), disminuyendo en ambos casos al aumentar τ hasta prácticamente estabilizarse para valores de $\tau > 10$ kPa alrededor del 3% en la célula de Jenike y en un valor ligeramente menor, 2%, en la rotacional.

8.8.2. Determinación del error experimental que se comete en la medida de las curvas de fluencia de lechos de partículas de cuarzo

Para estimar el error cometido con la célula rotacional en la medida de la tensión de cizalla se determinaron diez curvas de fluencia para una misma tensión normal de preparación del lecho (7,35 kPa), intermedia a las empleadas en este trabajo, utilizando las fracciones monomodales M1 y M8. Los resultados experimentales se anotan en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** y la Tabla 8.19.

Tabla 8.18 Curvas de fluencia y valores del error experimental correspondientes a $\sigma_c = 7,35$ kPa para la fracción M1 ($d_s = 25,0 \mu\text{m}$).

σ (kPa)	τ (kPa)										T_{media} (kPa)	S_k (kPa)	E_a (kPa)	ε_r (%)
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10				
0,10	0,35	0,34	0,32	0,32	0,34	0,31	0,34	0,32	0,34	0,35	0,34	0,014	0,01	3,0
0,29	0,52	0,55	0,54	0,52	0,52	0,52	0,55	0,52	0,54	0,55	0,53	0,014	0,01	1,9
1,18	1,32	1,33	1,32	1,28	1,28	1,32	1,32	1,30	1,30	1,32	1,31	0,018	0,01	1,0
2,06	2,04	2,01	1,96	1,97	1,97	2,04	2,03	2,03	2,00	2,05	2,01	0,033	0,02	1,2
2,94	2,70	2,73	2,67	2,67	2,66	2,73	2,70	2,70	2,67	2,70	2,69	0,028	0,02	0,8
3,82	3,38	3,42	3,32	3,34	3,29	3,41	3,40	3,40	3,32	3,37	3,37	0,044	0,03	0,9
4,70	4,05	4,04	3,96	3,92	3,92	3,96	4,03	4,07	3,96	4,03	3,99	0,055	0,04	1,0
5,59	4,71	4,69	4,64	4,56	4,56	4,62	4,69	4,66	4,64	4,70	4,65	0,057	0,04	0,9
6,47	5,38	5,30	5,29	5,38	5,20	5,38	5,26	5,36	5,28	5,38	5,32	0,063	0,04	0,8
7,35	6,01	5,85	5,89	6,03	5,80	5,95	6,00	6,03	5,83	5,92	5,93	0,084	0,06	1,0

Tabla 8.19 Curvas de fluencia y valores del error experimental correspondientes a $\sigma_c = 7,35$ kPa para la fracción M8 ($d_s = 390,4 \mu\text{m}$).

σ (kPa)	τ (kPa)										τ_{media} (kPa)	S_x (kPa)	ε_a (kPa)	ε_r (%)	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10					
0,10	0,20	0,20	0,21	0,20	0,20	0,21	0,20	0,20	0,21	0,20	0,20	0,199	0,005	0,003	1,7
0,29	0,34	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,35	0,352	0,003	0,002	0,6
1,18	0,94	0,93	0,98	0,97	0,97	0,95	0,95	0,95	0,95	0,95	0,97	0,96	0,017	0,01	1,3
2,06	1,53	1,48	1,54	1,56	1,50	1,54	1,53	1,53	1,54	1,50	1,50	1,52	0,024	0,02	1,1
2,94	2,11	2,05	2,12	2,07	2,07	2,05	2,08	2,08	2,07	2,09	2,09	2,08	0,026	0,02	0,9
3,82	2,64	2,62	2,60	2,64	2,64	2,60	2,58	2,58	2,66	2,62	2,62	2,62	0,024	0,02	0,7
4,70	3,18	3,11	3,07	3,14	3,07	3,15	3,06	3,06	3,13	3,11	3,11	3,11	0,039	0,03	0,9
5,59	3,81	3,64	3,66	3,75	3,76	3,62	3,71	3,71	3,71	3,75	3,75	3,72	0,064	0,05	1,2
6,47	4,16	4,27	4,30	4,26	4,28	4,20	4,30	4,30	4,24	4,26	4,26	4,25	0,048	0,03	0,8
7,35	4,82	4,66	4,77	4,85	4,89	4,82	4,69	4,69	4,93	4,73	4,73	4,80	0,086	0,06	1,3

En la figura siguiente se representa la evolución de los errores absolutos para los lechos de partículas de cuarzo analizados. Se aprecia una tendencia similar a la observada para el carbonato de calcio (Figura 8.15), siendo el error absoluto menor, para cualquier valor de la tensión de cizalla.

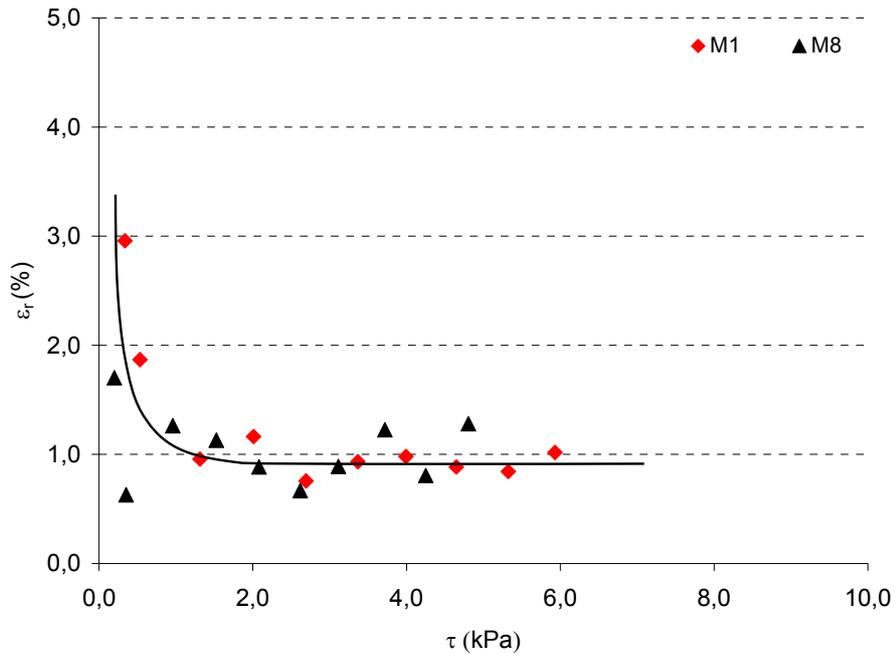


Figura 8.16 Variación de los valores del error relativo de la tensión de cizalla con dicha variable para M1 y M8.

8.8.3. Determinación del error experimental que se comete en la medida de la compacidad de lechos de cuarzo utilizando la célula rotacional.

Utilizando las fracciones granulométricas M1 y M8 se prepararon diez lechos de partículas en la célula rotacional de cizalla, determinándose su densidad para $\sigma_c = 0$ y $\sigma_c = 7,35$ kPa.

Los valores medios de la densidad, ρ , y de la compacidad, ϕ , (calculada esta última de acuerdo con la ec. (8.20)) se anotan en la Tabla 8.20, en la que se incluyen los valores del error absoluto, ε_a , y del relativo, ε_r , para la compacidad media, calculados de acuerdo al procedimiento descrito en el apartado 8.4.2.

En la misma se aprecia que, independientemente de la presión aplicada sobre el lecho de partículas, el error absoluto es mayor para los lechos de partículas más gruesas (M8), siendo el error relativo muy parecido. A la vista de los valores de la Tabla 8.20 y para simplificar la presentación de los

resultados se ha considerado, para las compacidades de todos lechos medidas con la célula rotacional un error absoluto de $\pm 0,02$ y uno relativo del 4%.

Tabla 8.20 Valores de ε_a y ε_r de las compacidades de lechos correspondientes al estado inicial ($\sigma_c = 0$ kPa) y consolidado ($\sigma_c = 7,35$ kPa) para las fracciones M1 y M8.

	M1		M8	
d_s (μm)	25,0		390,4	
σ_c (kPa)	0	7,35	0	7,35
ρ (kg/m^3)	928	1101	1353	1395
ϕ	0,350	0,416	0,511	0,526
ε_a	0,009	0,009	0,017	0,021
ε_r (%)	3	2	3	4

8.9. Resultados experimentales obtenidos en los ensayos de fluencia correspondientes a lechos de partículas de cuarzo

En este anexo se anotan los valores experimentales de las curvas de fluencia de los lechos monomodales de partículas de cuarzo estudiados en este trabajo (M1, M2, M4, M5 y M8) y de las mezclas binarias obtenidas al mezclar diferentes fracciones másicas de M1, M5 y M8.

Los valores anotados corresponden, en todos los casos, a una media de tres experimentos.

8.9.1. Lechos de polvos monomodales

Tabla 8.21 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción M1 ($d_s = 25,0 \mu\text{m}$).

		σ_c (kPa)													
		0,490		0,980		1,960		5,880		7,350		11,760		14,700	
σ (kPa)	τ (kPa)														
0,098	0,31	0,098	0,34	0,196	0,47	0,098	0,71	0,098	0,91	0,098	0,91	0,294	0,90	0,098	0,94
0,196	0,38	0,196	0,42	0,392	0,66	0,392	0,98	0,392	1,15	0,392	1,15	1,568	2,32	1,372	2,50
0,294	0,44	0,294	0,50	0,588	0,82	1,078	1,53	1,176	1,95	1,176	1,95	2,842	3,56	3,038	4,17
0,392	0,47	0,392	0,58	0,784	0,99	1,764	2,07	2,058	2,67	2,058	2,67	4,116	4,66	4,704	5,73
0,490	0,51	0,490	0,64	0,980	1,14	2,450	2,56	2,940	3,84	2,940	3,84	5,390	5,64	6,370	7,20
		0,588	0,70	1,176	1,26	3,136	3,09	3,822	4,66	3,822	4,66	6,664	6,77	8,036	8,46
		0,686	0,75	1,372	1,38	3,822	3,56	4,704	5,24	4,704	5,24	7,938	7,76	9,702	9,79
		0,784	0,81	1,568	1,48	4,508	4,00	5,586	5,93	5,586	5,93	9,212	8,71	11,368	11,13
		0,882	0,87	1,764	1,61	5,194	4,47	6,468	6,89	6,468	6,89	10,486	9,56	13,034	12,54
		0,980	0,91	1,960	1,72	5,880	4,83	7,350	7,69	7,350	7,69	11,760	10,50	14,700	13,85

Tabla 8.22 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción M2 ($d_s = 50,5 \mu\text{m}$).

		σ_c (kPa)											
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700					
σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)
0,098	0,34	0,098	0,35	0,098	0,39	0,294	0,56	0,098	0,69	0,294	0,56	0,098	0,69
0,196	0,41	0,490	0,81	0,294	0,67	1,568	1,69	1,372	1,91	1,568	1,69	1,372	1,91
0,294	0,49	0,980	1,19	1,176	1,48	2,842	2,72	3,038	3,37	2,842	2,72	3,038	3,37
0,392	0,56	1,470	1,60	2,058	2,26	4,116	3,73	4,704	4,74	4,116	3,73	4,704	4,74
0,490	0,63	1,960	2,01	2,940	3,01	5,390	4,73	6,370	6,05	5,390	4,73	6,370	6,05
		2,450	2,39	3,822	3,69	6,664	5,71	8,036	7,26	6,664	5,71	8,036	7,26
		2,940	2,77	4,704	4,31	7,938	6,75	9,702	8,43	7,938	6,75	9,702	8,43
		3,430	3,10	5,586	4,89	9,212	7,70	11,368	9,62	9,212	7,70	11,368	9,62
		3,920	3,42	6,468	5,42	10,486	8,60	13,034	10,74	10,486	8,60	13,034	10,74
		4,410	3,77	7,350	6,00	11,760	9,40	14,700	11,78	11,760	9,40	14,700	11,78

Tabla 8.23 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción M4 ($d_s = 100,0 \mu\text{m}$).

		σ_c (kPa)											
		0,490		4,410		7,350		11,760		14,700			
σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)		
0,098	0,25	0,098	0,26	0,098	0,30	0,294	0,59	0,098	0,31	0,098	0,31		
0,196	0,32	0,490	0,64	0,294	0,48	1,568	1,68	1,372	1,46	1,372	1,46		
0,294	0,40	0,980	1,06	1,176	1,25	2,842	2,67	3,038	2,83	3,038	2,83		
0,392	0,47	1,470	1,45	2,058	1,97	4,116	3,69	4,704	4,16	4,704	4,16		
0,490	0,52	1,960	1,81	2,940	2,70	5,390	4,71	6,370	5,52	6,370	5,52		
		2,450	2,21	3,822	3,40	6,664	5,75	8,036	6,79	8,036	6,79		
		2,940	2,56	4,704	4,03	7,938	6,75	9,702	8,09	9,702	8,09		
		3,430	2,90	5,586	4,69	9,212	7,80	11,368	9,37	11,368	9,37		
		3,920	3,25	6,468	5,38	10,486	8,78	13,034	10,47	13,034	10,47		
		4,410	3,64	7,350	5,96	11,760	9,53	14,700	11,38	14,700	11,38		

Tabla 8.24 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción M5 ($d_s = 140,0 \mu\text{m}$).

		σ_c (kPa)											
		0,490		1,960		7,350		11,760		13,230		14,700	
σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)
0,098	0,23	0,196	0,34	0,098	0,27	0,294	0,50	0,098	0,29	0,098	0,30	0,098	0,30
0,196	0,31	0,392	0,52	0,294	0,46	1,568	1,62	1,470	1,50	1,372	1,46	1,372	1,46
0,294	0,39	0,588	0,69	1,176	1,21	2,842	2,70	2,940	2,73	3,038	2,89	3,038	2,89
0,392	0,46	0,784	0,85	2,058	1,93	4,116	3,75	4,410	3,92	4,704	4,20	4,704	4,20
0,490	0,52	0,980	0,98	2,940	2,66	5,390	4,73	5,880	5,08	6,370	5,50	6,370	5,50
		1,176	1,14	3,822	3,36	6,664	5,76	7,350	6,23	8,036	6,70	8,036	6,70
		1,372	1,28	4,704	4,05	7,938	6,77	8,820	7,34	9,702	7,95	9,702	7,95
		1,568	1,44	5,586	4,70	9,212	7,69	10,290	8,38	11,368	9,30	11,368	9,30
		1,764	1,58	6,468	5,29	10,486	8,44	11,760	9,29	13,034	10,43	13,034	10,43
		1,960	1,65	7,350	5,83	11,760	9,50	13,230	9,87	14,700	11,50	14,700	11,50

Tabla 8.25 Curvas de fluencia correspondientes a la fracción M8 ($d_s = 390,4 \mu\text{m}$).

σ_c (kPa)											
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700			
σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)	σ (kPa)	τ (kPa)
0,098	0,22	0,098	0,30	0,098	0,28	0,294	0,51	0,098	0,55		
0,196	0,31	0,490	0,58	0,294	0,43	1,568	1,50	1,372	1,52		
0,294	0,40	0,980	0,93	1,176	1,13	2,842	2,54	3,038	2,77		
0,392	0,49	1,470	1,25	2,058	1,76	4,116	3,40	4,704	3,79		
0,490	0,57	1,960	1,71	2,940	2,36	5,390	4,42	6,370	5,16		
		2,450	2,18	3,822	3,07	6,664	5,44	8,036	6,30		
		2,940	2,54	4,704	3,73	7,938	6,31	9,702	7,24		
		3,430	2,82	5,586	4,46	9,212	7,21	11,368	8,62		
		3,920	3,16	6,468	5,00	10,486	7,99	13,034	9,92		
		4,410	3,71	7,350	5,56	11,760	9,38	14,700	11,01		

8.9.2. Lechos de polvo bimodales**8.9.2.1. Sistema binario M1+M8****Tabla 8.26 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,2 (valores en kPa).**

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,31	0,098	0,46	0,098	0,52	0,294	0,68	0,098	0,58
0,196	0,38	0,490	0,89	0,294	0,76	1,568	1,88	1,372	2,05
0,294	0,43	0,980	1,35	1,176	1,65	2,842	2,97	3,038	3,72
0,392	0,55	1,470	1,75	2,058	2,44	4,116	4,00	4,704	5,25
0,490	0,63	1,960	2,10	2,940	3,21	5,390	4,98	6,370	6,74
		2,450	2,43	3,822	3,97	6,664	5,95	8,036	8,14
		2,940	2,84	4,704	4,64	7,938	6,95	9,702	9,45
		3,430	3,23	5,586	5,27	9,212	8,00	11,368	10,75
		3,920	3,58	6,468	5,93	10,486	8,79	13,034	11,98
		4,410	4,00	7,350	6,44	11,760	9,80	14,700	13,30

Tabla 8.27 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,4 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,30	0,098	0,44	0,098	0,40	0,294	0,64	0,098	0,51
0,196	0,37	0,490	0,82	0,294	0,59	1,568	1,82	1,372	1,84
0,294	0,42	0,980	1,27	1,176	1,44	2,842	2,89	3,038	3,36
0,392	0,47	1,470	1,65	2,058	2,21	4,116	3,89	4,704	4,70
0,490	0,54	1,960	2,03	2,940	2,91	5,390	4,91	6,370	6,05
		2,450	2,40	3,822	3,58	6,664	6,01	8,036	7,28
		2,940	2,87	4,704	4,29	7,938	7,21	9,702	8,68
		3,430	3,28	5,586	4,95	9,212	8,31	11,368	9,93
		3,920	3,66	6,468	5,55	10,486	9,19	13,034	11,09
		4,410	4,00	7,350	6,22	11,760	9,98	14,700	12,24

Tabla 8.28 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,6 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,29	0,098	0,43	0,098	0,55	0,294	0,71	0,098	0,89
0,196	0,35	0,490	0,85	0,294	0,77	1,568	1,93	1,372	2,04
0,294	0,42	0,980	1,31	1,176	1,61	2,842	3,06	3,038	3,36
0,392	0,48	1,470	1,75	2,058	2,42	4,116	4,10	4,704	4,63
0,490	0,56	1,960	2,10	2,940	3,08	5,390	5,12	6,370	5,96
		2,450	2,50	3,822	3,80	6,664	6,10	8,036	7,34
		2,940	2,87	4,704	4,48	7,938	7,00	9,702	8,68
		3,430	3,28	5,586	5,20	9,212	7,84	11,368	9,87
		3,920	3,63	6,468	5,83	10,486	8,70	13,034	10,79
		4,410	3,95	7,350	6,42	11,760	9,71	14,700	11,73

Tabla 8.29 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,8 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,24	0,098	0,30	0,098	0,30	0,294	0,50	0,098	0,35
0,196	0,31	0,490	0,64	0,294	0,50	1,568	1,52	1,372	1,38
0,294	0,38	0,980	0,99	1,176	1,18	2,842	2,40	3,038	2,64
0,392	0,43	1,470	1,32	2,058	1,84	4,116	3,28	4,704	3,68
0,490	0,52	1,960	1,71	2,940	2,50	5,390	4,14	6,370	4,80
		2,450	2,04	3,822	3,07	6,664	4,99	8,036	5,87
		2,940	2,47	4,704	3,68	7,938	5,81	9,702	6,85
		3,430	2,81	5,586	4,40	9,212	6,64	11,368	8,00
		3,920	3,24	6,468	4,95	10,486	7,41	13,034	8,91
		4,410	3,59	7,350	5,45	11,760	8,18	14,700	9,88

8.9.2.2. Sistema binario de M1+M5

Tabla 8.30 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,2 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,27	0,098	0,48	0,098	0,65	0,294	0,71	0,098	0,63
0,196	0,34	0,490	0,80	0,294	0,76	1,568	1,99	1,372	1,98
0,294	0,39	0,980	1,20	1,176	1,52	2,842	3,15	3,038	3,54
0,392	0,44	1,470	1,59	2,058	2,36	4,116	4,26	4,704	5,03
0,490	0,48	1,960	1,96	2,940	3,08	5,390	5,16	6,370	6,41
		2,450	2,38	3,822	3,82	6,664	6,08	8,036	7,66
		2,940	2,75	4,704	4,43	7,938	7,12	9,702	8,91
		3,430	3,14	5,586	5,17	9,212	8,00	11,368	10,19
		3,920	3,52	6,468	5,83	10,486	8,98	13,034	11,37
		4,410	3,84	7,350	6,44	11,760	9,81	14,700	12,47

Tabla 8.31 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,4 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,18	0,098	0,40	0,098	0,46	0,294	0,61	0,098	0,61
0,196	0,25	0,490	0,81	0,294	0,68	1,568	1,91	1,372	1,86
0,294	0,30	0,980	1,23	1,176	1,56	2,842	3,07	3,038	3,38
0,392	0,38	1,470	1,66	2,058	2,35	4,116	4,18	4,704	4,78
0,490	0,46	1,960	2,04	2,940	3,06	5,390	5,20	6,370	6,26
		2,450	2,43	3,822	3,79	6,664	6,17	8,036	7,75
		2,940	2,78	4,704	4,47	7,938	7,21	9,702	9,16
		3,430	3,11	5,586	5,16	9,212	8,18	11,368	10,34
		3,920	3,46	6,468	5,84	10,486	8,98	13,034	11,51
		4,410	3,68	7,350	6,56	11,760	9,94	14,700	12,39

Tabla 8.32 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,6 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,24	0,098	0,38	0,098	0,31	0,294	0,71	0,098	0,73
0,196	0,26	0,490	0,78	0,294	0,69	1,568	1,99	1,372	2,04
0,294	0,33	0,980	1,22	1,176	1,57	2,842	3,15	3,038	3,49
0,392	0,39	1,470	1,65	2,058	2,38	4,116	4,19	4,704	4,81
0,490	0,46	1,960	2,04	2,940	3,10	5,390	5,23	6,370	6,08
		2,450	2,43	3,822	3,83	6,664	6,23	8,036	7,26
		2,940	2,78	4,704	4,39	7,938	7,13	9,702	8,39
		3,430	3,07	5,586	5,07	9,212	7,92	11,368	9,54
		3,920	3,34	6,468	5,63	10,486	8,61	13,034	10,69
		4,410	3,57	7,350	6,22	11,760	9,38	14,700	11,77

Tabla 8.33 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,8 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,16	0,098	0,34	0,098	0,27	0,294	0,58	0,098	0,80
0,196	0,22	0,490	0,71	0,294	0,55	1,568	1,78	1,372	1,88
0,294	0,29	0,980	1,14	1,176	1,40	2,842	2,93	3,038	3,33
0,392	0,35	1,470	1,50	2,058	2,20	4,116	4,04	4,704	4,73
0,490	0,42	1,960	1,87	2,940	2,94	5,390	5,11	6,370	6,14
		2,450	2,21	3,822	3,62	6,664	6,12	8,036	7,50
		2,940	2,54	4,704	4,21	7,938	7,10	9,702	8,72
		3,430	2,86	5,586	4,77	9,212	7,96	11,368	9,81
		3,920	3,20	6,468	5,49	10,486	8,79	13,034	11,27
		4,410	3,58	7,350	5,92	11,760	9,55	14,700	12,45

8.9.2.3. Sistema binario de M5+M8

Tabla 8.34 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,2 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,24	0,098	0,26	0,098	0,29	0,294	0,44	0,098	0,29
0,196	0,31	0,490	0,59	0,294	0,48	1,568	1,52	1,372	1,41
0,294	0,43	0,980	0,98	1,176	1,23	2,842	2,57	3,038	2,80
0,392	0,47	1,470	1,37	2,058	1,95	4,116	3,59	4,704	4,08
0,490	0,60	1,960	1,78	2,940	2,61	5,390	4,64	6,370	5,40
		2,450	2,14	3,822	3,20	6,664	5,54	8,036	6,52
		2,940	2,54	4,704	3,93	7,938	6,44	9,702	7,83
		3,430	2,87	5,586	4,59	9,212	7,37	11,368	9,04
		3,920	3,18	6,468	5,23	10,486	8,13	13,034	10,10
		4,410	3,54	7,350	5,81	11,760	9,09	14,700	11,11

Tabla 8.35 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,4 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,24	0,098	0,26	0,098	0,27	0,294	0,44	0,098	0,29
0,196	0,30	0,490	0,59	0,294	0,52	1,568	1,48	1,372	1,40
0,294	0,38	0,980	0,95	1,176	1,23	2,842	2,50	3,038	2,73
0,392	0,44	1,470	1,29	2,058	1,97	4,116	3,42	4,704	3,92
0,490	0,55	1,960	1,70	2,940	2,60	5,390	4,38	6,370	5,27
		2,450	2,05	3,822	3,25	6,664	5,29	8,036	6,39
		2,940	2,43	4,704	3,72	7,938	6,14	9,702	7,47
		3,430	2,52	5,586	4,51	9,212	6,96	11,368	8,58
		3,920	2,93	6,468	4,90	10,486	7,74	13,034	9,67
		4,410	3,40	7,350	5,57	11,760	8,58	14,700	10,71

Tabla 8.36 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,6 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,24	0,098	0,27	0,098	0,27	0,294	0,46	0,098	0,30
0,196	0,30	0,490	0,63	0,294	0,47	1,568	1,56	1,372	1,45
0,294	0,38	0,980	0,99	1,176	1,28	2,842	2,56	3,038	2,77
0,392	0,42	1,470	1,37	2,058	1,99	4,116	3,49	4,704	4,00
0,490	0,55	1,960	1,75	2,940	2,61	5,390	4,47	6,370	5,28
		2,450	2,12	3,822	3,19	6,664	5,30	8,036	6,44
		2,940	2,46	4,704	3,84	7,938	6,36	9,702	7,58
		3,430	2,73	5,586	4,48	9,212	7,13	11,368	8,53
		3,920	2,95	6,468	5,14	10,486	7,77	13,034	9,62
		4,410	3,42	7,350	5,74	11,760	8,75	14,700	10,78

Tabla 8.37 Curvas de fluencia correspondientes a la mezcla X = 0,8 (valores en kPa).

σ_c									
0,490		4,410		7,350		11,760		14,700	
σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ	σ	τ
0,098	0,22	0,098	0,34	0,098	0,43	0,294	0,46	0,098	0,35
0,196	0,30	0,490	0,59	0,294	0,54	1,568	1,49	1,372	1,40
0,294	0,39	0,980	0,97	1,176	1,10	2,842	2,46	3,038	2,65
0,392	0,507	1,470	1,32	2,058	1,65	4,116	3,32	4,704	3,78
0,490	0,55	1,960	1,69	2,940	2,42	5,390	4,21	6,370	5,10
		2,450	2,08	3,822	2,91	6,664	5,11	8,036	6,30
		2,940	2,40	4,704	3,53	7,938	6,06	9,702	7,70
		3,430	2,64	5,586	4,23	9,212	6,90	11,368	8,81
		3,920	2,93	6,468	4,77	10,486	7,71	13,034	9,53
		4,410	3,38	7,350	5,33	11,760	8,55	14,700	10,87

8.10. Comparación entre los valores de la cohesión obtenidos experimentalmente y los calculados mediante la ecuación (5.41)

En la Figura 8.17, la Figura 8.18 y la Figura 8.19 se representan los valores experimentales de la cohesividad, C , en función de la compacidad, ϕ , para los diferentes lechos estudiados y, en líneas sólidas los correspondientes al modelo propuesto según la ec. (5.41).

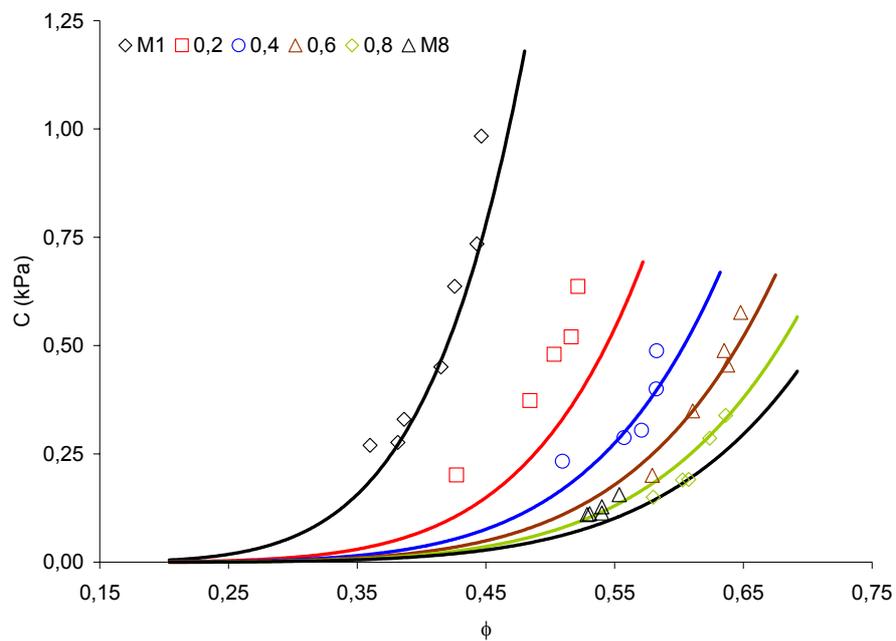


Figura 8.17 Comparación entre los valores experimentales de la cohesión, C , y los calculados (ec. (5.41)) para las composiciones del sistema binario M1+M8.

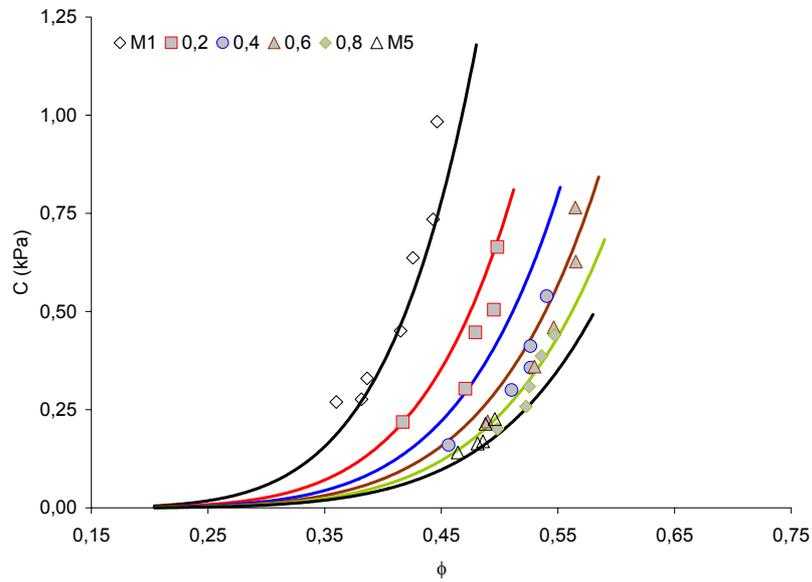


Figura 8.18 Comparación entre los valores experimentales de la cohesión, C , y los calculados (ec. (5.41)) para las composiciones del sistema binario M1+M5.

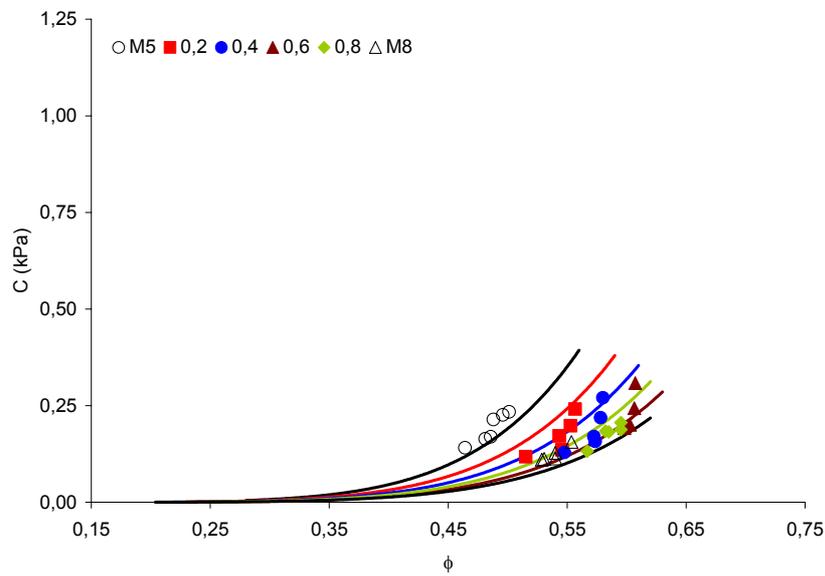


Figura 8.19 Comparación entre los valores experimentales de la cohesión, C , y los calculados para las composiciones del sistema binario M5+M8.

capítulo 9

9. Nomenclatura

a: compactabilidad, parámetro de la ecuación de Kawakita, ec. (2.17).

A: área (m^2)

AR: relación de aspecto de la partícula (ec. (4.5)).

b: parámetro de la ec (2.17).

C: cohesión (kPa).

C_K : contracción volumétrica del lecho (ec. (2.17)).

C_m : compresibilidad mecánica (ec.(2.1)).

C_t : coeficiente de empaquetamiento (ec.(2.2)).

d: diámetro de la partícula esférica, lisa y elástica (ec. (2.55)), (μm).

d_s : diámetro de Sauter o diámetro medio volumen-superficie (μm)

d_{10} : diámetro por debajo del cual hay un 10% en volumen de las partículas totales (μm).

d_{50} : diámetro medio de la distribución de tamaños de partícula (μm).

d_{90} : diámetro por debajo del cual hay un 90% en volumen de las partículas totales (μm).

e: desplazamiento horizontal (m).

F_{ad}^* : fuerza requerida para separar dos esferas lisas y elásticas cuando sobre ellas actúa una carga normal (ec. (2.43)), (Pa).

F_{ad} : fuerza de adhesión en el contacto entre dos esferas lisas y elásticas (ec. (2.44)), (Pa).

F_H : fuerza necesaria para separar dos partículas (ec. (2.67)), (Pa).

F_{H0} : fuerza de adhesión entre partículas cuando no actúa una fuerza de consolidación adicional (ec. (2.67)), (Pa).

F_N : fuerza normal aplicada para crear el contacto entre dos partículas (ec. (2.67)), (Pa).

FF: factor de forma (ec. (4.4)).

FFM: función de flujo del material.

f_c : resistencia mecánica a la compresión de un lecho de polvo (kPa).

f_{c0} : ordenada en el origen de la FFM (ec. (2.69)), (kPa).

ff_c : factor de flujo.

H_0 : altura inicial del lecho de polvo (m).

H_f : altura final del lecho de polvo (m).

IH: índice de Hausner.

$(IH)_K$: índice de Hausner, obtenido de la ecuación de Kawakita (ec. (2.17)).

K: coeficiente de compresibilidad (ec. (2.65)).

N: número de golpes en el ensayo de densificación por "tapping".

n: índice de cizalla (ec. (2.39)).

n_{cp} : número de microcontactos reales por contacto entre dos partículas (ec. (2.61)).

n_{pi} : número de contactos entre partículas esféricas lisas por unidad de superficie (ec. (2.55)).

n_{pp} : número de contactos entre partículas por unidad de superficie de fractura que soportan la tensión (ec. (2.63)).

P: presión de prensado (kPa).

Q: índice de coordinación media de las partículas (ec. (2.55)).

R: radio de la partícula esférica, lisa y elástica (ec. (2.43)), (m).

R^* : radio reducido de partículas rugosas (ec. (2.51)).

R_i : radio de curvatura de una aspersion de una partícula (ec. (2.51)), (m).

R_M : resistencia mecánica (kPa).

\bar{r} : radio efectivo característico de la rugosidad de la superficie de la partícula (ec. (2.62)), (m).

s: desviación geométrica estándar.

T : resistencia a la tracción del lecho de polvo (kPa).

V_0 : volumen inicial del lecho de polvo (m^3).

V_N : volumen del lecho tras haber sido sometido a N golpes (m^3).

V_p = volumen de poros del lecho compactado tras un número de golpes N (m^3).

V_{p0} = volumen de poros del lecho de polvo resultante del llenado (m^3).

V_{pg} : volumen de poros grandes, de tamaño muy superior al de las partículas (m^3).

V_{pp} : volumen de poros pequeños, de tamaño similar al de las partículas (m^3).

$V_{p\infty}$: volumen final de poros (m^3).

X : fracción másica del componente de mayor tamaño en una mezcla binaria.

X_m : fracción másica del componente de mayor tamaño en una mezcla binaria, correspondiente al empaquetamiento máximo.

X_m^i : fracción másica del componente de mayor tamaño en una mezcla binaria ideal, correspondiente al empaquetamiento máximo.

W : carga normal que actúa sobre dos esferas lisas y elásticas (ec. (2.43)), (Pa).

z : tamaño de la grieta iniciadora de fractura (ec. (2.58)), (m).

α : pendiente de la FFM, supuesta recta (ec. (2.66)).

α_r : ángulo de reposo ($^\circ$).

δ : ángulo efectivo de fricción interna del polvo ($^\circ$).

ε : porosidad.

ε_0 : porosidad inicial del lecho

ε_∞ : porosidad final del lecho

ε_G : porosidad del lecho de partículas gruesas.

γ : energía superficial de partículas esféricas, lisas y elásticas (ec. (2.43)), (J/m^2).

ξ : grado de avance del proceso de densificación del polvo por "tapping" (ec.(2.25)).

ξ_g : grado de avance de la densificación del lecho, debido exclusivamente a la reducción de los poros grandes.

ξ_p : grado de avance de la densificación del lecho, debido exclusivamente a la reducción de los poros pequeños.

ϕ : compacidad.

ϕ_0 : compacidad inicial del lecho.

ϕ_∞ : compacidad final del lecho.

ϕ^F : compacidad del lecho de partículas finas en una mezcla binaria.

ϕ^G : compacidad del lecho de partículas gruesas en una mezcla binaria.

ϕ_N : compacidad del lecho tras haber sido sometido a N golpes.

κ : coeficiente de consolidación elasto-plástica (ec. (2.67)).

v : volumen específico.

v^i : volumen específico de una mezcla ideal.

v^n : volumen específico de no mezcla.

μ : coeficiente de fricción interna del polvo (ec. (2.40)).

ϕ : factor de eficacia de mezcla (ec. (2.4)).

ϕ_i : ángulo de fricción interna del polvo (ec. (2.41)), ($^\circ$).

Ψ : factor de esfericidad de Wadell

ρ_0 : densidad aparente de llenado (inicial) del lecho de polvo (kg/m^3)

ρ_s : densidad real o densidad de sólido (kg/m^3).

σ : tensión normal (kPa).

σ_1 : tensión de consolidación (kPa).

σ^* : carga normal efectiva total (ec. (2.45)), (kPa).

σ_c : tensión normal de preparación del lecho (kPa).

τ : tensión de cizalla (kPa).

τ_c : tensión de cizalla que provoca la fluencia del lecho consolidado a σ_c (kPa).

capítulo 10

10. Bibliografía

- ¹ PURUTYAN, H.; PITTENGER, B. H; CARSON, J. W. Solve solids handling problems by retrofitting. *Chem Eng Prog*, 94(4), 27-39, 1998.
- ² MARINELLI, J.; CARSON, J.W. Solve solids flow problems in bins, hoppers, and feeders. *Chem Eng Prog*, 88(5), 22- 28, 1992.
- ³ KNOWLTON, T.M. et al. The importance of Storage, transfer and Collection. *Chem Eng Prog*, 90(4), 44-54, 1994.
- ⁴ DE JONG, J.A.H.; HOFFMANN, A.C.; FINKERS, H.J.. Properly determine Powder Flowability to Maximize Plant. *Chem Eng Prog*, 95(4), 25-33, 1999.
- ⁵ MERROW, E.W. Linking R&D to problems experienced in solids processing. *Chem. Eng. Progress*. 81(5), 14-22, 1985.
- ⁶ MERROW, E.W. Estimating startup times for solid-processing plants. *Chem. Eng.* 95(15), 89-92, 1988.
- ⁷ JENIKE, A.W.; JOHANSON, J.R. Review of the principles of flow of bulk solids. *CIM Trans.*, 73, 141-146, 1970.
- ⁸ SCHULZE, D. Measurement of the flowability of bulk solids. En: BROWN, C.J.; NIELSEN, J (Eds.) *Silos: fundamentals of theory, behaviour and design*. Londres: E & F Spon, 1998. pp. 18-52.
- ⁹ SCHULZE, D. Measuring powder flowability: A comparison of test methods: Part I *Powder Bulk Eng.*, 10(4), 46-51, 1996.
- ¹⁰ SCHULZE, D. Measuring powder flowability: A comparison of test methods: Part II *Powder Bulk Eng.*, 10(6), 17-28, 1996.
- ¹¹ SCHULZE, D. Flowability of bulk solids: definition and measuring principles. *Chem. Eng. Technol.*, 67, 60-68, 1995.
- ¹² SCHWEDES, J. Review on testers for measuring flow properties of bulk solids. *Granular Matter.*, 5, 1-43, 2003.
- ¹³ ABDULLAH, E.C.; GELDART D., The use of bulk density measurements as flowability indicators. *Powder Technol.*, 102, 151-165, 1999.
- ¹⁴ GREY, R.O.; BEDDOW, J.K. On the Hausner Ratio and its relationship to some properties of metal powders. *Powder Technol.*, 2 (6), 323-326, 1968.
- ¹⁵ DUTTA, A.; DULLEA, L.V. A comparative evaluation of negatively and positively charged submicron particles as flow conditioners for a cohesive powder. En: LIANG SHI FANG (Ed.) *Advances in fluidization engineering*. New York: American Institute of Chemical Engineers, 1990 ,pp. 26-40
- ¹⁶ YU, A.B.; HALL, J.S. Packing of fine powders subjected to tapping. *Powder Technol.*, 78, 247-256, 1994.
- ¹⁷ ZOU, R.P.; YU, A.B. Evaluation of the packing characteristics of mono-sized non-spherical particles. *Powder Technol.*, 88, 71-79, 1996.
- ¹⁸ GELDART, D.; HARNBY, N.; WONG, A.C.Y. Fluidization of cohesive powders. *Powder Technol.*, 37, 25-37, 1984.

- ¹⁹ RASTOGI, S. et al. Survey of characterization techniques of dry ultrafine coals and their relationships to transport, handling and storage. *Powder Technol.*, 74 (1), 47-59, 1993.
- ²⁰ CARR, R.L. Jr. Evaluating flow properties of solids. *Chem. Eng.*, 72(2), 163-168, 1965.
- ²¹ FASSIHI, A.R.; KANFER, I. Effect of compressibility and powder flow properties on tablet weight variation. *Drug Develop. Ind. Pharm.*, 12, 1947-1966, 1986.
- ²² HOFFMANN, A.C. et al. Relations between particle properties and bulk behaviour for some industrial powders. *Part. Part. Syst. Charact.*, 13, 354-361, 1996.
- ²³ YAMASHIRO, M.; YUASA, Y.; KAWAKITA, K. An experimental study on the relationships between compressibility, fluidity and cohesion on powder solids at small tapping numbers. *Powder Technol.*, 34, 225-231, 1983.
- ²⁴ MALAVE, J.; BARBOSA-CANOVAS, V.; PELEG, M. Comparison on the compaction characteristics of selected food powders by vibration, tapping and mechanical. *J. Food Sci.*, 50, 1473, 1985.
- ²⁵ GABAUDE, C. M. D. et al. Validation of a new pertinent packing coefficient to estimate flow properties of pharmaceutical powders at a very early development stage, by comparison with mercury intrusion and classical flowability methods. *J. Mat. Sci.*, 36, 1763-1773, 2001.
- ²⁶ VIANA, M. et al. The packing coefficient: a suitable parameter to assess the flow properties of powders. *Kona: powder part.* 19, 85-92, 2001.
- ²⁷ SCHWEDES, J. *Fliessverhalten von Schüttgütern in Bunkern*. Weinheim: Verlag Chemie, 1968.
- ²⁸ GELDART, D. et al. Assessing the flowability of powders using angle of repose. *Powder Handl. Proc.*, 2, 341-345, 1990.
- ²⁹ KALMAN, H. et al. The Angle of Repose of Non-Cohesive Spherical Particles on Different Surfaces. En: PARTEC 2, *European Symposium Separation of Particles from Gases*, Nürnberg: Nürnbergmesse, 1992.
- ³⁰ EN 23923-1: 1993 (ISO 3923-:1979). Metallic Powders-Determination of apparent density - Part 1: Funnel method.
- ³¹ ISO 3923-2: 1981 Metallic powders. Determination of apparent density. Part 2: Scott volumeter method.
- ³² FRANKLIN, F.C., JOHANSON, L.N. Flow of granular material trough a circular orifice. *Chem. Eng. Sci.*, 4, 119, 1955.
- ³³ KRAMERS, H., CROOKEWIT, P. Viscosity of a bed of fluidized solids. *Chem. Eng. Sci.*, 1, 259, 1952.
- ³⁴ KALMAN, H. et al. The effect of the particle-surface friction coefficient on the angle of repose. *Bulk Solids Handl.*, 13, 123-128, 1993.
- ³⁵ TRAIN, D. Some aspects of the property of the angle of repose of powders. *J. Pharm. Pharmac.*, 10(suppl.), 127T-143T, 1958.

- ³⁶ JORDAN, R.P.; RHODES, C.T. Recording powder flow meters and their use in pharmaceutical technology. *Drug Develop. Ind. Pharm.*, 5, 151-167, 1979.
- ³⁷ AMORÓS ALBARO, J.L. *Pastas cerámicas para pavimentos de monococción: influencia de las variables de prensado sobre las propiedades de la pieza en crudo y sobre su comportamiento durante el prensado y la cocción*. Burjassot: Universitat de València, 1987. [tesis doctoral].
- ³⁸ AICE. Aparato para la determinación simultánea de la fluidez y de la densidad aparente de polvos cerámicos granulados. ES2002793, 1986.
- ³⁹ AMORÓS ALBARO, J. L. et al. Características de polvos cerámicos para prensado. *Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr.*, 26(1), 31-37, 1987.
- ⁴⁰ AMORÓS ALBARO, J. L. et al. Métodos de determinación de las características tecnológicas de aglomerados. II. Método de determinación de la dureza de gránulos. *Técnica Cerámica*, 147, 414-420, 1986.
- ⁴¹ WONG, A.C. *Fluidization of cohesive powders: entrainment, expansion and collapse of beds of powders of mean sizes 3 to 70 microns, were measured at various humidities: Criteria are presented to distinguish between cohesive and free-flowing powders*. Bradford: University, 1983. [Tesis doctoral]
- ⁴² KINGERY, W.D. (ED.) *Ceramic fabrication processes*. Massachusetts: Technology Press of Massachusetts Institute of Technology, 1958.
- ⁴³ TAKAHASHI, M.; SUZUKI, S. Numerical analysis of tapping behavior of ceramic powders. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 65(12), 1587-1590, 1986.
- ⁴⁴ MIYAJIMA, T.; YAMAMOTO, K.I.; SUGIMOTO, M. Effect of particle shape on packing properties during tapping. *Adv. Powder Technol.*, 12 (1), 117-134, 2001.
- ⁴⁵ GRAY, W.A. En: *1st Int. Conf. on the Compaction and the Consolidation of Particulate Matter*, London: Powder Advisory Center, 1972. pp. 99-105.
- ⁴⁶ HAUSNER, H.H. En: *1st Int. Conf. on the Compaction and the Consolidation of Particulate Matter*, London: Powder Advisory Center, 1972. pp. 7-12.
- ⁴⁷ SANTOMASO, A.; LAZZARO, P.; CANU, P. Powder flowability and density ratios: the impact of granules packing. *Chem. Eng. Sci.*, 58 (13), 2857-2874, 2003.
- ⁴⁸ SANTOMASO, A.; Bachelor thesis. University of Padua. 2001.
- ⁴⁹ BROWN, R.L.; RICHARDS, J.C. *Principles of Powder Mechanics*. Oxford: Pergamon Press, 1968.
- ⁵⁰ SCOTT, G.D. Packing of equal spheres. *Nature*, 188, 908-909, 1960.
- ⁵¹ BROWN, R.L.; HAWKSLEY, P.G.W., Effect of container walls on packing density of particles. *Nature*, 157, 584-585, 1946.

- ⁵² RIDGWAY, K.; TARBUCK, K.J. Voidage fluctuations in randomly-packed beds of spheres adjacent to a containing wall. *Chem. Eng. Sci.*, 23, 1147-1155, 1968.
- ⁵³ BONISSENT, A.; MUTAFTSCHIEV, B. A computer built random model for simulation of the crystal-melt interface. *Philos. Mag.*, 35, 65-73, 1977.
- ⁵⁴ PILLAI, K.K. Voidage variation at the wall of a packed bed of spheres. *Chem. Eng. Sci.*, 32, 59-61, 1977.
- ⁵⁵ THADANI, M.C.; PEEBLES, F.N. Variation of local void fraction in randomly packed beds of equal spheres. *Ind. Eng. Chem. Process Design Develop.*, 5, 265-268, 1966.
- ⁵⁶ McGEARY, R.K. Mechanical packing of spherical particles. *J. Am. Ceram. Soc.*, 44, 513-522, 1961.
- ⁵⁷ KNIGHT, J.B. et al. Density relaxation in a vibrated granular material. *Phys. Rev. E*, 51, 3957-3963, 1995.
- ⁵⁸ LINZ, S.J. Phenomenological modeling of the compaction dynamics of shaken granular systems. *Phys. Rev. E*, 54, 2925, 1996.
- ⁵⁹ NOWAK, E.R. et al. Reversibility and irreversibility in the packing of vibrated granular material. *Powder Technol.*, 94, 79-83, 1997.
- ⁶⁰ SVAROVSKY, L. Powder testing guide: methods of measuring the physical properties of bulk powders. London: Elsevier, 1987.
- ⁶¹ GELDART, D.; WONG, A.C.Y. Fluidization of powders showing degrees of cohesiveness-I. *Chem. Eng. Sci.*, 39(10), 1481-1488, 1984.
- ⁶² MOHAMMADI, M.S.; HARNBY, N. Bulk density modelling as a means of tipifying the microstructure and flow characteristics of cohesive powders, *Powder Technol.*, 92, 1-8, 1997.
- ⁶³ YU, A.B. et al. On the relationship between porosity and interparticle forces. *Powder Technol.*, 130, 70-76, 2003.
- ⁶⁴ WAKEMAN, R.J. Packing densities of particles with log-normal size distributions. *Powder Technol.*, 11, 297-299, 1975.
- ⁶⁵ KRUPP, H. Particle adhesion theory and experiment. *Adv. Colloid Interface Sci.*, 1, 111-239, 1967.
- ⁶⁶ MUSTERS, S. M. P.; RIETEMA, K. The effect of interparticle forces on the expansion of a homogeneous gas-fluidized bed. *Powder Technol.*, 18(2), 239-248, 1977.
- ⁶⁷ MILEWSKI, J.V.; KATZ, H.S. *Handbook of Fillers and Reinforcements for Plastics*. New York: Van Nostrand Reinhold, 1987, pp. 14-33.
- ⁶⁸ KAMIYA, N.; JIMBO, G. En: *2nd World Congress on Particle Technology*. [s.l.]: Society of powder technology, 1990. pp. 176-183.
- ⁶⁹ CUMBERLAND, D.J.; RAWFORD, R.J. *The packing of particles*. Amsterdam: Elsevier, 1987.
- ⁷⁰ GERMAN, R.M. *Particle packing characteristics*. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 1989.

- ⁷¹ FENG, C. *Particle packing under influence of interparticle forces*. New South Wales: UNSW, 1998. [Tesis doctoral].
- ⁷² HSIEH, H.P. Effect of particle size distribution and shape on bulk properties of calcined alumina. *J. Powder Bulk Solids Technol.*, 10(2), 1-6, 1986.
- ⁷³ HOFFMANN, A. C.; FINKERS, H. J. A. relation for the void fraction of randomly packed particle beds. *Powder Technol.*, 82, 197-203, 1995.
- ⁷⁴ YU, A. B.; BRIDGWATER, J.; BURBIDGE, A. On the modelling of the packing of fine particles. *Powder Technol.*, 92(3), 185-194, 1997.
- ⁷⁵ PERONIUS, N.; SWEETING, T.J. On the correlation of minimum porosity with particles size distribution. *Powder Technol.*, 42, 113-121, 1985.
- ⁷⁶ ANDEREGG, F.O. Grading aggregates: the application of mathematical formulas to mortars. *Ind. Eng. Chem.*, 23(9), 1058-1064, 1931.
- ⁷⁷ SOHN, H.Y.; MORELAND, C. Effect of particle size distribution on packing density. *Can. J. Chem. Eng.*, 46, 162, 1968.
- ⁷⁸ ARAKAWA, M.; NISHINO, M. Coordination number in a random mixtures of hard spheres. *J. Soc. Mater. Sci. Jpn.*, 22, 658, 1973.
- ⁷⁹ OUCHIYAMA, N.; TANAKA, T. Porosity of a mass of solid particles having a range of sizes. *Ind. Eng. Chem. Fundam.*, 20(1), 66-71, 1981.
- ⁸⁰ SUZUKI, M. et al. Estimation of the void fraction in a bed randomly packed with particles of three sizes. *Int. Chem. Eng.*, 26(3), 491-498, 1986.
- ⁸¹ SUZUKI, M. et al Void fraction of multi-component radomly packed beds. *Kona: powder part.* 4, 4, 1986.
- ⁸² DINGER, D.R.; FUNK, J.E. Particle packing IV: Computer modelling of particle packing phenomena. *Interceram*, 42(3), 150-152, 1993.
- ⁸³ SUZUKI, M. et al. Effect of size distribution on tapping properties of fine powder. *Powder Technol.*, 118, 53-57, 2001.
- ⁸⁴ HARNBY, N.; HAWKINS, A.E.; VANDAME, D. The use of bulk density determination as a mean of typifying the flow characteristics of loosely compacted powders under conditions of variable relative humidity. *Chem. Eng. Sci.*, 42 (4), 879-888, 1987.
- ⁸⁵ FURNAS, C.C. The relations between specific volume, voids and size compositions in systems of broken solids of mixed sizes. *Bur. Mines Rep. Invest.*, 2894(7), 1-10, 1928.
- ⁸⁶ ROSE, H.E.; ROBINSON, D.J. The density of packing of two-component powder mixtures. *Powder Metall.*, 8 (15), 20-37, 1965.
- ⁸⁷ DERESIEWICZ, H. Mechanics of granular matter. En: DRYDEN, H.L., VON KARMAN, T. (Eds.) *Advances in Applied Mechanics*, vol.5. New York: Academic press, 1958, pp. 233-306.
- ⁸⁸ MESSING, G.L.; ONODA, G.Y. Inhomogeneity-Packing density relations in binary powders. *J. Am. Ceram. Soc.*, 61, 1-5, 1978.

- ⁸⁹ MESSING, G.L.; ONODA, G.Y. Inhomogeneity-Packing density relations in binary powders: Experimental studies. *J. Am. Ceram. Soc.*, 61, 363-366, 1978.
- ⁹⁰ FUERSTENAU, D.W.; FOULADI, J. Degree of mixedness and bulk density of packed particles. *Am. Ceram. Soc. Bull.*, 46 (9), 821-823, 1967.
- ⁹¹ ONODA, G.Y.; MESSING, G.L. Packing and sintering relation for binary powders. En: PALMOUR, H.; DAVIS, R.F.; HARE, T.M. (Eds.). *Processing of Crystalline Ceramics*. New York: Plenum Press, 1978, pp. 99-112.
- ⁹² CARTENSEN, J. T. et al. Apparent density versus composition relations in cascaded binary powder beds. *Powder Technol.*, 20, 249-255, 1978.
- ⁹³ WILLIAMS, J.C. The segregation of particulate materials: A review. *Powder Technol.*, 15, 245-251, 1976.
- ⁹⁴ BRIDGWATER, J.; FOO, W.S.; STEPHENS, D.J. Particle mixing and segregation in failure zones: Theory and experiment. *Powder Technol.*, 41, 147-158, 1985.
- ⁹⁵ PARSONS, D.S. Particle segregation in fine powders by tapping as simulation of jostling during transportation. *Powder Technol.*, 13, 269-277, 1976.
- ⁹⁶ JONES, R. et al. A Inter-particle forces in cohesive powders studied by AFM: effects of relative humidity, particle size and wall adhesion. *Powder Technol.*, 132 (2-3), 196-210, 2003.
- ⁹⁷ JONES, R. et al. Adhesion forces between glass and silicon surfaces in air studied by AFM: Effects of relative humidity, particle size, roughness, and surface treatment. *Langmuir*, 18 (21), 8045-8055, 2002.
- ⁹⁸ BOCQUET, L. et al. Moisture-induced ageing in granular media and the kinetics of capillary condensation. *Nature*, 396, 735-737, 1998.
- ⁹⁹ KAWAKITA, K.; LUDDE, K.-H. Some considerations on powder compression equations. *Powder Technol.*, 4, 61-68, 1970-1971.
- ¹⁰⁰ GU, Z.H. Characterization of the porosity-pressure relation of cohesionless powders. *Adv. powder technol.*, 4(3), 199-216, 1993.
- ¹⁰¹ HEWITT, R.L.; WALLACE, W.; MALHERBE, M.C. Plastic deformation in metal-powder compaction. *Powder Metall.*, 17, 1-12, 1974.
- ¹⁰² YAMASHIRO, M.; YUASA, Y.; KAWAKITA, K. An experimental study on the relationships between compressibility, fluidity and cohesion of powder solids at small tapping numbers. *Powder Technol.*, 34, 225-231, 1983.
- ¹⁰³ CONESA, C. et al. Characterization of flow properties of powder coatings used in the automotive industry. *Kona: powder part.*, 22, 94-105, 2004.
- ¹⁰⁴ NOWAK, E.R. et al. Reversibility and irreversibility in the packing of vibrated granular material. *Powder Technol.*, 94, 79-83, 1997.
- ¹⁰⁵ ASHTON, M.D. et al. Some investigations into the strength and flow properties of powders. *Rheol. Acta*, 4, 206-218, 1965.

-
- ¹⁰⁶ FARLEY, R.; VALENTIN, F.H.H. Effect of particle size upon the strength of powders. *Powder Technol.*, 1 (6), 344-354, 1967.
- ¹⁰⁷ CROOKS, M. J.; HO, R.; BAGSTER, D. F. Tensile and shear testing of some pharmaceutical powders. *Drugs Dev. Ind. Pharm.*, 3 (4), 291-300, 1977.
- ¹⁰⁸ HIESTAND, E.N.; PEOT, C.B. Tensile strength of compressed powders and an example of incompatibility as end-point on shear yield locus. *J. Pharm. Sci.*, 63, 605, 1974.
- ¹⁰⁹ GEOFFROY, J.M.; CARSTENSEN, J.T. Modified Warren-Springs Equation. *Powder Technol.*, 76, 135-140, 1993.
- ¹¹⁰ MARJANOVIC, P.; GELDART, D.; ORBAND, J.R.L. En: *3rd World Congress Particle Technology*. Rugby: Institution of Chemical Engineers, 1998.
- ¹¹¹ ORBAND, J.L.R.; GELDART, D. Direct measurement of powder cohesion using a torsional device. *Powder Technol.*, 92 (1), 25-33, 1997.
- ¹¹² BRABENDER Flowability test, Duisburg, Alemania.
- ¹¹³ ASTHON, M.D.; FARLEY, R.; VALENTIN, F.H.H. An improved apparatus for measuring the tensile strength of powders *J. Sci. Instruments*, 41 (12), 763-766, 1964.
- ¹¹⁴ SCHWEDES, J., Dissertation, University Karlsruhe, Alemania, 1971.
- ¹¹⁵ Powder Bed Tester. Sankyo Dengyo Co. Ltd., Japón.
- ¹¹⁶ YOKOYAMA, T.; FUJI, K; YOKOYAMA, T. Measurement of the tensile strength of a powder bed by a swing method measuring instrument *Powder Technol.*, 32(1), 55-62, 1982.
- ¹¹⁷ ECKHOFF, R.F.; LEVERSEN, P.G.SCHUBERT, H. The combination of tensile strength data of powders and failure loci from Jenike shear cell tests. *Powder Technol.*, 19(1), 115-118, 1978.
- ¹¹⁸ MOLERUS, O. Theory of yield of cohesive powders. *Powder Technol.*, 12, 259-275, 1975.
- ¹¹⁹ MOLERUS, O. Effect of interparticle cohesive forces on the flow behaviour of powders. *Powder Technol.*, 20, 161-175, 1978.
- ¹²⁰ TOMAS, J. Assessment of mechanical properties of cohesive particulate solids. Part 2: powder flow criteria. *Part. Sci. Technol.*, 19, 111-129, 2001.
- ¹²¹ TOMAS, J. The mechanics of dry, cohesive powders, *Powder hand. Process.*, 15(5), 296-314, 2003.
- ¹²² TOMAS, J. Mechanics of nanoparticle adhesion: a continuum approach. En: MITTAL, K.L. (Ed.) *Particles on Surfaces 8: Detection, Adhesion and Removal*. Utrecht: VSP, 2003. pp. 296-314.
- ¹²³ TOMAS, J. Product design of cohesive powders: mechanical properties, compression and flow behaviours. *Chem. Eng. Technol.*, 27, 607-618, 2004.

- ¹²⁴ MEDHE, M.; PITCHUMANI, B.; TOMAS, J. Flow characterization of fine powders using material characteristic parameters. *Adv. powder technol.*, 16 (2), 123-135, 2005.
- ¹²⁵ OTANI, M. et al. The effect of particle shape on mechanical properties of powder bed. *J. Soc. Powder Technol.*, Jpn., 32, 151-157, 1995.
- ¹²⁶ YOUSUFF, M.; PAGE, N.W., Particle morphology and load effects on internal friction in powders. *Powder Technol.*, 76 (2), 155-164, 1993.
- ¹²⁷ CHAN, L.C.Y.; PAGE, N.W. Particle fractal and load effects on internal friction in powders. *Powder Technol.*, 90(3), 259-266, 1997.
- ¹²⁸ SHINOHARA, K.; OIDA, M.; GOLMAN, B. Effect of particle shape on angle of internal friction by triaxial compression test. *Powder Technol.*, 107 (1-2), 131-136, 2000.
- ¹²⁹ VALVERDE, J.M.; CASTELLANOS, A.; RAMOS, A. Avalanches in fine, cohesive powders. *Phys. rev., E Stat. phys. plasmas fluids relat. interdiscip. topics*, 62 (5), 6581-6860, 2000.
- ¹³⁰ KENDALL, K. Inadequacy of Coulomb's friction law for particle assemblies. *Nature*, 319(16), 203-205, 1986.
- ¹³¹ JOHNSON, K.L.; KENDALL, K.; ROBERTS, A.D. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proc. Royal Soc. London, A* 324, 301-313, 1971.
- ¹³² HEIM, L.O. et al. Adhesion and friction forces between spherical micrometer-sized particles. *Phys. Rev. Lett.*, 83 (16), 3328-3331, 1999.
- ¹³³ HEIM, L.O. et al. Adhesion force between individual gold and polystyrene particles. *J. Adh. Sci. Technol.*, 16, 829-843, 2002.
- ¹³⁴ ECKE, S.; BUTT, H.J. Friction between individual microcontacts. *J. Colloid Interface Sci.*, 244 (2), 432-435, 2001.
- ¹³⁵ BIKA, D.G.; GENTZLER, M.; MICHAELS, J.N. Mechanical properties of agglomerates. *Powder Technol.*, 117, 98-112, 2001.
- ¹³⁶ DARVELL, B.W. Uniaxial compression tests and the validity of indirect tensile strength. *J. Mater. Sci.*, 25, 757-780, 1990.
- ¹³⁷ RUMPF, H. Zur theorie der Zugfestigkeit von agglomeraten bei kraftubertragung an kontaktpunkten. *Chemie-Ing.-Techn.*, 42(8), 538-540, 1970.
- ¹³⁸ RUMPF, H. The strength of granules and agglomerates. En: Knepper, W.A. (Ed.) *Agglomeration*. New York: Interscience, 1962., pp. 379-418.
- ¹³⁹ SMITH, W.O.; FOOTE, P.D.; BUSANG, P.F. Packing of homogeneous spheres. *Phys. Rev.* 34, 1271-1274, 1929.
- ¹⁴⁰ KENDALL, K. Relevant of contact mechanics to powders: elasticity, friction and agglomerate strength. En: ADAMS, M.J.; BRISCOE, B.J. (Eds.) *Tribology in Particulate Technology*, Bristol: IOP, 1987, pp. 110-122.
- ¹⁴¹ CHENG, D.C.H. The tensile strength of powders. *Chem. Eng. Sci.*, 23, 1405-1420, 1968.

- ¹⁴² CHENG, D. C.H. et al. (Ed) *Behaviour of granular materials*. London: Institution of Chemical Engineers, 1968. pp. 14
- ¹⁴³ CHENG, D. C. H. Effect of particle size on the tensile strength of powders. *Proc. Soc. Anal. Chem.*, 10, 17-19, 1973.
- ¹⁴⁴ HARTLEY, P.A.; PARFITT, G.D.; POLLACK, L.B. Role of the van Der Waals force in the agglomeration of powders containing submicron particles. *Powder Technol.*, 42, 35-46, 1985.
- ¹⁴⁵ SHINOHARA, K.; TANAKA, T. Ultimate tensile strength of cohesive powders based on non-uniform packing model. *J. Chem. Eng. Jpn.*, 8, 50-56, 1975.
- ¹⁴⁶ THORNTON, C.; BARNES, D.J. Computer simulated deformation of compact granular assemblies. *Acta Mech.* 64, 45-61, 1986.
- ¹⁴⁷ TROADEC, J.P.; BIDEAU, D.; DODDS, J. A. Compression of two-dimensional packings of cylinders made of rubber and Plexiglas. *Powder Technol.*, 65, 147-151, 1991.
- ¹⁴⁸ DUNSTAN, T. et al. Limiting mechanisms of slow dilatant plastic shear deformation of granular media. *Nature*, 336, 52-54, 1988.
- ¹⁴⁹ SUZUKI, M. et al. A Study on the Coordination Number in a System of Randomly Packed Uniform-Sized Spherical Particles. *Int. Chem. Eng.*, 21, 174-184, 1981.
- ¹⁵⁰ SCHULZE, D.; WITTMAYER, A. Flow properties of highly dispersed powders at very small consolidation stresses. *Chem. Eng. Technol.*, 26, 133, 2003.
- ¹⁵¹ JONES, R. From single particle AFM studies of adhesion and friction to bulk flow: forging the links. *Granular matter*, 4, 191-204, 2003.
- ¹⁵² JONES, R. et al. Inter-particle forces in cohesive powders studied by AFM: effects of relative humidity, particle size and wall adhesion. *Powder Technol*, 132 (2-3), 196-210, 2003.
- ¹⁵³ KAPPL, M. et al. Adhesion and friction forces between single particles. En: *PARTEC 2004: International congress for particle technology*. Nürnberg: Messe, 2004.
- ¹⁵⁴ AMORÓS, J.L. et al. Diseño de silos y tolvas para el almacenamiento de materiales pulverulentos. problemas asociados a la operación de descarga. *Tile Brick Int.*, 17(1), 15-23, 2001.
- ¹⁵⁵ MALLOL, G. et al. Diseño de silos asistido por ordenador. En: *Actas del VIII Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y del Pavimento Cerámico*. Castellón. Cámara Oficial de Comercio, Industria y Navegación. Vol.III, Pos. 241-244, 2004.
- ¹⁵⁶ AMORÓS, J.L. et al. Rheological characterisation of binary particle mixtures by shear cell. En: *European Congress of Chemical Engineering. Chemical engineering a tool for progress: topic 8 Powder Technology*. Abstracts. Madrid: ANQUE, 2003.

¹⁵⁷ AMORÓS, et al. Densification of binary particle mixtures by tapping. En: European Congress of Chemical Engineering. Chemical engineering a tool for progress: topic 8 Powder Technology. Abstracts. Madrid: ANQUE, 2003.

¹⁵⁸ MALLOL, G. et al. Computer-aided silo desing for ceramic materials storage. 10th MEDITERRANEAN CONGRESS ON CHEMICAL ENGINEERING Barcelona 15 - 18 noviembre 2005.

¹⁵⁹ Diseño de silos asistido por ordenador. Proyecto IMPIVA/2001/61 financiado por el IMPIVA (Instituto de la Pequeña y mediana Industria Valenciana) dentro del Plan de Consolidación y Competitividad de la PYME, para ASEBEC (Asociación española de fabricantes de maquinaria y bienes de equipo para la industria cerámica) y por las empresas: Industrias Monzonís, Transólidos Levante, Talleres Jois y Talleres del Puerto.

¹⁶⁰ Base de datos reológicos de materiales cerámicos pulverulentos (Diseño de silos). Proyecto IMPYGD/2003/24, financiado por el IMPIVA (Instituto de la Pequeña y mediana Industria Valenciana) dentro del Plan de Consolidación y Competitividad de la PYME, y por las empresas: Industrias Monzonís, Transólidos Levante, Talleres Jois y Talleres del Puerto.

¹⁶¹ BOU, E. et al. Manual para el control de la calidad de materias primas empleadas en la preparación de los vidriados cerámicos. Castellón: ITC-AICE, 2000.

¹⁶² ISO 13320-1: 1999(E) Particle size analysis. Laser diffraction methods. Part 1: General principles.

¹⁶³ ALLEN, T. Powder Sampling and Particle Size Determination. Amsterdam: Elsevier Science, 2003.

¹⁶⁴ JILLAVENKATESA, A.; DAPKUNAS, S. J.; LIEN-SIEN H. LUM. Particle Size Characterization. Washington: NIST 2001.

¹⁶⁵ TANNOUS, K.; HEMATI, M.; LAGUERIE, C. Hydrodynamic characteristics of fluidized beds containing large polydispersed particles [en línea] , *Braz. J. Chem. Eng.*, 15(1), 1998. [Consulta: 2000-10-15]

<http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0104-66321998000100007 >

¹⁶⁶ HEXENER, H.E., LINK, E. Image Analysis for characterization of size and shape distribution of load powders. *Pow. Metal. Int.*, 9, 131, 1977.

¹⁶⁷ TSUBAKI, J., JIMBO, G. A proposed new characterization of particle shape and its application. *Powder Technol.*, 22(2), 161-169, 1979.

¹⁶⁸ PODCZECK, F., RAHMAN, S.H., NEWTON, M.J. A shape factor to characterize the quality of spheroids *J. Pharm. Pharmacol.*, 46, 82, 1994.

¹⁶⁹ PODCZECK, F, A shape factor to asses the shape of particles using image analysis. *Powder Technol.*, 93, 47-53, 1997.

¹⁷⁰ DUECK, J.; ZVETANOV, E., NEESE, Th., Porosity prediction for fine-grained filter cakes. *Chemical Engineering and Technology.*, (23)1: 18-22, 2000.

-
- ¹⁷¹ AMORÓS, J.L. et al. Métodos de determinación de las características tecnológicas de aglomerados. I. Métodos de determinación de la fluidez y de la densidad aparente. *Técnica Cerámica*, nº146, pp 380-386
- ¹⁷² PESCHL, I. A. S. Z. Equipment for the measurement of mechanical properties of bulk materials. *Powder handl. proces.*, 1(1), 73-81, 1989
- ¹⁷³ PESCHL, I; COLIJN, H.; New rotational shear testing technique. *International powder & bulk solids handling and procesing conference*, 1976
- ¹⁷⁴ PESCHL, I.A.S.Z.; Measurement and evaluation of mechanical properties of powders. *Powder hadling processing*. Vol. 1, No 2, June 1989
- ¹⁷⁵ RO-200 Semi-automatic. *Industrial Powder twchnology*. Operating manual for rotational split level shear tester
- ¹⁷⁶ *Standard shear testing technique for particulate solids using the Jenike shear cell*. Warwickshire: The Institution of Chemical Engineers, 1989.
- ¹⁷⁷ ASTM D 6128 – 97 *Standard shear testing method for bulk solids using the Jenike Shear cell*.
- ¹⁷⁸ SCHULZE, D. A new ring shear tester for flowability and time consolidation measurement. *First International Particle Technology Forum*. August, 1994. Denver, Colorado.
- ¹⁷⁹ CARR, J.F.; WALKER, D.M.. An annular shear cell for granular materials. *Powder Technol.* 1 (1967/68) 269-373
- ¹⁸⁰ AKERS, R.J. *The certification of a limestone powder for Jenike shear testing: final report*. Luxembourg: Office for official publications of the European communities, 1992.
- ¹⁸¹ KOERNER, R.M. Limiting density behaviour of quartz powders. *Powder Technol*, 3, 208-212, 1969-1970.
- ¹⁸² RHINES; F. N. Dynamic Particle Stacking. En: ONODA, G.Y.; HENCH, L.L. (Eds.) *Ceramic processing before firing*. New York: John Wiley, 1978, pp 321-341.
- ¹⁸³ WILLIAMS, J.C.; KHAN, M. J.; The mixing and segregation of particulates solids of different particle size. *Chem. Eng.*, January, 19-25, 1973.
- ¹⁸⁴ CHOWHAN, Z. T. Segregation of particulate solids, Part I. *Pharm. Technol.*, May, 57-70, 1995.
- ¹⁸⁵ CHOWHAN, Z. T. Segregation of particulate solids, Part II. *Pharm. Technol.*, June, 90-94, 1995.