



# EFECTOS DE LA CAVITACIÓN ACÚSTICA SOBRE LA MOLIENDA DE PARTÍCULAS EN SUSPENSIÓN

REFERENCIA PACS: 43. 35.Ej

Vargas-Hernández Y.<sup>1</sup>; Gaete-Garretón L.<sup>1</sup>; Peña-Latorre V.<sup>1</sup>; Chamayou A.<sup>2</sup>; Montoya-Vitini F.<sup>3</sup> <sup>1</sup> Laboratorio de Ultrasonidos

- Universidad de Santiago de Chile,
- Casilla 307. Santiago 2. Chile.
- <sup>2</sup> Centre Poudres et Procédés École des Mines D'Albi Campus Jarlard-Route de Teillet 81013 ALBI CT. Cedex 09. France.
- <sup>3</sup> CENFA L. Torres Quevedo Serrano 144. Madrid 28006. España.

## ABSTRACT

The results of a study about the cavitation effect in the fine particles grinding in suspensions is presented. The experimental evidence shows beneficial effects of cavitación in grinding. In the present it is difficult to separate the actual grinding from the particle separation of formed clusters in the suspension. To advance in the solution of this problem a single particle grinding experiment was carry-out and the milling capacity of cavitación on an individual particle was established.

### RESUMEN

Se presenta resultados de un estudio sobre la molienda por cavitación de partículas finas y ultrafinas en suspensiones. Se muestra evidencia experimental de efectos benéficos de la cavitación en la molienda, pero es difícil establecer si se produce molienda o se trata de la desaglomeración de los grumos que se forman en suspensiones de partículas muy finas. Para resolver esta interrogante se realiza una segunda fase experimental con la que se ha conseguido establecer la capacidad de molienda de la cavitación sobre una partícula individual.

## INTRODUCCION

La industria farmacéutica y química requiere de partículas finas y ultrafinas, de preferencia con una distribución de tamaños estrecha. Para conseguir estas características se dispone de una serie de mecanismos de molienda, los que presentan serias dificultades a la hora de hacer molienda fina y ultrafina. Los problemas de la tecnología convencional provienen no solo de las dificultades inherentes de moler muy fino sino que en ocasiones la substancia de trabajo se contamina con materiales provenientes de los sistemas que se emplean en el proceso de molienda. Por esta razón, existe un alto interés en el desarrollo de procesos que realicen molienda fina y ultrafina por métodos que no contaminen la substancia a moler.

En el año 1953 W. Gärtner [1] aplicó ultrasonidos a una suspensión de partículas inorgánicas y químicamente inertes explorando la posibilidad de producir fractura en ellas. Los mejores resultados en estos ensayos correspondieron a una frecuencia de 500 kHz y una concentración de 0,002 g/cm<sup>3</sup> para partículas de 40  $\mu$ m. El autor atribuyó los hallazgos





encontrados a: erosión producida por la cavitación acústica, fricción entre las partículas agitadas en el líquido por la presión acústica y a la pérdida de material por fusión en las aristas de las partículas. Los resultados para bajas frecuencias (30 kHz) reportados por Gärtner fueron más bien pobres, sin embargo no parece haber una razón clara para este fracaso puesto que los mecanismos de fractura que él identificó están presentes también en la cavitación inducida a bajas frecuencias ultrasónicas. Por esta razón se realizó una investigación experimental de molienda fina y ultrafina en suspensiones que se presenta en este trabajo. Se pretende aquí establecer las posibilidades de la cavitación acústica en la producción de este tipo de partículas.

Para el trabajo de empleó generadores que operan en torno a los 19 kHz excitando un transductor ultrasónico resonante. Se diseño una cámara de cavitación cilíndrica de acero inoxidable que vibra en su tercer modo propio axisimétrico a 19 kHz. De esta manera se consigue un sistema con un alto rendimiento electro-acústico. El diseño de la cámara, como un dispositivo axisimétrico autofocalizante, está previsto para proporcionar un alto campo acústico en una zona cercana a su eje de simetría conservando amplitudes moderadas en las paredes de la cámara. Así se espera evitar que la erosión que produce la cavitación en las superficies radiantes de los generadores afecte a la molienda.

# SISTEMA EXPERIMENTAL

En la Figura 1 se muestra el resultado de la simulación por elementos finitos para el diseño de la cámara de tratamiento en ella se puede distinguir la distribución de desplazamientos predicha para la cámara en operación, el color rojo corresponde a los puntos en los cuales hay un máximo desplazamiento y los azules donde éste es nulo. En la parte derecha de la figura se muestra la distribución de amplitudes encontrada experimentalmente.



Fig. 1. Simulación por E. F. del modo de vibración para una cámara de acero y la curva de amplitudes experimental para la cámara llena de agua. Potencia aplicada 20 W.

La experimentación consultó el empleo de dos concentraciones de una solución de talco en agua destilada, la primera de 50 g/l y la segunda de 20 g/l. Con la concentración de 20 g/l se exploró la influencia de la distribución de tamaño de partículas en la molienda para lo que se trabajo con los siguientes rangos:  $[0 - 200 \ \mu\text{m}]$ ,  $[0 - 500 \ \mu\text{m}]$ ,  $[100 - 200 \ \mu\text{m}]$ , y  $[200 - 500 \ \mu\text{m}]$ .

Como el talco es un material hidrófobo fue necesario disolverlo en una solución saturada de Calgón. La concentración de Calgón, que se usó, fue de 250 g/l. Para la preparación de cada una de las muestras de talco fue suficiente emplear 50 ml de la solución de Calgón, con independencia de las concentraciones a obtener posteriormente.

Los experimentos consistieron en la irradiación con ultrasonidos de potencia de soluciones de talco a diferentes concentraciones y distribuciones de tamaños de partículas, hasta obtener régimen cavitante. En cada experimento se trabajo con una potencia constante





de 200 W. Se experimentó en cada concentración con diferentes tiempos de tratamiento para establecer la existencia de umbrales en los tiempos de exposición y concentración de partículas que maximicen los efectos buscados. Para establecer los efectos de la cavitación en la fractura de las partículas, se midió la distribución del tamaño de las partículas antes y después de cada irradiación. La Figura 2 muestra el sistema de análisis y medición de la distribución del tamaño de las partículas. El instrumento empleado en esta medición es un Granulómetro Láser que opera en vía seca o húmeda.



Fig. 2. Sistema experimental y diagrama de bloques para los ensayos de molienda ultrasónica en suspensiones. Laboratorio del Centro de Polvos y Procesos. Ecole des Mines d' Albi.

Para el estudio de los efectos de la cavitación sobre una partícula individual y cuantificar la erosión y eventual efecto de molienda que pueda generar este tipo de fenómeno sobre una suspensión de partículas se ha realizado experimentos con un transductor del tipo bocina escalonada que radia en una cámara cilíndrica unidiensional vibrando en su primer modo longitudinal. La partícula de talco localizada en un nodo se suspende por un fino hilo rígido para evitar que la presión de radiación la desplace de su posición (Figura 3). Se ha explorado con potencias ultrasónicas de 5, 10 y 15 W, irradiando a 23 kHz durante 10 minutos. Para cuantificar la pérdida de masa provocada por la acción de la cavitación se emplea una microbalanza. El sistema cuenta, además, con sistemas ópticos para explorar si la partícula cambia de forma por la erosión provocada por las burbujas que implotan sobre ella.





Fig. 3. Diagrama de bloques sistema electrónico y detalle del experimento de cavitación en partículas individuales.





### RESULTADOS

Los resultados que se presentan a continuación son el resumen de más de 100 experimentos de molienda ultrafina por ultrasonidos. En éstos se ha recogido y analizado miles de datos.

En la Figura 4 se muestra, la curva del pasante acumulado para una muestra de talco de distribución de tamaño original  $[0 - 200 \ \mu m]$  a la cual se le aplicó en un primer experimento durante 1 minuto una potencia acústica de 200 W, repitiéndose el mismo proceso una vez establecidos los efectos del primero. Se ve la diferencia en la distribución del tamaño de las partículas antes de la aplicación de los ultrasonidos y después de aplicar por segunda vez 200 W de potencia acústica.



Fig. 4. Pasante acumulado de una solución de talco de 20 g/l y tamaño de partículas  $[0 - 200 \ \mu m]$ .

En otro experimento se clasificó las partículas por tamaño y se estudió el efecto de los ultrasonidos en irradiaciones sucesivas de un minuto, se advierte una fuerte disminución de tamaño en la aplicación inicial la que parece atenuarse en los siguientes experimentos anulándose completamente el efecto en la cuarta (figura 5). Para mantener las partículas en suspensión en el primer experimento se utiliza un agitador magnético a 600 rpm. Se toma una muestra de solución cada 10 minutos y se mide su distribución de tamaños, luego se aplica una potencia acústica de 200 W a la solución durante 1 minuto y se vuelve a medir la distribución de tamaños cada 10 minutos. Los resultados obtenidos con este experimento se muestran en la Figura 5, en ella se representa el cuociente entre R(t) y R<sub>0</sub> en función del tiempo transcurrido desde que se midió la primera distribución del tamaño de las partículas con el analizador Malvern. En esta figura se ha indicado con una flecha cada vez que se aplicó los ultrasonidos (US). Cada vez que se aplica los ultrasonidos aparece un cambio en los radios de las partículas, que en algunos tamaños se reducen y en otros que crecen. Después de la tercera aplicación de los ultrasonidos no se observan mayores efectos sobre éstas.







Fig.5. Evolución temporal de R(t)/R<sub>0</sub> para una solución de 20 g/l. Rango de partículas de talco de [0 – 500 μm]. Potencia acústica 200 W durante 1 minuto. Suspensión con agitación magnética, se muestrea cada 10 minutos.

Para investigar la influencia del tamaño de las partículas en la fractura ultrasónica se realizó el mismo experimento con distribuciones de hasta 500 µm de tamaño, esto agrego la dificultad adicional de producir precipitación del material, la que se contrarresto haciendo circular el fluido por medio de una bomba peristáltica (0,9 l/min) además se utilizó una agitación magnética a 100 rpm. Nuevamente, se toma una muestra de solución cada 10 minutos y se mide su distribución de tamaños, luego se aplica una potencia acústica de 200 W a la solución durante 10, 20, 30, 40, 50 y 60 segundos, después de cada una de estas radiaciones se mide la distribución de tamaños cada 10 minutos. Los resultados obtenidos con este experimento se muestran en la Figura 6. En esta figura se ha indicado con una flecha cada vez que se aplicó los ultrasonidos (US) y el tiempo empleado. Se observa que cada vez que se produce cavitación en la solución hay nuevamente un efecto en los radios de las partículas hasta alcanzar tiempos de radiación de 50 y 60 seg para los que no se aprecian efectos sobre el tamaño de las partículas.

Si se compara los resultados de estas dos pruebas que se han realizado en condiciones diferentes se podría decir que el primer experimento muestra que hay un efecto de la cavitación acústica en la molienda de las partículas, porque se ve una disminución de los radios, pero los experimentos con diferentes tamaños de partículas muestran resultados oscilantes no del todo concluyentes.







Fig.6. Evolución temporal de R(t)/R<sub>0</sub> para una solución de 20 g/l. Rango de partículas de talco de [0 – 500 μm]. Potencia acústica 200 W cada 10 segundos, hasta 1 minuto. Suspensión con agitación magnética y recirculación.

Adisionalmente se realizó experimentos monopartícula buscando las posibilidades de la cavitación para realizar fractura o reducción de tamaño por erosión [2]. Una partícula de talco es obligada a permanecer en el nodo de una columna de agua unidimensional vibrando a 23 kHz . Se aplicó potencias de 5, 10 y 15 W, duranteb 10 minutos. Estos resultados, que se presentan en la Figura 7, muestran claramente que existe una relación no lineal entre la potencia acústica y el porcentaje de erosión de la partícula.



Figura 7. Efectos de la cavitación acústica sobre la pérdida de masa de un partícula de talco.

#### CONCLUSIONES

Los primeros experimentos han entregado resultados prometedores, sin embargo queda en pié dilucidar si se trata de verdadera molienda o de un proceso de desaglomeración de grumos de material.

Los experimentos en monopartícula muestran que hay una pérdida de masa de aproximadamente un 15%, 19% y 29% cuando se radia con 5W, 10W, y 15 W, respectivamente, después que la partícula ha sido expuesta a un campo acústico. La relación





entre el porcentaje de erosión y la potencia aplicada sugiere una relación no lineal entre las variables, la que se continúa investigando en el presente.

La poca relevancia del tamaño de las partículas en los resultados de molienda sugiere que, al menos en las situaciones estudiadas, el mecanismo de reducción de tamaño en suspensiones es la erosión.

La variabilidad de los resultados muestra la necesidad de continuar el estudio de los efectos de la cavitación sobre una población de partículas, en especial verificar si la distribución de tamaños afecta los resultados de la cavitación sobre la molienda.

## AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el soporte financiero de los proyectos: FONDEF D97T1011, DICYT

# REFERENCIAS

[1] Gärtner W., Über die Möglichkeit der Zerkleinerung Suspendierter Stoffe ducrh Ultraschall, ACUSTICA, Vol.3 (1953), 124-128.

[2] Philipp A., Lauterborn W., Cavitation erosion by single laser-produced bubbles, J. Fluid Mech. (1998), Vol.361, pp 75-116.