



Prospectiva

ISSN: 1692-8261

Universidad Autónoma del Caribe, Facultad de Ingeniería

Álvarez-Gil, Laura; Guerra-Sandoval, Jennifer; Rojas-Reyes, Néstor
Diseño factorial 2 k aplicado a la caracterización reológica de suspensiones de caolín
Prospectiva, vol. 16, núm. 1, 2018, Enero-Junio, pp. 18-25
Universidad Autónoma del Caribe, Facultad de Ingeniería

DOI: <https://doi.org/10.15665/rp.v16i1.1115>

Disponible en: <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=496259178002>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

UAEV
redalyc.org

Sistema de Información Científica Redalyc
Red de Revistas Científicas de América Latina y el Caribe, España y Portugal
Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso
abierto

Diseño factorial 2^k aplicado a la caracterización reológica de suspensiones de caolín

Factorial design 2^k applied to the rheological characterization of kaolin suspensions

Laura Álvarez-Gil¹, Jennifer Guerra-Sandoval², Néstor Rojas-Reyes³

¹Ingeniera de Petróleos. Facultad de Minas. Universidad Nacional de Colombia. Medellín, Colombia.

²Ingeniera Química. Facultad de Minas. Universidad Nacional de Colombia. Medellín, Colombia.

³Doctor en Ingeniería. Instituto de Minerales CIMEX. Facultad de Minas.

Universidad Nacional de Colombia. Medellín, Colombia.

E-mail: nrrojasr@unal.edu.co

Recibido 28/03/2017

Aceptado 15/10/2017

Cite this article as: L. Alvarez, J. Guerra, N. Rojas-Reyes, "Factorial design 2k applied to the rheological characterization of kaolin suspensions", *Prospectiva*, Vol 16, N° 1, 18-25, 2018.

RESUMEN

El comportamiento reológico de suspensiones minerales es un factor muy importante en el control de calidad, fases de preparación, empaque y almacenamiento de sus productos. El presente estudio se basa en el efecto de variables inherentes al procesamiento de suspensiones de caolín sobre la viscosidad, haciendo uso de un diseño de experimentos factorial 2^k. Concretamente, fueron evaluados el contenido de sólidos (Cv), la distribución de tamaño de partícula (DTP) y la naturaleza ácida de la suspensión, sea que se trabaje con pH natural (ácido) o se neutralice agregando hidróxido de sodio (NaOH). Además, el modelo matemático codificado para los niveles evaluados a partir del análisis estadístico se ajustó de manera adecuada a las pruebas de validación realizadas posteriormente, pues arrojó un porcentaje de error menor al 17% en todos los casos analizados.

Palabras clave: Diseño experimental; Reología; Caolín; Viscosidad; Modelo matemático.

ABSTRACT

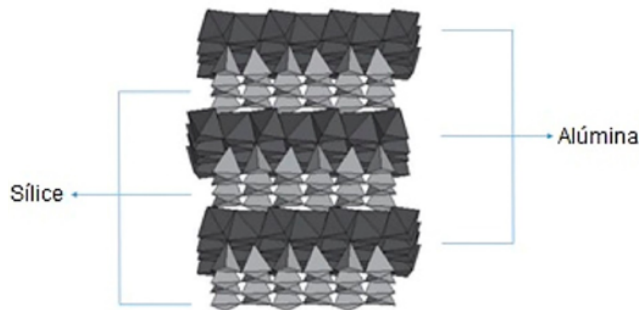
The rheological behavior of mineral suspensions is a very important factor in the quality control, preparation, packaging and storage phases of their products. The present study is based on the effect of variables inherent to the processing of kaolin suspensions on viscosity, making use of a design of 2^k factorial experiments. Specifically, the solids content (Cv), the particle size distribution (DTP) and the acidic nature of the suspension were evaluated, either by working with natural pH (acid) or neutralizing by adding sodium hydroxide (NaOH). In addition, the mathematical model coded for the levels evaluated from the statistical analysis was adjusted appropriately to the validation tests performed later, as it showed a percentage of error lower than 17% in all cases analyzed.

Key words: Experimental design; Rheology; Kaolin; Viscosity; Mathematical model.

1. INTRODUCCIÓN

El mineral de caolín es una roca masiva con un porcentaje variable de minerales de arcilla, de composición igual o próxima a la del mineral caolinita ($2\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), la cual está constituida por capas sucesivas de octaedros de alúmina y tetraedros de sílice, que se alternan para formar partículas laminares con forma pseudo-hexagonal, generalmente con tamaños de micras [1], tal y como se muestra en la figura 1.

Figura 1. Estructura cristaloquímica del caolín [2].
Figure 1. Crystallochemical structure of kaolin [2].



Las arcillas caoliníticas son valoradas comercialmente debido al uso directo en la industria, mientras que los caolines son procesados previamente para incrementar las propiedades deseadas que residen en las partículas [3]. El caolín posee variadas aplicaciones industriales entre las cuales se encuentran: como recubrimiento y relleno para papel, imprenta, lubricación, adhesión, industria cerámica, pinturas, plásticos, refractarios, cementos, muy importante en la industria de cosméticos y farmacéutica, en el área de la construcción, en caucho y hules, química y forraje, entre otras. Esta variedad de usos deriva de sus propiedades fisicoquímicas entre las que destacan: blancura, poca reactividad ante agentes químicos, inocuidad, poder cubriente, resistencia mecánica después de calcinación y elevada refractariedad [1, 2].

Muchas de estas aplicaciones empiezan su procesamiento básicamente en forma de suspensión de este mineral, compuesta por una fase dispersa, el caolín, y una fase continua que generalmente es el agua. Debido a esto, a lo largo de los años se han adelantado investigaciones que evalúan las propiedades de la suspensión fabricada, es decir, sus propiedades reológicas, ya que proporcionan información fundamental a la hora de llevar a cabo su procesamiento y procesos industriales siguientes [3, 4]. En este sentido, la propiedad reológica más influyente y decisiva en el desempeño de estas suspensiones es la viscosidad, la cual se define como el valor que informa qué tan fácil puede fluir un fluido (o suspensión para este caso), y que es afectada en su gran mayoría por las características fisicoquímicas y propiedades de las partículas del caolín [5, 6]. Esta propiedad puede ser catalogada entonces como fundamental para

el desarrollo de procesos exitosos en los que interviene el mineral de caolín.

De manera general, las propiedades reológicas de las suspensiones de caolín están asociadas fuertemente a las características fisicoquímicas superficiales de las partículas, es decir, a las propiedades inherentes de las partículas de caolinita como tamaño y distribución de partícula, morfología, impurezas químicas y mineralogía [6, 7, 8]. La microestructura de la dispersión (partículas individuales que forman grupos) y por lo tanto su reología también depende del pH y de las propiedades comunes en suspensiones concentradas como son tasa de cizalladura, concentración volumétrica de sólidos y electrolitos disueltos [9, 10]. El control indebido, el desconocimiento del comportamiento al momento de fluir, y los cambios abruptos de la viscosidad de las suspensiones ante diversos factores, contribuye a errores en el diseño de procesos que se verán reflejados en problemas de calidad de productos y costos de producción [11].

Las técnicas de diseño de experimentos pueden ser una excelente herramienta para la solución de problemas tales como la optimización, factores determinantes y diseño de mezclas. El diseño experimental es el método más efectivo y económico para la determinación de las variables de los procesos que se relacionan entre sí y la determinación de sus niveles críticos [12]. Métodos de diseño de experimentos se han utilizado en diferentes procesos industriales como en aplicaciones farmacéuticas [13, 14], biotecnología [15, 16] y procesamiento de material arcilloso [17].

El estudio de la influencia y los efectos de los parámetros fisicoquímicos inherentes y de las partículas sobre la viscosidad, supone entonces un camino para el entendimiento del comportamiento reológico de las suspensiones de caolín, con el fin de obtener un mejor control sobre los procesos productivos y experimentales donde estas suspensiones (u otras) intervengan. En la presente investigación se evalúa a través de un diseño experimental factorial del tipo 2^k los efectos del pH, la concentración de sólidos dispersos y la distribución del tamaño de partícula de caolín sobre la viscosidad de las suspensiones. También se establece un modelo matemático con el fin de modelar los procesos reales en la zona experimental estudiada.

2. METODOLOGÍA

2.1. Materiales

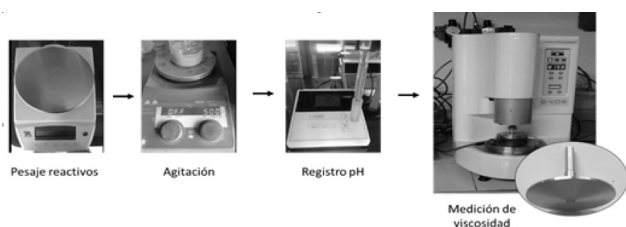
Las suspensiones fueron fabricadas con un material proveniente de una mina de caolín ubicada en el municipio de La Unión, al oriente del Departamento de Antioquia – Colombia. Las partículas de caolín se clasificaron y separaron en diferentes tamaños. La densidad medida de las muestras fue de $2,46 \text{ g/cm}^3$. El agua utilizada para

preparar las suspensiones fue agua desionizada, esto con el objetivo de impedir la interacción de iones desconocidos con el caolín que puedan afectar las propiedades reológicas de la suspensión, por último, el reactivo utilizado para elevar el pH fue NaOH grado analítico.

2.2. Equipo experimental

El equipo utilizado para la medición de la viscosidad de la suspensión de caolín fue un Reómetro Rotacional Bohlin Instruments C-VOR 2000 (Malvern Instruments), el cual consta de una celda Peltier para el control preciso de temperatura y diversas configuraciones geométricas para la medición de la viscosidad. Para el control del pH, se utilizó un pHmetro marca SCHOTT Lab. 850 (SCHOTT Instruments). Con el fin de garantizar la homogeneidad de la suspensión, el mineral de caolín y el agua se mezclaron y prepararon previamente en una placa de agitación magnética IKA RCT Basic. A continuación, la figura 2 ilustra el montaje utilizado para obtener las suspensiones de caolín y las mediciones de viscosidad.

Figura 2. Montaje experimental.
Figure 2. Experimental assembly.



2.3. Elección de factores y niveles

Se escoge un diseño factorial 2^k puesto que el objetivo principal de este trabajo es la caracterización del comportamiento reológico de las suspensiones de caolín, con el fin de determinar la influencia o no sobre la variable respuesta de los factores evaluados a modo de cribado. Se establecen como factores de interés los siguientes: la concentración volumétrica de sólidos (Cv), la cual tiene una implicación directa sobre las propiedades reológicas de una suspensión, debido a que provoca un aumento en las interacciones moleculares y por consiguiente genera una mayor resistencia de la suspensión a la hora de fluir, observada ésta última como un aumento en la viscosidad [18]. La distribución de tamaño de partícula (DTP) que tiene una incidencia en la viscosidad de las suspensiones, debido a que ésta determina la forma en que se arreglan las partículas en el seno del fluido (factor de empaquetamiento) y por tanto el nivel de interacción entre ellas [19]. El pH de la suspensión, esta última de fundamental importancia pues la presencia de sustancias básicas (o ácidas) influye en la variación de las propiedades reológicas, debido a que produce un efecto electro-viscoso, es decir, un cambio en la fuerza iónica de la partícula (medido como potencial Z) y que se ve reflejado igualmente en un cambio de las propiedades reológicas de la suspensión [19].

Tabla 1. Factores y niveles de las variables estudiadas.
Table 1. Factors and levels of variables studied.

	Variable	Niveles
Factor A	Concentración volumétrica de sólidos (Cv)	0,14 – 0,18.
Factor B	Distribución del tamaño de partícula (DTP)	7 µm – 64 µm.
Factor C	pH de la suspensión (NaOH)	pH natural sin NaOH y pH básico con NaOH

Los niveles de cada factor se eligieron teniendo en cuenta los resultados obtenidos en diferentes investigaciones previas y de acuerdo con los límites del funcionamiento de la instalación experimental. Para la concentración volumétrica de sólidos (Cv), se definieron dos niveles correspondientes a la concentración de sólidos más utilizadas en los procesos reales y en los que se observan respuestas de forma más detallada en investigaciones anteriores [6]. Para la distribución de tamaño de partícula (DTP) se definieron dos niveles (tamaños) los cuales fueron clasificados y separados. Para el estudio de la influencia de sustancias básicas en las propiedades reológicas de la suspensión se tomaron dos niveles, el primer nivel corresponde al pH natural de la suspensión (4,5), y el segundo nivel pH básico (entre 8 y 9), resultante de la adición de cierta cantidad de NaOH a la suspensión.

El presente estudio está encaminado a evaluar la influencia de los factores definidos anteriormente sobre las propiedades reológicas de una suspensión de caolín. Para esto se toma como variable respuesta la viscosidad de la suspensión, catalogada como la propiedad reológica más importante en este caso.

Respecto al tamaño muestral, se decidió hacer las réplicas recomendadas por el diseño experimental utilizado [20], en este sentido se realizó una réplica obteniendo un número total de experimentos de 16. Se estableció un nivel de significancia del 5%.

2.4. Parámetros y condiciones experimentales

Las pruebas experimentales se realizaron de manera aleatoria, cada una de ellas se hizo bajo el mismo protocolo experimental y bajo las mismas condiciones de operación con el fin de minimizar el error y aplicar de forma correcta el concepto de réplicas.

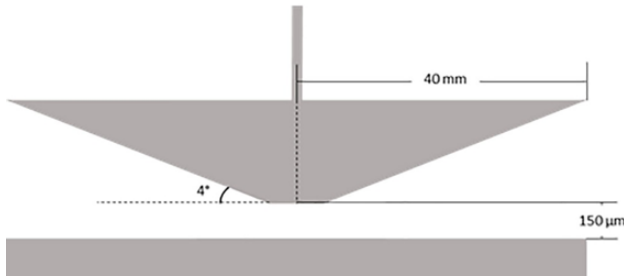
Todas las corridas experimentales se llevaron a cabo a temperatura ambiente (25°C), este control fue posible gracias a la celda Peltier del reómetro; de igual forma se mantuvo el aire acondicionado del laboratorio a 25°C con el fin de mantener la temperatura estable y disminuir la humedad del ambiente. Todos los materiales fueron pesados con un error máximo permitido de 0,1%.

La velocidad y tiempo de agitación de la suspensión fue de 500 rpm por 300 segundos $\pm$ 20 segundos antes de evaluar el pH y posteriormente de 500 rpm por 300 segundos $\pm$ 20 segundos antes de introducir la muestra

al reómetro. Además, se verificó que el tiempo de inicio de la prueba, desde el momento que se suspendía la agitación, fuera de 60 segundos $\pm$ 5 segundos.

La geometría utilizada en el reómetro para la medición de la viscosidad de la suspensión fue una geometría cono-plato 4-40 (4° y 40 mm de diámetro), con un GAP predeterminado de 150 micras constante en todo el tiempo de experimentación.

Figura 3. Diagrama de la geometría cono-plato 4-40.
Figure 3. Cone-dish geometry diagram 4-40.



Se programó el reómetro para entregar 30 datos de viscosidad a 30 tasas de cizalladura variables: iniciando en 0,1 s⁻¹ y finalizando en 995 s⁻¹ en escala logarítmica, los valores de viscosidad fueron tomados siempre en 667 s⁻¹ en todos los casos.

Para cada ensayo experimental fueron preparados 50 mL de suspensión. La preparación de cada suspensión a diferentes concentraciones de sólido se basó en la ecuación 1:

$$C_v = \frac{V_s}{V_L + V_s} \quad (1)$$

Donde C_v es la concentración volumétrica de sólidos, V_s es el volumen ocupado por el sólido (caolín), y V_L es el volumen ocupado por el líquido (agua).

2.5. Corridas experimentales

Las siguientes corridas experimentales representan todas las posibles combinaciones que se pueden realizar a partir de los factores y niveles escogidos.

Tabla 2. Diseño de experimentos 23 con réplica.
Table 2. Experimental design 23 with replicate.

		Cv			
		1		-1	
DTP	NaOH	1	-1	1	-1
	1	1	3	5	7
		2	4	6	8
	-1	9	11	13	15
		10	12	14	16

Cabe resaltar que el orden de ejecución asignado para cada prueba experimental fue determinado a partir del principio de aleatorización utilizando la herramienta informática Minitab, con el fin de minimizar el error experimental y obtener mejores resultados y conclusiones.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Los resultados obtenidos en la ejecución de la experimentación asociados a cada uno de los experimentos definidos se muestran en la tabla 3 y se presentan por orden de corrida experimental. Con respecto a la DTP el valor mostrado es el correspondiente al d_{90} y con respecto al valor de la viscosidad el valor es en centipoise (cp) (1 poise = 0,1 Pa·s).

Tabla 3. Resultados obtenidos.
Table 3. Results obtained.

Orden de corrida	Experimento	Cv (v/v)	DTP (μm)	NaOH (g $\pm$ 0,02 g)	Viscosidad μ (cp)
1	13	0,14	7	2,00	18,39
2	5	0,14	64	2,00	18,72
3	9	0,18	7	2,00	54,15
4	7	0,14	64	0,00	29,53
5	11	0,18	7	0,00	173,00
6	15	0,14	7	0,00	36,47
7	4	0,18	64	0,00	70,18
8	16	0,14	7	0,00	44,54
9	3	0,18	64	0,00	112,29
10	2	0,18	64	2,00	70,06
11	12	0,18	7	0,00	179,3
12	6	0,14	64	2,00	19,82
13	10	0,18	7	2,00	74,34
14	1	0,18	64	2,00	92,57
15	14	0,14	7	2,00	22,09
16	8	0,14	64	0,00	29,51

3.1. Hipótesis de interés

Debido al objetivo de la investigación se pueden plantear las siguientes hipótesis teniendo en cuenta el modelo de regresión, así, la ecuación 2 presenta la variable respuesta expresada en término de los efectos de los factores y sus interacciones.

$$Y = \beta_0 + \beta_1 x_1 + \beta_2 x_2 + \beta_3 x_3 + \beta_{12} x_{12} + \beta_{13} x_{13} + \beta_{23} x_{23} + \beta_{123} x_{123} \quad (2)$$

Donde:

Y representa la variable respuesta.
 β_0 es el promedio de las observaciones.
 β_1 es la mitad del efecto del factor A.
 β_2 es la mitad del efecto del factor B.
 β_3 es la mitad del efecto del factor C.

β_{12} es la mitad del efecto de interacción entre los factores A y B sobre la variable respuesta.

β_{13} es la mitad del efecto de interacción entre los factores A y C sobre la variable respuesta.

β_{23} es la mitad del efecto de interacción entre los factores B y C sobre la variable respuesta.

Se supone que el comportamiento sigue una distribución normal con media cero, varianza constante y son independiente entre si.

Para el factor A, se puede plantear una hipótesis nula y una alterna:

$$H_0: \text{Efecto A} = 0; H_A: \text{Efecto A} \neq 0$$

Para el factor B, se puede plantear una hipótesis nula y una alterna:

$$H_0: \text{Efecto B} = 0; H_A: \text{Efecto B} \neq 0$$

Para el factor C, se puede plantear una hipótesis nula y una alterna:

$$H_0: \text{Efecto C} = 0; H_A: \text{Efecto C} \neq 0$$

También existe interés en determinar si los factores interactúan. Por lo tanto, también se puede probar que:

$$H_0: \text{Efecto } C_v * DTP (AB) = 0$$

$$H_1: \text{Efecto } C_v * DTP (AB) \neq 0$$

$$H_0: \text{Efecto } C_v * NaOH (AC) = 0$$

$$H_1: \text{Efecto } C_v * NaOH (AC) \neq 0$$

$$H_0: DTP * NaOH (BC) = 0$$

$$H_1: DTP * NaOH (BC) \neq 0$$

Además, también se constituye una hipótesis nula y una alterna para las interacciones triples:

$$H_0: C_v * DTP * NaOH (ABC) = 0$$

$$H_1: C_v * DTP * NaOH (ABC) \neq 0$$

3.2. Análisis de varianza

Como primer paso para el análisis estadístico de los datos, se realizó un análisis de varianza (ANOVA) para los datos obtenidos experimentalmente por medio de la herramienta informática Minitab tal como se muestra en la tabla 4.

Se observa que la concentración volumétrica de sólidos (C_v) es el factor que más efecto individual tiene sobre la variable de respuesta (viscosidad); sin embargo, también se encuentra que existen efectos de interacciones dobles significativas que generan más importancia e interés que los efectos individuales.

La interacción entre la concentración volumétrica de sólidos (C_v) y el cambio de pH (NaOH) genera cambios importantes en el comportamiento reológico de la suspensión, de igual forma que la interacción entre la distribución de tamaño de partícula (DTP) y el cambio del pH (NaOH).

Tabla 4. Análisis de varianza ANOVA.

Table 4. Analysis of variance ANOVA.

Factor		Grados de libertad	F-Valor	P-Valor
Lineal	C_v	1	131,17	0,000
	DTP	1	9,07	0,017
	[NaOH]	1	33,07	0,000
Interacciones dobles	$C_v * DTP$	1	4,45	0,068
	$C_v * [NaOH]$	1	11,88	0,009
	$DTP * [NaOH]$	1	17,87	0,003
Interacción triple	$C_v * DTP * [NaOH]$	1	12,05	0,008
Error		8	--	--
Total		15		

Se observa de la tabla 4 que la interacción doble entre la concentración de sólidos (C_v) y la distribución de tamaño de partícula (DTP) no tiene un efecto significativo sobre la viscosidad.

En la tabla 5 se presenta nuevamente el ANOVA, realizado al excluir la interacción que no presenta un efecto significativo ($C_v * DTP$), según lo presentado en la tabla 4.

Tabla 5. Análisis de Varianza ANOVA excluyendo $C_v * DTP$.

Table 5. Analysis of variance ANOVA excluding $C_v * DTP$.

Factor		Grados de libertad	F-Valor	P-Valor
Lineal	C_v	1	94,81	0,000
	DTP	1	6,56	0,031
	[NaOH]	1	23,90	0,001
Interacciones dobles	$C_v * [NaOH]$	1	8,59	0,017
	$DTP * [NaOH]$	1	12,92	0,006
Interacción triple	$C_v * DTP * [NaOH]$	1	8,71	0,016
Error		9	--	--
Total		15		

Conjuntamente, la ecuación 3 presenta el modelo de la viscosidad para describir el comportamiento de la suspensión, teniendo en cuenta los resultados del ANOVA realizado al excluir la interacción doble $DTP * [NaOH]$ en unidades codificadas, es:

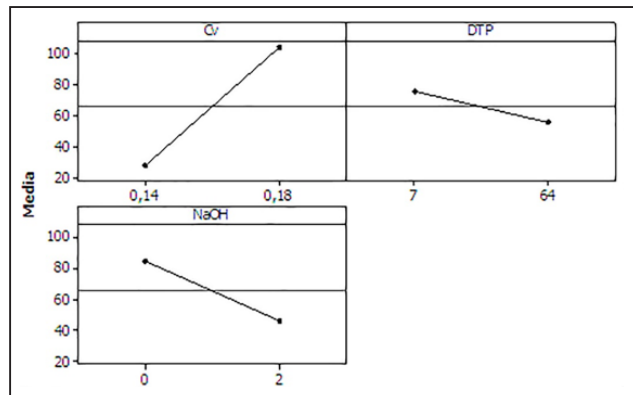
$$\text{Viscosidad} = 67,31 + 37,93 C_v - 9,97 DTP - 19,04 [NaOH] - 11,41 C_v * [NaOH] + 14,00 DTP * [NaOH] + 11,50 C_v * DTP * [NaOH] \quad (3)$$

Con un R^2 de las predicciones de 82,71%.

3.3. Efectos principales

La figura 4 muestra los efectos principales de los tres factores de estudio en los niveles bajo y alto, los factores C_v y NaOH, presentan una pendiente más inclinada, y se observa que el cambio en la variable respuesta cuando pasan de su nivel más bajo a su nivel más alto es significativo; sin embargo, este comportamiento no es tan notorio para el factor B (DTP) tal como se muestra en la tabla 4 (ANOVA).

Figura 4. Efectos principales de los factores en estudio Cv, DTP y NaOH.
Figure 4. Principal effects of the factors under study Cv, DTP and NaOH.

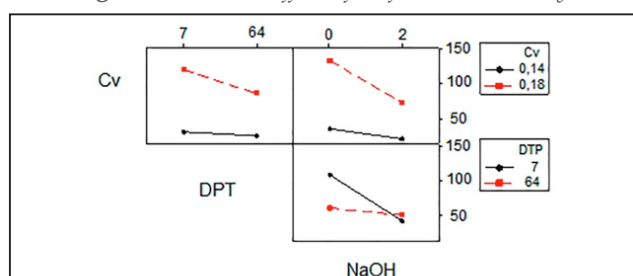


Cuando el factor A, concentración volumétrica de sólidos (Cv), pasa de su nivel bajo a su nivel alto, se produce un aumento en la viscosidad de la suspensión debido a que aumenta el número de partículas en el mismo volumen, disminuye la distancia interarticular y por ende aumenta el número de interacciones que favorecen el aumento de la viscosidad. Con respecto al Factor B, distribución de tamaño de partícula (DTP), la viscosidad disminuye cuando aumenta el tamaño de partícula, este fenómeno se relaciona con el factor de empaquetamiento, pues el conjunto de partículas gruesas y finas pueden mejorar su fluencia al moverse como paquetes ordenados y dirigidos. Con respecto al Factor C, la presencia o no de NaOH en la suspensión, cuando la suspensión se mantiene a un pH ácido natural la viscosidad es alta, pero cuando el pH pasa a básico se origina un aumento de la doble capa eléctrica (potencial Z) y por lo tanto aumentan las distancias interparticulares, se reducen las interacciones entre partículas y en consecuencia disminuye la viscosidad de la suspensión.

3.4. Interacciones dobles

En la figura 5 se observan los efectos de las interacciones dobles, siendo importante destacar que conforme a lo establecido anteriormente en el ANOVA presentado en tabla 5, la interacción doble con mayor efecto en la variable respuesta es distribución de tamaño de partícula (DTP) y naturaleza ácida de la suspensión (NaOH), seguida de concentración de sólidos (Cv) y naturaleza ácida de la suspensión (NaOH).

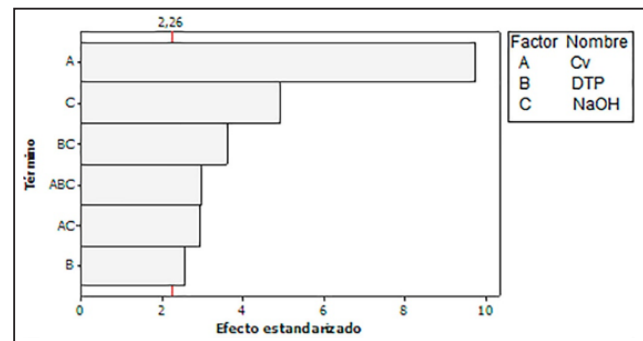
Figura 5. Efectos de interacción de los tres factores en estudio.
Figure 5. Interaction effects of the factors under study.



El diagrama de Pareto, figura 6, muestra que después de excluir el efecto de la interacción doble de la concentración volumétrica de sólidos (Cv) y la distribución de tamaño de partícula (DTP), los demás términos evaluados en el ANOVA son significativos en la definición del modelo.

Figura 6. Diagrama de Pareto.

Figure 6. Pareto Diagram.



3.5. Verificación de supuestos

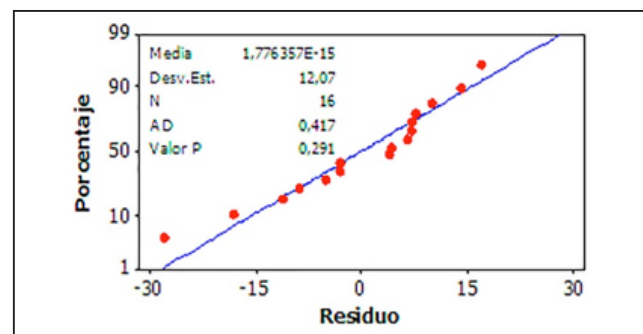
Los resultados de la verificación de supuestos (figura 7) indica que existe una distribución normal debido a que los puntos se ubican sobre la recta en la gráfica de probabilidad normal (figura 7a) y su P-valor es mayor al α definido de 0,05 por lo cual no se rechaza la hipótesis nula de ajuste normal. En la gráfica de residuos vs ajustes (figura 7b) se observa una distribución de datos sin un patrón por lo cual se cumple con el supuesto de que los residuos tienen varianza constante. En la gráfica de probabilidad normal de los residuos (figura 7c) se observa que la media del histograma es aproximadamente cero. En la gráfica de residuos vs orden (figura 7d) se observa un patrón aleatorio alrededor de la línea central por lo cual se cumple con el supuesto que los errores son independientes entre sí.

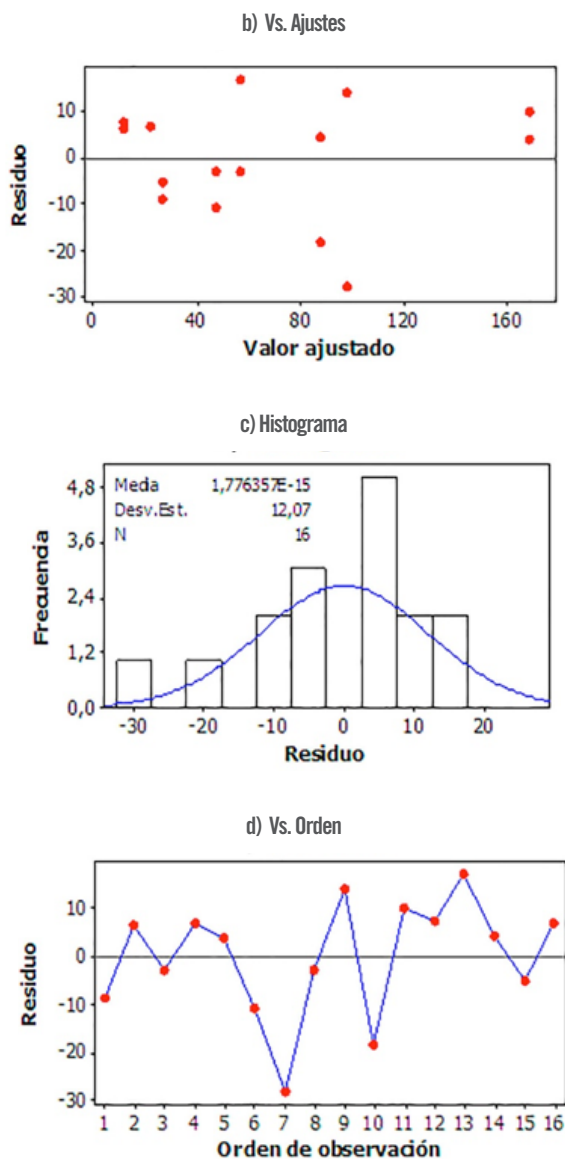
Figura 7. Verificación de supuestos: a) probabilidad de la normal, b) residuos vs ajustes, c) probabilidad de la normal de los residuos, d) residuos vs orden.

Figure 7. Verification of assumptions: a) probability of normal, b) waste vs adjustments, c) probability of normal waste, d) waste vs order.

GRÁFICAS DE RESIDUOS PARA VISCOSIDAD

a) Gráfica de probabilidad normal





3.6. Validación del modelo de regresión

Dado que el interés de este experimento es caracterizar las suspensiones de caolín respecto a diversas variables operativas, no fue considerado un tratamiento ganador, lo que se traduce en que la importancia reside en la validación del modelo generado (ecuación 3), sin importar el tratamiento aplicado. Con el fin de realizar la validación del modelo hallado, se realizaron 3 pruebas experimentales adicionales. Para la selección de las pruebas a llevar a cabo, fue realizada una aleatorización, por lo cual se hicieron los experimentos que se observan en la tabla 6.

Tabla 6. Evaluación del ajuste del modelo planteado.
Table 6. Evaluation of the model proposed fit.

Experimento	Cv (% v/v)	DTP (μ m)	pH	μ_4 (cp) Medido	μ_4 (cp) Calculado	Error (%)
10	18	7	Natural	152,00	169,17	10,15%
5	14	7	Básico	28,99	27,23	6,46%
3	14	64	Natural	18,72	22,53	16,91%

A partir de la anterior tabla se observa que es posible calcular la viscosidad de la suspensión mediante el modelo obtenido del ANOVA inicial, con errores que están por debajo del 17,2% para todos los casos, lo cual muestra que el R^2 del ajuste de las predicciones es adecuado (82,71%).

4. CONCLUSIONES

Se evidenció que la concentración volumétrica de sólidos (Cv) es el factor que más efecto individual tiene sobre la viscosidad; le sigue la presencia o no de NaOH y el factor que menor incidencia tiene sobre la viscosidad es la distribución de tamaño de partícula (DTP). Se encontró también que las interacciones dobles que generan cambios importantes sobre la viscosidad son en primer lugar el tamaño de partícula (DTP) y la acidez o basicidad de la suspensión (NaOH); seguido de la concentración de sólidos (Cv) con la acidez o basicidad de la suspensión (NaOH). La interacción Cv y DTP no superó el valor de significancia en las pruebas reológicas llevadas a cabo. Dependiendo de los requerimientos de los procesos se debe controlar el comportamiento de la viscosidad frente a estos factores. En muchos procesos es deseable trabajar con viscosidades bajas debido a que esto implica un ahorro energético en la mezcla, bombeo y manejo de la suspensión, en estos casos es recomendable, como muestran los resultados, trabajar con tamaños concentraciones volumétricas bajas, DTP grande y pH básico. Sin embargo, la recomendación anterior está sujeta a cada aplicación, en algunos casos se requerirá una suspensión de viscosidad alta, para lo cual se recomienda trabajar concentración de sólidos en su nivel alto, pH natural y distribución de tamaño de partícula pequeña, debido a que es el punto donde se consigue la viscosidad más alta en el rango experimental.

Se debe resaltar que dependiendo del proceso en el que se esté trabajando se debe prestar atención a la manera cómo influyen conjuntamente los factores estudiados sobre la viscosidad, esto ayudará a obtener mejores resultados representados en ahorros económicos y condiciones favorables para el diseño y la selección de los equipos para el manejo de las suspensiones requeridas.

El modelo encontrado a partir del análisis estadístico se ajustó de manera adecuada a las pruebas de validación realizadas posteriormente, con un porcentaje de error menor al 17,2% en todos los casos analizados.

Si bien los factores analizados se validaron mediante el ANOVA como significativos para la caracterización de las suspensiones de caolín, un ajuste del 82,71% sugiere que existen otros factores que merecen ser tenidos en cuenta para trabajos futuros.

REFERENCIAS

- [1] H. G. Dill, "Kaolin: Osil rock and ore. From the mineral to the magmatic, sedimentary and metamorphic environments", *Earth-Science Reviews*, Vol. 161, pp. 16-129, 2016.
- [2] G. Varga, "The Structure of Kaolinite and Metakaolinite", *Journal Építőanyag*, Vol. 59, pp. 5-9, 2007.
- [3] J. F. Bartolomé, "El caolín: composición, estructura, génesis y aplicaciones", *Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio*, Vol. 36, No. 1, pp. 7-19, 2011.
- [4] J. B. Rodrigues y R. Moreno, "Rheological behaviour of kaolin/talc/alumina suspensions for manufacturing cordierite foams", *Applied Clay Science*, Vol. 37, Iss. 1-2, pp. 157-166, 2007.
- [5] J. B. Rodrigues y R. Moreno, "Effect of mechanical activation on the rheology and casting performance of Kaolin/talc/alumina suspensions for manufacturing dense cordierite bodies", *Applied Clay Science*, Vol. 38, Iss. 3-4, pp. 209-218, 2008.
- [6] Y. Li, Y. Zhang, J. Zheng, H. Guo, C. Yang, Z. Li y M. Lu, "Dispersion an rheological properties of concentrated kaolin suspensions with polycarboxylate copolymers bearing comg-lik side chains", *Journal of the European Society*, Vol. 34, No. 1, pp. 137-146, 2014.
- [7] N. Rojas, *Modelación de la ecuación constitutiva de una suspensión de caolín en función de la energía libre superficial del mineral*, Tesis de doctorado en ingeniería. Universidad Nacional de Colombia, Medellín, 2013.
- [8] P. I. Au, P. Clode, R. S. Smart y Y. K. Leong, "Surface chemistry-microstructure-rheology of high and low crystallinity KGa-1b and KGa-2 kaolinite suspensions", *Colloids and Surfaces A Physicochem and Engineering Aspects*, Vol. 484, pp. 354-364, 2015.
- [9] C. Y. Chen y W. H. Tuan, "The processing of kaolin powder compact", *Ceramics International*, Vol. 27(7), 795-800, 2001.
- [10] M. Loginov, O. Laure, N. Lebovka y E. Vorobiev, "Fluidity of highly concentrated kaolin suspensions: Influence of particle concentration and presence of dispersant", *Colloids and Surfaces A: Physicochem and Engineering Aspects*, Vol. 325, Iss. 1-2, pp. 64-71, 2008.
- [11] S. B. Johnson, A. S. Russel y P. J. Scales, "Volume fraction effects in shear rheology and electrasonic studies of concentrated alumina and kaolin suspensions", *Colloids and Surfaces A: Physicochem Eng. Aspects*, Vol. 141(1), pp. 119-130, 1998.
- [12] M. Večeř y J. Pospíšil, "Stability and rheology of aqueous suspensions", *Procedia Engineering*, Vol. 42, pp. 1720-1725, 2012.
- [13] D. Rocak, M. Kosec y A. Degen, "Ceramic suspensions optimization using factorial design of experiments", *Journal of the European Ceramic Society*, Vol. 22, pp. 391-395, 2002.
- [14] L. Popa y M. V. Ghica, "Tbuprofen pediatric suspension designed and optimized by response surface methodology", *Farmaia*, Vol. 59(4), pp. 500-506, 2011.
- [15] A. P. Rani y H. Veeram, "Full factorial design in formulation of lamotrigine suspension using locust vean gum", *International Journal Chemical Science*, Vol. 11(2), pp. 751-760, 2013.
- [16] I. S. Aisyah, M. F. Murshed y I. Norli, "Influence of differents treatments condition on biopolymer yield production for coagulation-flocculation process", *Materials Science and Engineering*, Vol. 133, pp. 1-9, 2016.
- [17] A. D. González, Y. Y. Peralta y V. Kafarov, "Ajuste experimental y evaluación económica de la extracción HBE de aceite de microalgas para biocombustibles y bioproductos", *Prospectiva*, Vol. 14(2), pp. 45-52, 2016.
- [18] Z. B. Ozturk y E. E. Gultekin, "Determination of the effect of the addition of pumice on the technological properties of Wall tile using the factorial design method", *Advances in Ceramic Science and Enginneer*, Vol. 3, pp. 1-10, 2014.
- [19] S. H. Castro y L. Baltierra, "Study of the surface properties of enargite as funtion of pH", *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 77(2), pp. 104-115, 2005.
- [20] L. Besra, D. K. Sengupta y S. K. Roy, "Particle characteristics and their influence on dewatering of kaolin, calcite and quartz suspensions", *International Journal of Mineral Processing*, Vol. 59(2), pp. 69-85, 2000.
- [21] D. Montgomery, *Diseño y análisis de experimentos*, New York: John Wiley & Sons, 2001.