

5  
2eje.



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO**



**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTITLAN**

**“PRUEBA Y VALIDACION DE UN IMPULSOR ADAPTABLE AL  
VISCOSIMETRO BROOKFIELD PARA EVALUACION DE  
PROPIEDADES REOLOGICAS EN SISTEMAS ALIMENTICIOS  
DEL TIPO SUSPENSION”**

**INFORME DE SERVICIO SOCIAL  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
INGENIERO EN ALIMENTOS**

**P R E S E N T A N:  
JUAN MANUEL DIAZ MORA  
MARIA EUGENIA RAMIREZ ORTIZ**

**ASESOR:  
P. M. EN C. ROSA M. ARRIAGA ORIHUELA**

**CUAUTITLAN IZCALLI, EDO. DE MEX.**

**1994**

**TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN**



## **UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso**

### **DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVENIDA DE  
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN  
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

U. N. A. M.  
FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLAN



Departamento de  
Exámenes Profesionales

DR. JAIME KELLER TORRES  
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLAN  
P R E S E N T E .

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos  
Jefe del Departamento de Exámenes  
Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el trabajo De Servicio Social:

Prueba y validación de un impulsor adaptable al viscosímetro Brockfield para evaluación de propiedades reológicas en sistemas alimenticios de tipo suspensión.

que presenta el pasante: Juan Manuel Díaz Mora

con número de cuenta: 8528649-5 para obtener el TITULO de:  
Ingeniero en Alimentos

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuatitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 19 de junio de 1991

PRESIDENTE	<u>Ing. Juan R. Garibay Bermudez</u>
VOCAL	<u>I.B.Q. Rosa M. Arriaga Orihuela</u>
SECRETARIO	<u>Dra. Laura P. Martínez Padilla</u>
1er. SUPLENTE	<u>I.A. Rosalva Meléndez Pérez</u>
2do. SUPLENTE	<u>I.A. Laura M. Cortazar Figueroa</u>

*J.R.B.*  
[Firma]  
[Firma]  
[Firma]



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AVENIDA DE  
MEXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLAN  
UNIDAD DE LA ADMINISTRACION ESCOLAR  
DEPARTAMENTO DE EXAMENES PROFESIONALES

U. N. A. M.  
FACULTAD DE ESTUDIOS  
SUPERIORES CUAUTITLAN

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS



Departamento de  
Exámenes Profesionales

DR. JAIME KELLER TORRES  
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLAN  
P R E S E N T E .

AT'N: Ing. Rafael Rodríguez Ceballos  
Jefe del Departamento de Exámenes  
Profesionales de la F.E.S. - C.

Con base en el art. 28 del Reglamento General de Exámenes, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el trabajo

De Servicio Social:

Prueba y validación de un impulsor adaptable al viscosímetro Brookfield para  
evaluación de propiedades reológicas en sistemas alimenticios de tipo suspensión.

que presenta la pasante: María Eugenia Ramírez Ortiz

con número de cuenta: 8509594-8 para obtener el TITULO de:  
Ingeniero en Alimentos

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro VOTO APROBATORIO.

A T E N T A M E N T E .

"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuatitlán Izcalli, Edo. de Méx., a 19 de Junio de 1994

PRESIDENTE Ing. Juan R. Garibay Bermudez

VOCAL I.B.O. Roso M. Arriaga Orihuela

SECRETARIO Dra. Laura P. Martínez Padilla

1er. SUPLENTE I.A. Rosalía Meléndez Pérez

2do. SUPLENTE I.A. Laura M. Cortazar Figueroa

*Handwritten signatures and stamps:*  
Rafael Rodríguez Ceballos  
Jefe del Departamento de Exámenes Profesionales

**A mis padres, quienes a  
pesar de todo, me dieron  
la vida y la oportunidad  
de ser lo que ahora soy.**

**A mi hermana y su familia  
sin quienes no hubiera  
logrado terminar esta tesis**

**Y a todos los que me  
brindaron una palabra de  
apoyo durante el desarrollo  
de la misma: Manuel, Sandy,  
Carlos, etc.**

**Marú**

**Ante todo, agradezco a Dios  
haberme dejado cumplir esta  
meta en mi vida y apoyarme  
en todo momento.**

**A mi madre, que siempre  
ha caminado a mi lado,  
como anticipo de pago a  
su cariño, confianza y su  
gran amistad.**

**A mis amigos, con los que  
he contado incondicional y  
sinceramente, es especial a  
Javier, Mena y Blanca (♣).**

**A la Universidad  
por todo.**

**Manuel**

## **Reconocimientos**

A nuestros profesores que han ido más allá de ser los que brindaron su conocimiento y vitalidad, en muchos casos, llegando a ser verdaderos amigos a lo largo de nuestra formación profesional; en especial a:

- Rosa Manuela Arriaga Orihuela,
- Fernando Beristain y
- Rosalía Meléndez Pérez,

por su apoyo en la elaboración de este trabajo.

## **CONTENIDO**

	<b>Pag.</b>
<b>RESUMEN</b>	<b>xi</b>
<b>INTRODUCCION</b>	<b>1</b>
<b>CAPITULO I. GENERALIDADES</b>	
Antecedentes sobre validación	9
Antecedentes sobre reología de mezclado	11
Desarrollo teórico	14
Objetivos	22
<b>CAPITULO II. METODOLOGÍA</b>	
Descripción metodológica	23
Diagrama General de Experimentación	26
Diseño Experimental	27
<b>CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSION</b>	
Validación del TCH con fluidos de fase continua	39
Obtención de la constante geométrica para fluidos Newtonianos (A)	41
Obtención de la constante geométrica para fluidos reofluidizantes A(n)	43
Evaluación de Ks	48
Cálculo de curvas de flujo para fluidos Newtonianos	51
Aplicación de criterios de validación para TCH	54
Obtención de curvas de flujo de fluidos no Newtonianos	56
Aplicación de criterios de validación en geometrías convencionales	60



Comparación de geometrías convencionales con el impulsor TCH	62
Aplicación de criterios de validación en TCH y disco en sistemas con partículas en suspensión	63
Cálculo de curvas de flujo en sistemas con partículas en suspensión con TCH y disco	64
<b>CAPITULO IV. RECOMENDACIONES Y CONCLUSIONES</b>	
Conclusiones	77
Recomendaciones	81
Bibliografía	82
Glosario	86

## **CONTENIDO DE GRAFICAS**

<b>GRAFICA 1:</b> %Torque vs Vel. rotacional obtenidos con TCH utilizando un estándar Newtoniano	<b>39</b>
<b>GRAFICA 2:</b> Curvas de poder para fluidos newtonianos con TCH en sus tres relaciones geométricas (Dt/D).	<b>41</b>
<b>GRAFICA 3:</b> Curva de poder para fluidos no newtonianos con TCH en Dt1.	<b>44</b>
<b>GRAFICA 4:</b> Curva de poder para fluidos no newtonianos con TCH en Dt2.	<b>44</b>
<b>GRAFICA 5:</b> Curva de poder para fluidos no newtonianos con TCH en Dt3.	<b>45</b>
<b>GRAFICA 6:</b> Representación del modelo propuesto para A(n) en tres diámetros de recipiente	<b>46</b>
<b>GRAFICA 7:</b> Representación del modelo propuesto por Brito et al. (4) para A(n) y los datos experimentales en Dt1.	<b>47</b>
<b>GRAFICA 8:</b> Representación del modelo propuesto por Brito et al. (4) para A(n) y los datos experimentales en Dt2.	<b>47</b>
<b>GRAFICA 9:</b> Representación del modelo propuesto por Brito et al. (4) para A(n) y los datos experimentales en Dt3.	<b>48</b>
<b>GRAFICA 10:</b> Ks calculada por la ec. 7 para TCH con tres relaciones geométricas en función de n .	<b>49</b>
<b>GRAFICA 11:</b> Ks calculada por la ec.11 para TCH con tres relaciones geométricas en función de n.	<b>50</b>
<b>GRAFICA 12:</b> Ks para TCH como función del índice de comportamiento n.	<b>51</b>
<b>GRAFICA 13:</b> Curvas de flujo para estándar Newtoniano de alta viscosidad para TCH con dos métodos de calculo y Disco.	<b>52</b>
<b>GRAFICA 14:</b> Curvas de flujo para estándar Newtoniano de baja viscosidad para TCH con dos métodos de calculo y Disco.	<b>53</b>
<b>GRAFICA 15:</b> Curvas de flujo de goma guar al 0.7% de geometria helicoidal en tres recipientes de diferente diámetro calculadas con el metodo 1.	<b>58</b>

<b>GRAFICA 16:</b> Curvas de flujo para goma guar al 0.7% empleando disco y TCH dos relaciones geométricas y dos métodos de calculo.	<b>59</b>
<b>GRAFICA 17:</b> Influencia de la concentración de semilla en el índice de comportamiento de la goma guar al 0.5% para distintas geometrías.	<b>65</b>
<b>GRAFICA 18:</b> Influencia de la concentración de semilla en el índice de comportamiento de la goma guar al 0.7% para distintas geometrías.	<b>67</b>
<b>GRAFICA 19:</b> Influencia de la concentración de semilla en el índice de comportamiento de la glicerina para distintas geometrías.	<b>69</b>
<b>GRAFICA 20:</b> Influencia de la concentración de semilla en el índice de consistencia de la goma guar al 0.5% para distintas geometrías.	<b>71</b>
<b>GRAFICA 21:</b> Influencia de la concentración de semilla en el índice de consistencia de la goma guar al 0.7% para distintas geometrías.	<b>72</b>
<b>GRAFICA 22:</b> Influencia de la concentración de semilla en el índice de consistencia de la glicerina para distintas geometrías.	<b>74</b>

## **CONTENIDO DE TABLAS**

<b>TABLA A:</b> Datos de Ks en la literatura para impulsores Tornillo helicoidal y Tornillo cinta helicoidal.	<b>18</b>
<b>TABLA 1:</b> Resultados de linealidad para TCH en tres relaciones geométricas.	<b>39</b>
<b>TABLA 2:</b> Resultados de reproductibilidad para TCH en tres relaciones geométricas.	<b>40</b>
<b>TABLA 3:</b> Características de fluidos newtonianos (datos experimentales).	<b>41</b>
<b>TABLA 4:</b> Valores de A experimentales y teóricos obtenidos con estándares newtonianos.	<b>42</b>
<b>TABLA 5:</b> Índice de comportamiento (n) de fluidos reofluidizantes.	<b>43</b>
<b>TABLA 6:</b> Valores de A(n) experimentales para fluidos reofluidizantes.	<b>45</b>
<b>TABLA 7:</b> Parámetros reológicos obtenidos para estándares Brookfield con TCH en tres relaciones geométricas (Dt/D).	<b>54</b>
<b>TABLA 8:</b> Resultados de exactitud para TCH.	<b>55</b>
<b>TABLA 9:</b> Parámetros reológicos de fluidos reofluidizantes obtenidos con disco y TCH en tres Dt/D y dos métodos de calculo.	<b>57</b>
<b>TABLA 10:</b> Resultados de linealidad con geometrias convencionales	<b>60</b>
<b>TABLA 11:</b> Resultados de reproductibilidad con geometrias convencionales.	<b>60</b>
<b>TABLA 12:</b> Resultados de exactitud para geometrias convencionales.	<b>61</b>
<b>TABLA 13:</b> Resultados de linealidad para TCH con sistemas de tipo suspensión.	<b>63</b>
<b>TABLA 14:</b> Índice de comportamiento según concentración de semilla y el impulsor empleado para goma guar al 0.5%.	<b>66</b>
<b>TABLA 15:</b> Índice de comportamiento según concentración de semilla y el impulsor empleado para goma guar al 0.7%.	<b>68</b>
<b>TABLA 16:</b> Índice de comportamiento según concentración de semilla y el impulsor empleado para glicerina.	<b>70</b>
<b>TABLA 17:</b> Índice de consistencia según concentración de semilla y el impulsor	

empleado para goma guar al 0.5%.	70
<b>TABLA 18:</b> Índice de consistencia según concentración de semilla y el impulsor empleado para goma guar al 0.7%.	73
<b>TABLA 19:</b> Índice de consistencia según concentración de semilla y el impulsor empleado para glicerina.	73
<b>TABLA 20:</b> Resultados de comparación de índice de consistencia obtenido empleando A experimental y A calculada en el método I para goma guar al 0.5%.	75
<b>TABLA 21:</b> Resultados de comparación de índice de consistencia obtenido empleando A experimental y A calculada en el método I para goma guar al 0.7%.	76
<b>TABLA 22:</b> Resultados de comparación de índice de consistencia obtenido empleando A experimental y A calculada en el método I para glicerina.	76

## RESUMEN

La viscosimetría de mezclado es una alternativa que se ha empleado en la medición de propiedades de flujo de sistemas tipo suspensión en donde los viscosímetros convencionales presentan limitaciones; los impulsores utilizados hasta el momento para este fin resultan poco efectivos en el mantenimiento de la homogeneidad del sistema de mezclado y en la distribución de velocidades de cizalla. La utilización de los impulsores de Tornillo Cinta Helicoidal (TCH) que no habían sido empleados para este fin, no presentan esas desventajas.

El objetivo de este trabajo fue validar el uso de un impulsor tipo TCH adaptado a un viscosímetro Brookfield Rheoset modelo RV para la evaluación de propiedades de flujo de suspensiones, empleando tres recipientes para la muestra y por consecuencia, tres relaciones geométricas  $D1/D$  (Diámetro del recipiente/ Diámetro del impulsor). Para efectuar la validación se propuso una metodología para el análisis estadístico de los resultados.

El proceso de validación permite aceptar el uso del impulsor TCH, como una buena alternativa para la obtención de propiedades de flujo de sistemas alimenticios de tipo suspensión, por otro lado, se probaron dos procedimientos para el cálculo de curvas de flujo en mezcladores con impulsor tipo TCH. Se recomienda el empleo de uno de los métodos (guardando las relaciones geométricas estudiadas) por su proximidad con los datos obtenidos en la geometría de disco, porque a pesar de que la velocidad de cizalla que se alcanza en esta geometría es cinco veces mayor que en el impulsor TCH, las curvas de éste coinciden a lo largo de aproximadamente el 80%.

## INTRODUCCION

El conocimiento de las propiedades reológicas de los alimentos es de utilidad por una variedad de razones entre otras:

- a) para control de calidad
- b) correlación con características evaluadas sensorialmente
- c) estudios relativos a la estructura del alimento y
- d) para cálculos de ingeniería durante el transporte, concentración, intercambio térmico, dilución, mezclado, etc. (17, 34)

El problema central en la reología se establece fácilmente: dada una tensión sufrida por un material ¿cuáles son las deformaciones experimentadas por las partículas del fluido?. Dicho de otra manera: dadas las fuerzas que actúan en un material, ¿cómo se deforma éste?. Así mismo, en este sentido se puede organizar una discusión alrededor de preguntas como: ¿qué motiva el estudio de la reología?. ¿qué información se está buscando específicamente, cómo se obtendrá, cómo es la información empleada?.

Con respecto a la motivación, por supuesto, el reto de congeniar complejos y en alguna forma fascinantes fenómenos reológicos dentro de un aspecto fisicomatemático. Para la mayoría de la gente, sin embargo, la motivación radica en la importancia económica del diseño de ingeniería basado en un entendimiento completo y preciso de los fenómenos reológicos.

Con respecto a la información buscada en un material, la pregunta básica es: ¿cómo se describe el flujo?.

Una descripción general completa es demasiado compleja si es que se puede conseguir toda de modo que se hacen progresos en término de modelos que incluyen a flujos simples.

Un flujo simple es fácil de definir: es aquel que puede ser exactamente descrito.

El ejemplo clásico es aquel flujo de deformación simple descrito esquemáticamente en la figura 1. En esta se sugiere que un fluido es confinado entre dos superficies rígidas de

extensión infinita (la restricción para que sea infinito es de que la separación  $H$  sea tan pequeña en comparación con otras dimensiones del sistema). Lo que se sugiere en la figura es que la superficie inferior es estacionaria y que la superficie superior se mueve a una velocidad uniforme  $V$  paralela a la superficie inferior. Una fuerza  $F$ , es la que se requiere para mantener tal movimiento, y se puede observar que, para un fluido Newtoniano, la fuerza por unidad de área en el plano de movimiento,  $F/A$ , es proporcional a la velocidad  $V$  e inversamente proporcional al espacio  $H$ :

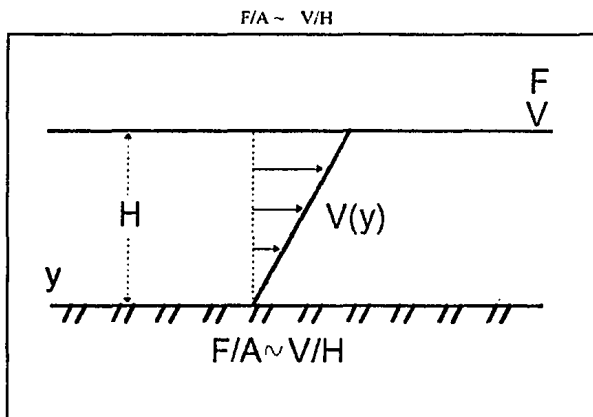


Fig. 1 Perfil de flujo en una superficie rígida. (13)

Para un flujo simple  $F/A$  es el esfuerzo de cizalla  $\tau$ , y  $V/H$  es el gradiente de velocidad o velocidad de cizalla  $\dot{\gamma}$ . La relación entre la velocidad y el esfuerzo de cizalla proporciona la más simple definición de viscosidad  $\tau = \mu \dot{\gamma}$ .

Mientras que esta definición es conocida indudablemente por la mayoría de los interesados en la reología, aún se puede preguntar: ¿es posible conseguir un flujo en el laboratorio con el grado de precisión deseado? la respuesta por supuesto es: sí, cuidando el diseño y la ejecución.



La figura 2 muestra algunas configuraciones de flujo de deformación simple. La mayoría de los instrumentos comerciales están basados en alguna de las geometrías de flujo ilustradas aquí. En todos los casos hay efectos finales (debido a las restricciones de la geometría finita) y efectos de flujo (debidas a las desviaciones del flujo en el estado laminar asumido). El uso cuantitativo de estos flujos requiere del conocimiento de sus limitaciones, la mayoría de las cuales han sido cuidadosamente estudiadas en los últimos 25 años. Una manera de verificar la precisión en las mediciones de viscosidad, generalmente radica en el uso de un instrumento versátil y un conocimiento de los métodos propios para el tratamiento de datos.

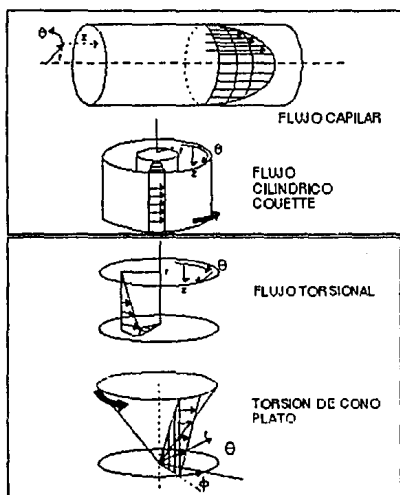


Fig. 2. Perfil de flujo en geometrías convencionales. (13)

La mayor parte de los tipos de flujo pueden ser descritos por la siguiente ecuación:

$$\tau = b\dot{\gamma}^s + C$$

donde el esfuerzo de cizalla es  $\tau$ ,  $b$  es un factor de proporcionalidad (para fluidos Newtonianos este factor es la viscosidad  $\mu$  [Pa], para fluidos de la ley de la potencia es el índice de consistencia  $K$  [Pa s<sup>n</sup>]),  $C$  es el esfuerzo de cedencia ( $\tau_0$  [Pa]),  $s$  es una constante de pseudoplasticidad, equivalente al índice de comportamiento al flujo  $n$  (adimensional), la cual es un índice de la no linealidad de la curva esfuerzo de cizalla en función de velocidad de cizalla;  $\dot{\gamma}$  es la velocidad de cizalla [1/s]. La figura 3 muestra algunos de los tipos de flujo. El flujo Newtoniano es representado por una línea recta, que parte del origen; el flujo dilatante parte del origen y es concava hacia abajo, los pseudoplásticos parten del origen y la curva es concava hacia arriba. El flujo plástico no comienza en el origen y sigue una línea recta, finalmente, los fluidos que siguen el modelo de Herschel Bulkley se caracterizan por la presencia de un esfuerzo de cedencia y una curva concava hacia arriba.

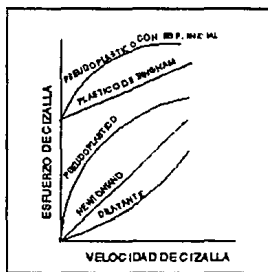


Fig. 3. Gráfica de esfuerzo de cizalla en función de velocidad de cizalla para varios tipos de flujo. (2)

Dentro de los sistemas alimenticios fluidos se encuentran una gran variedad de comportamientos reológicos que pueden abarcar desde un comportamiento Newtoniano hasta uno no Newtoniano dependiente del tiempo y viscoelástico.

Quando se habla de alimentos fluidos es necesario considerar que dadas las características de composición y propiedades fisicoquímicas de sus componentes se pueden encontrar sistemas heterogéneos en los que coexisten diferentes fases, resultando diversos tipos de sistemas dispersos tal como: emulsiones, espumas, soluciones, soles, suspensiones y sistemas complejos como son un buen número de productos en los que existe más de un tipo de sistema disperso. En términos generales, se tiene que los instrumentos que emplean geometrías como las anteriormente descritas, utilizados para la evaluación de las características reológicas en sistemas heterogéneos en los que se tienen sólidos en suspensión, presentan limitaciones que se magnifican al aumentar el tamaño y concentración de partículas, sobre todo cuando el espacio reservado para la muestra es pequeño. Con objeto de solucionar este problema, un buen número de investigadores (6,7,27,35,42) se ha interesado en la adaptación de mezcladores como instrumentos para la medición de propiedades reológicas determinando mediante diferentes procedimientos el valor promedio del esfuerzo de cizalla y de la velocidad de cizalla a diferentes velocidades del impulsor, el cual se evalúa por procedimientos aproximados ya que en este caso, la descripción del perfil de velocidades tiene una complicación extrema, ya que la geometría de los impulsores usados hasta el momento (tipo turbina (27), tipo estrella (35), Rushtom (42), paleta (6,7), etc.) es complicada en el sentido de obtener perfiles uniformes de velocidad de cizalla. Aunado a esto la mayoría de estos impulsores presentan dimensiones relativamente pequeñas en comparación con el volumen del recipiente, por lo que cuando se tienen fluidos de alta viscosidad la transmisión del movimiento no es completa, existiendo zonas estáticas que llegan a ser de 2/3 del volumen total (26), donde incluso las propiedades de flujo resultan diferentes como muestra la fig. 4.

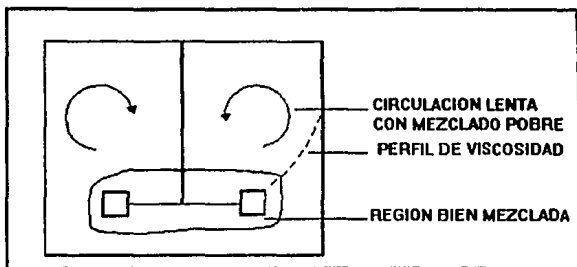


Fig. 4. Perfil de flujo de un impulsor tipo Turbina Rushtom, con fluidos reofluidizantes. (32)

Para fluidos pseudoplásticos de alta viscosidad se ha propuesto el empleo de impulsores tipo cinta helicoidal (38). Este tipo de impulsor tiene la ventaja de que por su geometría y dimensiones relativas con respecto al tamaño del recipiente que contiene la muestra, evita la existencia de zonas sin movimiento, lo cual se puede observar en la fig. 5.

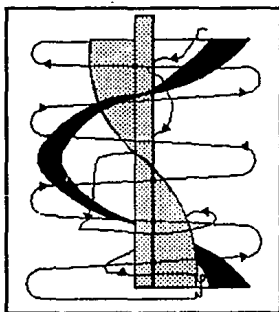


Fig. 5. Perfil de flujo de un impulsor TCH a 10 rpm. (39)

En otras investigaciones (26,42), encaminadas a resolver el problema de mezclado de cultivos de fermentación con características viscoelásticas se han empleado con excelentes resultados impulsores en los que se combinan las ventajas del impulsor de tipo de

cinta helicoidal y tipo tornillo de manera que además de lograr una perfecta homogeneidad en el mezclado se tiene que evitan la formación de espuma y los efectos viscoelásticos de flujo axial. lo que en otro tipo de impulsores incluye errores significativos en la determinación de las curvas de flujo. Además el promedio de velocidad de deformación se reduce a menos del 60% y esta más uniformemente en todo el sistema. Estas promisorias ventajas encontradas en sistemas tan complejos como son los líquidos de fermentación que tienen alta consistencia y partículas relativamente grandes en suspensión, aseguran que su uso en alimentos también será ventajoso; sin embargo, este impulsor no ha sido empleado en viscosimetría por lo que el primer paso a proponer para este fin es validar la factibilidad de su empleo en la medición de propiedades reológicas.

El término de validación o validar, es un concepto de reciente preocupación en el campo de la investigación. Es realmente a partir de los setentas, que diversos organismos internacionales (FDA, ASTM, etc.), tratan de establecer los parámetros a considerar en la validación de sistemas ( procesos, metodologías o instrumentos) (9).

Se entiende por validación, el establecer evidencia documentada de que un sistema funciona de acuerdo a como fue diseñado, obteniendo un alto grado de seguridad, de que el sistema producirá los atributos y resultados predeterminados (9,18,24).

El objetivo de este trabajo fue validar el uso de un impulsor del tipo Tornillo Cinta Helicoidal en tres relaciones geométricas diámetro del impulsor-diámetro de recipiente adaptable al viscosímetro Brookfield para la caracterización de sistemas alimenticios del tipo suspensión, así como seleccionar un método de cálculo de parámetros reológicos para el mismo.

# **CAPITULO**

## **I**

# **GENERALIDADES**

## I.1 ANTECEDENTES SOBRE VALIDACION

A pesar del tiempo transcurrido, el concepto de validación sigue siendo confundido con, entre otros, los términos de *calibración, evaluación, verificación, control de calidad o Buenas Prácticas de Manufactura (GMP)* (9,24). Aunado a ello, los criterios a evaluar en una validación, no han sido estandarizados para otros procesos que no sean los procesos estériles de manufactura de fármacos o equipos que no sean los empleados en ellos, siendo este el proceso más estudiado y del cual se dispone información extensa que describe la validación en detalle.

Se entiende por validación, el establecer evidencia documentada de que un sistema funciona de acuerdo a como fue diseñado, obteniendo un alto grado de seguridad, de que el sistema producirá los atributos y resultados predeterminados (9,18,24).

Para poder llevar a cabo la validación de un sistema, es necesario realizar principalmente dos etapas previas:

- a) Evaluación de la instalación.
- b) Protocolo de validación.

El primer punto involucra la revisión de todos los aspectos clave de la instalación del sistema con que se trabaje, debiendo estar en concordancia con las recomendaciones del fabricante y con los propósitos para el que fue diseñado (24).

El protocolo de validación es un plan de trabajo, experimental y prospectivo, cuyo objetivo es, que al ejecutarse, produzca evidencia documentada de que el sistema ha sido validado. Generalmente incluye una definición del sistema a ser validado, las variables de operación, parámetros a ser controlados y réplicas consideradas apropiadas para elaborar los análisis estadísticos. Se puede incluir también los parámetros de aceptación para cada criterio a evaluar, así como la definición de los límites operacionales con que se espera que trabaje el sistema (9,24,31). Algunas de las pruebas generalmente empleadas en procesos de

validación son: exactitud, precisión, sensibilidad, especificidad, linealidad, reproducibilidad, límite de detección, límite de cuantificación, repetibilidad.

- **Exactitud.** Se puede definir como la aproximación de una medición con un valor real conocido, para la cantidad siendo evaluada. (16,21,41).
- **Precisión.** Se refiere al resultado del agrupamiento de dos términos: repetibilidad y reproducibilidad (21,22).
- **Repetibilidad.** Se refiere a la variación de un conjunto de respuestas experimentales dentro de un sistema, entre resultados sucesivos, que puede ser efecto de factores tales como el operador o condiciones ambientales.(24)
- **Reproducibilidad.** Se refiere a la respuesta de un conjunto de valores experimentales, en condiciones de trabajo diferentes (18,24).
- **Sensibilidad.** Se refiere al resultado del agrupamiento de dos términos: límite de detección y límite de cuantificación. Se define como la mínima diferencia entre respuestas de una prueba que puede conducir a resultados con una diferencia significativa (16,22).
- **Límite de detección.** Se refiere a la más baja respuesta detectable por los más sensibles equipos (22).
- **Límite de cuantificación.** Se refiere a la más baja respuesta detectable que puede ser determinada con precisión y exactitud aceptables (22).
- **Especificidad o Selectividad.** Se refiere a la habilidad del método para medir precisa y específicamente la respuesta del análisis en presencia de compuestos como impurezas, precursores de síntesis, excipientes o productos de degradación (21).
- **Linealidad.** Se refiere a la habilidad del sistema de producir resultados que sean proporcionales, ya sea directamente o por transformación matemática, a la variable dependiente, dentro del rango de condiciones en el que se piense emplear el sistema a validar (19,21).



Las pruebas estadísticas a aplicar para los diferentes criterios varían en función de la cantidad de datos, las condiciones experimentales e información a obtener, en general, se aplican pruebas de hipótesis, varianzas, covarianzas y pruebas alternativas como análisis de bloques o Duncan y Tukey.

## **1.2 ANTECEDENTES SOBRE REOLOGÍA DE MEZCLADO**

El comportamiento reológico que presenta un alimento depende de su composición, estructura, el manejo o tratamiento a que se sometió la muestra, la temperatura de evaluación, etc., por lo tanto todos estos factores deben conocerse, controlarse y considerarse para realizar la caracterización reológica de un fluido. Así mismo las condiciones de operación del equipo empleado en las determinaciones puede influir en los resultados de la caracterización, p.e. Mizrahi (30) reporta que cuando se trabaja con muestras de baja viscosidad a velocidades de deformación elevadas en viscosímetros de medio infinito se presentan problemas de turbulencia que provocan un incremento del torque requerido para hacer girar el cilindro y bajo estas circunstancias se caracteriza erróneamente: fluidos Newtonianos como dilatantes, fluidos fuertemente pseudoplásticos como débilmente pseudoplásticos y estos últimos como Newtonianos.

Por otro lado al ser estudiados sistemas del tipo suspensión en viscosímetros convencionales (cilindros concéntricos, aguja y medio infinito y cono-plato) han encontrado que al realizar las curvas de flujo de los mismos se pueden presentar diversos problemas, como: si el espacio reservado para la muestra es muy estrecho, se puede ocasionar destrucción de las partículas en suspensión dando como resultado valores menores de esfuerzo inicial en los fluidos que lo presentan y valores de parámetros reológicos poco confiables. En otros casos se puede tener separación de fases y/o formación de capas menos densas cerca de la superficie de la geometría debida al ordenamiento de partículas en esta zona (esto se conoce como efecto de pared) (10.33) y merece especial interés cuando se analizan sistemas con una cantidad importante de pulpa, pues al utilizar viscosímetros

convencionales de medio infinito se obtienen valores menores de esfuerzo de corte para cierta velocidad de deformación y cuando se quiere aplicar simplificaciones de cálculo de esfuerzo inicial mediante extrapolación gráfica esto da como resultado valores menores del mismo y tal simplificación no se justifica.

Un problema más es la errónea caracterización de efectos de dependencia del tiempo, frecuentemente cuando se observa un ciclo de histéresis en la curva de flujo al caracterizar de bajas a altas velocidades de deformación y viceversa se puede interpretar como tixotropía cuando realmente es un reflejo del efecto de pared o de la destrucción de partículas por la alta velocidad de deformación utilizada. (20,30) Metzner y Whitlock (28) coinciden acerca de la influencia de la velocidad de deformación sobre el comportamiento reológico en suspensiones concentradas de baja viscosidad y muestra la forma general de los comportamientos de flujo para estos sistemas a diversas velocidades de deformación (Fig.6), observándose que a velocidades bajas de deformación se tiene un comportamiento Newtoniano, es decir, lineal y con una pendiente igual a 1, a velocidades intermedias se observa un comportamiento no lineal con valores de pendiente menores a 1, y ya en la parte final de la curva se observa un comportamiento del tipo dilatante, no lineal y con pendientes mayores a 1, este comportamiento particularmente se cree se debe a que al aumentar el rango de velocidades se presenta turbulencia en el sistema y entonces se requiere de mayor potencia para hacer girar el impulsor y esto se detecta como un comportamiento de espesamiento al corte (dilatancia) erróneamente.

Por lo anterior, en cualquier tipo de geometría se recomienda trabajar bajo el régimen laminar siendo recomendable que en todo reporte de investigación se especifique el rango de velocidad en que se trabaja y que la toda comparación de resultados, se efectúe bajo un mismo rango de velocidad de deformación.

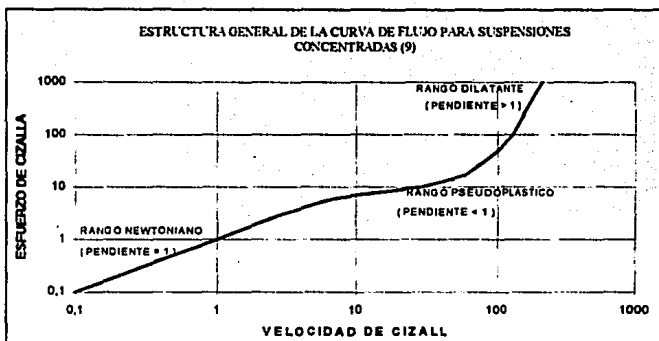


Fig. 6. Forma general de la curva de flujo de suspensiones concentradas. (28)

En la búsqueda de alternativas para la medición de parámetros reológicos, un buen número de investigadores (6,7,23,25,27,33,37,42) han estudiado la posibilidad de utilizar mezcladores como instrumentos de medición, en la mayor parte de estos estudios el objetivo básico ha sido obtener valores promedio de velocidad de deformación o cizalla y otros parámetros relativos a la evaluación de la eficiencia de mezclado, solo Zemblowski (42), Rao(33) y Castell (7) han utilizado los datos obtenidos en sistemas de mezclado con diferentes métodos de aproximación en el cálculo aproximado de curvas de flujo. Así mismo en estos trabajos los impulsores empleados son del tipo Paleta, turbina Rushtom, estrella, etc. que presentan las desventajas citadas anteriormente.

Los impulsores de tipo tornillo cinta helicoidal (TCH) o cinta helicoidal (TH) son más eficientes que otro tipo de impulsores en el manejo de fluidos complejos pues al ser de proximidad (es decir, mantienen relaciones geométricas diámetro del recipiente-diámetro del impulsor muy cercanas a 1) disminuye las zonas estáticas que al utilizar otro tipo de impulsores pueden ocupar un volumen importante del recipiente, se disminuye la velocidad de deformación y se inhibe la formación de espuma. Estas ventajas han sido observadas en el proceso de mezclado de caldos de fermentación (8,26,37,38) y son indicio de que su uso

en sistemas alimenticios del tipo suspensión puede resultar ventajoso, además que adaptar un impulsor del tipo mezclador al viscosímetro Brookfield puede ser una opción económica para evaluar propiedades de flujo en estos sistemas y con resultados confiables. (5)

### I.3 DESARROLLO TEORICO.

En un sistema de mezclado, la medición de torque como una función de la velocidad rotacional se expresa en términos de grupos adimensionales como:

$$Po Re = A \quad (1)$$

donde:  $Po = P/\rho D^5 N^3 = 2\pi M/\rho D^5 N^2 \quad (2)$

para Newtonianos:  $Re = ND^2\rho/\mu \quad (3)$

para no Newtonianos:  $Re = \rho ND^2/\eta = \rho ND^2/K\dot{\gamma}^{n-1} \quad (4)$

Po (núm. de poder [adimensional]), Re (núm. Reynolds[adimensional]), A (constante geométrica [adimensional]), P (potencia[N m]), D (diámetro del impulsor [m]), N (velocidad rotacional [rps]), M (torque[N m]), n (índice de comportamiento[adimensional]) K (índice de consistencia[Pa s<sup>n</sup>]), ρ (densidad [Kg/m<sup>3</sup>]), μ (viscosidad [Pa s]), η (viscosidad aparente [Pa s]),  $\dot{\gamma}$  (velocidad de deformación [1/s]).

En sistemas de mezclado, se trabaja en régimen laminar cuando se tienen valores de números de Reynolds menores a 10 y se obtienen pendientes cercanas a -1 a partir de la gráfica log Po en función de log Re. La zona laminar se caracteriza graficamente por una zona lineal, que al entrar a régimen de transición pierde esta característica y por consecuencia la pendiente de -1.

De acuerdo a lo propuesto por Metzner y Otto (27), la velocidad de cizalla promedio puede considerarse como:

$$\dot{\gamma}_{av} = K_s N \quad (5)$$

donde K<sub>s</sub> es una constante que depende del tipo de impulsor y la geometría del sistema, y se asevera que en las mismas condiciones experimentales de velocidad del impulsor se obtienen iguales respuestas de torque para fluidos Newtonianos y no Newtonianos, lo que implica que

la viscosidad del Newtoniano y la viscosidad aparente del no Newtoniano son iguales en condiciones experimentales idénticas, fundamento para uno de los métodos existentes en la bibliografía, de cálculo de velocidad de cizalla, el cual es conocido como Método de Correlación de viscosidades (6).

Por otro lado la única correlación disponible para el cálculo de la constante A, es la reportada por Chavan y Ulbrecht (12), desarrollada para impulsores del tipo cinta helicoidal (CH) la cual es aplicable a impulsores tornillo cinta helicoidal (TCH) si el área del tornillo no excede al área de la cinta helicoidal. Para fluidos de la potencia la ecuación toma la siguiente forma:

$$A = 2.5\pi B a (De/D) (Dt/D)^2 \{4\pi/[n((Dt/De)^{2/n} - 1)]\}^n \quad (6)$$

donde:  $De/D = [(Dt/D) - (2w/D)] / \{ \text{Ln} \{ [(Dt/D) - 1 + 2(w/D)] / [(Dt/D) - 1] \} \}$  (6a)

$$y \quad a = \{ [(L/D)(s/D)] / 3\pi \} \{ \pi \sqrt{(s/D)^2 + \pi^2} / (s/D)^2 + \text{Ln} \{ [ \pi / (s/D) ] + \sqrt{(s/D)^2 + \pi^2} / (s/D) \} \} \{ 1 - [1 - 2(w/D)]^2 \} \quad (6b)$$

donde: B (número de cintas [adimensional]), a (área de la cinta helicoidal [m]), De (diámetro equivalente del impulsor [m]), D (diámetro del impulsor [m]), Dt (diámetro del recipiente [m]), s (alto de una vuelta de la cinta helicoidal [m]), L (alto del impulsor [m]), w (ancho de la cinta helicoidal [m]), n (índice de comportamiento).

Chavan y Ulbrecht (12) basados en el trabajo de Bourne y Butler siguieron la analogía de flujo Couette y propusieron una correlación para el consumo de energía con impulsores de cinta helicoidal. De su correlación de energía consumida, para región laminar, se puede derivar una función de Ks (Brito (3)) :

$$K_s = 4\pi \{ (Dt/De)^2 - 1 \}^{1/n-1} / [n \{ (Dt/De)^{2/n} - 1 \}]^{n/n-1} \quad (7)$$

De lo que se observa que  $K_s$  en impulsores helicoidales esta influenciada por las propiedades de flujo y la geometría del sistema.

Por otro lado, Rieger y Novak (36), mediante un análisis dimensional obtienen un modelo donde la constante geométrica para fluidos no Newtonianos  $A(n)$  es función de  $A$  de Newtonianos,  $K_s$  y las propiedades de flujo:

$$A(n) = A K_s^{n-1} \quad (8)$$

que rearmada en forma logaritmica queda:

$$\log A(n) = \log A - (n-1)\log K_s \quad (9)$$

de manera que el método sugerido por Metzner y O'to puede usarse para el cálculo de potencia siempre y cuando la curva experimental de  $(n-1)$  vs.  $\log A(n)$  sea una recta donde  $K_s$  puede calcularse a partir de la pendiente.

Emplearon además un forma diferente de resolución para el problema del conocimiento de velocidad de cizalla, asumiendo una velocidad característica igual al producto: la velocidad rotacional  $N$  en función del diámetro del impulsor  $D$ . Esto permitió la definición de un núm. de  $Re_{pot}$ , para el cual no se requería el valor de  $K_s$  con el fin de estimar  $\dot{\gamma}$  entonces sus datos de consumo de potencia para fluidos pseudoplásticos se pudieron expresar por analogía a la ec. 1; el valor de  $A(n)$  se puede obtener de la relación logaritmica del núm. de  $Re_{pot}$  y este  $Re_{pot}$ .

Brito et al. (4) muestra que los datos experimentales de  $A(n)$  de la ecuación (8) se ajustan a un algoritmo de regresión no lineal de acuerdo al modelo:

$$A(n) = ab^{n-1}c^{(n-1)/n} \quad (10)$$

donde  $a$  resulta ser igual a  $A$  obtenido para fluidos Newtonianos.

En consecuencia de lo anterior, a partir de 8 y 10 se establece que:

$$K_s = bc^{1/n} \quad (11)$$

De acuerdo a lo anterior se observa que hay serias discrepancias no solo en cuanto a los factores que afectan  $K_s$  al emplear impulsores helicoidales sino en la importancia de su efecto, esto se confirma al analizar la tabla A (organizada cronológicamente) que muestra

una recopilación en la cual se observa que algunos autores afirman que las relaciones geométricas del sistema (distancia entre vaso e impulsor, número de vueltas del impulsor, altura, etc.) están relacionadas con las constantes que se emplean para caracterizar fluidos con impulsores de tipo helicoidal, algunos más indican que dichas constantes son independientes de las relaciones geométricas y el índice de comportamiento ( $n$ ) de los fluidos manejados, por otro lado existen autores que afirman que  $n$  influye débilmente mientras la geometría predomina y finalmente, análisis recientes muestran que  $n$  influye fuertemente en dichas constantes (32). Tales discrepancias indican que se debe incrementar el estudio de la influencia de tales factores en esta constante.

**TABLA A: DATOS DE  $K_s$  EN LA LITERATURA PARA TH-TCH**

AUTOR	TIPO	$D_t/D$	$n^*$	$K_s$	OBSERVACIONES.
BOURNE & BUTLER	TH	1.02-1.12	0.4-1	66.06 <sup>a</sup>	$K_s=f(\text{GEOM}\uparrow;n\downarrow)$
COYLE ET AL	TCH	1.059	0.2-1	25	$K_s= \text{CONSTANTE}$
HAL & GODFREY	TH	1.1-1.11	0.35-1	27	$K_s= \text{CONSTANTE}$
CHAVAN & ULBRECHT	TH	1.04-1.12	0.35-1	24.58 <sup>a</sup>	$K_s=f(\text{GEOM}\uparrow;n\downarrow)$
CHAVAN & ULBRECHT	TCH	1.03	0.35-1	24.58	$K_s=f(\text{GEOM}\uparrow;n\downarrow)$
RIEGER & NOVAK	TH	1.053	0.5-1	36.73	$K_s= \text{CONSTANTE}$
NAGATA	TH	1.056	0.27-1	30	$K_s= \text{CONSTANTE}$
SAWINSKI ET AL	TH	1.042-1.19	0.5-1	27.6 <sup>a</sup>	$K_s=f(\text{GEOMETRIA})$
CHOWDHURY & TIWARI	TCH	1.056-1.12	0.26-1	30.6	$K_s= \text{CONSTANTE}$
YAP ET AL	TH	1.11-1.37	0.17- 0.65	79.85 <sup>b</sup>	$K_s=\uparrow f(\text{GEOM};n)$
KURIYAMA ET AL	TH	1.05-1.163	0.35- 0.75	24.68 <sup>a</sup>	$K_s=f(\text{GEOMETRIA})$
TAKAHASHI ET AL	TH	1.05-1.24	0.44- 0.77	30.89 <sup>a</sup>	$K_s=f(\text{GEOMETRIA})$
SHAMLOU & EDWARDS	TH	1.05-1.33	-----	26.8 <sup>a</sup>	$K_s=f(\text{GEOMETRIA})$
MERQUIOL & CHOPLIN	TCH	1.14	0.22- 0.29	60 <sup>c</sup> -95	$K_s=f(\text{GEOMETRIA})$
GUERINIK	TCH	1.14	0.28- 0.57	1.309 <sup>c</sup>	$K_s=\uparrow f(n)$

 $\uparrow$  influencia importante

 $\downarrow$  influencia ligera

[32]

- Rango de índice de comportamiento al flujo estudiado por los autores con el fin de estimar  $K_s$
- a Calculado para una  $D_t/D = 1.1$
- b Estimado para  $n = 0.6$ ;  $D_t/D = 1.135$  e  $l/D = 3.24$ , siendo  $l$  la longitud de la hoja del impulsor
- c Valor calculado para  $s/D = 1.0$
- d Valor estimado para  $s/D = 0.5$
- e Valor estimado para  $n = 0.5$



Una vez que se ha obtenido los valores de  $K_s$  y  $A$ , para que con la primera se calcule la velocidad de cizalla, el siguiente paso es calcular el valor del esfuerzo de cizalla, tomando en cuenta que:

$$\eta = \tau_{av} / \dot{\gamma}_{av} = 2\pi M / \Delta N D^3 \quad (12)$$

y que  $\dot{\gamma}_{av} = K_s N \quad (5)$

por lo tanto, la combinación de las ecuaciones 12 y 5 se obtiene que:

$$\tau_{av} = \eta K_s N \quad (13)$$

finalmente, a partir de la ec. 14, se obtiene el esfuerzo de cizalla:

$$\tau_{av} = 2\pi K_s M / \Delta N D^3 \quad (14)$$

Considerando los conceptos anteriormente expuesto, Arriaga et al. (1) proponen el algoritmo para el cálculo de curvas de flujo que se describe a continuación y que denominaremos a lo largo del texto como método 1 y consiste en los siguientes pasos:

1. Medir el torque requerido para hacer girar el impulsor a diferentes velocidades con fluidos Newtonianos (de calibración).
2. Calcular  $Po$  y  $Re$  de fluidos Newtonianos empleando constantes reológicas de geometrías convencionales.
3. Construir gráficas logarítmicas de  $Po$  vs  $Re$  (Curvas de Poder) y calcular el valor de  $A$  para fluidos Newtonianos, del antilogaritmo de la ordenada al origen.
4. Calcular el valor de la constante geométrica  $A$  ( $A$  teórica) y el Diámetro equivalente del impulsor TCH utilizando la ecuación (6).
5. Construir gráfica logarítmica de %Toque vs Velocidad rotacional para los fluidos de prueba (Newtonianos y no Newtonianos) y obtener el valor de índice de comportamiento ( $n$ ) de la pendiente.
6. Calcular la constante  $K_s$  mediante la ecuación (7).
7. Calcular las velocidades promedio de cizalla utilizando la ecuación (5).

8. Calcular los valores promedio de esfuerzo de cizalla empleando la ecuación (14), utilizando la constante geométrica A experimental ( y pudiéndose emplear también la A teórica).
9. Construir gráfica logarítmica de esfuerzo de cizalla vs velocidad de cizalla para calcular los parámetros reológicos, de la pendiente se obtiene el valor del índice de comportamiento (n) y del antilogaritmo de la ordenada al origen el valor del índice de consistencia (K)

El segundo método (denominado método 2) empleado para la obtención de curvas de flujo en este trabajo es una modificación al algoritmo presentado antes y la secuencia que tiene es la siguiente:

1. Medir el torque requerido para hacer girar el impulsor TCH a diferentes velocidades empleando fluidos Newtonianos y no Newtonianos.
2. Construir gráficas logarítmicas de %Torque vs Vel. rotacional y de la pendiente calcular el valor de n (índice de comportamiento al flujo).
3. Calcular los valores de  $P_o$  y  $Re_{pot}$ , el cual se calcula siguiendo la siguiente ec. propuesta por Rieger y Novak (36), empleando valores de K obtenido por geometrías convencionales:

$$Re_{pot} = N^2 \cdot n D^2 \rho / K \quad (15)$$

4. Construir las Curvas de Poder ( $\log P_o$  vs  $\log Re_{pot}$ ) para fluidos Newtonianos y no Newtonianos y del valor del antilogaritmo de la ordenada al origen calcular el valor de la función A(n).
5. Construir la gráfica de A(n) en función de n y obtener los valores del modelo propuesto por Brito et al (4) tomando la forma de la ecuación (10).
6. Calcular Ks utilizando la ecuación (11).
7. Calcular las velocidades promedio de cizalla utilizando la ecuación (5).
8. Calcular los valores promedio de esfuerzo de cizalla empleando la ecuación (14), utilizando la función A(n).

9. Construir gráfica logarítmica de esfuerzo de cizalla vs velocidad de cizalla para calcular los parámetros reológicos, de la pendiente se obtiene el valor del índice de comportamiento ( $n$ ) y del antilogarítmico de la ordenada al origen el valor del índice de consistencia ( $K$ ).

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL:**

Validación del uso de un impulsor de tipo tornillo-cinta helicoidal adaptado a un viscosímetro Brookfield-Rheoset y evaluación de la aplicabilidad del mismo en la obtención de curvas de flujo de suspensiones alimenticias.

### **OBJETIVOS PARTICULARES:**

1. Validación del impulsor TCH con fluidos de fase continua (Newtonianos y no Newtonianos) para la obtención de curvas de flujo.
2. Análisis comparativo del empleo del TCH en la determinación de parámetros de flujo con referencia a dos geometrías de uso convencional en Reometría (cono-plato y disco), para establecer un marco de referencia en condiciones de trabajo.
3. Evaluación del empleo del TCH en la obtención de parámetros reológicos de suspensiones, para comparar su funcionamiento con respecto a la geometría de disco.

### **OBJETIVO ACADEMICO:**

Aplicar las bases de ingeniería y estadística a la dinámica de fluidos, en la prueba y validación de un impulsor adaptable al viscosímetro Brookfield, para ofrecer una alternativa de tecnología adaptable a la existente y congruente con las necesidades actuales en la investigación de la reología de sistemas alimenticios de tipo suspensión.

### **OBJETIVO SOCIAL:**

Aportar los criterios esenciales a la comunidad universitaria nacional, sobre los procesos experimentales y estadísticos, para la validación y utilización del impulsor de tipo cinta-tornillo helicoidal, en acuerdo con las necesidades propias de la diversas áreas de investigación y docencia en reología.

**CAPITULO**

**II**

**METODOLOGIA**

## II.1 DESCRIPCION METODOLOGICA

El presente capítulo describe las actividades que se realizan para validar el uso del impulsor Tornillo Cinta Helicoidal en tres relaciones geométricas ( $Dt/D$ ), como alternativa de uso a geometrías convencionales en viscosímetros Brookfield, evaluando su funcionamiento en fluidos Newtonianos, no Newtonianos (pseudoplásticos o reofluidizantes) y sistemas de tipo suspensión.

### II.1.1. Equipo:

Se utilizó un Viscosímetro Brookfield-Rheoset mod. RV (Brookfield Engineering Laboratories Inc. Stoughton M:A.), este equipo consta de las siguientes partes:

- \* Soporte con o sin plato
- \* Baño de agua
- \* Geometrías adaptables al soporte (disco y cono-plato)
- \* Hardware (PC e interfase)

#### II.1.1.1 Geometrías:

Se trabajó con las siguientes geometrías:

- \* Discos: husos RV1 (diámetro = 5.63 cm y Longitud = 5.62 cm) y RV2 (diámetro = 4.69cm y Longitud = 5.62 cm)
- \* Cono-plato: conos CP40 (diámetro = 4.8 cm y Angulo =  $3^\circ$ ) y CP52 (diámetro = 2.4 cm y Angulo =  $3^\circ$ )
- \* Tornillo Cinta Helicoidal:

La fig. 7 presenta el esquema del impulsor Tornillo Cinta Helicoidal, construido en acero inoxidable con una adaptación de tornillo de entrada al Viscosímetro Brookfield. Sus dimensiones son: Diámetro (D) = 4.63 cm.; Longitud (L) = 5.21 cm.; Ancho de la cinta (W) = 0.978 cm. y Altura de una vuelta de la cinta (S) = 2.61 cm.

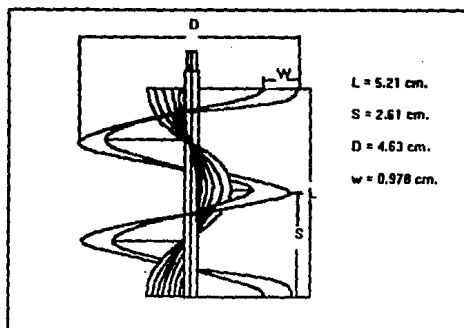


Fig.7 Esquema del impulsor Tornillo Cinta Helicoidal .

#### II.1.1.2 Colección de datos:

##### II.1.1.2.1 Fluidos experimentales:

###### \* Fluidos Newtonianos:

Estándares Brookfield de 98.6 cps y 972 cps y glicerina pura.

###### \* Fluidos no Newtonianos:

Gomas: Xantana al 0.2%, CMC al 0.5 y 0.7% y Guar al 0.5 y 0.7%, de Gomas Naturales S.A. de C.V.

###### \* Partículas en suspensión:

Semillas de amaranto y ajonjolí, ambas de tamaño homogéneo y libres de partículas extrañas.

##### II.1.1.2.2 Operación del Viscosímetro Brookfield:

El Viscosímetro Brookfield opera conectado a un sistema computarizado para la colección de datos y el procedimiento seguido es común para todas las geometrías empleadas, se ajusta el torque a cero, se coloca el impulsor, se prepara la muestra requerida para cada impulsor/geometría, se seleccionan las velocidades del impulsor (rpm) para obtener respuesta de %Torque (lecturas) comprendidas entre 10 y 100 haciendo los cambios

de velocidad al alcanzar la estabilización de lecturas programando el software para iniciar con la velocidad más baja del rango seleccionado para ascender en progresión geométrica hasta la mayor y posteriormente descender a la velocidad de partida. Debe cuidarse que la temperatura sea constante durante la caracterización de los fluidos y se trabajó en todos los casos con cuatro réplicas.

A continuación se presenta el Diagrama General de Experimentación, el cual especifica la secuencia en que se llevaron a cabo las actividades experimentales propuestas para cumplir con el objetivo central de este trabajo.



DIAGRAMA GENERAL DE EXPERIMENTACION

OBJETIVO GENERAL

VALIDACION DEL USO DEL IMPULSOR DE TORNILLO CINTA HELICOIDAL (TCH) EN VISCOSIMETRIA DE METCLADO Y EVALUACION DEL EMPLEO DEL MISMO EN LA OBTENCION DE CURVAS DE FLUJO DE SUSPENSIONES ALIMENTICIAS

OBJETIVO PARTICULAR 1

VALIDACION DEL IMPULSOR TCH CON FLUIDOS DE FASE CONTINUA PARA LA OBTENCION DE CURVAS DE FLUJO

OBTENCION DE LAS CONSTANTES A Y A(n)

Grafica Log Re vs Log Po donde:  
entlog. ordenada = A(n)

OBTENCION DE Ks MEDIANTE 2 ECUACIONES

Ecuaciones de Brito et al. (ref. 3 y 4)

CALCULO DE CURVAS DE FLUJO EN FLUIDOS PSEUDOPLASTICOS

CALCULO DE CURVAS DE FLUJO EN FLUIDOS NEWTONIANOS

Algoritmo de Arriaga (ref. 1)

OBJETIVO PARTICULAR 2

ANALISIS COMPARATIVO DEL EMPLEO DEL TCH EN LA DETERMINACION DE PARAMETROS DE FLUJO CON REFERENCIA A DOS GEOMETRIAS DE USO CONVENCIONAL EN REOMETRIA (COMO PLATO Y DISCO), PARA ESTABLECER UN MARCO DE REFERENCIA EN CONDICIONES DE TRABAJO

APLICACION DE LOS CRITERIOS DE VALIDACION

APLICACION DE LOS CRITERIOS DE VALIDACION EN GEOMETRIAS CONVENCIONALES

- 1) reproducibilidad (P. de Hipótesis)
- 2) repetibilidad (A. de Covarianza)
- 3) linealidad (Reg. Lineal)
- 4) exactitud (P. de Hipótesis)

COMPARACION CON TCH

Análisis de comportamientos y parámetros reológicos obtenidos

RESULTADOS Y CONCLUSIONES

OBJETIVO PARTICULAR 3

EVALUACION DEL EMPLEO DEL TCH EN LA OBTENCION DE PARAMETROS REOLOGICOS DE SUSPENSIONES, PARA COMPARAR SU FUNCIONAMIENTO CON RESPECTO A GEOMETRIA DE DISCO

APLICACION DE CRITERIOS DE VALIDACION AL TCH

- 1) repetibilidad (A. Covarianza)
- 2) linealidad (Reg. lineal)

CALCULO DE CURVAS DE FLUJO CON TCH Y DISCO

Algoritmo de Arriaga (ref. 1) y metodo de Witschke (ref. 2)

## II.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

**Objetivo General.** Validación del uso del impulsor de Tomillo Cinta-Helicoidal (TCH) en viscosimetría de mezclado y evaluación del empleo del mismo en la obtención de curvas de flujo de suspensiones alimenticias.

**Objetivo Particular 1.** Validación del impulsor TCH con fluidos de fase continua (Newtonianos y no Newtonianos) para la obtención de curvas de flujo.

**Meta:** Validar la geometría helicoidal, determinando el torque en función de la velocidad rotacional, de diferentes tipos de fluidos (Newtonianos y no Newtonianos) y en tres distintos diámetros de recipiente, para obtener las curvas de flujo correspondientes.

Variables involucradas:

\* Variables independientes: tipo de fluido:

-Newtonianos: dos estándares Brookfield (98.6 y 972cps) y glicerina pura.

-no Newtonianos: goma guar al 0.5 y 0.7%  
goma CMC-HV al 0.5, 0.7 y 1.0%  
goma xantana al 0.2%.

Velocidad rotacional (rps)

Diámetro de recipiente de muestra: 5.2, 5.7 y 6.1cm.

\* Variable de respuesta: % Torque

\* Variables dependiente: % Torque

\* Constantes: Temperatura (25°C)

Tiempo entre lecturas

#### Número de réplicas: 4

**Descripción de actividades:** Para la colección de datos se debe cuidar la posición de los recipientes de la muestra, de modo que durante el giro del impulsor no existan roces con las paredes de los mismos, sobre todo en el diámetro más pequeño; resultando recomendable el empleo de soportes que eviten el movimiento del vaso durante la prueba. Los diámetros de recipientes utilizados son  $Dt1 = 5.2 \text{ cm}$  ,  $Dt2 = 5.7 \text{ cm}$  y  $Dt3 = 6.1 \text{ cm}$ .

Cabe aclarar aquí que los datos colectados %Torque en función de Vel. rotacional fueron empleados para aplicar tres criterios de validación: repetibilidad, linealidad y reproductibilidad y viendo que la respuesta de estos criterios fuera la adecuada para proseguir o no con el cálculo de parámetros de flujo.

Para el cálculo de las curvas de flujo se emplean software de apoyo (Macros, secuencias de ordenes programadas, creadas en Lotus, capaces de transformar los datos de rpm y %torque colectados en parámetros reológicos, obteniéndose además los valores correspondientes de la correlación de la curva de flujo, así como la gráfica representativa) tanto para el método 1 como para el método 2, sin embargo para llegar a este punto deben conocerse los valores de A, A(n) y Ks para el cálculo de velocidad de cizalla y esfuerzo de cizalla.

**Análisis Estadístico:** Análisis de Covarianza, con el fin de analizar la similitud de comportamiento entre las velocidades rotacionales y los porcentajes de torque de las diferentes réplicas. Además de pruebas de hipótesis con el fin de analizar la similitud de los datos obtenidos para los parámetros de flujo con respecto a los valores reportados por el fabricante.

### **Actividad 1a**

Evaluar la constante A para fluidos Newtonianos y A(n) para fluidos no Newtonianos del impulsor TCH.

Descripción de la actividad: En función de los resultados obtenidos en la etapa anterior, se evaluó A experimental, empleando la secuencia explicada anteriormente en el desarrollo teórico. El valor de A también se calcula a partir de la correlación propuesta por Chavan y Ulbrecht (12), ec. (6).

Por otro lado, se evaluó también la función A(n) con diversos fluidos no Newtonianos, para lo cual se empleó la secuencia explicada en el desarrollo teórico.

### **Actividad 1b**

Cálculo de Ks para el impulsor TCH empleando dos ecuaciones.

Descripción de la actividad: A partir de la bibliografía más actualizada, se puede determinar el valor de Ks por medio de dos ecuaciones: el cálculo de Ks basado en la ecuación de Brito et al (3) donde Ks es una débil función del índice de comportamiento y el cálculo basado en la ecuación de Brito et al (4) donde Ks es una fuerte función del índice de comportamiento al flujo.

Ecuaciones (7) y (11) respectivamente.

### **Actividad 1c**

Cálculo de las curvas de flujo de los estándares Newtonianos empleando las constantes A y Ks del impulsor TCH en sus diferentes relaciones (D<sub>i</sub>/D).

Descripción de la actividad. A partir de los valores de A y Ks obtenidos en las actividades 1a y 1b, se calcula los valores correspondientes de velocidad y esfuerzo de cizalla de acuerdo a la ec. (5) y (15) la secuencia marcada en el desarrollo teórico anteriormente.

#### **Actividad 1d**

Aplicar los criterios de validación, para evaluar el estado de funcionamiento y grado de confiabilidad del impulsor TCH empleando estándares Newtonianos.

Descripción de la actividad: Los criterios de validación: repetibilidad, reproductibilidad y linealidad fueron evaluados antes de la actividad 1a (puesto que en ellas se emplean los datos nativos obtenidos en las corridas experimentales) y en función de los resultados obtenidos de la actividad 1c, fue posible completar esta actividad con el criterio de exactitud. A partir de las réplicas evaluadas, se aplican diferentes tratamientos estadísticos para evaluar los criterios de validación propuestos para los impulsores, que fueron seleccionados por la clase de respuestas experimentales y por tratarse de un equipo con gran dependencia de condiciones físicas como ajuste del equipo, diseño del mismo y accesorios, así como manejo del mismo, determinando su aceptación.

El fabricante del viscosímetro Brookfield reporta algunos datos que complementan la información de la validación que son: la viscosidad mínima que se puede evaluar en este equipo es de 100 cps y la viscosidad máxima  $8 \times 10^6$  cps (límite de cuantificación) y que las lecturas mínimas que pueden tomarse son de 10% de torque para considerar la lectura confiable (límite de detección) (40).

#### **Pruebas a aplicar:**

1.- Linealidad: se aplica un análisis de regresión lineal puesto que se tiene una variable como el torque, que es función de otra, pudiéndose explicar esta relación gráficamente esperándose resultados similares a los de una recta, debido al uso de estándares Newtonianos. En base a la correlación obtenida en la relación logarítmica entre la velocidad de rotación y el % de Torque, se acepta la linealidad en la respuesta si se obtiene una

correlación superior a 0.95, considerándose este valor como representativo de una recta experimental, para impulsores en reometría, aunque en otras condiciones experimentales pudiera considerarse una recta aún con una correlación más baja.

2.- Repetibilidad: se aplica un análisis de covarianza, que explica la similitud entre diversos conjuntos de pares de datos, como los de la respuesta del torque en función de la velocidad rotacional. En base al valor de  $F_0$  resultante se determina si existe o no diferencia estadística entre las réplicas. Se evalúan y comparan las corridas obtenidas por las cuatro réplicas en similares condiciones de trabajo (temperatura, velocidades, viscosidades, equipo, etc.).

3.- Reproducibilidad: el análisis por medio de la Prueba de Hipótesis indica si existe o no diferencia estadística entre diferentes valores, ya sea conociendo o no la desviación existente. Se evalúan las pendientes obtenidas a partir de la relación logarítmica de % Torque y Velocidad rotacional para diferentes fluidos Newtonianos. Se espera obtener en todos los casos una pendiente con valor estadístico igual a 1, característico de fluidos Newtonianos.

4.- Una vez conocidas las constantes que permiten la transformación de % Torque a Esfuerzo de cizalla y de Velocidad rotacional a Velocidad de Cizalla, se aplica un análisis de Prueba de Hipótesis y se determina si los valores de viscosidad obtenidos en fluidos Newtonianos, son estadísticamente similares a los reportados por el fabricante de los estándares mencionados.

#### **Actividad 1e.**

Obtener los parámetros reológicos de fluidos reofluidizantes empleando TCH y comparar con una geometría de uso convencional (disco).

Descripción de la actividad. A partir de los valores obtenidos en la actividad 3c, y siguiendo los algoritmos propuestos para el método 1 y el método 2 (empleando el software de apoyo)

se obtienen los valores de velocidad y esfuerzo de cizalla, se realiza la gráfica de  $\text{Log } \tau$  en función del  $\text{Log } \dot{\gamma}$  donde la ordenada obtenida es el logaritmo del índice de consistencia ( $K$ ) y la pendiente representa el índice de comportamiento al flujo ( $n$ ).

**Objetivo Particular 2.** Análisis comparativo del empleo del TCH en la determinación de parámetros de flujo con referencia a las geometrías de cono-plato y disco, de uso convencional en reometría, para establecer un marco de referencia en cuanto a condiciones de trabajo.

**Meta:** Comparar los resultados de los parámetros reológicos obtenidos en geometrías convencionales en reometría (cono-plato y disco) con TCH empleando fluidos Newtonianos y no Newtonianos.

**Variables involucradas:**

\* Variables independientes: tipo de fluido:

-Newtonianos: dos estándares Brookfield (98.6 y 972cps) y glicerina pura.

-no Newtonianos: goma guar al 0.5 y 0.7%

-goma CMC-HV al 0.5, 0.7 y 1.0%

-goma xantana al 0.2%.

-Velocidad rotacional (rps)

\* Variable de respuesta: % Torque

\* Variables dependiente: Índice de comportamiento al flujo ( $n$ )

Índice de consistencia ( $K$ ) o viscosidad ( $\mu$ )

\* Constantes: Temperatura (25°C)

Tiempo entre lecturas

Número de disco y cono por fluido

Número de réplicas: 4

**Descripción de la actividad:** Para el caso de la geometría de cono, la cantidad de muestra requerida para la evaluación es muy precisa por lo tanto el instrumento con que se mida el volumen debe ser confiable y el ajuste a ceros que se realice en el aparato muy cuidadoso. En cuanto a la geometría de disco, su localización durante la colección de los datos debe ser en el centro de la muestra y sin sobrepasar la marca de inmersión.

Los datos colectados en ambas geometrías se transforman a velocidad y esfuerzo de cizalla mediante el empleo del software de apoyo, que para el caso del cono utiliza las ecuaciones establecidas para tal fin y para el caso de disco realiza la transformación siguiendo el método propuesto por Mitschka (29), obteniéndose los valores de los parámetros reológicos  $n$  y  $K$  o viscosidad, además del valor de la correlación y la gráfica correspondiente.

**Análisis Estadístico:** Análisis de Covarianza, con el fin de analizar la similitud de comportamiento entre las velocidades rotacionales y los porcentajes de torque de las diferentes réplicas.

### **Actividad 2a**

Aplicar los criterios de validación para evaluar el estado de trabajo actual de geometrías de uso convencional, empleando fluidos Newtonianos: estándares Brookfield y glicerina pura.

**Descripción de la actividad:** En función de los resultados obtenidos en las geometrías convencionales (disco y cono-plato), a partir de las réplicas evaluadas, se aplican diferentes tratamientos estadísticos para evaluar los criterios de validación propuestos para las geometrías. Tales criterios y métodos son explicados en la actividad 1d anteriormente, siendo los mismos a aplicar a las geometrías convencionales.



## **Actividad 2b**

**Comparar los resultados obtenidos a partir de las caracterizaciones reológicas en función de los criterios de validación aplicados a las dos geometrías convencionales y al impulsor TCH.**

**Descripción de la actividad.** Se analizarán los resultados obtenidos de la validación de las geometrías convencionales, emitiendo un resultado en cuanto a su confiabilidad, en comparación con los resultados obtenidos para el impulsor TCH, haciendo un análisis que involucre tanto el mayor cumplimiento de criterios como las ventajas y/o desventajas para la operación de cada geometría estudiada.

**Objetivo Particular 3.** Evaluación del empleo del TCH en la obtención de parámetros de reológicos de suspensiones, para comparar su funcionamiento, con respecto al disco en este tipo de sistemas.

**Meta:** Comparar los parámetros reológicos ( $n$ ,  $K$ ) de suspensiones, empleando geometría de disco e impulsor TCH, calculando las curvas de flujo respectivas empleando 2 métodos de cálculos, propuestos en el desarrollo teórico, a manera de elegir el método que resulte más adecuado.

**Variables involucradas:**

- \* Variables independientes: Relojía de la fase continua  
Newtoniana (glicerina pura)  
y no Newtoniana (goma guar al 0.5 y

0.7%)}

Velocidad rotacional (rps)  
Tipo (semillas de amaranto y ajonjolí) y  
concentración (0,2,5, 10 y 15%) de

sólidos en suspensión

Diám. de recipiente de TCH (5.2, 5.7, 6.1 cm)

- \* Variable de respuesta: % Torque
  
- \* Variables dependiente: Índice de comotamiento al flujo ( $n$ )  
Índice de consistencia ( $K$ ) o viscosidad ( $\mu$ )
  
- \* Constantes: Temperatura (25°C)  
Tiempo entre lecturas  
Tipo de geometría empleada

Número de réplicas: 4

**Descripción de la actividad:** Para evitar la hidratación de las semillas en suspensión se preparan las muestras unos momentos antes de realizar la colección de datos, cuidando además que el tiempo de la caracterización no sea excesivamente largo.

Con los resultados obtenidos de %Torque en función de Vel. rotacional se realiza la validación del impulsor TCH en sus distintas relaciones geométricas y de la geometría de disco, en estas nuevas condiciones de trabajo (presencia de sólidos en suspensión) y se compara su funcionamiento.

Los datos registrados son evaluados por el método aplicable a la geometría empleada, empleando el software de apoyo, que para el caso de disco emplea el método propuesto por Mitschka (29) y para el caso de TCH realiza el cálculo siguiendo los algoritmos propuestos para el método 1 y el método 2 del desarrollo teórico.

### **Actividad 3a.**

Aplicar los criterios de validación, para evaluar el funcionamiento y la confiabilidad del impulsor TCH en sus distintas relaciones geométricas y de la geometría de disco en modelos de suspensión.

Descripción de la actividad: Se aplican los criterios de Linealidad y Repetibilidad, explicados en el Objetivo Particular 1. Las pruebas de reproducibilidad y exactitud no se pueden realizar debido a que no existe un estándar o parámetro de referencia de suspensiones, que sirva como apoyo a las pruebas omitidas.

### **Actividad 3b.**

Evaluar los parámetros reológicos ( $n$ ,  $K$  o  $\mu$ ) de dos modelos de suspensión empleando impulsor TCH y Disco, para evaluar su funcionamiento en suspensiones.

Descripción de la actividad: Durante la colección de datos el TCH debe girar en el centro del recipiente de la muestra sin rozar con las paredes ni el fondo, en este punto se debe verificar que el tamaño de la semilla empleada sea menor al espacio entre el impulsor y el recipiente para que no sea obstruido el giro del mismo, además la muestra debe prepararse momentos antes de iniciar la caracterización para evitar la hidratación de las semillas y por este motivo el tiempo de la misma no debe ser excesivo. En cuanto a la geometría de uso convencional se tiene lo siguiente: durante la colección de datos la localización del disco debe ser en el centro de la muestra y sin sobrepasar la marca de inmersión.

Los datos registrados con el TCH en los tres recipientes son evaluados por medio de los métodos 1 y 2 que siguen el algoritmo propuesto por Arriaga et al (1) y los datos registrados con el disco son utilizados para el cálculo de los correspondientes parámetros reológicos por medio del método propuesto por Mitschka (29) para obtener en ambos casos, a partir de la velocidad rotacional y del % de Torque, los valores de Velocidad y Esfuerzo

de cizalla, empleándose software de apoyo, obteniéndose los valores de los parámetros reológicos  $n$  y  $K$  o viscosidad, además del valor de la correlación y la gráfica correspondiente.

**Análisis Estadístico:** Análisis de Covarianza, con el fin de analizar la similitud de comportamiento entre las velocidades rotacionales y los porcentajes de torque de las diferentes réplicas.

**CAPITULO**

**III**

**RESULTADOS**

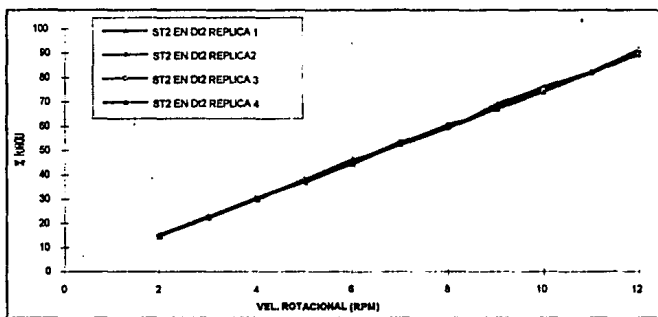
**Y**

**DISCUSION**

## RESULTADOS Y DISCUSION

**Validación del impulsor TCH con fluidos de fase continua para la obtención de curvas de flujo.**

A continuación se presenta la gráfica 1, representativa de la forma de las gráficas obtenidas con TCH al evaluar los fluidos Newtonianos estudiados, y estos datos fueron empleados para evaluar tres de los cuatro criterios de validación para este impulsor, cuyos resultados se tomaron en cuenta para proseguir con el estudio.



**Gráfica 1:** %Torque vs Vel. Rotacional obtenidos con TCH con un estándar Newtoniano.

Los resultados de las tablas 1 y 2, así como lo reportado para repetibilidad, son representativos de los dos estándares empleados.

**TABLA 1: RESULTADOS DE LINEALIDAD (REGRESION LINEAL).**

DIAM. VASO	VALOR ESPERADO	VALOR OBTENIDO	ACEPTACION
D13	$r^2 = 1,0$	$r^2 = 0,999953$	SI
D12	$r^2 = 1,0$	$r^2 = 0,999586$	SI
D11	$r^2 = 1,0$	$r^2 = 0,999942$	SI

De la tabla 1 tenemos que los valores obtenidos para el coeficiente de regresión ( $r^2$ ) que se tienen son muy próximos a 1 y por lo tanto los valores experimentales de %Torque y Vel. rotacional ajustan a una línea recta cuando se expresan en forma logarítmica, que es como usualmente los fluidos de la ley de la potencia son linealizados.

**TABLA 2: RESULTADOS DE REPRODUCTIBILIDAD (PRUEBA DE HIPOTESIS).**

DIAM. VASO	VALOR ESPERADO	VALOR OBTENIDO	ACEPTACION
D13	n = 1.0	n =0.9995	SI
D12	n = 1.0	n =0.99943	SI
D11	n = 1.0	n =0.9988	SI

Para completar los resultados en este criterio, se empleó glicerina pura

En cuanto a los resultados de reproductibilidad se tiene que se emplearon fluidos Newtonianos de distinta viscosidad para evaluar el trabajo del impulsor TCH para este criterio, se tomaron de la regresión lineal de %Torque y Vel. rotacional los valores de las pendientes, que en este caso esperábamos fuera igual a 1 y se les hizo una prueba de hipótesis para comprobar si los valores de pendiente obtenidos con los distintos fluidos en un mismo diámetro de recipiente eran estadísticamente iguales a 1, y en la tabla puede observarse que así fue, por lo que se puede considerar aceptable el trabajo del impulsor TCH en este criterio.

Para el criterio de repetibilidad se realizan análisis de covarianza para las cuatro réplicas obtenidas en cada variación experimental tanto en fluidos Newtonianos como en no Newtonianos y se encuentra en todos los casos que el valor de  $F_{calc.}(19,81)0.95$  (entre  $6.33 \times 10^{-3}$  y 0.77) es menor al valor de  $F(19,81)0.95 = 1.7145$  obtenido en tablas y se concluye entonces que las lecturas de % torque obtenidas para cada velocidad de

rotación son iguales estadísticamente y por lo tanto el TCH con sus tres relaciones geométricas da resultados repetibles.

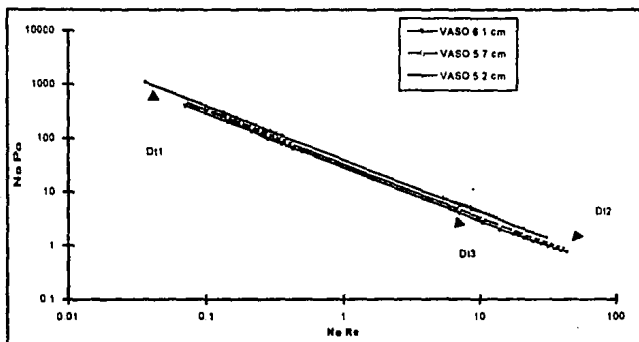
### 1.1 Obtención de la constante geométrica para fluidos Newtonianos (A) en diferentes relaciones geométricas $D_1/D$ .

En función de los resultados obtenidos en los criterios de validación anteriormente citados, se procedió al cálculo de las curvas de Poder con dos estándares Newtonianos cuyas propiedades se reportan en la tabla 3:

**TABLA 3: CARACTERÍSTICAS DE FLUIDOS NEWTONIANOS**  
(datos experimentales)

FLUIDO	PARAMETROS		GEOMETRIA DE EVALUACION DE VISCOSIDAD
	$\rho$ ( $\text{Kg/m}^3$ )	$\mu$ (cp)	
ESTANDAR 1 <sup>1</sup>	967.8	104.08	Disco (RV1)
ESTANDAR 2 <sup>2</sup>	961.7	1138.5	Disco (RV2)

Los resultados obtenidos de la constante geométrica A empleada para cálculos viscométricos del impulsor TCH, se resumen a continuación:



**Gráfica 2.** Curvas de Poder experimentales para fluidos Newtonianos

<sup>1</sup> El fabricante declara una viscosidad de 98.6 cps como especificación.

<sup>2</sup> El fabricante declara una viscosidad de 972 cps como especificación



La gráfica 2 representa las curvas de Poder para fluidos Newtonianos obtenidos para los diferentes recipientes, observándose que se mantienen paralelas entre si con pendientes muy cercanas a -1 (tabla 4) lo que implica que los datos se obtuvieron trabajando en régimen laminar, lo cual es condición para considerar válidos los resultados obtenidos, aún cuando se tuvieron Re mayores de 10, se mantiene la linealidad de la relación de Poder ( $r^2 = 0.989$ ).

Así mismo se encontró que el valor de A disminuye al aumentar el diámetro de recipiente, lo cual implica un mayor consumo de energía para un mismo Re al disminuir el diámetro de recipiente, esto se debe a que la proximidad entre el impulsor y la pared del recipiente es mayor y por lo tanto se requiere un mayor Torque para mover el impulsor.

**TABLA 4: VALORES DE A EXPERIMENTALES Y TEORICOS OBTENIDOS CON ESTANDARES NEWTONIANOS**

Diam. Vaso	A teórica	A experimental	% diferencia	Pendiente	Rango Re
Dt1	229.96	254.32	9.57	-0.998	.06-50
Dt2	187.24	211.81	11.60	-0.993	.09-60
Dt3	165.25	181.61	9.01	-0.999	.09-40

Los valores de A obtenidos experimentalmente se ajustan razonablemente a los calculados por la ec. (6) (Ateórica), presentando una diferencia entre 9 y 11.6%. Esto permite concluir que si no se cuenta con estándares Newtonianos, es posible calcular esta constante mediante dicha ecuación, para lo cual únicamente se requiere conocer los datos de la geometría del sistema.

## 1.2 Obtención de la constante geométrica para fluidos Reofluidizantes [A(n)] en diferentes relaciones geométricas Dt/D.

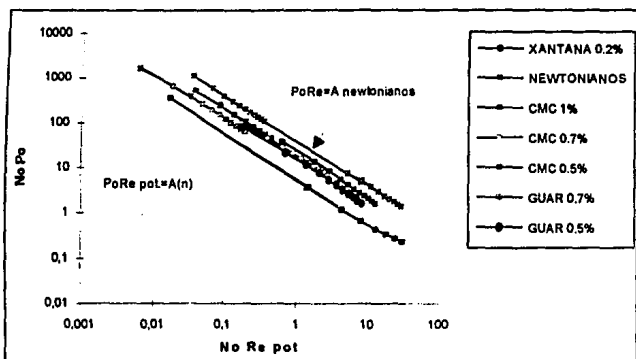
Para obtener esta relación, se utilizaron 6 fluidos con características reofluidizantes, los cuales fueron seleccionados a manera de cubrir un rango lo más amplio posible de valores de índice de comportamiento (n). Los fluidos y sus correspondientes valores de n se muestran en la tabla 5.

**TABLA 5: INDICE DE COMPORTAMIENTO (n) DE FLUIDOS REOFLUIDIZANTES<sup>1</sup>**

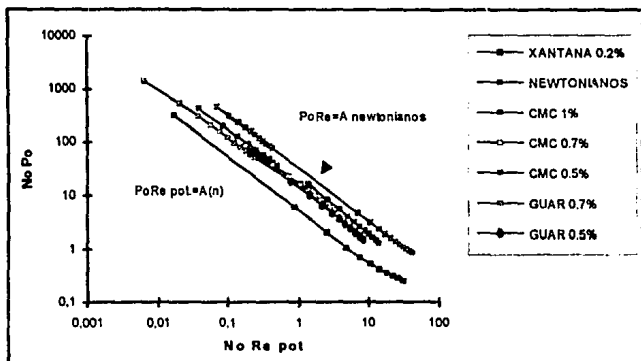
FLUIDO	I. C. (n)
XANTANA 0.2%	0.378
GUAR 0.7%	0.653
GUAR 0.5%	0.741
CMC-HV 0.7%	0.817
CMC-HV 1%	0.822
CMC-HV 0.5%	0.934

Para cada uno de estos fluidos se obtuvieron las curvas de Poder en cada una de las relaciones geométricas, empleando el Reynolds de la Potencia definido en la ec.(16) con objeto de evaluar el valor de la constante geométrica de cada fluido, el cual depende del valor de n (gráficas 3, 4 y 5). En la tabla 6 se resumen resultados obtenidos para la constante geométrica para los fluidos trabajados, así como los valores de Re en los que se obtuvieron los resultados.

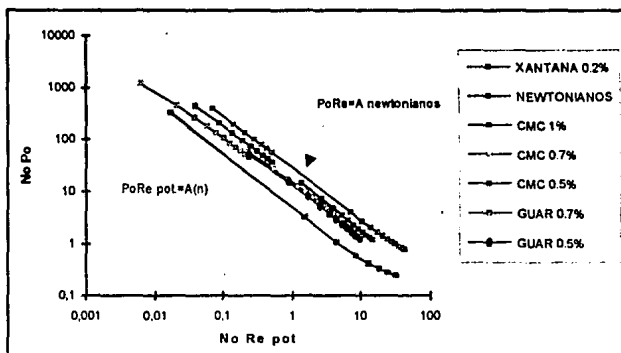
<sup>1</sup> Obtenidos en geometría de disco.



Gráfica 3. Curvas de Poder para fluidos no Newtonianos (Dt1 = 5.2 cm.)



Gráfica 4. Curvas de Poder para fluidos no Newtonianos (Dt2 = 5.7 cm.)



Gráfica 5. Curvas de Poder para fluidos no Newtonianos ( $Dt_3 = 6.1 \text{ cm.}$ )

TABLA 6. VALORES DE  $A(n)$  OBTENIDOS CON FLUIDOS REOFLUIDIZANTES

n	Dt1			Dt2			Dt3		
	A(n)	Re	Pend.	A(n)	Re	Pend.	A(n)	Re	Pend.
0.378	36.88	0.02-60	-0.98	34.99	0.02-60	-0.97	33.99	0.02-60	-0.97
0.653	81.93	0.008-0.3	-0.989	90.35	0.008-0.3	-0.98	92.49	0.09-0.6	-0.988
0.741	80.3	0.2-10	-0.99	85.64	0.2-9	-0.989	97.33	0.4-10	-0.99
0.817	90.85	0.2-3	-0.99	102.42	0.2-7	-0.99	118.44	0.4-7	-0.99
0.822	120.39	0.03-0.5	-0.99	117.43	0.05-0.9	-0.99	132.83	0.07-0.9	-0.99
0.934	125.04	0.9-11	-0.99	143.45	0.3-12	-1.03	159.66	3-12	-1

En esta parte, hay que notar que en la zona de  $Re > 10$ , la recta de la Xantana tiene una ligera tendencia a perder la linealidad, sin embargo la pendiente resultante sigue siendo próxima a -1 y por lo tanto sí se considero en los siguientes cálculos, además, este fluido es

el que tiene el valor de  $n$  menor, lo que permitió ampliar el rango para el cálculo de la función  $A(n)$ .

Con los datos de la tabla 6, se obtuvieron para cada diámetro de recipiente, los modelos matemáticos que definen la dependencia de la constante geométrica para fluidos no Newtonianos  $[A(n)]$  en función de  $n$ , de acuerdo al algoritmo de regresión no lineal propuesta por Brito et al. (4) en la ec. 10; el cual tiene la forma:

$$A(n) = ab^{n-1}c^{n-1/n}$$

y cuyas ecuaciones corresponden a:

**DIAMETRO DE VASO**

**ECUACION**

Dt1 = 5.2 cm.

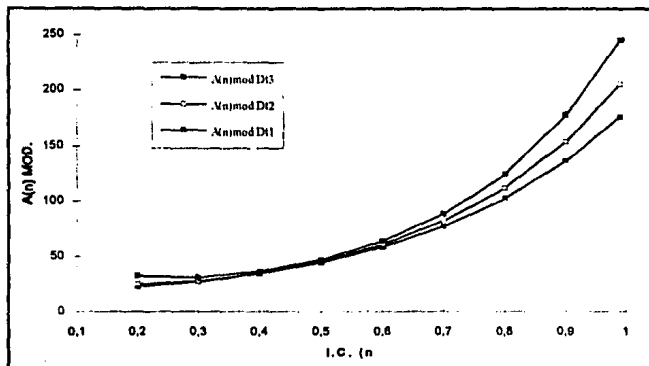
$$A(n) = 254.32[49.66415^{(n-1)}][0.764294^{(n-1/n)}]$$

Dt2 = 5.7 cm.

$$A(n) = 211.81[28.4708^{(n-1)}][0.873052^{(n-1/n)}]$$

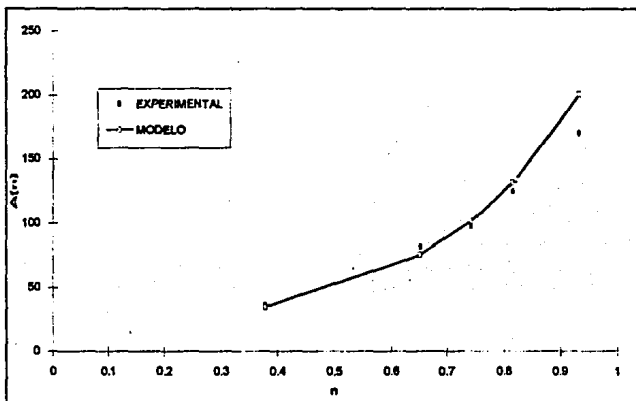
Dt3 = 6.1 cm.

$$A(n) = 181.61[19.06646^{(n-1)}][0.931349^{(n-1/n)}]$$

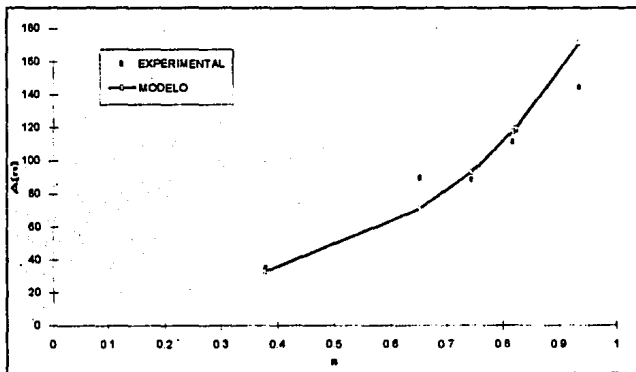


**Gráfica 6:** Representación de los modelos propuestos para  $A(n)$  en los tres diámetros de recipiente.

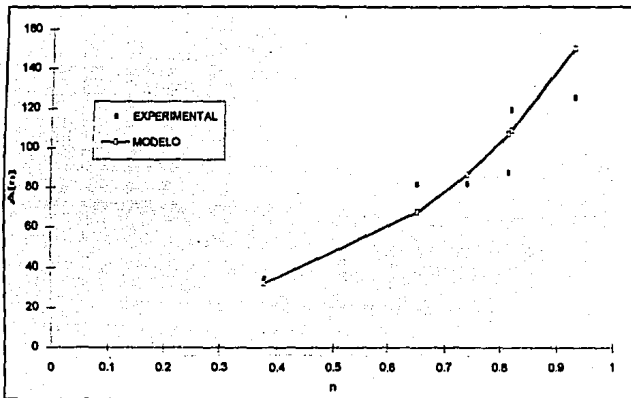
y las representaciones gráficas de estos modelos y los datos experimentales correspondientes se muestran en las gráficas 7, 8 y 9.



Gráfica 7. Representación del modelo propuesto y datos experimentales para  $A(n)$  (Dt1)



Gráfica 8. Representación del modelo propuesto y datos experimentales para  $A(n)$  (Dt2)

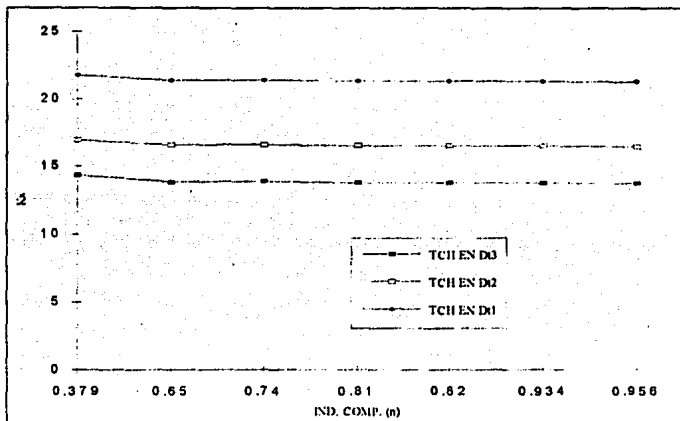


**Gráfica 9.** Representación del modelo propuesto y datos experimentales para  $A(n)$  (Dt3)

Los resultados concuerdan satisfactoriamente con los obtenidos por Brito (4), obteniéndose que el valor de la constante  $a$  de la ecuación 10 resulta igual a la constante geométrica correspondiente para cada diámetro obtenidas experimentalmente para fluidos Newtonianos, así mismo se observa que los valores de  $A(n)$  son menores al disminuir el índice de comportamiento y al igual que en el caso de fluidos Newtonianos, la constante geométrica disminuye al aumentar el diámetro del recipiente.

### 1.3 Evaluación de $K_s$

El cálculo de esta constante, se efectuó empleando dos ecuaciones, la primera de ellas (ec. 7) propuesta por Brito et al. (3), muestra que  $K_s$  depende de la geometría del sistema de medición y del valor del índice de comportamiento del fluido. Los resultados se presentan en forma gráfica para los tres diámetros de recipientes usados en la experimentación (gráfica 10):

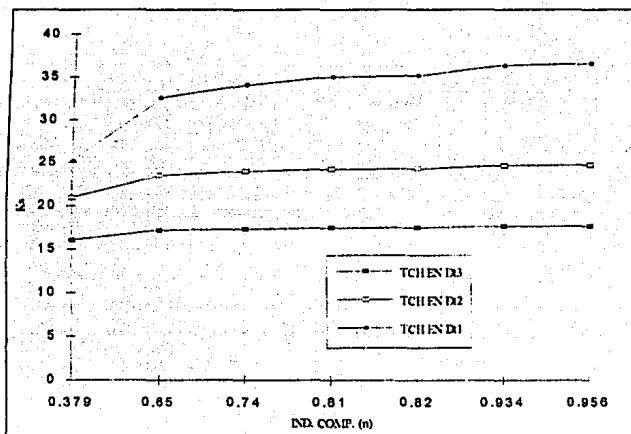


**Gráfica 10.** Ks calculada por la ec. 7 para TCH con 3 relaciones geométricas

Se observa que mientras  $n$  se incrementa, el valor de  $K_s$  tiende a permanecer constante, lo que implica que bajo estas circunstancias,  $K_s$  depende principalmente de la geometría del sistema, de forma que, al disminuir el diámetro, ésta incrementa su valor. Dado que, de acuerdo al concepto de Metzner y Otto (27), la velocidad de cizalla es directamente proporcional a  $K_s$ , según la ec. 5, se puede decir, que al disminuir el diámetro éste valor será mayor y por tener mayor proximidad al diámetro del recipiente, también debe esperarse mayor uniformidad en la distribución de velocidades.

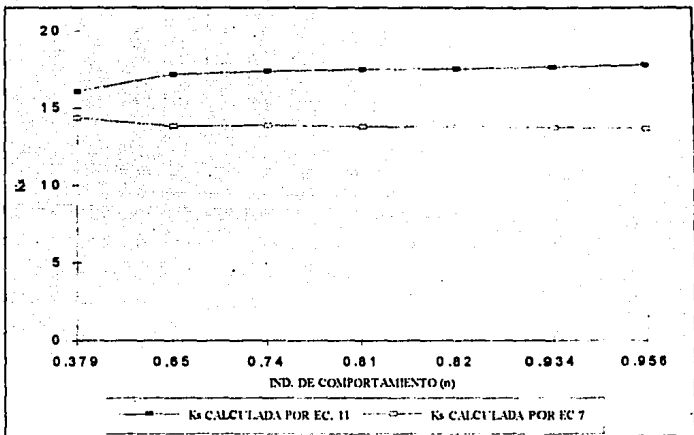
Por otro lado, según la ec. 11, propuesta por Brito et al. (4) y utilizando los parámetros  $a$ ,  $b$  y  $c$ , obtenidos para los diferentes diámetros de recipientes, se calcularon los valores de  $K_s$  como una función de  $n$  y de la geometría del sistema. Los resultados se muestran en la gráfica 11, donde se puede observar que la forma de las curvas tiene una tendencia diferente en cuanto a que  $K_s$  tiene una dependencia con respecto a  $n$ , aumentando su valor al incrementarse  $n$ .





**Gráfica 11.**  $K_s$  calculada por la ec. 11 para TCH con 3 relaciones geométricas

Por otro lado, en todos los casos los valores obtenidos para  $K_s$  con la última ecuación resultan mayores, según se observa en la gráfica 12, lo que implica valores mayores de velocidad de cizalla para valores iguales de  $Re$  trabajados.



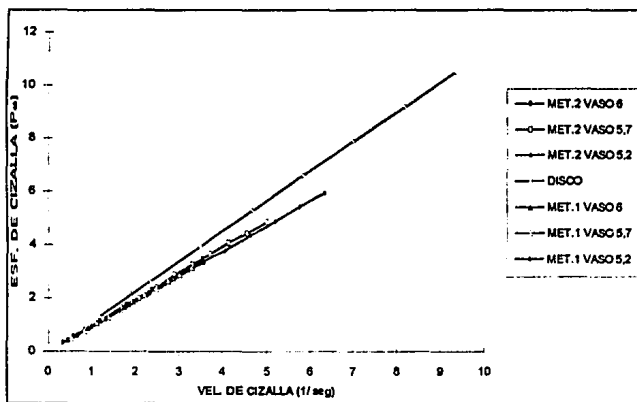
**Gráfica 12.**  $K_s$  como función del Índice de Comportamiento al flujo

#### 1.4 Cálculo de curvas de flujo para fluidos Newtonianos

La obtención de curvas de flujo de estándares Newtonianos con el impulsor TCH se realiza en base al algoritmo propuesto por Arriaga et al. (1) con la variante de emplear valores de  $K_s$  obtenidos por las ecuaciones propuestas por Brito et al. (3) (método 1) y Brito et al. (4) (método 2). Se presentan también curvas de flujo de estos fluidos con una geometría de uso convencional (disco) para comparar la proximidad entre los resultados obtenidos con ambas geometrías.

Con respecto a la comparación con otras geometrías se presentan los siguientes gráficos que muestran la comparación con geometría de disco, cabe aclarar aquí que aunque se considera más recomendable la comparación con geometría de cono-plato esta no se presenta pues los rangos de velocidad de cizalla que se mantuvieron en esta geometría

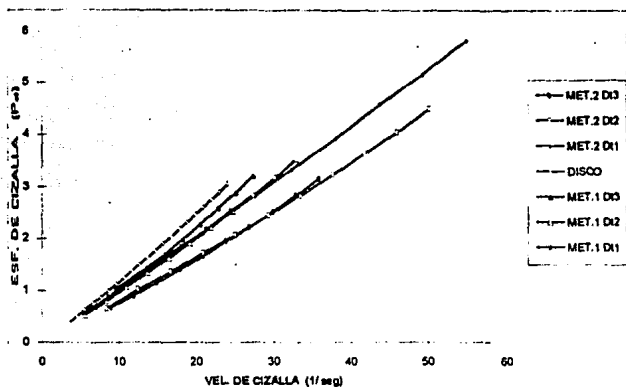
sobrepasan por mucho las alcanzadas con el impulsor TCH y aún con la geometría de disco, por lo cual la comparación no resulta satisfactoria.



**Gráfica 13.** Curvas de flujo para estándar de alta viscosidad para TCH con dos métodos de cálculo y disco

En esta gráfica se puede observar que el rango de velocidad de cizalla que alcanza la geometría de disco con estándar Brookfield de alta viscosidad (972 cps) es mayor que la que se obtiene con TCH con cualquiera de los dos métodos empleados, por otro lado su pendiente (en este caso la viscosidad del fluido) es mayor también.

En cuanto al impulsor TCH con sus tres relaciones geométricas se tiene lo siguiente: la pendiente de las curvas de flujo obtenidas con los dos métodos y rel. geométricas es muy similar entre sí, los valores mayores de velocidad de cizalla se obtienen con el método 2 para las menores relaciones geométricas (vasos D1 y D12).



**Gráfica 14.** Curvas de flujo para estándar de baja viscosidad para TCH con dos métodos de cálculo y disco

Para el estándar Brookfield de baja viscosidad (98.6 cps) los resultados difieren de los anteriores, en este caso el rango de velocidad de cizalla mayor se alcanza con TCH empleando el método 2 y tiene una tendencia a disminuir el mismo cuando aumenta la relación geométrica  $Dt/D$  y las pendientes tienen valor diferente para los dos métodos y relaciones geométricas; empleando el método 1 se obtiene la curva con pendiente más cercana a la de disco (vaso  $Dt3$ ) y también se tienen velocidades de cizalla mayores a la geometría de disco, y esta última tiene el valor más alto de pendiente.

La siguiente tabla muestra los datos obtenidos de la caracterización reológica de los estándares Newtonianos Brookfield con TCH con los dos métodos propuestos y las tres relaciones  $Dt/D$  estudiadas:

**TABLA 7: PARAMETROS REOLOGICOS OBTENIDOS PARA ESTANDARES BROOKFIELD CON TCH EN TRES RELACIONES GEOMETRICAS (Dt/D).<sup>1</sup>**

METODO	DIAM. VASO	ESTANDAR 1 BROOKFIELD		ESTANDAR 2 BROOKFIELD	
		I.C. (n)	$\mu$ (Pa.s)	I.C. (n)	$\mu$ (Pa.s)
1	Dt3	1.08	0.0811	0.9924	0.9754
	Dt2	1.05	0.0872	0.995	0.971
	Dt1	0.99	0.0972	1.0	0.9451
2	Dt3	1.001	0.0646	0.9984	0.9826
	Dt2	1.05	0.0720	1.0	0.9648
	Dt1	1.08	0.0981	0.9988	0.9554

De la tabla 7 se puede observar que para el estándar de baja viscosidad se tienen los mejores resultados (no importando el método empleado para su cálculo) cuando se utiliza el recipiente de diámetro Dt1 y que los resultados se alejan más cuando aumenta el diámetro de vaso.

Mientras que para el estándar de alta viscosidad los mejores resultados se tienen cuando se emplea el diámetro mayor (Dt3) e incluso el diámetro intermedio y los valores más lejanos al reportado por el fabricante se tienen cuando se trabaja con el diámetro más pequeño, indistintamente del método que se utilice para su cálculo.

### 1.5 Aplicación de los criterios de validación en el impulsor TCH

Una vez que se obtuvieron las curvas de flujo de estándares Brookfield se tiene la información para completar la validación del impulsor TCH con tres relaciones geométricas Dt/D.

<sup>1</sup> Estándar 1 Brookfield: 0.0986 Pa s; estándar 2 Brookfield: 0.972 Pa s. Dt3 se refiere al vaso de 6.1 cm, Dt2 al de 5.7 cm y Dt1 al de 5.2 cm

La tabla 8 muestra los resultados con TCH empleando dos métodos de cálculo propuestos. A continuación se presentan los resultados:

**TABLA 8: RESULTADOS DE EXACTITUD (PRUEBA DE HIPOTESIS).<sup>1</sup>**

METODO	DIAMETRO	DIFERENCIA SIGNIFICATIVA	
	DE VASO	ESTANDAR 1	ESTANDAR 2
1	Dt3	SI	NO
	Dt2	SI	NO
	Dt1	NO	SI
2	Dt3	SI	NO
	Dt2	SI	SI
	Dt1	NO	SI

Para el método 2 empleando el estándar de alta viscosidad en Dt2, no se encontró diferencia estadística altamente significativa.

El criterio de exactitud se cumple en condiciones particulares de trabajo: diámetro de vaso y viscosidad del fluido. En la gráfica 14 se observan diferencias entre las pendientes calculadas con los dos métodos y cada relación geométrica, para un fluido de baja viscosidad, mientras que en la gráfica 13, para un fluido de alta viscosidad, se observa que el efecto de la viscosidad sobre el sistema predomina ya que las pendientes son similares entre sí, aún con diferente relación geométrica, a excepción del vaso de 5.2 cm (Dt1), en donde se denota más la diferencia posiblemente debido a la dificultad de manejo por la viscosidad del fluido y el tamaño pequeño del recipiente. Sin embargo se puede afirmar que el trabajo del TCH es confiable con fluidos Newtonianos.

De acuerdo a los resultados obtenidos en el criterio de exactitud, es prematuro seleccionar en este momento un método de cálculo de curvas de flujo para continuar el

<sup>1</sup> Los resultados reportados para Dt1 se refieren a estándar 1 Brookfield y los de Dt2 y Dt3 se refieren a estándar 2 Brookfield

trabajo con fluidos no Newtonianos, así que se reportaran resultados de ambos métodos en las actividades siguientes.

### **1.6 Obtención de curvas de flujo de fluidos no Newtonianos.**

Se reportan los resultados para siete fluidos no Newtonianos en la siguiente tabla:

**TABLA 9: PARAMETROS REOLOGICOS DE FLUIDOS REOFLUIDIZANTES OBTENIDOS CON DISCO Y TCH CON TRES RELACIONES GEOMETRICAS Y DOS METODOS DE CÁLCULO.**

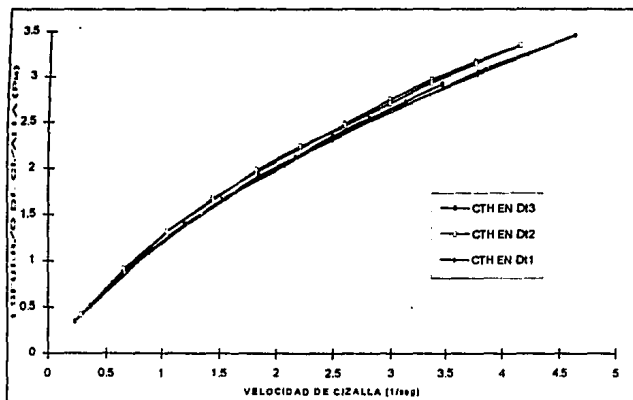
		IMPULSOR						
		DISCO	TORNILLO CINTA HELICOIDAL					
			*	METODO 1			METODO 2	
FLUIDO	PARA-METROS		Dt3	Dt2	Dt1	Dt3	Dt2	Dt1
XANTA-NA 0.2%	n	0.38	0.42	0.44	0.399	0.42	0.44	0.399
	K (Pa.s <sup>n</sup> )	0.51	0.47	0.43	0.49	2.48	2.67	3.73
GUAR 0.7%	n	0.654	0.78	0.749	0.735	0.78	0.73	0.73
	K (Pa.s <sup>n</sup> )	1.385	1.16	1.22	1.171	2.29	2.96	3.42
GUAR 0.5%	n	0.738	0.7358	0.724	0.704	0.7358	0.724	0.704
	K (Pa.s <sup>n</sup> )	0.397	0.343	0.335	0.352	0.773	0.884	1.14
CMC-HV 0.7%	n	0.817	0.864	0.862	0.85	0.864	0.862	0.85
	K (Pa.s <sup>n</sup> )	0.492	0.41	0.42	0.42	0.57	0.61	0.71
CMC-HV 1.0%	n	0.78	0.855	0.862	0.85	0.864	0.862	0.85
	K (Pa.s <sup>n</sup> )	1.36	1.01	0.853	0.899	1.59	1.38	1.81
CMC-HV 0.5%	n	0.934	0.889	0.854	0.856	0.889	0.854	0.856
	K (Pa.s <sup>n</sup> )	0.285	0.194	0.203	0.198	0.274	0.343	0.358

\*nota: parámetros obtenidos con el método propuesto por Mitschka (29).

De la tabla anterior se desprenden la siguientes observaciones: los valores para n (índice de comportamiento) obtenidos con TCH en un mismo diámetro para los dos métodos es igual y la diferencia entre diámetros no sobrepasa el 7% para un mismo fluido, por otro lado al comparar los valores de n de TCH con los obtenidos con disco se tiene

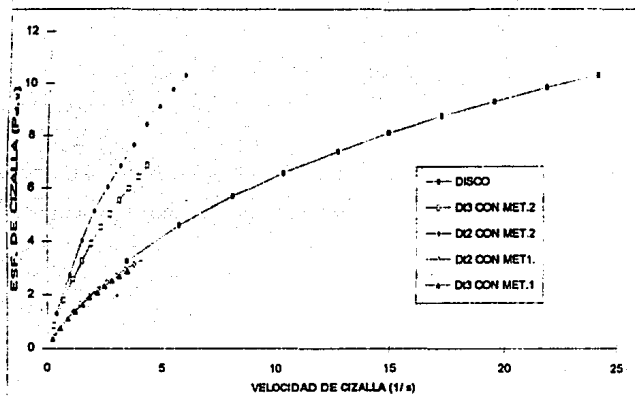


que en todos los diámetros y para los dos métodos los valores de TCH son mayores que los de disco (diferencias entre 0.5 y 10%, en la mayor parte de los casos).



**Gráfica 15.** Curvas de flujo de goma Guar 0.7 % de geometría helicoidal en 3 recipientes de diferente diámetro calculadas con el método 1.

Para **K** (índice de consistencia) los resultados son distintos, pues al hacer un primer análisis entre los métodos de cálculo para TCH se observa que los valores obtenidos con el método 2 son mayores que los del método 1 en más del 30% y en el caso de xantana al 0.2% hasta en 80%, y las diferencias crecen cuando se reduce el diámetro de recipiente. En cuanto a las diferencias con disco, las mayores diferencias se dan cuando se trabaja con el método 2 y el diámetro 1 (arriba del 40%), pero la generalidad tiene más del 20% de diferencia. Para el método 1, se tiene que los resultados obtenidos en curvas de flujo para las tres relaciones geométricas son muy similares (gráfica 15) y comparando con disco se tiene que existen diferencias menores al 20% en la mayoría de los casos. En la gráfica 16 de curvas de flujo para goma guar al 0.7% obtenidas con disco y TCH con los dos métodos se aprecian mejor lo anterior:



**Gráfica 16.** Curvas de flujo de goma Guar 0.7 % con disco y TCH en dos geometrías y dos métodos de cálculo.

En la gráfica 16 se aprecia que las diferencias entre el disco y el TCH en cuanto al rango de velocidad de cizalla resultante, observándose que las curvas de flujo calculadas por el método 1 son más cercanas a la curva obtenida con disco, aun cuando el rango de la velocidad de cizalla es cinco veces menor al que se tiene con disco. También se observa que las curvas coinciden a lo largo de aproximadamente el 80 % de la curva y que las curvas obtenidas con el método 2 no coinciden con éstas e incluso tiene valores de esfuerzo de cizalla superiores en todos los puntos.

**2. Análisis comparativo del empleo del TCH en la determinación de parámetros de flujo con referencia a dos geometrías de uso convencional en reometría (cono-plato y disco) para establecer un marco de referencia en condiciones de trabajo.**

**2.1 Aplicación de criterios de validación en geometrías convencionales.**

Para la validación de las geometrías convencionales se siguió el mismo procedimiento que el empleado para validar el impulsor TCH, los resultados en cuanto a linealidad se muestran en la tabla siguiente:

**TABLA 10: Resultados de linealidad (regresión lineal)**

IMPULSOR	VALOR IDEAL	VALOR OBTENIDO	ACEPTACION
CP40	$r^2=1$	$r^2=0.999915$	SI
CP52	$r^2=1$	$r^2=0.999989$	SI
RV1	$r^2=1$	$r^2=0.999602$	SI
RV2	$r^2=1$	$r^2=0.999971$	SI

La tabla 10 muestra los resultados obtenidos en cuanto al criterio de linealidad para geometrías de uso convencional y se tiene que para ambas geometrías se cumple este criterio, pues los valores de  $r^2$  obtenidos son muy cercanos a 1, lo cual indica que los puntos ajustan bien a una línea recta.

**TABLA 11: Resultados de reproductibilidad (prueba de hipótesis)**

IMPULSOR	VALOR IDEAL	VALOR OBTENIDO	ACEPTACION <sup>1</sup>
CP52	$n=1$	$n=0.992240$	SI
RV2	$n=1$	$n=0.994637$	SI

<sup>1</sup> Con  $\alpha=0,05$  y  $\alpha=0,01$

En este caso tenemos que los valores de pendiente obtenidos son muy cercanos a 1, lo cual comprobado mediante una prueba de hipótesis, implica que las geometrías convencionales trabajan adecuadamente con fluidos de distinta viscosidad.

Para el criterio de repetibilidad tenemos que los valores de  $F_{calc(19,81)0.95}$  (entre  $7.15 \times 10^{-4}$  y  $6.32 \times 10^{-3}$ ) son menores en todos los casos al valor de  $F_{(19,81)0.95}$  (1.7145) reportado en tablas, por lo cual concluimos que tanto el disco como la geometría de cono-plato cumplen con este criterio.

**TABLA 12: Resultados de exactitud (prueba de hipótesis)**

IMPULSOR	DIFERENCIA SIGNIFICATIVA
CP 40	NO
CP 52	SI
RV 1	SI
RV 2	SI

Del criterio de exactitud se tiene lo siguiente: la geometría de disco es inexacta, en parte debido a la generación de una importante zona estática alrededor de esta [ el fabricante (40) recomienda usar un vaso de precipitado de 600 ml, que es con el que sugiere calibrar el instrumento además]; la consecuencia directa es un perfil de velocidades heterogéneo y por lo tanto se obtienen valores con un margen de error que puede ser apreciable de acuerdo a las condiciones de aplicación del disco. Por ejemplo, el fabricante recomienda que las lecturas sean lo más cercanas al 100 sobre la escala, ya que conforme éstas se aproximan a 0 la precisión y la reproductibilidad disminuyen, aún para fluidos Newtonianos. Otro factor que aquí interviene es que el método empleado para obtener los parámetros reológicos es un método aproximado.

En el caso de la geometría de cono-plato, la exactitud de los resultados se altera por dos causas importantes: la habilidad del operador y las características de diseño del sistema. Por ejemplo, el tamaño de muestra sugerido por el fabricante es de 0.5 ml, mas cualquier

alteración en esta cantidad, repercute directamente en el torque registrado, presentándose en algunas ocasiones que inclusive la muestra sugerida sea superior a la necesaria, puesto que se observa mojada la parte superior del cono, siendo que solo debe mojarse la base; por otro lado, el ajuste de la aproximación entre el cono y el plato, es muy variable de acuerdo a la habilidad del operador, repercutiendo en el torque registrado y por consecuencia en la viscosidad.

## **2.2 Comparación de geometrías convencionales con el impulsor TCH.**

De acuerdo a estos resultados y los obtenidos en la validación del TCH tenemos que: las tres geometrías tienen un trabajo confiable en lo que se refiere a los criterios de linealidad, repetibilidad y reproductibilidad, y que el único criterio en el que muestran diferencia es en el de exactitud y por las condiciones de operación de cada geometría podemos considerar que el impulsor TCH tiene ventaja sobre las otras geometrías pues tienen menor dificultad de manejo que el cono-plato y nos reporta resultados exactos (lo que el disco no), cuidando las condiciones de viscosidad que manejamos para cada diámetro de recipiente. La geometría de cono-plato, por su diseño, no permite observar si la superficie del cono está demasiado envuelta por la muestra, cuestión que puede llevar a obtener parámetros inexactos, además de que por el pequeño espacio existente, no puede permitir la evaluación de sistemas con partículas en suspensión; lo anterior refuerza las ventajas del impulsor TCH, pues sin menospreciar los resultados obtenidos en la geometría de cono-plato, es necesario reconocer las limitantes expuestas.

## **3. Evaluación del empleo del TCH en la obtención de parámetros reológicos de suspensiones, para comparar su funcionamiento con respecto a la geometría de disco.**

Para obtener los parámetros de flujo de suspensiones primero debió validarse el trabajo del TCH en dos de sus tres relaciones geométricas (puesto que el Dtl tiene

limitaciones con respecto a los tamaños de partículas empleados, que obstaculizan el giro del mismo) y de la geometría de Disco con este tipo de sistemas con partículas en suspensión y se aplicaron dos criterios de trabajo: repetibilidad y linealidad.

### 3.1. Aplicación de los criterios de validación a TCH y Disco en sistemas con partículas en suspensión.

#### 3.1.1 Aplicación de los criterios de validación a TCH.

La aplicación de los criterios de validación seleccionados: repetibilidad y linealidad para complementar la información acerca del funcionamiento y confiabilidad del TCH en modelos de suspensión arroja los siguientes resultados.

**TABLA 13. LINEALIDAD (REGRESION LINEAL)**

		VALOR IDEAL	VALOR OBTENIDO	ACEPTADO
Dt	[SEMILLA]			
2	0	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9962$	SI
	2	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9967$	SI
	5	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9952$	SI
	10	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9953$	SI
	15	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9957$	SI
3	0	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9971$	SI
	2	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9963$	SI
	5	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9964$	SI
	10	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9929$	SI
	15	$r^2 = 1$	$r^2 = 0.9956$	SI

La tabla 13 resume los resultados de la prueba de linealidad para las suspensiones de goma guar al 0.5% con semillas de ajonjolí, pero para los otros modelos trabajados (goma guar al 0.7% y glicerina-amaranto) los resultados tienen un alto valor de regresión, lo que implica que aún en este tipo de sistemas con partículas en suspensión el TCH tiene un trabajo aceptable, pues los datos obtenidos de %Torque vs Vel. rotacional al ser graficados en coordenadas logarítmicas se ajustan a una línea recta.

En cuanto a la prueba de repetibilidad evaluadas por análisis de covarianza para todos los sistemas con partículas en suspensión (de fase continua Newtoniana y no Newtoniana y todas las concentraciones de semilla estudiadas) se encuentra que el valor de la  $F_{calc.}(19,81)_{0.95}$  (entre  $6.6 \times 10^{-3}$  y 0.1) es menor al valor de la  $F_{(19,81)0.95}$  (1.7145) reportada en tablas y esto indica que las lecturas reportadas para las diferentes réplicas en cada una de las velocidades trabajadas son iguales y el TCH en sus dos relaciones geométricas cumple con este criterio.

De lo anterior se desprende que el trabajo del TCH en las dos relaciones geométricas probadas para obtener curvas de flujo en modelos de suspensión es confiable en estos sistemas alimenticios.

### **3.1.2 Aplicación de los criterios de validación a Disco.**

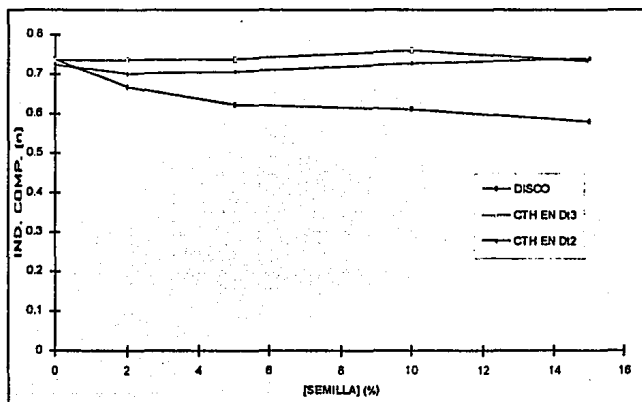
A la geometría de disco también se le aplicaron los criterios de repetibilidad y linealidad a los valores obtenidos de %Torque en función de las Vel. rotacionales y se concluyó lo siguiente: el trabajo de esta geometría en ambos criterios es aceptable, obteniéndose para linealidad altos valores de coeficiente de regresión y para repetibilidad (análisis de covarianza) valores de F calculada son menores a la F reportada en tablas para todas las suspensiones estudiadas.

### **3.2 Cálculo de curvas de flujo de sistemas con partículas en suspensión con TCH y Disco.**

Para la obtención de las curvas de flujo en suspensiones, se trabajó con dos concentraciones de goma guar con el fin de establecer la influencia de el porcentaje de semilla sobre los parámetros reológicos. Los resultados de la obtención de parámetros reológicos ( $n$ ,  $K$  o  $\mu$ ) de las suspensiones, empleando las geometrías de disco y TCH se tienen las siguientes gráficas y tablas. Para facilitar la comprensión de los resultados, primero se exponen los datos obtenidos para el índice de comportamiento ( $n$ ) en los diferentes sistemas y posteriormente se presentan los datos y el análisis para el índice de consistencia ( $K$ ).

### 3.2.1 Cálculo del índice de comportamiento ( $n$ ) en sistemas con partículas en suspensión con TCH y Disco.

#### 3.2.1.1 Cálculo del índice de comportamiento ( $n$ ) en suspensiones de fase continua no Newtoniana.



Gráfica 17. Influencia de la concentración de semilla en el Índice de Comportamiento de goma Guar 0.5 % en distintas geometrías.

En la gráfica anterior se puede observar que el % de semilla en suspensión, prácticamente no influye en el índice de comportamiento al flujo cuando se trabaja con TCH y que con el disco se observa una ligera influencia.

La tabla siguiente, muestra los datos referidos a la influencia previamente descrita del porcentaje de semilla sobre  $n$ .



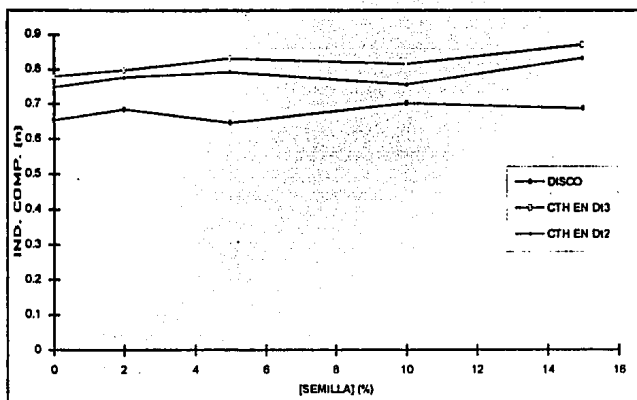
**TABLA 14: INDICE DE COMPORTAMIENTO, SEGÚN LA CONCENTRACION DE SEMILLA Y EL IMPULSOR EMPLEADO<sup>1</sup> PARA GOMA GUAR AL 0.5 %**

		[AJONJOLI]					
GEOMETRIA	METODOS	0 %	2 %	5 %	10 %	15 %	
DISCO		0.7383	0.6676	0.6227	0.6106	0.5792	
TCH	D13	MET.1	0.7358	0.7353	0.7380	0.7602	0.7327
		MET.2	0.7358	0.7353	0.7380	0.7602	0.7327
	D12	MET.1	0.7242	0.7010	0.7061	0.7275	0.7401
		MET.2	0.7242	0.7010	0.7061	0.7275	0.7401
	D11	MET.1	0.7044	-----	-----	-----	-----
		MET.2	0.7044	-----	-----	-----	-----

En la tabla 13 se ve claramente que cuando se trabaja con TCH en una misma relación geométrica ( $Dt/D$ ) se mantiene constante el valor de  $n$  para los dos métodos probados y que en general conforme disminuye esta relación disminuye este parámetro. En cuanto a la influencia de la concentración de semilla se puede decir que  $n$  no tiene una tendencia definida, los valores son estadísticamente diferentes (comprobado mediante análisis de varianza) pero sin una clara influencia de esta característica estudiada.

Por otro lado, se observa que la geometría de disco presenta valores de  $n$  con una tendencia a disminuir cuando aumenta el % de semilla en la suspensión, y comparados con los valores de TCH tienen diferencias entre el 2 y el 20% con sus dos relaciones geométricas, los diferencias se incrementan cuando se aumenta el % de semilla y el diámetro del recipiente.

<sup>1</sup> En esta tabla, como en las 5 siguientes: MET.1 se refiere a la evaluación de  $K_s$  propuesta por Brito et al (1990), donde  $A$  es débil función de  $n$  [ref. 3] y MET.2 a la evaluación de  $K_s$  propuesta por Brito et al (1992), donde  $A$  es fuerte función de  $n$  [ref. 4], empleando en ambas el algoritmo propuesto por Arriaga et al. (1993) [ref. 1].



**Gráfica 18.** Influencia de la concentración de semilla en el Índice de Comportamiento de goma Guar 0.7% para distintas geometrías.

La gráfica anterior muestra la relación entre el porcentaje de semillas en suspensión en el índice de comportamiento ( $n$ ) evaluados en goma guar al 0.7% con el impulsor TCH en dos relaciones geométricas y con disco, en ella se puede observar que el porcentaje de semilla no tiene una influencia clara en ninguna de las tres geometrías. Los datos de este experimento se reportan en la tabla 15.

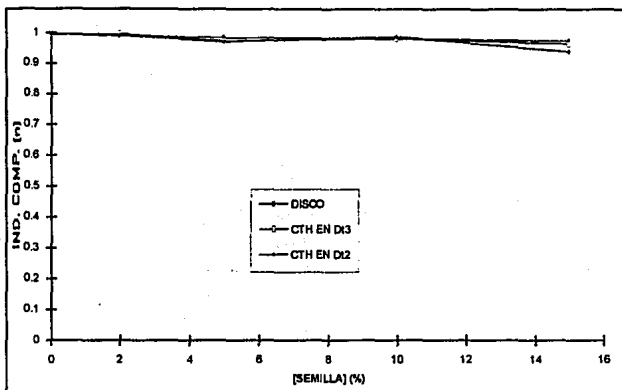
**TABLA 15: RESULTADOS DE INDICE DE COMPORTAMIENTO, SEGUN LA CONCENTRACION DE SEMILLA Y EL IMPULSOR EMPLEADO PARA GOMA GUAR AL 0.7%**

GEOMETRIA		METODO	[AJONJOLI]				
			0%	2%	5%	10%	15%
DISCO		MITSCHKA	0.6538	0.6846	0.6459	0.7025	0.6870
TCH	Di3	MET. 1	0.7797	0.7982	0.8319	0.8166	0.8707
		MET. 2	0.7797	0.7956	0.8319	0.8166	0.8707
	Di2	MET. 1	0.7487	0.7781	0.7931	0.7575	0.8328
		MET. 2	0.7487	0.7781	0.7931	0.7575	0.8328
	Di1	MET. 1	0.7352	-----	-----	-----	-----
		MET. 2	0.7336	-----	-----	-----	-----

La tabla anterior refleja que al igual que con guar al 0.5% el valor de  $n$  evaluado en una misma relación geométrica con TCH es igual para los dos métodos. Además, al igual que el TCH, la geometría de disco no muestra alguna tendencia en los valores de  $n$  cuando se aumenta el porcentaje de semilla en suspensión y cuando se comparan los datos de ambas geometrías tiene diferencias entre 10 y 25%, de las cuales las mayores se obtienen con el Di3. Estos resultados pueden apreciarse en la gráfica 18. El resultado de índice de comportamiento no se ve grandemente influenciado por la concentración de semilla, debido posiblemente a que la semilla de ajonjolí no tiene reacciones con la fase continua en el tiempo de evaluación, y las variaciones pueden ser efecto de la forma de la partícula.

### 3.2.1.2 Cálculo del índice de comportamiento en suspensiones de fase continua Newtoniana.

Debido a los resultados anteriores y con el fin de determinar con certeza la influencia de la cantidad de semilla en el índice de comportamiento al flujo, se evaluó una suspensión con fase continua de glicerina, por ser un fluido Newtoniano que además permitía la suspensión de las semillas, los resultados se observan en la gráfica 19:



**Gráfica 19.** Influencia de la concentración de semilla en el Índice de Comportamiento de la glicerina pura.

En la tabla 16 están resumidos los resultados que se obtuvieron al trabajar con suspensiones de fase continua Newtoniana y semillas de amaranto, en estos se puede observar que  $n$  presenta ligeras variaciones entre los valores que se obtuvieron con disco y los que se obtuvieron con los de TCH en sus dos relaciones geométricas, presentando diferencias no mayores al 4% en alguno de los casos. Por otro lado los valores de  $n$  para los diferentes porcentos de semilla estudiados son prácticamente iguales en las dos geometrías (disco y TCH), debido posiblemente a que las semillas de amaranto no interaccionan con la glicerina durante el tiempo de evaluación y existen menores variaciones debidas a la forma esférica de la mismas, estos resultados se visualizan mejor en la gráfica 19 anteriormente expuesta.

**TABLA 16: RESULTADOS DE INDICE DE COMPORTAMIENTO, SEGUN LA CONCENTRACION DE SEMILLA Y EL IMPULSOR EMPLEADO PARA GLICERINA.**

GEOMETRIA		METODO	[AMARANTO]				
DISCO		MITSCHKA	0%	2%	5%	10%	15%
TCH	Di3	MET. 1	0.9953	0.9968	0.9750	0.9819	0.9653
		MET. 2	0.9953	0.9968	0.9750	0.9819	0.9653
	Di2	MET. 1	0.9964	0.9921	0.9736	0.9888	0.9405
		MET. 2	0.9964	0.9921	0.9736	0.9888	0.9405
	Di1	MET. 1	0.996	-----	-----	-----	-----
		MET. 2	0.996	-----	-----	-----	-----

**3.2.2 Cálculo del índice de consistencia (K) en sistemas con partículas en suspensión con TCH y Disco.**

**3.2.2.1 Cálculo del índice de consistencia (K) en suspensiones de fase continua no Newtoniana.**

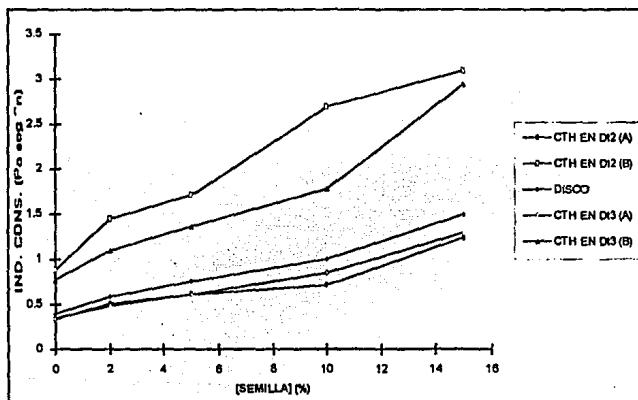
A continuación se presentan tablas y gráficos que muestran la influencia que tienen las distintas concentraciones de partículas en suspensión sobre el índice de consistencia en suspensiones de goma guar y semillas de ajonjolí:

**TABLA 17: RESULTADOS DE INDICE DE CONSISTENCIA<sup>1</sup>, SEGÚN LA CONCENTRACION DE SEMILLA Y EL IMPULSOR EMPLEADO PARA GOMA GUAR AL 0.5%**

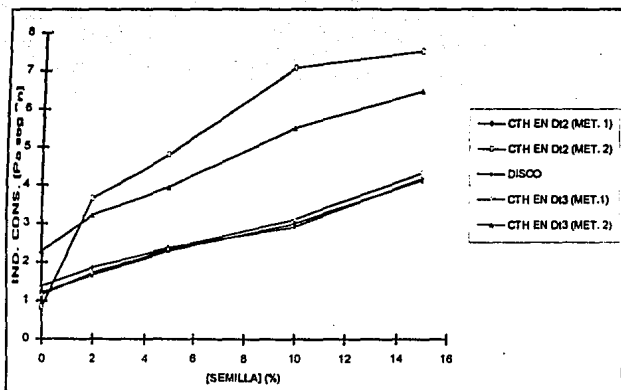
GEOMETRIA		METODO	[AJONJOLI]				
DISCO		MITSCHKA	0%	2%	5%	10%	15%
TCH	Di3	MET. 1	0.3432	0.4853	0.6089	0.8508	1.2943
		MET. 2	0.7728	1.0946	1.3622	1.7807	2.9420
	Di2	MET. 1	0.3353	0.5089	0.6102	0.7126	1.2386
		MET. 2	0.8837	1.4464	1.7087	2.6929	3.0940
	Di1	MET. 1	0.3515	-----	-----	-----	-----
		MET. 2	1.1412	-----	-----	-----	-----

<sup>1</sup> En Pa seg<sup>n</sup>, tanto en esta como en las siguientes dos tablas.

Del análisis de la tabla 17 se desprenden las siguientes conclusiones: para una misma relación geométrica en TCH el método 2 siempre tiene valores más altos alcanzando hasta 3 veces el valor obtenido por el método 1, lo cual se puede apreciar en la gráfica 19. Por otra parte, se observa una clara relación tanto en la geometría de disco como en TCH, en la cual al incrementarse el % de semilla en suspensión se incrementa el valor de K y en cuanto a la diferencia con respecto al disco, las menores se obtienen cuando se emplea el método 1 para el cálculo de este parámetro, y se encuentran alrededor de 20%.



Gráfica 20. Influencia de la concentración de semilla en el Índice de Consistencia de la goma Guar 0.5 % para distintas geometrías.



**Gráfica 21.** Influencia de la concentración de semilla en el Índice de Consistencia de la goma Guar 0.7% para distintas geometrías.

En la gráfica 21 se puede apreciar que: los valores de índice de consistencia obtenidos con TCH calculados utilizando el método 2 son siempre mayores, para una misma relación geométrica, que los del método 1, tal como sucedió con la concentración de goma guar al 0.5%. Además que cuando se incrementa la concentración de semillas en suspensión el valor de  $K$  también aumenta, debido a que el número de semillas presentes incrementan el número de obstáculos que los impulsores tienen que vencer para poder girar.

Por otro lado, cuando se comparan los valores de  $K$  obtenidos por disco y TCH se tiene que existen diferencias menores cuando se emplea el método 1 y éstas se encuentran alrededor del 8%, indistintamente del diámetro de recipiente empleado. Las diferencias con el método 2 son muy superiores y se incrementan cuando disminuye el diámetro del recipiente, lo cual se puede comprobar con los datos de la tabla 18.

**TABLA 18: RESULTADOS DE INDICE DE CONSISTENCIA<sup>1</sup> , SEGÚN LA CONCENTRACION DE SEMILLA Y EL IMPULSOR EMPLEADO PARA GOMA GUAR AL 0.7%**

GEOMETRIA		METODO	[AJONJOLI]				
DISCO		MITSCHK A	0%	2%	5%	10%	15%
TCH	Di3	MET.1	1.1606	1.7225	2.3490	3.1213	4.3275
		MET.2	2.2908	3.2239	3.9559	5.5077	6.4700
	Di2	MET.1	1.2204	1.6658	2.3041	3.0081	4.1367
		MET.2	2.96119	3.6554	4.8024	7.0831	7.5118
	Di1	MET.1	1.1705	-----	-----	-----	-----
		MET.2	3.4200	-----	-----	-----	-----

### 3.2.2.2 Cálculo de viscosidad ( $\mu$ ) en suspensiones de fase continua Newtoniana.

**TABLA 19: RESULTADOS DE VISCOSIDAD<sup>1</sup> , SEGÚN LA CONCENTRACION DE SEMILLA Y EL IMPULSOR EMPLEADO PARA GLICERINA**

GEOMETRIA		METODO	[AMARANTO]				
DISCO		MITSCHKA	0%	2%	5%	10%	15%
TCH	Di3	MET.1	0.8997	0.7886	0.9602	1.0070	0.9960
		MET.2	0.9129	0.7966	1.0385	1.0657	1.1101
	Di2	MET.1	0.8580	0.8072	0.8866	0.8071	1.0424
		MET.2	0.8692	0.8308	0.9564	0.8494	1.2922
	Di1	MET.1	0.873	-----	-----	-----	-----
		MET.2	0.891	-----	-----	-----	-----

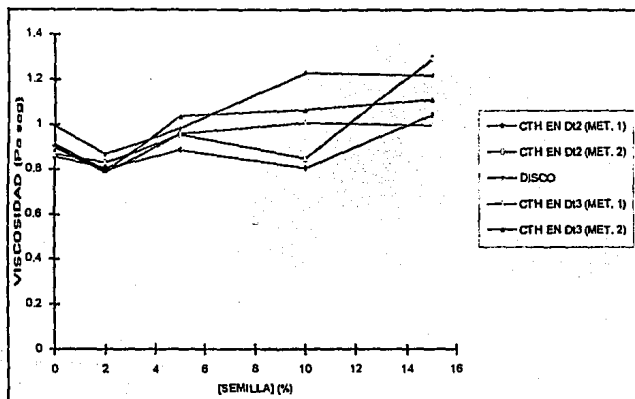
Las viscosidades de los modelos de suspensión con fase continua newtoniana medidas en disco se ven incrementadas pobremente cuando se incrementa el % de semillas en suspensión y aún con menos variaciones se reportan las viscosidades medidas con TCH en sus diferentes relaciones geométricas e incluso para los dos métodos de cálculo de parámetros, sin embargo al comparar los resultados obtenidos para disco y TCH tenemos

<sup>1</sup> En Pa seg<sup>11</sup>, tanto en esta como en las siguientes dos tablas.

<sup>2</sup> En Pa seg<sup>11</sup>, tanto en esta como en la siguiente tabla, viscosidad en Pa s.



que: las diferencias entre el método 1 y disco son de alrededor del 15 % y las diferencias entre los diámetros con este método son menores al 10% (excepto D13 y 10% de semilla); por lo que toca al método dos las diferencias de sus valores con los de disco son menores al 14% y las diferencias entre valores obtenidos con TCH en diferentes diámetros son menores al 10%. Lo anterior se aprecia más claramente en la gráfica 22. Estos resultados pueden estar relacionados con el hecho de que se emplean fluidos de fase continua Newtoniana y a que la forma esférica de las semillas no presenta oposición al movimiento del impulsor.



**Gráfica 22.** Influencia de la concentración de semilla en la viscosidad de la Glicerina para distintas geometrías

**3.1.2.3 Comparación de los valores de índice de consistencia obtenidos en el método 1 cuando se emplea para su cálculo  $A_{\text{experimental}}$  y  $A_{\text{teórica}}$  y los valores obtenidos con la geometría de disco.**

Las tablas 20, 21 y 22 contienen los valores de  $K$  para TCH obtenida mediante el empleo de los valores de  $A_{\text{experimental}}$  y  $A_{\text{calculada}}$  empleando el método 1 y se puede observar en las tres tablas que los valores de  $K_{\text{calc}}$  (referida a  $K$  con  $A_{\text{calc}}$ ) tienen menores diferencias con los valores de  $K$  obtenidos con la geometría de disco y que en general tienen diferencias no superiores al 15%, lo cual nos ofrece la oportunidad de suprimir el trabajo con fluidos de calibración en la geometría de TCH e incluir el valor de  $A_{\text{calculada}}$  mediante el ec. de Chavan-Ulbrecht (12) en los cálculos para obtener curvas de flujo con valores confiables.

**TABLA 20: RESULTADOS DE COMPARACION DE INDICE DE CONSISTENCIA OBTENIDO CON  $A_{\text{EXPERIMENTAL}}$  Y  $A_{\text{CALCULADA}}^2$  PARA GOMA GUAR AL 0.5%**

GEOMETRÍA		K	[AJONJOLI]				
			0%	2%	5%	10%	15%
TCH	D11	$K_{\text{ex}}$	0.3515	-----	-----	-----	-----
		$K_{\text{cal}}$	0.3886	-----	-----	-----	-----
	D12	$K_{\text{ex}}$	0.3353	0.5089	0.6102	0.7126	1.2386
		$K_{\text{cal}}$	0.3796	0.5761	0.6905	0.8066	1.4021
	D13	$K_{\text{ex}}$	0.3432	0.4853	0.6089	0.8508	1.2943
		$K_{\text{cal}}$	0.3764	0.5324	0.6679	0.9333	1.4197
DISCO			0.3969	0.5863	0.7558	1.0027	1.4948

<sup>2</sup> Calculado mediante el algoritmo de Arriaga et al. (1993) [ref. 1] y el método de Brito et al. (1990) [ref. 3].

**TABLA 21: GOMA GUAR AL 0.7%**

GEOMETRIA		K	[AJONJOLI]				
			0%	2%	5%	10%	15%
TCH	D11	Kex	1.1705	-----	-----	-----	-----
		Kcal	1.2941	-----	-----	-----	-----
	D12	Kex	1.2204	1.6658	2.3041	3.0081	4.1367
		Kcal	1.3815	1.8857	2.6082	3.4052	4.6828
	D13	Kex	1.1606	1.7225	2.3490	3.1213	4.3275
		Kcal	1.2731	1.8895	2.5767	3.4239	4.7470
DISCO			1.3852	1.8572	2.3862	2.9252	4.1888

**TABLA 22: GLICERINA**

GEOMETRIA		K	[AMARANTO]				
			0%	2%	5%	10%	15%
TCH	D11	Kex	0.873	-----	-----	-----	-----
		Kcal	0.988	-----	-----	-----	-----
	D12	Kex	0.8580	0.8072	0.8866	0.8071	1.0424
		Kcal	0.9713	0.9137	1.0036	0.9136	1.1800
	D13	Kex	0.8997	0.7886	0.9602	1.0070	0.9960
		Kcal	0.9869	0.8651	1.0533	1.1046	1.0925
DISCO			0.9946	0.8686	0.9830	1.2304	1.2192

# **CAPITULO**

## **IV**

# **CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES**

## CONCLUSIONES

Los valores de  $A$  experimental para fluidos Newtonianos tienen una buena aproximación con los valores obtenidos con la ecuación propuesta por Chavan-Ulbrecht (11) para las tres relaciones geométricas ( $Dt/D$ ) de TCH. De la ecuación de  $A(n)$  para fluidos no Newtonianos con las tres relaciones geométricas se encontró que  $A(n)$  es menor cuando disminuye el valor de  $n$  y cuando aumenta el diámetro de recipiente y que los valores obtenidos se ajustan al modelo propuesto por Brito et al. (4) en la ec. 10, donde la constante  $a$  resulta igual a  $A$  para fluidos Newtonianos, en todas las geometrías.

Al evaluar  $K_s$  por medio de la ecuación 7 propuesta por Brito et al. (3) se comprueba que  $n$  tiene una mínima influencia en ella y que el aumento en  $Dt$  disminuye el valor de  $K_s$ . En contraparte, la  $K_s$  evaluada empleando la ecuación 11 propuesta por Brito et al. (4), tiene influencia de  $n$  debido a que al aumentar este último valor, también lo hace el valor de  $K_s$ , mientras que  $Dt$  influye en la misma forma que en la ecuación anterior. En consecuencia, para una misma velocidad rotacional  $N$  se observará que se obtiene un valor de velocidad de cizalla mayor aplicando la  $K_s$  obtenida por la ec. 7 que la obtenida por la ec. 11, debido a que el valor de  $K_s$  calculado por el segundo método siempre es mayor que el calculado por el primero, como resultado de la influencia de  $n$ .

Para fluidos no Newtonianos se observa que al trabajar con TCH se tienen resultados más aproximados de  $n$  y  $K$  a los obtenidos con la geometría de disco al evaluar dichos parámetros con el método 1, indistintamente del diámetro de recipiente empleado. El método 2 tiene en cambio importantes diferencias en los valores de  $K$  ( $n$  no se modifica con respecto al método 1), por lo cual se recomienda el empleo del método 1 para la evaluación de parámetros en este tipo de fluidos.

Al llevar a cabo la validación del impulsor TCH con tres relaciones geométricas y los dos métodos de cálculo, se tiene que su trabajo es confiable en los criterios de linealidad, repetibilidad y reproducibilidad y que en lo referente a exactitud es aceptable en las siguientes condiciones: para fluidos de baja viscosidad se tienen resultados exactos con el Dt1, debiendo tenerse cuidado en trabajar con una relación  $Dt/D$  lo más próxima a la unidad para obtener corridas representativas; los diámetros Dt2 y Dt3 reportan resultados exactos cuando se trabaja con fluidos de alta viscosidad, aunque el Dt1 da resultados que pueden considerarse aproximados.

Los resultados obtenidos en el proceso de validación permiten considerar como aceptable el trabajo de las geometrías convencionales (disco y cono-plato) en los criterios de linealidad, repetibilidad y reproducibilidad, no así en el criterio de exactitud, a excepción del cono CP40, debido a las condiciones de operación y diseño del equipo.

Acerca del trabajo con modelos de suspensiones se tienen las siguientes conclusiones: para suspensiones de ajonjolí en fases continuas no Newtonianas caracterizadas con TCH el valor de  $n$  no se modifica por el método empleado cuando se trabaja el mismo diámetro, por otro lado, este parámetro se modifica al incrementar la concentración de semillas en suspensión sin una tendencia particular, sin embargo en la geometría de disco existe una tendencia a disminuir el valor de  $n$  cuando aumenta el % de semilla en suspensión en los modelos con menor consistencia, debido a esto posiblemente a la heterogénea distribución de las partículas en el recipiente, es decir, en presencia de fluidos de menor consistencia, se pueden encontrar conglomerados que afecten los resultados. Además se podría adjudicar posiblemente a la forma de la semilla de ajonjolí que exista una mayor o menor oposición al movimiento en el fluido, el que no se encuentre una tendencia particular del efecto sobre  $n$ . En los modelos con mayor

consistencia se tienen resultados más cercanos a los de TCH, y en general tienen diferencias no superiores al 15%.

En cuanto al índice de consistencia **K** se observa con las dos geometrías que existe una clara influencia del % de semilla suspendida sobre el valor de este parámetro, aumentando éste cuando se incrementa el % de semilla en suspensión, se observa nuevamente que el valor obtenido con el método 2 es mucho mayor que el valor de disco y el obtenido por el método 1. Las diferencias entre la geometría de disco y el método 1 se encuentran alrededor del 8% en los modelos de mayor consistencia y mayores en los modelos de menor consistencia (goma guar al 0.5%).

Cuando se trabaja con suspensiones de fase continua no Newtoniana los mejores resultados empleando TCH se tienen con el Dt2, pudiéndose trabajar con mayor diversidad de fluidos.

Por otro lado, al trabajar modelos de semillas de amaranto suspendidas en glicerina se tiene que: la  $n$  se mantiene prácticamente constante independientemente de la geometría que se trabaje, disco o TCH en sus dos relaciones geométricas, se tienen diferencias de no más del 4%, incluso trabajando con los dos métodos de evaluación de parámetros. El poco efecto, que es diferente de los fluidos reofluidizantes, podría deberse posiblemente en primer lugar, debido a que no existe interacción entre la partícula y el fluido y en segundo lugar, a la forma redonda de la semilla de amaranto, que opone una resistencia menor por su forma esférica que la semilla de amaranto, al flujo dentro del sistema.

En cuanto a los valores de **K** empleando TCH en sus dos relaciones geométricas reportan diferencias menores al 10%, y con respecto a la geometría de disco alrededor del 15%.

Para suspensiones de fase continua Newtoniana pueden emplearse los dos diámetros de recipiente con TCH y obtener resultados igualmente confiables.

En cuanto a la validación de las dos geometrías se puede decir que ambas reportan buenos resultados en los criterios evaluados: linealidad y repetibilidad, concluyendo entonces que tanto el disco como el TCH con los dos recipientes probados, tienen un trabajo confiable según los criterios evaluados, en sistemas modelo de suspensión.

Para finalizar, es necesario resumir las conclusiones afirmando que es factible el uso del impulsor TCH en sistemas alimenticios, como alternativa en la viscosimetría, con la confianza de que se pueden obtener resultados representativos de los sistemas estudiados.



## RECOMENDACIONES

- Validar otros impulsores helicoidales con o sin tornillo central, de modo que se pueda trabajar velocidades de cizalla en un rango más amplio, es decir, variando sus características en dimensiones.
- Estudiar en dos fases continuas, Newtonianas y no Newtoniana, el efecto de una sola clase de semillas.
- Estudiar la factibilidad de adaptación del impulsor helicoidal evaluado a otros modelos de viscosímetros de modo que se obtengan rangos de trabajo más amplio en cuanto a torque registrados.
- Realizar un estudio de escalamiento geométrico para analizar la factibilidad de estudiar sistemas con partículas de mayor tamaño.
- Evaluar su funcionamiento con otros comportamientos reológicos.

## BIBLIOGRAFÍA

1. Arriaga O., R.M., Ramirez O., M.E., Díaz M., J.M., Beristain, F. 1993. Adaptación de un impulsor tipo tornillo-cinta helicoidal a un viscosímetro Brookfield Rheoset para la medición de propiedades de flujo. FESC-UNAM Congreso Latinoamericano ATAM. México.
2. Bourne, Malcom. 1982. *Food texture and viscosity concept and measurements*. New York. Ed. Academic Press Inc.
3. Brito de la Fuente, E, Leuliet, J.C, Choplin, L, Tanguy, P.A. 1990. Mixing and circulation times in rheologically complex fluids. AICHE Symposium Series 121, 75-961.
4. Brito de la Fuente, E, Leuliet, J.C, Choplin, L, Tanguy, P.A. 1992. On the effect of shear-thinning behavior on mixing with helical ribbon impeller. AICHE Symp. Series 88 (286), 28-32
5. Castell-Pérez, M.E, Steffe, J.F, Morgan, R.G. 1987. Adaptation of a Brookfield (HBTD) viscometer for mixer viscometry. Journal of texture studies 18, 359-365
6. Castell-Pérez, M.E, Steffe, J.F, 1990. Evaluating shear rates for power law fluids in mixer viscometry. Journal of texture studies 21, 439-453
7. Castell-Pérez, M.E, Steffe, J.F, Moreira, R.G. 1991. Simple determination of power law flow curves using paddle type mixer viscometer. Journal of texture studies 22, 303-312
8. Chapman, F.S, Holland, F.A. 1965. A study of turbine and helical screw agitators in liquids mixing. Trans. Instn. Chem. Engrs. 43, T131-T140
9. Chapman, K.G. 1983. A suggested validation lexicon. Pharmaceutical technology. Agosto, 51-57

10. Charm, S.E. 1962. The direct determination of shear stress-shear rate behavior of foods in the presence of a yield stress. *Journal of food science*, 107-113
11. Chavan, V.V, Ulbrecht, J. 1972. Power consumption for mixing of inelastic non-newtonian fluids by helical screw agitators. *Trans. Instrn. Chem. Engrs.* 50, 147-155
12. Chavan, V.V, Ulbrecht, J. 1973. Power correlations for close clearance helical impellers in non-newtonian liquids. *Ind. Eng. Chem. Process and Develop.* 12 (4), 472-476
13. Chokyun, Rha 1975. *Theory, determination and control of physical properties of food materials*. U.S.A. Ed. Reidel Publishing Co. 1
14. Dixon; Massey 1976. *Introducción al análisis estadístico*. Trad. José Ruiz Vilaplana. México. Ed. Mc Graw-Hill
15. Ducla, W. 1983. Effective viscosity of non newtonian fluids in mechanically stirred tank. *Chem. Eng. Commun.* 21, 29-36
16. Finkelson, M.J. 1986. Validation of analytical methods by FDA laboratories. Parte 2. *Pharmaceutical tech.* Marzo, 75 y 78
17. García, R.T, Buron, A.I. Relación entre la estructura y las propiedades reológicas de los zumos y purés de frutas y hortalizas. *Rev. agroquímica y tecnología alimentaria.* 20 (1), 70-77
18. García, F.J.R, Rebolla, M.R. 1981. *Diseño, ensamble y validación de un aparato de disolución farmacéutico*. Tesis de Licenciatura Q.F.B. F.E.S.C. - U.N.A.M. México.
19. Guerra, J. 1986. Validation of analytical methods by FDA laboratories. Parte 1. *Pharmaceutical tech.* Marzo, 74-78
20. Gutierrez, L.G, Gómez, R.R, Villalobos, G.H, Mayoral, V.M. Viscosidad de la pasta de jitomate. *Rev. Tecnol. Aliment. (Mex)* 15 (6), 17-25

21. Larry, Paul 1991. USP perspectives on analytical methods validation. *Pharmaceutical technology*. Marzo, 130-140
22. Lee, M.L, Taylor, M, Kantrowitz, J. 1988. Statistical evaluation of quality control tests. *Pharmaceutical tech*. Septiembre, 108-116.
23. Leong-Poi, L, Allen, D.G. 1992. Direct measurements of the yield stress of filamentous fermentation broths with the rotating vane technique. *Biotechnology & Bioengineering* 40, 403-412
24. Loftus, R, Nash, W. 1984. *Pharmaceutical process validation*. 1a.ed. USA, Marcel Dekker.
25. Mackey, K.L, Morgan, R.G, Steffe, J.F. 1987. Effects of shear thinning behavior on mixer viscometry techniques. *Journal of texture studies*. 18, 107-113
26. Merquiol, T, Choplin, L. 1988. Mixing of viscoelastic fermentation broth with helical ribbon-screw (HRS) impeller. 6a. Conferencia Europea Sobre Mezclado. Italia, Mayo, 24-26
27. Metzner, A.B, Otto, R.E. 1957. Agitation of non-newtonian fluids. *AICHE Journal*. Marzo, 3-10
28. Metzner, A.B, Whitlock, M. 1958. Flow behavior of concentrated (dilatant) suspensions. *Trans. of the society of rheology* II, 239-254
29. Mitschka, P. 1982. Simple conversion of Brookfield RVT readings into viscosity functions. *Rheol. Acta* 21, 207-209
30. Mizrahi, S. 1979. A review of the physicochemical approach to the analysis of the structural viscosity of fluid products. *J. of texture studies*. 10, 67-82
31. PMA's Computer System Validation Committee. 1986. Validation concept for computer systems used in the manufacture of drug products. *Pharmaceutical Tech*. Mayo, 24-34

32. PUAL-UNAM 1993. *Procesos de mezclado en alimentos y biotecnología*. Memorias del curso. Abril.
33. Rao, M.A. 1975. Measurements of flow properties of food suspensions with a mixer. *Journal of texture studies* 6, 533-549.
34. Rao, M.A. 1977. Measurements of flow properties of fluid foods-Developments, limitations and interpretation of phenomena. *Journal of texture studies*. 8, 257-282.
35. Rao, M.A, Cooley, H. 1984. Determination of effective shear rates in rotational viscometers with complex geometries. *J. of texture studies* 15, 327-335
36. Rieger, F, Novak, V. 1973. Power consumption of agitators in highly viscous non newtonian liquids. *Trans. Instn. Chem. Engrs.* 51, 105-111
37. Roels, J.A, Van Den Berg, J, Voncken, R.M. 1974. The rheology of mycelial broths. *Biotechnology & Bioengineering* XVI, 181-208
38. Takahashi, K, Yokota, T, Konno, H. 1984. Power consumption of helical ribbon agitators in highly viscous pseudoplastic liquids. *J. of chemical eng. of Japan* 17 (6), 657-659
39. Tangui, P. A. Lacroix, R, Bertrand, F, Choplin, L, Brito de la Fuente, E. 1992. Finite element analysis of viscous mixing with a helical ribbon screw impeller. *AIChE Journal* 38 (6), 939-944
40. Tecante C. A. 1985. *Manual de Operación y métodos de análisis de datos del viscosímetro Brookfield modelo RVT 8 velocidades*. Dpto. Alimentos. Div. Estudios de Posgrado. Facultad de Química U.N.A.M. México.
41. Willard, R. 1981. *Instrumental methods of analysis*. 6a. ed. USA, Van Nostram Co., 861-867
42. Zemblowski, Z, Kristiansen, B. 1986. Rheometry of fermentations liquids. *Biotechnology & Bioengineering* XXVIII, 1474-1483.

## GLOSARIO

**Dilatantes (Reoespesantes):** La curva esf.-vel. de cizalla de este tipo de fluidos comienza en el origen y se caracteriza por tener incrementos no equivalentes en el esfuerzo de cizalla cuando aumenta velocidad de cizalla, siendo cada vez mayores.

**Esfuerzo de deformación (equivalente a esfuerzo de cizalla o corte):** Es el componente de esfuerzo aplicado tangencialmente al plano en el cual actúa la fuerza. Se expresa en unidades de fuerza por unidad de área ( $N/m^2$ ). Es un vector fuerza que posee tanto magnitud como dirección.

**Fluido Newtoniano:** Este es un fluido verdaderamente viscoso. La velocidad de cizalla es directamente proporcional al esfuerzo de cizalla y la viscosidad es independiente de la velocidad de cizalla dentro del régimen de flujo laminar. La viscosidad es dada por la pendiente de la curva de esfuerzo de cizalla vs vel. de cizalla.

**Herschel-Bulkley:** Otro tipo de flujos plásticos es el flujo en el cual la curva de esf.-vel. de cizalla ya no es lineal superando el  $\tau_0$ .

**Plástico de Bingham:** En este fluido se requiere que se exceda un esfuerzo de cizalla mínimo conocido como  $\tau_0$  (esfuerzo de cedencia) antes de que comience el flujo, la velocidad de cizalla es directamente proporcional al esfuerzo de cizalla, una vez rebasado el  $\tau_0$

**Pseudoplásticos (Reofluidizantes):** En este tipo de flujo, un incremento en la velocidad de cizallada da por resultado un incremento cada vez menores y no proporcionales y la curva comienza en el origen.

**Reopécticos:** La viscosidad aparente aumenta con respecto al tiempo de deformación y el cambio es reversible.

**Tixotrópicos:** La viscosidad aparente disminuye con el tiempo de deformación y el cambio es reversible, esto es el fluido regresará a su estado original.

**Torque:** El torque es una cantidad vectorial y es la fuerza ejercida alrededor de un punto.

Tiene las mismas dimensiones que la fuerza multiplicada por la distancia Nm.

**Velocidad rotacional:** Es el desplazamiento angular trazado por un objeto durante un intervalo de tiempo, se expresa en rpm o rad/s.

**Velocidad de deformación (equivalente a velocidad de cizalla o corte):** Es el gradiente de velocidad establecido en un fluido como resultado de la aplicación de un esfuerzo de deformación. Es expresada en unidades de segundos recíprocos (1/s).

**Viscoelásticos:** Materiales que exhiben simultáneamente propiedades elásticas (características de sólidos) y propiedades viscosas (características de fluidos).

**Viscosidad absoluta (equivalente a viscosidad dinámica o simple):** Es la fricción interna de un líquido o su tendencia a resistir al flujo. Su unidad convencional es el poise (1cp = 0.01 Pa).

**Viscosidad aparente:** Es la viscosidad de un fluido no Newtoniano expresada como si fuera un fluido Newtoniano. Es un coeficiente calculado a partir de datos empíricos como si el fluido obedeciera la ley de Newton. Se expresa en unidades de Pa s.