



**UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN**



17
ej
2023
MAY 2023
MAY 2023
MAY 2023

FALLA DE ORIGEN

APLICACION DE PROPIEDADES REOLOGICAS Y
FUNCIONALES DE POLISACARIDOS Y PROTEINAS
EN ALIMENTOS: INSTRUMENTACION Y VALIDACION
DE UN PROTOTIPO PARA PRUEBAS DE
COMPRESION EN ALIMENTOS.

INFORME DE SERVICIO SOCIAL
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE
INGENIERO EN ALIMENTOS
P R E S E N T A :
FAUSTINO GODINEZ SANCHEZ

ASESOR: I. B. Q. NORMA B. CASAS ALENCASER



Universidad Nacional
Autónoma de México



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.

FALLA DE ORIGEN



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
UNIDAD DE LA ADMINISTRACIÓN ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

DR. JAIME KELLER TORRES
DIRECTOR DE LA FES-CUAUTITLÁN
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 Informe de servicio social: Aplicación de propiedades reológicas y funcionales de polifenoles y nixtamales en alimentos.

"Instrumentación y validación de un prototipo para pruebas de compresión en alimentos"

que presenta el pasante: Faustino Godínez Sánchez

con número de cuenta: BB57443-7 para obtener el TÍTULO 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 ESPÍRITU"

Cuautitlán Izcalli, Edo. de Mex., a 5 de octubre de 1995

PRESIDENTE Ing. Juan R. Garibay Bermúdez

VOCAL L.R.O. Norma R. Casas Alencáster

SECRETARIO Dra. Sara E. Valdés Martínez

1er. SUPLENTE Dra. L. Patricia Martínez Padilla

2do. SUPLENTE Ing. Javier Hernández Vega

A G R A D E C I M I E N T O S

A mi madre, por su apoyo y amor que me ha demostrado en cada uno de sus actos.

A mi hermana Cata, por los momentos compartidos y su apoyo incondicional que me permitió concluir la carrera.

A mis amigos, por alentarme y haberme distinguido con su amistad.

R E C O N O C I M I E N T O S

A la Universidad Nacional Autónoma de México.

A la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán.

A los Profesores que compartieron sus conocimientos y contribuyeron a mi formación académica y como ser humano.

Expreso mi reconocimiento a cada uno de los sinodales, por sus valiosos comentarios, que contribuyeron a mejorar este trabajo.

Un reconocimiento especial a la I.B.Q. Norma B. Casas Alencáster porque con profesionalismo y paciencia, atendió mis consultas y aclaró mis dudas.

“No importa lo bueno que seas, sino lo excelente que quieras ser”

C O N T E N I D O

Capítulo		Página
	INTRODUCCION	
I	GENERALIDADES	3
	1.1. Definición de reología	3
	1.2. Importancia y aplicación de la reología en alimentos	3
II	COMPORTAMIENTO REOLOGICO DE MATERIALES	
	2.1. Líquido Newtoniano ó ideal	7
	2.2. Fluidos No Newtonianos	8
	2.3. Fluidos Plásticos.....	12
	2.4. Sólido Elástico Ideal.....	13
	2.5. Métodos para la evaluación de propiedades reológicas y de textura	17
III	MATERIALES VISCOELASTICOS	
	3.1. Viscoelásticidad.	21
	3.2. Pruebas reológicas fundamentales	22
	3.3. Requerimientos de la prueba de “creep compliance”.....	30
	3.4. Instrumentos para pruebas de “creep compliance”	32
IV	ETAPA EXPERIMENTAL	
	4.1. Objetivos.....	37
	4.2. Material y preparación de muestras	38
	4.3. Cuadro metodológico	38
	4.4. Metodología y diseño experimental	40

Capítulo

V

RESULTADOS Y DISCUSION

5.1. Caracterización del prototipo en su situación inicial 46

5.2. Instrumentación y montaje del prototipo 54

5.3. Validación del prototipo instrumentado 57

5.4. Caracterización de la prueba de creep..... 59

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES 69

BIBLIOGRAFIA 72

APENDICE

RESUMEN

Dentro de las demandas actuales de la Tecnología de Alimentos, cobra cada vez más importancia el aspecto de calidad, no solo desde el punto de vista sanitario y nutricional sino de estabilidad (permanencia de las propiedades con respecto al tiempo), características organolépticas, así como productos análogos o de sustitución (económicos, estables, fáciles de preparar y almacenar). Los polisacáridos y proteínas, por sus características estructurales tienen aplicación en la satisfacción de estas necesidades, pues presentan propiedades funcionales como: captación de agua, espesamiento, gelificación y estabilización de emulsiones suspensiones y espuma, formación de películas, modificación de textura y comportamiento reológico, etc.. razón por la cual su uso es cada vez más intensivo. Para su correcta aplicación y obtener el mayor provecho de estas propiedades funcionales, se requiere de una investigación formal de éstas y sus aplicaciones específicos en diferentes sistemas. Muchas empresas fabrican, importan y/o distribuyen una gama de proteínas y polisacáridos, pero la información técnica de sus propiedades y aplicaciones no es abundante o está hecha en otros países para productos "similares" y/o aplicaciones diferentes la infraestructura para la generación de la información técnica requerida por el cliente y/o la generación de las aplicaciones específicas. Esto trae consigo la necesidad de adecuar técnicas y/o diseñar, construir y probar prototipos para la evaluación de la funcionalidad de polisacáridos y proteínas así como la estabilidad, comportamiento reológico y propiedades fisicoquímicas de los sistemas en que se aplica. Por lo tanto el objetivo de este trabajo se enfocó a la instrumentación y validación de un prototipo para pruebas de compresión en alimentos.

Se trabajó con geles de carragenina Kappa a concentración de 0.75% y 1%, ambas con 0.2% de goma de algarrobo, los cuales son sometidos a la prueba de "Creep compliance". Por medio de las pruebas estadísticas de análisis de varianza y coeficiente de variación se determinó la repetibilidad y precisión para los valores de deformación relativa a diferentes valores de tiempo y valores de esfuerzo constante. Con esto se determinó las deficiencias del prototipo y se seleccionaron los instrumentos requeridos para la mejor operación (compresión), control (presión) y medición (deformación relativa).

Una vez instrumentado, el prototipo se procedió a su validación (repetibilidad y precisión), a las mismas concentraciones de carragenina y algarrobo, con los mismas pruebas mencionadas anteriormente. Se analizó la posibilidad de obtener los parámetros viscoelásticos bajo compresión, determinando si éstas se realizan a volumen constante y dentro de los límites de viscoelasticidad lineal, por medio de análisis de covarianza para $\ln J$ vs t , para los dos tipos de geles a diferentes valores de esfuerzo. Los esfuerzos manejados fueron 5886, 7898 y 9810 N/m^2 para los geles de 0.75% de carragenina, para la concentración de 1% de carragenina se trabajo con los mismos valores de esfuerzo, más el de 11 762 N/m^2 .

Por medio de análisis de covarianza entre concentraciones a los mismos valores de esfuerzo, para determinar si el prototipo permite detectar diferencias ocasionadas por uno de los factores que influyen en el comportamiento reológico del gel.

Finalmente, se elaboro una manual de operación y manejo de datos del prototipo

SIMBOLOGÍA

E_0	Módulo de elasticidad instantáneo
E_1, E_2	Módulo de elasticidad asociado a un tiempo de relajación (T_1, T_2)
E_v	Deformación volumétrica
J_0	Compliance instantáneo (Deformación /Esfuerzo)
J_1, J_2	Compliance de retardo
K	Módulo de compresibilidad
G	Módulo de Cizalla
m	Coficiente de poisson
T_1, T_2	Tiempo de relajación
τ	Esfuerzo cortante o bajo compresión
σ_v	Presión hidrostática
τ_1, τ_2	Tiempo de retardo
σ	Esfuerzo normal
γ	Deformación relativa
$\dot{\gamma}$	Velocidad de corte
μ_N	Viscosidad Newtoniana
μ_1, μ_2	Viscosidad Newtoniana asociada a un tiempo de retardo: τ_1, τ_2

INTRODUCCION

Los alimentos sólidos son viscoelásticos en mayor o menor medida, es decir, en todos ellos la respuesta a una fuerza externa se puede descomponer teóricamente en la debida al componente elástico y a la originada por el componente viscoso.

La viscoelasticidad de los alimentos sólidos, es la manifestación de la respuesta de su estructura cuando se les aplican fuerzas externas. Para caracterizarla se deben establecer las relaciones existentes entre las tres variables implicadas: esfuerzo, deformación y tiempo, en unas condiciones experimentales en que se mantenga la linealidad de la respuesta viscoelástica (el valor de los parámetros es independiente del esfuerzo) (8).

Los métodos de medida desarrollados para caracterizar la viscoelasticidad, son los conocidos como métodos o ensayos reológicos fundamentales. Los ensayos fundamentales se clasifican en: estáticos y dinámicos. Dentro de los métodos estáticos están las pruebas de creep compliance, (deformación/esfuerzo), que consisten en someter el material a un esfuerzo constante y medir la deformación relativa con respecto al tiempo. Con las pruebas de creep compliance, se pueden obtener parámetros reológicos del material, los cuales pueden relacionarse con

aspectos de proceso, formulación, vida de anaquel, etc. y ser aplicados en el desarrollo de productos.

Los instrumentos que existen a nivel comercial, para la realización de pruebas estáticas y dinámicas, tienen un costo elevado.

Ante la imposibilidad de contar con estos instrumentos, los centros de investigación y docencia, se han dado a la tarea de desarrollar instrumentos de fácil construcción y bajo costo, para la determinación de propiedades viscoelásticas. Dentro de estos equipos podemos mencionar el viscoelastómero de placas paralelas, así como los equipos para efectuar pruebas de compresión (34).

El objetivo del presente trabajo fue la instrumentación y validación de un prototipo para pruebas de compresión en alimentos, a partir de un prototipo que se tenía en el Laboratorio de Propiedades Reológicas y Funcionales en Alimentos (LAPRYFAL) de la F.E.S. -Cuautitlán-, a fin de poder efectuar en él pruebas de creep bajo compresión en alimentos sólidos y semisólidos.

CAPITULO I

GENERALIDADES

1.1 Definición de reología

La reología o ciencia de la deformación de la materia, se ocupa preferentemente de la deformación de los cuerpos aparentemente continuos y coherentes, pero con frecuencia trata también de la fricción entre sólidos, de flujos de polvos, e incluso de la reducción de partículas (19).

1.2 Importancia y aplicación de la reología en alimentos.

La textura es uno de los atributos organolépticos de los alimentos, del cual poco se ha descrito. Una de las razones es la falta de una unión entre la teoría y la aplicación práctica de la reología y el hecho de que los estudios de textura en alimentos reportan características de textura específicas en un producto determinado.

Una definición rigurosa de textura tendría que aguardar a un mayor entendimiento de los principios básicos involucrados, especialmente los concernientes a las propiedades reológicas o mecánicas de los alimentos. Por lo cual la textura se puede definir o considerar como la composición de los elementos estructurales de un alimento y la forma en que estos son registrados o percibidos por los sentidos fisiológicos.

En el caso de los alimentos, su comportamiento reológico está directamente asociado con sus cualidades de textura (30).

Los consumidores, por ejemplo, estiman la madurez de una fruta en base a la deformación resultante de la presión aplicada con los dedos de la mano. La dureza o suavidad de la carne la evalúan en términos de la fuerza requerida por los dientes para penetrarla y masticarla.

Las evaluaciones que hace el consumidor de un producto son de manera empírica. Sin embargo, éstas tienden a una relación con la textura y ésta a su vez con los parámetros reológicos. Así tenemos que la viscosidad es usada frecuentemente para evaluar la consistencia de alimentos "suaves" o semisólidos como: purés, batidos, mayonesa, aderezos, espumas, etc. (7).

El análisis y la cuantificación del comportamiento reológico de los alimentos y la investigación de las causas químicas y estructurales que lo determinan es un tema de gran interés en las Ciencias de los Alimentos. Su importancia va más allá del aspecto tecnológico, por su incidencia económica y comercial, los efectos del transporte y de la manipulación en la integridad física de los alimentos, su comportamiento durante los procesos de su elaboración y la calidad del producto

acabado, dependen, en gran parte, de su reacción frente a la aplicación de fuerzas externas (8).

En el campo de procesamiento y manejo de alimentos, la reología tiene una de sus aplicaciones. Así, en la industria se realizan medidas o pruebas reológicas sobre las materias primas y los productos en elaboración, que son de utilidad en el control de los procesos. Un gran número de operaciones en el procesamiento de alimentos depende en gran medida de las propiedades reológicas de sus productos en un estado intermedio de su manufactura, dado que el proceso tiene un profundo efecto en la calidad del producto final. Por ejemplo, las propiedades reológicas de la masa de panificación empleada en la elaboración del pan, influyen notablemente en las características del mismo y el desarrollo de mejoradores de masa, se basa en el comportamiento reológico de ésta (3).

La reología es una herramienta auxiliar en el diseño de equipo; es preciso que tolvas, tuberías, mezcladoras, llenadoras, y bombas; se ajusten o se adecúen a las características de los productos con los que van a ser utilizados. Cuan mejor se conozcan las propiedades del producto a manejar, más eficiente será la operación del equipo (19).

La reología guarda un relación directa con los fenómenos relacionados con la transferencia de calor. Así, tenemos que en muchos casos la elevación de la temperatura tiene un efecto en las propiedades reológicas de los materiales, especialmente en la viscosidad, la cual tiene su efecto en el comportamiento al flujo de los fluidos no Newtonianos (32).

CAPITULO II

COMPORTAMIENTO REOLOGICO DE MATERIALES

Para resolver la dificultad que supone la casi infinita diversidad de productos, el reólogo toma puntos de referencia constituidos por sustancias ideales. Es así como, todos los sólidos exhiben características de los líquidos, menos uno; el sólido ideal. De igual modo, existe un líquido, que por definición carece de todas las propiedades de los sólidos, el líquido ideal. Al sólido ideal se le llama sólido de Hooke y el líquido ideal deriva su nombre de Newton. Ambos constituyen auténticos límites del comportamiento reológico (19).

Para poder identificar y cuantificar el comportamiento reológico de un material, es necesario obtener representaciones gráficas de las variables involucradas, cuando está sometido a una deformación. Dichas representaciones son conocidas como reogramas.

El comportamiento de los líquidos se clasifica en base a su respuesta al flujo.

2.1. Líquido Newtoniano o ideal.

El líquido Newtoniano, se define como aquel para el cual la representación de el esfuerzo cortante en función de la velocidad de corte es una línea recta (19).

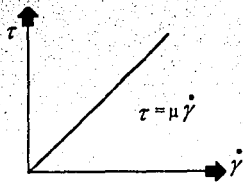


Figura. 2.1. Representación de el esfuerzo cortante τ , en función de la velocidad de corte para un líquido (γ) Newtoniano.

La pendiente de la recta es la viscosidad del fluido (μ).

2.2. Fluido no Newtoniano.

Un líquido no Newtoniano se define como aquel que exhibe flujo uniforme, pero para el que no es constante la relación entre el esfuerzo cortante y velocidad de corte (19).

2.2.1. Flujo independiente del tiempo.

a) Seudoplásticos

Los líquidos pseudoplásticos son menos espesos cuando se someten a altas velocidades de corte, es decir que la viscosidad aparente está en función de la velocidad de corte y no del tiempo a los que están sometidos al esfuerzo de corte o velocidad de corte (19).

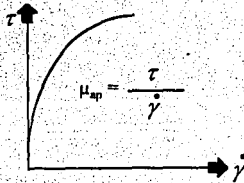


Figura 2.2. Flujo seudoplástico

b) Dilatantes

El fenómeno de la dilatancia es independiente del tiempo y se da a altas velocidades de corte, en el cual la viscosidad aparente esta en función de la velocidad de corte (19).

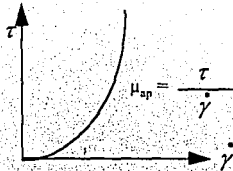


Figura 2.3. Flujo dilatante

Los fluidos dilatantes y seudoplásticos se les denomina también como fluidos de la potencia, por que se rigen por la ecuación:

$$\tau = K \dot{\gamma}^n$$

donde K y n son constantes. K ha sido denominado "índice de consistencia" y n "índice de comportamiento de flujo". Si $n=1$ el material es Newtoniano y $K =$ coeficiente de viscosidad; o índice de consistencia; si n es mayor que 1, el material es dilatante; si n es menor que 1, el material es pseudoplástico.

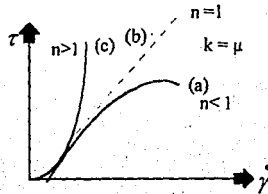


Figura 2.3. Flujo pseudoplástico (a) Newtoniano (b) y dilatante (c)

2.2.2. Flujo dependiente del tiempo de cizallamiento.

a) Tixotropía

La Tixotropía es un ablandamiento dependiente del tiempo de cizallamiento. Manteniendo constante la velocidad de corte, la viscosidad aparente disminuye en función del tiempo de cizallamiento; de manera que no sólo depende de la velocidad de corte, sino también del tiempo de duración (19).

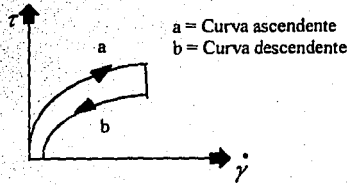


Figura 2.4. Flujo tixotrópico

b) Reopexia

Reopexia es un espesamiento dependiente del tiempo de cizallamiento. La reopexia es el fenómeno inverso de la tixotropía, por lo que es igualmente necesario un riguroso control del tiempo de cizallamiento en las determinaciones (19).

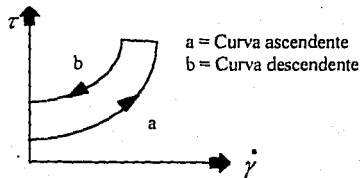


Figura 2.5 Flujo reopéxico

2.3. Fluidos Plásticos

Los fluidos plásticos son aquellos materiales que ante esfuerzos pequeños de corte exhiben características elásticas y presentan un esfuerzo límite, a partir del cual se inicia el flujo (13).

2.3.1. Plásticos de Bingham

Son materiales que exhiben un esfuerzo inicial, (τ_0) después del cual la relación esfuerzo de corte y velocidad de corte es lineal (13).

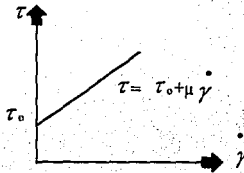


Figura 2.6. Plásticos de Bingham

2.3.2. Plásticos No Bingham

Son materiales que muestran una relación no proporcional entre el esfuerzo y velocidad de corte, al igual que los plásticos de Bingham presentan un esfuerzo inicial.

Dentro de esta categoría pueden agruparse el fluido de Hershel Buckley y de Casson (13).

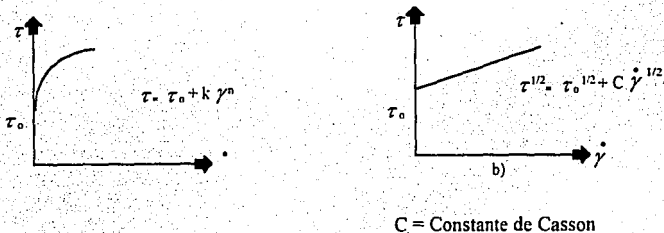


Figura 2.7 Hershel Buckley (a) y fluido de Casson (b)

2.4. Sólido elástico ideal

Son aquellos materiales que ante la aplicación de una fuerza exhiben una deformación instantánea, la cual desaparece completamente ante el cese de dicha fuerza.

Si la relación entre el esfuerzo aplicado y la deformación ocasionada es lineal, se dice que es un sólido de Hooke.

El sólido no Hookiano exhibe características del sólido de Hooke a excepción de que la relación entre el esfuerzo aplicado y la deformación ocasionada no es lineal (13).

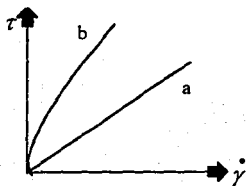


Figura 2.8. Sólido ideal (a) y sólido no Hookeano (b)

2.4.1 Elasticidad

Fuerza y Esfuerzo

La fuerza es una cantidad física capaz de alterar el estado de movimiento o reposo de un cuerpo, o alterar su forma y dimensión. Sin embargo, no constituye un criterio reológico útil. Es más útil considerar la relación fuerza/área (F/A), cociente conocido como esfuerzo.

Si la fuerza actúa perpendicular o paralelamente a la superficie, el esfuerzo puede considerarse como esfuerzo normal y esfuerzo de corte, respectivamente.

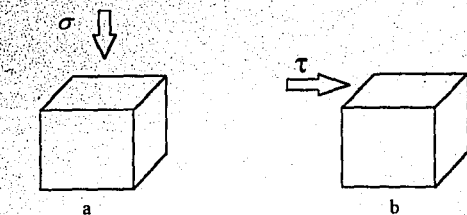


Fig. 3.1 a) Esfuerzo normal (σ) b) Esfuerzo de corte (τ)

Deformación y deformación relativa.

Los cuerpos se deforman cuando actúa sobre ellos una fuerza. O sea, se les somete a un esfuerzo; ejemplos típicos de deformación son el alargamiento y la compresión. Es más útil considerar la llamada deformación relativa, que se define como el cambio de dimensiones que experimenta por unidad de esta.

$$E = \delta L / L$$

Donde **E** es la deformación, **L** es la dimensión original y δL es el cambio de dimensión.

Constantes elásticas

El sólido de Hooke es el material que al ser sometido a un esfuerzo se deforma instantáneamente y recupera su forma original al ser retirado el esfuerzo.

Dependiendo del método de aplicación de la fuerza, existen tres módulos que se pueden calcular para un sólido de Hooke.

Cuando se aplica la fuerza perpendicular al área de la sección transversal, se calcula el módulo de Young (E).

$$E = \sigma / \delta$$

donde σ es el esfuerzo normal, δ es la deformación.

El módulo que se calcula cuando la fuerza es paralela al área de la sección transversal, es el denominado, módulo de rigidez (G) ó de cizalla.

$$G = \tau / \gamma$$

donde τ es el esfuerzo de corte, γ es la deformación.

Si la fuerza se aplica en todas las direcciones (isotrópicamente) se calcula el módulo de compresión volumétrica (K).

$$K = \sigma_v / E_v$$

donde σ_v es el esfuerzo isotrópico o presión hidrostática E_v es la deformación volumétrica.

Otro parámetro utilizado comúnmente para describir los materiales elásticos isotropos, es el denominado coeficiente de Poisson. (μ) El cual se define como el

cociente de la contracción lateral Φ , (expresada en fracción de diámetro) entre la deformación relativa (γ).

$$m = \frac{\Phi}{\gamma}$$

2.5. Métodos para la evaluación de propiedades reológicas y de textura.

Existen diversos métodos objetivos para la evaluación de las propiedades reológicas y de textura de los alimentos.

Para medir dichas propiedades el alimento es deformado por medio de compresión, tensión y cizallamiento, midiéndose la reacción de la muestra a la fuerza aplicada. Estos métodos se clasifican en tres categorías: fundamentales, empíricos e imitativos.

a) Fundamental.

Técnicas elásticas son usadas para deformar una especie a una forma definida, de modo que todos los parámetros en la prueba son conocidos y los resultados puedan ser analizados por teorías reológicas.

Las pruebas fundamentales son el método ideal, dado que es posible determinar una o más constantes que describan las propiedades de un alimento, en términos de parámetros bien definidos (4).

El campo de aplicación de estas pruebas es en los laboratorios de investigación, ya que proporcionan bases para una mayor significación de las pruebas empíricas. Así mismo, se pueden utilizar en la evaluación y formulación de un producto determinado.

b) Empíricos.

El alimento es sometido a deformaciones mecánicas, las cuales aplican una secuencia o combinación de fuerzas y la reacción de la muestra es registrada.

Generalmente, dado que las condiciones de las pruebas son arbitrarias y existen algunos parámetros desconocidos, su análisis teórico riguroso no es posible. La única aproximación factible es controlar todos los parámetros de la prueba lo más cuidadosamente posible. Tales pruebas pueden considerarse comparativas dentro de ciertas condiciones específicas. Dado su fácil manejo y que el equipo utilizado no es caro, son utilizados como medida de control de calidad o de proceso en la industria (31).

c) Imitativos.

Por medio de mecanismos diseñados para imitar una operación específica del humano en los alimentos, como lo es la masticación del alimento. El objetivo es

repetir las señales durante la evaluación humana y asumir que las fuerzas reaccionantes, desarrolladas por la muestra representan reacciones humanas.

La señal involucrada y lo complejo de la fuerza, hacen que su análisis sea difícil y engorroso. Se obtienen parámetros de textura tales como: dureza, cohesividad, elasticidad y adhesividad a través de la lectura e interpretación de las curvas de fuerza-distancia. Con modificaciones apropiadas pueden medir viscosidades (alveógrafo y amilógrafo). Los resultados pueden ser utilizados para el desarrollo de nuevos productos, por exhibir buena correlación con métodos subjetivos (sensoriales) (31).

CAPITULO III

MATERIALES VISCOELASTICOS

La gran mayoría de los alimentos no pueden ser clasificados con el típico comportamiento de los líquidos (viscosidad) y de los sólidos (elasticidad). Estos materiales al ser sometidos a un pequeño esfuerzo, ya sea de corte, extensional o de compresión, exhiben simultáneamente las propiedades de viscosidad y elasticidad, propias de los líquidos y sólidos respectivamente, este fenómeno se le conoce como viscoelasticidad (34).

El fenómeno de la viscoelasticidad es el resultado de estructuras físicas y químicas. La deformación causa desplazamientos de moléculas, las cuales no pueden cambiar su posición relativa; pero las fuerzas intermoleculares se distribuyen y el sistema absorbe energía potencial, lo que produce tensiones internas para balancear las fuerzas externas.

Cuando es retirada la fuerza externa, la tensión interna regresa las moléculas a su posición original. En la gelatina y la masa de panificación (harina de trigo) se da una relajación bajo el efecto de la tensión. Se piensa que es debido a la sucesiva ruptura de los enlaces cruzados, seguidos de su neoformación para dar una configuración menos forzada (27).

El fenómeno de la viscoelasticidad tiene efecto sobre el manejo y procesamiento de los alimentos. Alimentos típicamente viscoelásticos son los productos de panificación y pasteles, mantequilla y margarina, masa de panificación y geles (34).

La respuesta o el comportamiento de los sólidos puede ser explicada con teorías de elasticidad y viscoelasticidad.

3.1. Viscoelasticidad

Las propiedades de una material viscoelástico (por ejemplo, E,G, etc) son dependientes del tiempo, ya que estas son función del tiempo en que la deformación y el esfuerzo han sido aplicados. Estos materiales pueden ser de uno de los dos comportamientos viscoelásticos: lineal y no lineal. Los materiales viscoelásticos lineales son aquellos en que el valor de sus parámetros reológicos son independientes de la magnitud del esfuerzo aplicado.

En los materiales viscoelásticos no lineales sus propiedades mecánicas son función del tiempo y la magnitud del esfuerzo aplicado. Ellos pueden poseer una zona no elástica y en general se representan por relaciones no lineales entre el esfuerzo y la deformación relativa.

Para poder definir las propiedades de textura en un número de parámetros físicos y obtener una evaluación comprensiva del material, y como se comportará bajo ciertas condiciones de esfuerzo y deformación, se ha recurrido al empleo de modelos reológicos. Un modelo reológico combina los elementos básicos de los materiales ideales (sólido de Hooke y líquido Newtoniano). El elemento elástico esta representado por un resorte y el elemento viscoso por un pistón sumergido en un líquido viscoso (26).

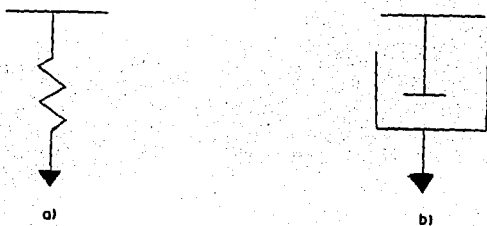


Figura 3.1. Elemento elástico ideal, (a), y elemento viscoso ideal (b)

La combinación de estos elementos en diferentes arreglos, da como resultado los diferentes modelos mecánicos que explican el comportamiento de los materiales viscoelásticos. Dentro de los cuales podemos mencionar los modelos de Maxwell, Kelvin y Burgers.

3.2. Pruebas reológicas fundamentales para determinar parámetros viscoelásticos.

En la determinación de parámetros viscoelásticos se debe establecer la relación existente entre las tres variables implicadas: esfuerzo, deformación y tiempo. Los métodos desarrollados con este fin son los ensayos reológicos fundamentales, los cuales se clasifican en: estáticos y dinámicos.

3.2.1. Pruebas estáticas.

Se denominan así los métodos en los que el esfuerzo se aplica en forma continua y sin inflexiones, o alcanza un valor determinado instantáneamente. Son las más utilizadas y permiten estudiar de un modo directo las relaciones tensión tiempo y deformación-tiempo (9).

a) "Creep compliance"

En esta prueba se estudia la relación deformación-tiempo.

El material se somete a un esfuerzo constante y se mide su deformación respecto al tiempo. Se define el creep compliance como J o sea, la deformación relativa con respecto al esfuerzo.

$$J(t) = \frac{\gamma(t)}{\tau} \quad \tau = \text{Constante}$$

La mayoría de los alimentos sólidos presentan un comportamiento que obedece al modelo de Burger definido por la ecuación:

$$J(t) = J_0 + J_1 (1 - e^{-t/\tau}) + 1/\mu_N$$

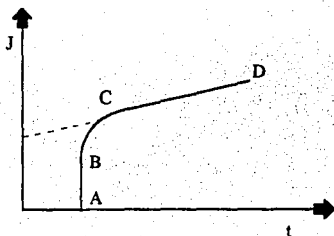


Figura 3.2. curva de creep compliance

En la figura 3.2. se puede observar tres zonas:

- La zona AB que representa el comportamiento puramente elástico, definida por un elemento elástico (J_0). El valor de J_0 se obtiene midiendo la zona AB directamente de la gráfica.

$$J_0 = 1 / E_0$$

E_0 = modulo de elasticidad

La zona BC describe el comportamiento de elasticidad retardada. Generalmente la región o zona BC es descrita por más de un elemento Kelvin en serie.

$$J_R = \sum_{l=1}^n J_{l1} (1 - e^{-t/\tau_l}) \quad (3.2)$$

Para determinar el número de términos que ajustan la ecuación 3.2. a la curva experimental se recurre al método gráfico de Inokuchi.

Se define la función Q. Como:

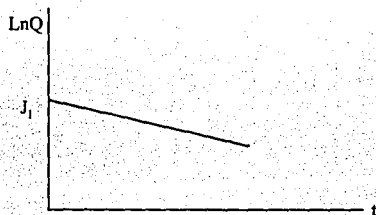
$$Q = J_1 e^{-t/\tau_1} \quad (3.3)$$

Q = Distancia vertical entre la parte extrapolada de CD y la curva J vs. t, en la zona BC. Se grafica la función $\ln Q$ vs. Tiempo.

$$\ln Q = \ln J_1 - t / \tau_1$$

$$\text{Pendiente} = 1 / \tau_1$$

$$\mu_1 = \tau_1 / J_1$$



Si la gráfica es lineal en todos los puntos, J_1 , τ_1 , μ_1 describen la región BC.

De no ser así, ahora se restan de Q los valores de J y se grafican $(\ln Q - J_1 e^{-t/\tau_1})$ vs.

Tiempo, si la gráfica es lineal se obtienen J_2 , τ_2 de la recta. (9,34)

$$J(t) = J_0 + J_1 (1 - e^{-t/\tau_1}) + J_2 (1 - e^{-t/\tau_2}) + t/\mu_N$$

La zona CD describe el comportamiento viscoso o de flujo Newtoniano. La viscosidad newtoniana (μ_N) es el inverso de la pendiente de la región CD.

b) Relajación

En esta prueba se estudia la relación tensión-tiempo. Se aplica una deformación constante, (γ) y se mide la relajación del esfuerzo con respecto al tiempo.

$$G(t) = \frac{\tau(t)}{\gamma} \quad \gamma = \text{Constante}$$

El comportamiento reológico de los materiales viscoelásticos durante la relajación corresponde al modelo Maxwell generalizado definido matemáticamente por la ecuación:

$$G(t) = G_e + \sum_1^n G_n e^{-t/\lambda_n} \quad (3.5)$$

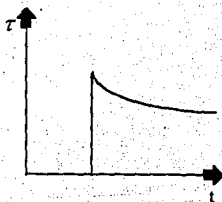


Figura 3.3. Curva de Relajación

El primer paso de un análisis de la curva de relajación es graficar $\ln t$ vs. t ; si se obtiene una recta, el comportamiento es definido por el modelo de Maxwell simple. Del inverso de la pendiente se obtiene τ_1 y de la ordenada al origen G_1 .

Sin embargo, en la gran mayoría de los casos los sistemas tienen más de un tiempo de relajación. Entonces estos sistemas se definen con el modelo de Maxwell generalizado:

Existen varios métodos para determinar el número de elementos que se ajustan a la ecuación anterior (3.5). Entre ellos se puede citar el desarrollado por Cunningham (1973), basado en el espectro de tiempos de relajación, el cual sigue una curva de distribución normal, con el tiempo en base logarítmica. El método de Alfrey (Sherman, 1965) cuya aplicación práctica es el método de los puntos de inflexión. Uno de los métodos más utilizados es el método de los residuos sucesivo, basado también el teorema del límite central (9,25).

CUADRO 3.1 MODELOS REOLÓGICOS

Modelo

Símbolo

Ecuación

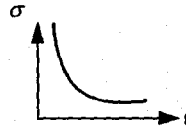
Respuesta teórica en:
Relajación

Creep

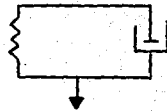
Maxwell



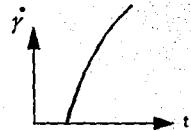
$$G(t) = G_1 e^{-t/\tau_1}$$



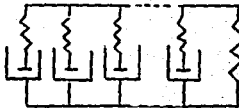
Kelvin



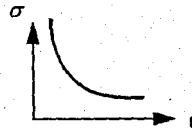
$$J(t) = J_1 (1 - e^{-t/\tau_1})$$



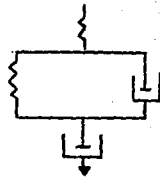
Maxwell
Generalizado



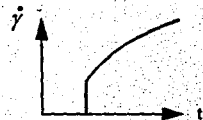
$$G(t) = G_e + \sum_1^n G_n e^{-t/\tau_n}$$



Burgers



$$J(t) = J_0 + J_1 (1 - e^{-t/\tau_1}) + J_2 (1 - e^{-t/\tau_2}) + \frac{t}{\mu N}$$



La mayoría de los alimentos sólidos, cuando son sometidos a pruebas de creep y relajación, los modelos que mejor describen su comportamiento son el de Burgers y Maxwell generalizado respectivamente (9).

3.2.2. Pruebas dinámicas.

En este tipo de pruebas se aplica un esfuerzo que varía en forma sinusoidal y se mide la respuesta que varía igualmente en forma sinusoidal. Las magnitudes que se manejan son vectoriales y por lo tanto se definen mediante números complejos.

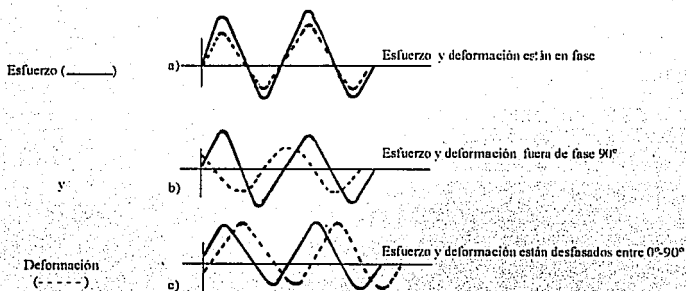


Figura 3.3: Experimentos dinámicos: sólido (a) líquido (b) material viscoelástico (c).

Cuando se someten a ensayos largos, los materiales biológicos pueden sufrir cambios fisiológicos que pueden alterar su comportamiento reológico. (9)

Los principales métodos vibracionales se pueden clasificar en:

- a) Medición directa de la deformación producida por una tensión que varía sinusoidalmente.
- b) Método de propagación de impulsos, en el se envía a la muestra ondas de alta frecuencia y se mide el tiempo que emplean en atravesarla.
- c) Método de resonancia sónica, en el cual un material de geometría conocida se le permite oscilar libremente.
- d) Método de transductor, en el cual la impedancia eléctrica se convierte en impedancia mecánica y de ella se calculan las propiedades dinámicas del material.

Estos ensayos requieren de equipo específico, dado que las mediciones se realizan con equipo electrónico muy sensible, ya que se trabaja con frecuencias constantes. La interpretación no es fácil ni tan directa. Su utilización se reduce, al estudio de estructuras y de la composición química de algunos materiales poliméricos (9).

3.3. Requerimientos para la prueba estática de creep

Cuando se efectúa una prueba de creep compliance es necesario que las mediciones de viscoelasticidad reúnan los siguientes requisitos:

- a) El esfuerzo y la deformación lo más pequeño posible, de manera que la prueba sea del tipo no destructiva.
- b) Condiciones de viscoelasticidad lineal
- c) La prueba debe efectuarse a volumen constante.

Los materiales viscoelásticos exhiben comportamiento de viscoelasticidad lineal a valores de deformación y esfuerzo pequeño. Mohsenin y Mittal (1977) encontraron el límite para frutas frescas a valores de deformación entre 1-5%. En alimentos procesados, como los productos frankfurt, exhiben viscoelasticidad lineal a valores de deformación entre 3-8% (22,26).

La relación esfuerzo deformación de una material viscoelástico ideal depende de la constante de deformación y porcentaje de deformación, sin embargo es independiente de las dimensiones específicas del material. Sin embargo, si el mismo material tiene diferentes dimensiones (longitud, diámetro, espesor, etc) su porcentaje de deformación no será el mismo (6,24).

En los alimentos, especialmente en los que la deformación ocurre en un mismo plano, que es el caso de los métodos de evaluación de textura, experimentan expansión del área de la sección transversal y cambios de forma. Sin embargo, la tendencia de la desviación de un comportamiento elástico ideal o de un

comportamiento viscoelástico, es válido en rangos de deformación pequeños. Esto implica que el papel de las dimensiones iniciales puede ser un aspecto decisivo, cuando se involucran deformaciones grandes en las pruebas de compresión en alimentos (23).

En los materiales en que la deformación ocurre sin cambio de volumen, el coeficiente de Poisson es de 0.5.

El corcho y miga de pan tienen un coeficiente de Poisson de cero, ya que pueden comprimirse sin aumentar su diámetro (19).

3.4. Instrumentos para pruebas de creep compliance

A nivel comercial existen instrumentos muy sofisticados para la determinación de propiedades viscoelásticas.

Todos los sistemas de medición son controlados por computadora, además de contar con un sistema para el control de la temperatura de la muestra.

Uno de los más utilizados es el Instron Universal Testing Machine, dado que puede efectuar pruebas de creep bajo compresión y pruebas de relajación. Este instrumento está diseñado para realizar dichas pruebas a velocidad de deformación

constante (8). También pueda efectuar pruebas de corte, y penetración. Además de utilizarse en alimentos se utiliza en materiales como: lana, plásticos y materiales de envasé. Para alimentos semisólidos (espumas, batidos, etc.) generalmente se utilizan viscosímetros que puedan manejar pruebas de corte o pruebas de “creep” y dinámicas. (PHYSICA, RHEOMAT, HAAKE)

El Reómetro Low Shear LS 100 maneja valores de esfuerzo bajos y tiene las siguientes características:

- Control de temperatura.
- Ajuste automático de espesor.
- Diferentes geometrías: cono/plato, cilindros.
- Pruebas: oscilatorias, rotacionales y de creep.
- Software de manejo y análisis de datos.

El Metler CSL2-100 tiene características similares al anterior y su costo aproximado en el mercado es de 55 117 dólares.

El precio de estos instrumentos es inaccesible para muchos centros de investigación y docencia, por lo cual se han dado a la tarea de construir sus propios instrumentos para realizar pruebas de creep bajo corte y compresión. Muchas veces los datos obtenidos de estos instrumentos no son comparables con los instrumentos

comerciales. Los principales instrumentos construidos son para efectuar pruebas de creep bajo corte y compresión, además de pruebas extensionales.

A continuación se muestran resultados obtenidos en pruebas de creep y relajación en instrumentos comerciales y no comerciales.

CUADRO 3.1 PARAMETROS REOLOGICOS DE JAMON, EFECTUADOS EN UN INSTRON U.T.M., EN PRUEBA DE RELAJACION (13)

E_1 (KPa)	2.4
T_1 (s)	1.0
μ_1 ($\times 10^3$ Pa.s)	2.3
E_2 (kpa)	2.5
μ_2 ($\times 10^3$ pa.s)	1.0

CUADRO 3.2 PARAMETROS REOLOGICOS DE GELES DE AGAR AL 1% EN PRUEBA DE RELAJACION, EFECTUADAS EN UN INSTRON U.T.M. (14)

MUESTRA	E_1 (N/m ²)	E_2 (N/m ²)	T_1	T_2
1	130	440	67	3.2
2	14	609	37	2.5
3	123	803	37	2.6
4	136	596	42	2.8
5	116	330	45	3.4
x	129	555.6	45.6	2.94
S	9.69	180.24	12.1	0.35
CV(%)	7.5	32.4	26.53	12.61

CUADRO 3.3 PARAMETROS REOLOGICOS DE UNA EMULSION TIPO SALCHICHA OBTENIDOS EN PRUEBA DE CREEP BAJO CORTE, EN UN VISCOELASTOMERO DE PLACAS PARALELAS (6)

J_0 (m ² /N)	1.15×10^{10}
J_1 (m ² /N)	3.58×10^{10}
μ_1 (Pa.s)	6.63×10^7
τ_1 (s)	237.1
J_2 (m ² /N)	2.79×10^{10}
μ_2 (Pa.s)	2.50×10^7
τ_2 (s)	7.09
μ_N (Pa.s)	5.29×10^8

CUADRO 3.4 PARAMETROS REOLOGICOS DE JALEA DE CHABACANO Y CEREZA, OBTENIDOS DE LA PRUEBA DE "CREEP", EN UN TUBO EN FORMA DE "U" (28).

Material	J_0 (m^2/N)	J_1 (m^2/N)	μ_1 (Pa.s)	μ_2 (Pa.s)	τ_1 (s)
Chabacano	1.45×10^{-2}	2.8×10^{-2}	0.37×10^{-3}	11×10^{-3}	0.925×10^{-7}
Cereza	1.75×10^{-2}	6.25×10^{-2}	0.46×10^{-3}	2×10^{-3}	2.87×10^{-7}

El cuadro 3.1 muestra los parámetros reológicos de jamón cuyo comportamiento está definido por el modelo de Maxwell generalizado. En el cuadro 3.2 se aprecia que dentro de las réplicas de un parámetro reológico, existen diferencias en cuanto al valor que se reporta para él, éstas diferencias son debido a que no todos las muestras son estructuralmente homogéneas (12).

En el cuadro 3.3 se muestran los parámetros reológicos de una emulsión tipo salchicha, donde se observa que, la zona de viscoelasticidad retardada está definida por más de un elemento Kelvin en serie ($T_1, T_2, J_2, J_1, \mu_1, \mu_2$).

En el cuadro 3.4. se presentan parámetros reológicos para dos diferentes materiales (jalea de cereza y chabacano). De estos datos podemos observar que los módulos de elasticidad (J_0) son similares. Mientras que los módulos de elasticidad retardada (J_1) para la jalea de cereza es mayor que el de la jalea de chabacano, lo que indica que la jalea de cereza se deforma más o que su consistencia es más "suave" que la jalea de chabacano.

Como puede observarse en los cuadros anteriores no se especifican si los datos presentados por los autores están en el rango de viscoelasticidad lineal, generalmente sólo se efectúa a un solo valor de esfuerzo. Cabe hacer mención que muchas veces los parámetros obtenidos en instrumentos no comerciales, no son comparables con los obtenidos en instrumentos comerciales; sobre todo por los niveles de esfuerzo que se manejan.

CAPITULO IV

EXPERIMENTACIÓN Y RESULTADOS

4.1. *Objetivo general, académico y social*

OBJETIVO GENERAL.- Instrumentar y validar un prototipo para pruebas de compresión en alimentos sólidos y que éstas se ajusten a los requerimientos de una caracterización reológica formal.

OBJETIVO PARTICULAR 1.- Determinar y efectuar las modificaciones necesarias para que el prototipo opere adecuadamente.

OBJETIVO PARTICULAR 2.- Caracterizar las pruebas de compresión en materiales viscoelásticos.

OBJETIVO ACADEMICO.- El poder instrumentar un prototipo que se asemeje lo mas posible a las pruebas de "creep compliance" permitirá evaluar el comportamiento reológico de diversos materiales viscoelásticos, además de obtener los parámetros reológicos que definen dicho comportamiento, los cuales pueden ser correlacionados con algunos parámetros empíricos.

OBJETIVO SOCIAL.- Una de las funciones de las instituciones de educación del país con la sociedades es la transmisión del conocimiento mediante la investigación

y la docencia. Para llevar a cabo estas actividades es necesario el contar con equipo, instrumentos, etc. que permitan desarrollar plenamente estas actividades. Tales instrumentos o equipos, en su mayoría tienen un precio elevado. Ante estas circunstancias se plantea la realización de proyectos de investigación encaminados a la construcción de equipo e instrumentos con el costo más bajo posible, para su utilización en la investigación y la docencia.

4.2. Material y preparación de muestras

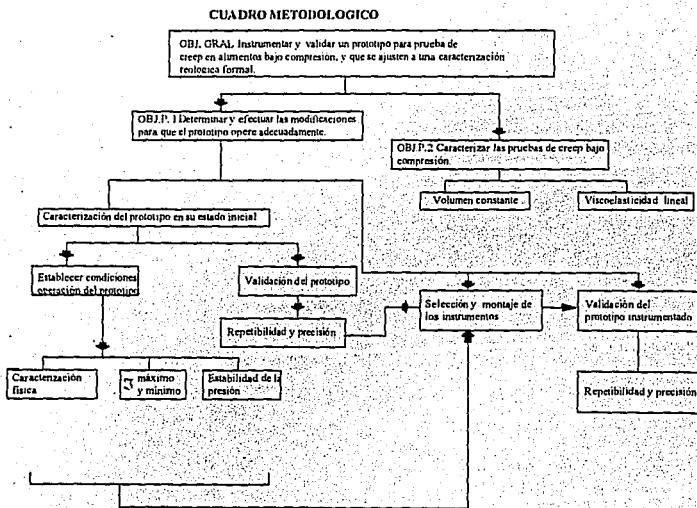
Se utilizaron productos comerciales de carragenina kappa (GELAMIX M.W.) y algarrobo, distribuidas por GOMAS NATURALES S.A. y sales de cloruro de potasio.

Se prepararon geles mezcla de ambas gomas, variándose la concentración de carragenina (0.75% y 1%) y manteniéndose constante la concentración de algarrobo (0.20%) y sales de cloruro de potasio (0.05%) : La mezcla de ambas gomas con las sales de cloruro de potasio son dispersadas en agua destilada a 70° C. Esta operación se realizó en un homogenizador, SILVERSON L4R . Posteriormente la dispersión se vació en recipientes de hoja de lata de 5 cm. de diámetro por 5 cm. de altura. Se dejaban gelificar en refrigeración a 7°C por un tiempo de 24 horas, después de este tiempo los geles son caracterizados. El desmolde de los geles se realiza con una

espátula, la cual se introduce entre el gel y la pared del recipiente, en toda su circunferencia; evitando romper el gel.

4.3. Cuadro metodológico experimental

En el cuadro metodológico experimental se presenta en forma esquemática la secuencia para el desarrollo de este trabajo, así como, las condiciones experimentales para cada etapa.



4.4 Metodología y diseño experimental

Objetivo General: Instrumentar y validar un prototipo para pruebas de creep en alimentos bajo compresión y que se ajusten a una caracterización reológica formal.

Objetivo Particular 1: Determinar y efectuar las modificaciones para que el prototipo opere adecuadamente.

Objetivo Específico 1.1: Establecer condiciones de operación del prototipo.

Actividad 1.1.1. Caracterización física del prototipo.

Esta actividad consistió en analizar cada una de las partes del prototipo, su función y material de construcción de las mismas, además de la presión mínima requerida para su operación, y la sensibilidad de los instrumentos de medición.

Actividad 1.1.2. Esfuerzo máximo y mínimo a que se puede someter el material de prueba o estudio.

Se realizaron pruebas preliminares para determinar el esfuerzo máximo que la muestra resiste sin sufrir daño aparente (ruptura, presencia de grietas). Las pruebas se efectuaron en geles mezcla de 2 gomas : carragenina y algarrobo, variándose únicamente la concentración de carragenina: 0.75% y 1%. Constantes: concentración de algarrobo (0.20%) tiempo de prueba (5 min.)

Variable de respuesta: Ruptura y presencia de grietas en los geles.

La prueba consistió en comprimir la muestra a diferentes presiones por un tiempo determinado.

Objetivo específico 1.2.- Determinar repetibilidad y precisión del prototipo en su estado inicial.

Variables involucradas:

Variable independiente: concentración de carragenina, esfuerzo de compresión aplicado.

Niveles de variación: Concentración carragenina: 0.75% y 1%

Esfuerzo de Compresión: 5886, 7848 y 9810 N/m²

Variable dependiente: Deformación relativa con respecto al tiempo.

Constantes: Temperatura de la muestra: 7° C

Tiempo entre cada lectura: 15 s.

- Concentración de algarobo: 0.20%

- Concentración de KCl

Número de replicas: 5

Procedimiento. Los geles de carragenina al 0.75% y 1% son sometidos a la prueba de creep compliance a diferentes valores de esfuerzo y se mide la deformación relativa en función del tiempo. Las muestras se mantienen en refrigeración y se sacan antes de afectar la prueba, para que ésta sea a temperatura

constante. Siempre se tuvo una muestra testigo que se le midió la temperatura y al final de la prueba, se tuvo una variación de 1°C.

Análisis estadístico:

Repetibilidad.- Análisis de varianza entre réplicas de la deformación relativa respecto al tiempo, para cada concentración y esfuerzo de compresión.

Precisión.- Coeficientes de variación y desviación estándar de los parámetros reológicos, para cada concentración y esfuerzo compresión.

Objetivo específico 1.3.- Determinación de la estabilidad de la presión suministrada por la bomba de vacío, durante una medición y entre réplicas.

Variables involucradas:

Variables independiente: Presión de la bomba de vacío.

Niveles de variación: 0.06, 0.08 y 0.1 Kg/cm²

Variable dependiente: Altura de la columna de agua.

Número de réplicas: 3

Procedimiento.- Se instaló un manómetro de vidrio en forma de “U” a la salida de la bomba de vacío y se midió la variación de la altura de la columna de agua en el manómetro en función del tiempo. Esta prueba se hizo sin muestra en un tiempo de 15 minutos, que es el tiempo que toma en efectuarse una prueba con muestra.

Análisis estadístico: Análisis de varianza de bloques aleatorios para las réplicas.

Tratamientos: réplicas

Bloques: tiempo

Actividad 1.2.- Instrumentación y montaje del prototipo.

Esta actividad consiste básicamente en la selección y cotización de los instrumentos, que requieren ser modificados, para su posterior montaje en el prototipo. Además de la construcción de la estructura que va a soportar el prototipo. Este se construyó según las referencias bibliográficas (12, 15, 34).

Objetivo específico 1.4. Determinar repetibilidad y precisión del prototipo instrumentado.

Variable involucradas:

Variable independiente: Concentración de carragenina y esfuerzo

Niveles de variación: Carragenina: 0.75% y 1%

Esfuerzo: 5886, 7848, 9810 y 11772 N/m²

Constantes:

Temperatura de la muestra °C

Tiempo entre cada lectura. 15.s.

Concentración de Algarrobo. 0.20%

Concentración de KCl 0.05%

Número de réplicas: 5

Procedimiento: Los geles se someten a la prueba de creep a diferentes valores de esfuerzo y se mide la deformación relativa en función del tiempo. Las muestras se mantienen en refrigeración y se sacan cada que se efectúen réplicas, para evitar variación de la temperatura. Se tuvo una muestra testigo a la que se le midió la temperatura antes y después (al final) de la prueba. La temperatura varió 1° C.

Análisis estadísticos: Para repetibilidad y precisión se utilizaron los mismos estadísticos efectuados en el objetivo específico 1.2.

Objetivo Particular 2.- Caracterizar las pruebas de creep bajo compresión.

Actividad 2.1.- Determinar si la prueba se efectuó a volumen constante.

Uno de los requisitos de la prueba de creep es que ésta se realice a volumen constante.

Esta actividad consistió en medir o determinar el volumen inicial y final de la muestra. Estas mediciones se efectuaron a los geles utilizados en la etapa anterior (Objetivo específico 1.4), es decir que a la vez que se efectuaba la prueba de creep, se medía el volumen inicial y final de la muestra (después de la prueba de creep), para ser utilizados en esta etapa.

Para determinar si se realizó a volumen constante la prueba de creep, se efectuó un análisis de muestras independientes del volumen inicial y final de la

muestra, para cada concentración de carragenina y valores de esfuerzo a que fueron sometidos.

Actividad 2.2.- Determinar bajo que rango de esfuerzo se manifiesta la viscoelasticidad lineal.

Existen para cada material un intervalo de deformación relativa para el que se cumple la linealidad y los parámetros son válidos si la prueba se efectuó dentro de este intervalo. Para determinar este intervalo se efectuó un análisis de covarianza entre esfuerzos para cada concentración.

El análisis se efectuó de los valores de J vs. t , obtenidos del objetivo específico 1.4

CAPITULO V

RESULTADOS Y DISCUSION

5.1. Caracterización del prototipo en su situación inicial

Establecimiento de las condiciones de operación.

Para determinar las condiciones de operación del prototipo, se analizó cada una de sus partes, la función y material de construcción de las mismas, además de la presión mínima requerida para su operación y la sensibilidad de los instrumentos de medición.

Descripción del prototipo.

En la figura 4.1 se muestra el prototipo, antes de ser instrumentado. El prototipo se encuentra sujeto a una base horizontal y vertical de madera de pino de un espesor de 2 cm. La base vertical tiene dimensiones de 30 cm de ancho por 57 cm. de alto, cuya finalidad es sostener el prototipo. La base horizontal es un cuadro de 30 cm de cada lado, en cuya superficie se efectúan las pruebas de creep compliance. El prototipo se encuentra constituido por los siguientes componentes:

Bomba de vacío-compresor.- Suministra la presión requerida para operar el prototipo, con capacidad de ¼ H.P.

Válvula de globo.- Esta válvula es de hierro, se conecta a la fuente de presión, la finalidad es controlar la presión a la cual se desea operar el prototipo.

Manómetro.- El manómetro es del tipo de Bourdon. Su finalidad es indicar la presión a la que está operando el equipo. Su capacidad es de 1 Kg/cm^2 y la sensibilidad de 0.01 Kg/cm^2

Pistón de simple efecto con posicionador de resorte.- Este dispositivo es el encargado de efectuar la compresión de la muestra. El material de construcción es acero, la altura del cilindro es de 17 cm, y tiene un diámetro de 5 cm.

Escala graduada.- Su finalidad es registrar los desplazamientos. Es un flexómetro con sensibilidad de 1 mm.

Placa circular.- El prototipo tiene dos placas circulares, una esta unida directamente al pistón para efectuar la compresión, la otra sirve para colocar el material a comprimir, así al momento de efectuar la compresión, el material queda entre ambas placas. Las placas son de 1 cm de espesor y 6 cm de diámetro.

La presión mínima requerida para operar el prototipo es de 0.06 kg/cm^2 Esta presión es utilizada para vencer la tensión del resorte del pistón.

1. Bomba de vacío
2. Manómetro
3. Válvula de globo
4. Pistón
5. Placa circular

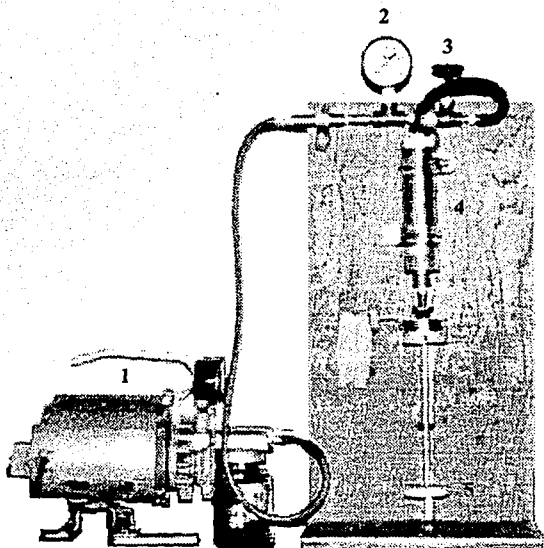


Figura 4.1 Prototipo inicial

El desplazamiento mínimo que puede registrar el instrumento, dado por el grado de resolución del sistema de medición es de 1 mm (escala de un flexómetro).

Los valores de esfuerzo a los que se puede someter una muestra dependen de:

- a) La muestra
- b) La resolución de la escala para medir la deformación.

Con respecto a la muestra, si su textura es muy suave, no se puede someter a esfuerzos demasiado grandes porque se rompe. Si su textura es muy firme, la deformación es muy pequeña y la resolución de la escala (1mm) no permite detectar diferencias o hacer medidas precisas. Así tenemos que a los geles de carragenina al 0.75% solo se les pudo someter a un solo esfuerzo (5886 N/m²). El gel de carragenina al 1% fue posible someterlo a dos valores de esfuerzo (7848 y 9810 N/m²).

Estabilidad de la presión suministrada por la bomba de vacío.

Una de las condiciones de la prueba de creep compliance es que ésta se efectúe a esfuerzo constante, por lo cual se evaluó la estabilidad de la presión suministrada por la bomba de vacío. Se evaluaron tres presiones: 0.06, 0.08 y 0.1 Kg/cm², que convertidos a valores de esfuerzo, representan los esfuerzos bajo los cuales se realizaron las pruebas de creep compliance, en las dos concentraciones de

carragenina. Del análisis de varianza por bloques aleatorios, se obtuvieron los siguientes resultados:

Observando los cuadros 4.1., 4.2. y 4.3, las diferencias significativas que existen entre los tratamientos, indica que la presión varía de una réplica a otra. Por consiguiente la bomba de vacío no es adecuada para el suministro de presión. ya que una condición de la prueba es que, el esfuerzo se aplique en forma continua y sin inflexiones (8).

CUADRO 4.1 ANALISIS DE VARIANZA: ESTABILIDAD DE LA PRESION RESPECTO AL TIEMPO. PRESION = 0.06 kg/cm²

Fuente de Variación	Grados de Libertad	Sumatoria de Cuadrados	Cuadrado medio	F cal.	F tab.
Tratamientos	2	3.316	0.658	658 *	3.32
Bloques	19	0.02	0.006	6 *	1.85
Residual	38	0.084	0.001		
Total	59	1.52			

CUADRO 4.2 ANALISIS DE VARIANZA: ESTABILIDAD DE LA PRESION RESPECTO AL TIEMPO. PRESION = 0.08 kg/cm²

Fuente de Variación	Grados de Libertad	Sumatoria de Cuadrados	Cuadrado medio	F cal.	F tab.
Tratamientos	2	1.417	0.708	354 *	3.32
Bloques	19	0.087	0.004	4 *	1.85
Residual	38	0.09	0.002		
Total	59	1.597			

CUADRO 4.3 ANALISIS DE VARIANZA: ESTABILIDAD DE LA PRESION RESPECTO AL TIEMPO. PRESION = 0.1 kg/cm².

Fuentes de Variación	Grados de Libertad	Sumatoria de Cuadrados	Cuadrado medio	F Cal.	F tab.
Tratamientos	2	0.09	0.045	45	3.32
Bloques	19	0.05	0.002	2*	1.85
Residual	38	0.06	0.001		
Total	59	0.21			

Nivel de significación = 0.05

* Significativo

Validación del prototipo en su situación inicial.

Los criterios de validación empleados fueron repetibilidad y precisión, los cuales se propuso evaluar con los métodos estadísticos de análisis de varianza y coeficiente de variación, respectivamente.

En las lecturas de deformación relativa respecto al tiempo, era difícil notar los cambios de deformación, además de obtener mesetas con un mismo valor de deformación para diferentes tiempos, esto era debido a que el grado de resolución (1mm.) del instrumento para medir las deformaciones, no es capaz de detectar deformaciones más pequeñas. Ante esta situación no fue posible realizar o evaluar la repetibilidad de la deformación relativa de los geles de carragenina respecto al tiempo.

Las curvas de creep compliance obtenidas, se ajustaron con curvígrafo para poder obtener los parámetros reológicos, para cada concentración de carragenina y los valores de esfuerzo a los que se sometieron los geles, y así, evaluar la precisión de la prueba.

4.4 COEFICIENTE DE VARIACION DE LOS PARAMETROS REOLOGICOS DE LOS GELES DE CARRAGENINA-ALGARROBO

CONCENTRACIONES ESFUERZO (N/m ²)	0.75%						1%					
	5856						7848					
	9810		9810		9810		9810		9810		9810	
	X	S	C.V.	X	S	C.V.	X	S	C.V.	X	S	C.V.
Jo (m ² /N) x 10 ⁻⁴	7.63	5.1	66.9	3.09	0.40	13.06	2.67	0.33	12.06			
J (m ² /N) x 10 ⁻⁵	2.69	1.06	39.4	1.92	0.65	34.21	1.28	0.08	6.9			
μ N (Pa.s) x 10 ⁻²	2.99	0.54	18.32	1.29	0.20	16.12	1.61	0.22	13.78			
μ_1 (Pa.s) x 10	3.50	2.03	58.04	3.57	1.27	35.57	5.3	0.82	15.56			
τ_1 (s)	84.21	19.65	28.4	63.21	4.46	7.03	67.9	7.96	11.6			

En el cuadro 4.4. se observa que los coeficientes de variación de los parámetros reológicos son mayores del 10%, por lo cual no son precisos. Por lo antes expuesto los datos obtenidos en el prototipo sin instrumentar, no son repetibles ni precisos. La literatura recomienda coeficientes de variación menores al 10%, para considerar precisos los datos obtenidos (1, 33).

Otro inconveniente de usar la bomba de vacío como fuente de presión, es que ésta exhibía un calentamiento cuando se usa por tiempos prolongados, lo cual implicaba que se tenía que dejar un intervalo de tiempo entre una réplica y otra. La bomba tiene un sistema de protección, el cual para el motor de la bomba de vacío al

alcanzar determinada temperatura. Si la bomba se utilizaba en forma continua, podría ocurrir que el sistema de protección se accionara a la mitad de las pruebas de creep compliance, lo que no es conveniente, dado que ésta exige que el esfuerzo se aplique en forma continua y sin inflexiones (5,9).

El hecho de que la bomba no desplace un volumen constante de aire, traía consigo variaciones en la presión, sobre todo cuando se trabajaba con la presión más baja.

En lo tocante al instrumento para medir la deformación relativa, el hecho de que éste no fuera capaz de detectar cambios pequeños de deformación, implicaba que el material en estudio fuera sometido a un tiempo mayor de prueba con las finalidades de obtener la cantidad suficiente de datos para construir la curva típica de creep compliance. Cuando los materiales biológicos son sometidos a un esfuerzo por períodos de tiempo largos, esto puede dañar la estructura del material (9).

Con lo antes expuesto el prototipo no es lo funcional que se requiere para efectuar las pruebas de creep compliance.

5.2 Instrumentación y montaje de prototipo.

De los resultados obtenidos de la caracterización del prototipo en su situación inicial, se vio que había la necesidad de efectuar modificaciones en el prototipo con el objetivo de hacerlo más funcional y obtener datos repetibles y precisos.

Básicamente requería de una modificación en la fuente de presión y el sistema o instrumento de medición de los desplazamientos (deformación relativa).

La bomba de vacío fue sustituida por un compresor de aire de ½ H.P y presión de salida de 80 lb/in². Mediante una válvula de aguja se redujo la presión de entrada (80 lb/in²) hasta los niveles requeridos para efectuar la prueba de creep compliance. La capacidad de la válvula reguladora de presión es de 0.05 a 7 kg/cm². La válvula reguladora de presión debe operar con aire seco, por lo cual debe utilizarse un filtro de aire.

Para medir la deformación relativa se eligió un indicador de carátula con sensibilidad de 0.01 mm y capacidad de 30 mm, complementado con una base magnética, para el montaje del indicador de carátula que lo fija a la nueva base de fierro.

La nueva estructura en la cual está montado el prototipo instrumentado es firme y rígida, lo que garantiza que pueda trabajarse bajo una gran variedad de circunstancias. La estructura se compone de una columna vertical, la cual se encuentra unida a la base del instrumento, dicha columna soporta el sistema de compresión del prototipo (pistón de simple efecto), sobre la columna vertical se encuentra un brazo, el cual sostiene la sección de control de presión del prototipo (válvula reguladora, filtro y válvula de paso y manómetro). Sobre la base del prototipo se coloca la base magnética que es la encargada de soportar el indicador de carátula. La base del instrumento tiene dos niveles de burbuja y cuatro tornillos, los cuales aparte de servir de apoyo, permiten que con ellos se nivele el prototipo. La base y columnas del prototipo son de hierro. La figura 4.2 muestra los componentes del prototipo instrumentado.

1. Base del prototipo
2. Columna vertical
3. Brazo soporte
4. Manómetro
5. Válvula reguladora de presión
6. Filtro
7. Pistón
8. Indicador de cuadrante
9. Base magnética
10. Tornillos niveladores

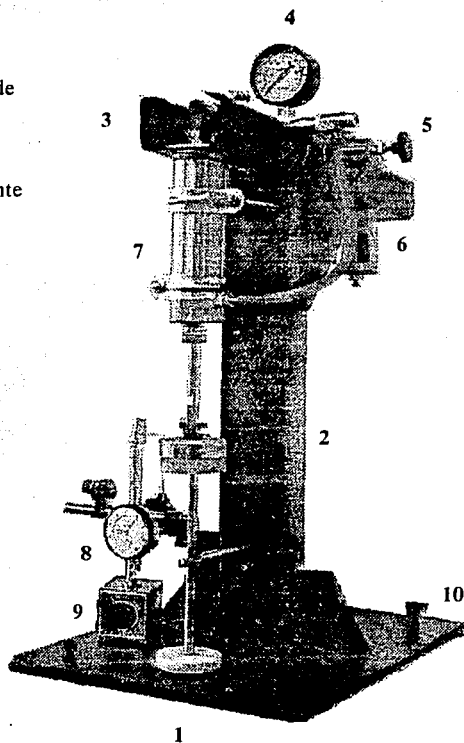


Figura 4.2 Prototipo para pruebas de creep

5.3. Validación del prototipo instrumentado

Los criterios de validación empleados fueron los mismo que se utilizaron en la validación del prototipo en su situación inicial, es decir, la repetibilidad de la deformación relativa respecto al tiempo, se evaluó con un análisis de varianza. La precisión se evaluó con el coeficiente de variación de los parámetros reológicos viscoelásticos.

Ambos análisis fueron aplicados a los geles de carragenina a las dos concentraciones empleadas.

Los geles de carragenina al 0.75% fueron sometidos a tres valores de esfuerzo, (5886, 7848, y 9810 N/m²). El análisis de varianza y la prueba alternativa de Tuckey revelan que de las cinco réplicas efectuadas para cada valor de esfuerzo, por lo menos tres son repetibles.

Los geles de 1% de carragenina fueron sometidos a cuatro valores de esfuerzo (5886, 7848, 9810 y 11 772) N/m², donde el análisis de varianza y la prueba alternativa de Tuckey, indican que de las cinco réplicas efectuadas para cada valor de esfuerzo, por lo menos tres de ellas son repetibles. Esto se debe a que no todas las muestras son estructuralmente homogéneas (12).

De las réplicas que son repetibles para cada concentración de carragenina y sus respectivos valores de esfuerzo, se evaluaron los coeficientes de variación de los parámetros reológicos, como medida de precisión de los mismos. Se efectuó un análisis de covarianza entre las replicas repetibles para obtener una sola ecuación para cada esfuerzo. (Gráfica 4.1, 4.2 y 4.3).

CUADRO 4.5. COEFICIENTE DE VARIACION DE LOS PARAMENTROS REOLOGICOS DE LOS GELES DE CARRAGENINA AL 0.75%

ESFUERZO N/m ²	5886			7848			9810		
	\bar{X}	S	C.V	\bar{X}	S	C.V	\bar{X}	S	C.V
Jo (m ² /N) x 10 ⁻⁵	6.57	0.657	10	1.99	0.171	8.6	2365	0.210	7.9
J ₁ (m ² /N) x 10 ⁻⁷	2.46	0.233	9.4	1.140	0.083	7.5	5.25	0.344	6.5
μ N (Pa.s) x 10 ¹	2.64	0.223	8.4	4.09	0.301	7.3	6.9	0.413	5.9
μ l (Pa.s) x 10 ¹	1.79	0.105	5.9	2.93	0.293	10	3.9	0.235	6.5
τ_1 (s)	38.4	3.29	8.5	28.2	1.99	7	39.9	2.06	5.1

CUADRO 4.6. COEFICIENTE DE VARIACION DE LOS PARAMENTROS REOLOGICOS DE LOS GELES DE CARRANINA 1%

ESFUERZO N/m ²	5886			7848			9810			11772		
	\bar{X}	S	C.V	\bar{X}	S	C.V	\bar{X}	S	C.V	S	\bar{X}	C.V
Jo (m ² /N) x 10 ⁻⁵	5.14	0.514	10	1.5	0.1	6.6	1.27	0.11	8.7	1.57	0.052	3.3
J ₁ (m ² /N) x 10 ⁻⁵	1.35	0.125	9.3	3.5	0.23	6.5	1.8	0.3	9.5	6.46	0.456	7.1
μ N (Pa.s) x 10 ⁰	5.85	0.49	8.3	7.9	0.72	9.1	7.7	0.26	4	9.4	0.6	6.3
μ l (Pa.s) x 10 ¹	2.7	0.27	10	1.6	0.14	8.8	1.18	0.10	8.8	4.4	0.33	7.5
τ_1 (s)	48.4	1.45	3	54.6	3.5	6.5	45.5	2.0	4.9	36.7	1.3	3.5

En los cuadros 4.5 y 4.6 se observa que los coeficientes de variación de los parámetros reológicos no exceden del 10% por lo cual se consideran precisos. El resultado del análisis de varianza y coeficiente de variación, indica que los datos

obtenidos de la prueba de creep compilase bajo esfuerzo de compresión son repetibles y precisos. Kim, en 1978 (17) y Nakayama (20), reportan coeficientes de variación; para parámetros reológicos de geles de pectina en rango de 5-10%. como puede observarse los coeficientes de variación para los geles de carragenina; están en ese rango.

5.4. Caracterización de la prueba de creep bajo compresión

Uno de los requisitos de la prueba de creep es que ésta se realice a volumen constante, además debe estar en la región de viscoelasticidad lineal. Esto significa que existe una relación lineal entre el esfuerzo aplicado y la deformación resultante, de manera que la relación deformación/esfuerzo (compliance), es tan solo una función del tiempo, y no esta influenciada por la magnitud del esfuerzo aplicado. Por lo tanto el valor de los parámetros reológicos será el mismo (26).

La evaluación de que la prueba se realizó a volumen constante, se determinó mediante un análisis de muestras independientes, la viscoelasticidad lineal mediante un análisis de covarianza.

CUADRO 4.7. VARIACION DEL VOLUMEN DE LAS MUESTRAS DURANTE LA PRUEBA DE CREEP COMPLIANCE LOS GELES DE CARRAGENINA AL 0.75%

CONCENTRACION	0.75 %			1.0%			
	ESFUERZO (N/m ²)	5886	7848	9810	5886	7848	9810
VARIACIÓN DE VOLUMEN (%)	6.06	7.50	9.10	1.35	3.44	4.14	5.54

CUADRO 4.7a ANALISIS DE MUESTRAS INDEPENDIENTES

CONCENTRACION	0.75%			1%			
ESFUERZO (N/m ²)	58886	7848	9810	5886	7848	9810	11 772
T	0.01	0.009	0.007	0.67	1.96	1.94	0.27
α	0.05			0.05			
g.l.	4			4			
Tcritica	-2.77 > T > 2.77			-2.77 > T > 2.77			

Como puede observarse en el cuadro 4.7, la mayor variación de volumen se presenta al mayor esfuerzo y menor concentración de carragenina (.75%), a su vez la menor variación de volumen se presenta al menor esfuerzo y máxima concentración de carragenina (1%). Para todos los casos la variación del volumen no es mayor del 10%.

El análisis de muestras independientes no indicó una diferencia entre el volumen inicial y volumen final de la muestra, a las diferentes concentraciones de carragenina y valores de esfuerzos bajo los que se efectuó la prueba de creep compliance, lo cual indica que se realizó a volumen constante.

CUADRO 4.8. PARAMETROS REOLOGICOS DE LOS GELES DE CARRAGENINA AL 0.75%

ESFUERZO (N/m ²)	5886	7848	9810
J ₀ (m ² /N) x 10 ⁻⁵	0.97	2.16	2.50
J ₁ (m ² /N) x 10 ⁻⁶	12.8	8.70	2.28
μ N (Pa.s) x 10 ⁷	3.00	4.25	11.1
μ i (Pa.s) x 10 ⁶	1.38	3.44	5.00
τ_1 (s)	38.46	37.03	47.6

En el cuadro 4.8 se puede observar que no es muy claro si está en el intervalo de linealidad.

El análisis de covarianza realizado entre esfuerzos de las replicas que son repetibles indicó que el rango de viscoelasticidad lineal para los geles de

carragenina al 0.75%, se cumple para los esfuerzos de 7848 y 9810 N/m². En la gráfica 4.1 se aprecia mejor esto, la curva para el esfuerzo de 5886 N/m² se aleja de las curvas de los esfuerzos de 7848 y 9810 N/m². (gráfica 4.1). La gráfica 4.1 muestra la curva de creep bajo compresión, para geles de carragenina al 0.75%.

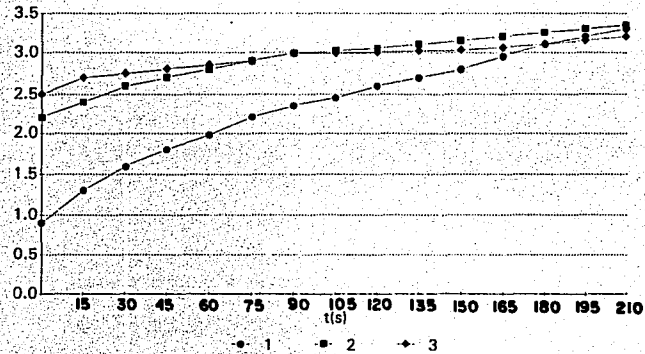
CUADRO 4.9. PARAMETROS REOLOGICOS DE LOS GELES DE CARRAGENINA AL 1%

PARAMETRO	ESFUERZO (N/m ²)			
	5886	7848	9810	11772
J ₀ (m ² /N) x 10 ⁻²⁵	0.60	1.54	1.45	1.63
J ₁ (m ² /N) x 10 ⁻²⁶	8.50	5.60	5.87	5.34
μN (Pa.s) x 10 ³	7.84	10.4	11.7	11.7
μ ₁ (Pa.s) x 10 ⁶	3.44	7.63	8.90	6.66
τ ₁ (s)	66.6	58.8	45.4	62.5

GRAFICA 4.1

CURVA DE CREEP BAJO COMPRESION DE GELES DE CARRAGENINA AL 0.75%

$J(N^{-1}m^2) \times 10^{-5}$



- 1.- Esfuerzo = 5886 Nm⁻²
- 2.- Esfuerzo = 7848 Nm⁻²
- 3.- Esfuerzo = 9810 Nm⁻²

En el cuadro 4.9 se observa que los valores de los parámetros reológicos al esfuerzo de 5886 N/m², difieren de los valores observados para los esfuerzos de 7848 a 11 772 N/m², los cuales son similares entre sí.

El análisis de covarianza efectuado entre esfuerzos para los geles de carragenina al 1%, indicó que la región de viscoelasticidad lineal se presenta a los esfuerzos de 7848 a 11 772 N/m² (gráfica 4.2). La gráfica 4.2 muestra la curva de creep bajo compresión.

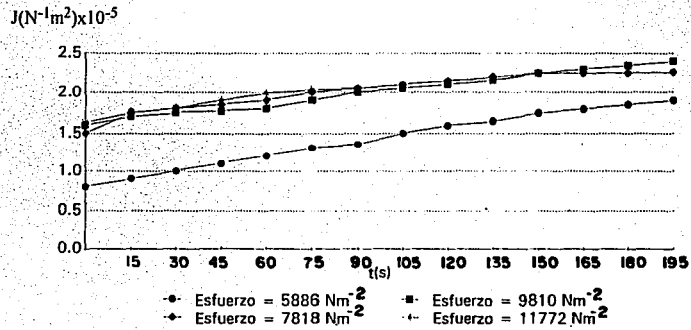
Los valores de deformación para los que se cumple la linealidad fueron 0.2 - 0.3. Mitchell (18) reporta valores de deformación para los cuales obtuvieron linealidad diferentes investigadores en geles de agar, alginato, pectato, gelatina y leche cuajada con renina, en pruebas de creep por corte, extensión y compresión, los cuales varían de 0.02 a 0.7.

En ambas concentraciones de carragenina al esfuerzo más bajo (5886 N/m²), los valores no son lineales con respecto a los otros esfuerzos a los que se sometió cada concentración. Esto puede deberse a la deformación es pequeña y se requiere una mayor sensibilidad del prototipo para la medición de la deformación.

Se observa que dentro del rango de linealidad para cada concentración de carragenina (cuadros 4.8 y 4.9), existe una diferencia de los parámetros en especial a 0.75% que pudiera indicar que no se está dentro de la linealidad, sin embargo el análisis de covarianza indica que no existen o no son significativas dichas diferencias.

GRAFICA 4.2

CURVA DE CREEP BAJO COMPRESION DE GELES DE CARRAGENINA AL 1%



Una posibilidad cabría en señalar al prototipo como el responsable de tal situación, sin embargo si comparamos los cuadros 3.2 y 4.5, se observa que también en un equipo más sofisticado (Instron U.M.T.) hay diferencias entre los parámetros y que los coeficientes de variación y desviación estándar de los parámetros reológicos obtenidos en el prototipo, están dentro de los niveles obtenidos por un instrumento comercial. Dichas diferencias se deben al material, dado que no todos tienen o no son homogéneos estructuralmente. Si bien es cierto, que la teoría supone que se trata de materiales homogéneos e isotrópos, en la práctica esto es difícil de que se cumpla.

CUADRO 4.10. PARAMETROS REOLOGICOS DE LOS GELES DE CARRAGENINA EN EL INTERVALO DE LINEALIDAD

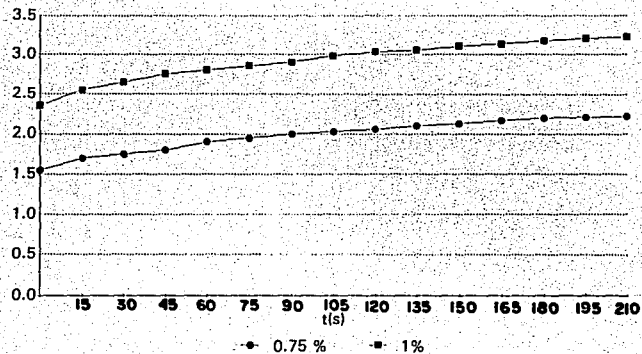
PARAMETRO	CONCENTRACION DE CARRAGENINA	
	0.75%	1%
J_0 ($N^{-1} m^2$)	2.34×10^{-5}	1.54×10^{-5}
J_1 ($N^{-1} m^2$)	6.58×10^{-6}	4.80×10^{-6}
μ_1 (Pa.s)	5.50×10^6	9.90×10^6
μN (Pa.s)	4.7×10^1	7.5×10^1
τ_1 (s)	37.03	47.61

Comparando los parámetros reológicos (cuadro 4.10) de los geles de carragenina, se observa que el valor de J_0 es mayor, para la concentración de 0.75%, lo que significa que se deforma más y representa un parámetro para evaluar consistencia.

GRAFICA 4.3

CURVA DE CREEP BAJO COMPRESION DE
GELES DE CARRAGENINA AL 0.75% y AL 1%

$J(N \cdot l \cdot m^2) \times 10^{-5}$



La viscosidad newtoniana es mayor para la concentración de 1%, lo que representa que a mayor consistencia es más la oposición a fluir. El tiempo de retardo, que significa o representa el tiempo en que tarda en alcanzarse el 63% de la deformación total, es mayor para la concentración de 1%. A mayor tiempo de retardo mayor será la consistencia.

Se realizó un análisis de covarianza de los valores de deformación relativa vs. tiempo obtenidos de la prueba de creep bajo compresión, de los geles de carragenina al 0.75% y 1% sometidos a un mismo valor de esfuerzo. Los esfuerzos analizados fueron 5886, 7848 y 9810 N/m².

El resultado de el análisis mostró que que existe diferencias significativa lo que indica el prototipo es capaz de detectar diferencia entre ambas concentraciones.

- Esto marca la pauta para que el prototipo pueda ser utilizado en el estudio de:
- Efecto de sales, secuestrantes, mezcla de gomas, azúcar en propiedades de los geles.
 - Evaluación de cambios en proceso o formulación de productos.
 - Relación con parámetros de textura.
 - Desarrollo de productos.

Es posible que la linealidad se presente a valores de esfuerzo y deformación más bajos pero el prototipo ya no tenga la suficiente sensibilidad para detectarlo.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

El prototipo instrumentado se apega a las condiciones en las que se efectúan las pruebas de creep compliance bajo compresión. Es decir, las pruebas se efectúan a esfuerzo y volumen constante, la deformación es pequeña y la prueba es del tipo no destructiva.

Además de obtener datos repetibles y precisos se puede detectar diferencias en el comportamiento por la concentración del agente gelificante y los intervalos de comportamiento viscoelástico lineal.

La exactitud no pudo ser evaluada ya que en el momento que se efectuó el trabajo, no se contaba con un instrumento comercial que efectúa pruebas de creep bajo corte o compresión, además que la bibliografía no cita datos de parámetros reológicos de geles del mismo tipo de carragenina. En los datos reportados por la bibliografía, la mayoría de ellos no especifica tipo de agente gelificante, el esfuerzo a los que se hicieron las determinaciones y si se trabajo en el intervalo de viscoelasticidad lineal.

Con el prototipo se puede evaluar geles de diferentes agentes gelificantes, efecto de la concentración, pH y otros coadyudantes de la gelificación. Además de que se puede evaluar otros productos como quesos, embutidos, pan y otros alimentos sólidos. Al mismo prototipo se le pueden adaptar aditamentos para realizar pruebas de corte y penetración.

Se recomienda continuar con el trabajo efectuando pruebas de creep en instrumentos comerciales ya sea bajo corte o compresión con los mismos geles con que se efectuó la validación. Actualmente se cuenta en el LAPRYFAL con un instrumento comercial que efectúa pruebas de creep bajo corte. También resulta interesante relacionar los parámetros empíricos de corte y penetración con los parámetros obtenidos de las pruebas de creep y con parámetros de pruebas de perfil de textura.

Las facilidades de construcción del instrumento, su bajo costo de construcción y montaje, hace posible que un prototipo como este sea una alternativa para su aplicación en docencia e investigación, en casos en que no se cuente con los recursos necesarios para instrumentos comerciales o como un instrumento para pruebas preliminares o menos formales cuando el tiempo de investigación así lo requiera.

Es importante que para cada material se determine el intervalo de linealidad y los datos que se reporten se encuentren dentro de este requisito, y que las pruebas se hagan a valores de esfuerzo y deformación en los que se tenga repetibilidad y precisión.

BIBLIOGRAFIA

1. AYRES, H.G. 1970. Veracidad de las medidas, en "Análisis Químico Cuantitativo". E. Harla, México .pp. 129-145.
2. BAUER, E.L. 1977. Manual de estadística para químicos Ed. Alhambra, España .pp. 13-25.
3. BOURNE, M.C. 1977. Limitation of rheology in food texture measurements. *Journal Texture Studies*. Vol: 8. pp. 219-227
4. BOURNE, M.C. 1982. Principles of objective texture measurements. En "Food Texture and Viscosity": Concept and Measurement". Academic Press. New York. pp. 45-135.
5. CALZADA, J.F. and PELEG, M. 1978. Mechanical interpretation of compressive stress-strain relationship of solid foods. *Journal of Food Science*. Vol. 43. pp. 1087-1092.
6. ESCARRAGA Y GASPAR E. 1985. Estudio de la influencia de la composición de emulsiones cárnicas sobre propiedades reológicas, utilizando un viscoelastómero de placas paralelas. Tesis Profesional/Universidad Iberoamericana. pp. 36-46.
7. FINNEY, Jr. E. 1972. Elementary concepts of rheology relevant to food texture studies. *Food Technology*: Vol. 26. No. 2. pp. 117-129.

8. FISZMAN S.M., COSTELL F., DURAN L. 1983. Medida del comportamiento reológico de los alimentos sólidos. I. Bases teóricas. Rev. Agroquímica y Tecnología de Alimentos. Vol. 23 No. 2. pp. 164-172.
9. FISZMAN, S.M., COSTELL F., DURAN L. 1983 Medida del comportamiento reológico de los alimentos sólidos. II. Métodos fundamentales. Rev. Agroquímica y tecnología de Alimentos. Vol. 23. No. 3. pp. 303-307.
10. FISZMAN, S.M., COSTELL F., DURAN L. 1982. Caracterización reológica de geles de agar. Rev. Agroquímica y tecnol. Alimentos. Vol. 22. pp. 245-256.
11. FISZMAN, S.M., COSTELL F., DURAN L. 1984. Comportamiento reológico de los geles de hidrocoloideos. Relación con su composición y estructura. Rev. Agroquímica y Tecnología de Alimentos. Vol. 24. No. 2. pp. 177-187.
12. FRIEDMAN H.H, WHITNEY J.E, SCZZESNIAK A.S. 1963. The Texturometer, a new instrument for objective texture measurements. Journal of Food Science. Vol. 28. No. 4. pp. 390-396.
13. GLISKMAN, M. 1969. Rheology, Texture and Gums. En "Gums technology in the food industry". Academic Press. New York. pp. 30-125.
14. IMOTO, E.M. 1979. Effect of compresion ratio on the mechanical properties of chease. Journal of Food Science. Vol. 44. pp. 343. pp. 343-350

15. JACOBSON, M. 1968. A recording micro-penetrometer, design and application. *Food Technology*, Vol. 22. pp. 1007-1009.
16. JOHNSON, E.A. 1980. Evaluation of compressive deformability modulus of fresh and cooked fish flesh. *Journal of Food Science*. Vol. 45. pp. 1318-1326.
17. KIM W.J., RAO V.N. 1978. Effect of chemical composition on compression mechanical properties of pectin gel. *Journal of Food Science*. Vol. 43. pp. 572-575.
18. MITCHELL, J.R. 1980. The rheology of gels. *Journal of Texture Studies*. Vol. 11. pp. 315-337.
19. MULLER, H.G. 1977. Introducción a la reología de los alimentos. Ed. Acribia. España. pp. 12-96.
20. NAKAYAMA, T. 1978. Shear creep testing dimethylated pectin gel. *Journal of Food Science*. Vol. 43. pp. 1336-1337.
21. NUTE, G.R. 1987. Sensory characteristics of ham and their relationships with composition, viscoelasticity and strength. *Internacional Journal of Food Science and Technology*. Vol. 25. No. 2. pp. 461-476.
22. PELEG, M. 1976. Stress relaxation of deformed fruits and vegetables. *Journal of Food Science*. Vol. 41. pp. 1325-1329.
23. PELEG, M. 1977. The role of specimen dimensions in uniaxial compression test of food materials. *Journal of Food Science*. Vol. 42. pp. 649-659.

24. PELEG, M. 1977. Operational conditions and stress-strain relationships of solid food. *Journal of Texture Studies* Vol. 8. pp. 283-290.
25. PELEG, M. 1979. Characterization of stress relaxation of solid foods. *Journal of Food Science*. Vol. 44. pp. 227-281.
26. RAO, V.N.M. 1983. Description and measurement of viscoelastic properties of solid food. En "Viscoelastic Properties of Foods". Ed. Elsevier Applied Science, Nva. York. PP. 3-25.
27. RHA, C.K. 1979. Viscoelastic properties of food as related to micro-and molecular structures. *Food Technology*. Vol. 33 No. 10 pp. 71-76.
28. SHERMAN, O 1980. Further applications of modified gel rigidity modulus apparatus. *Journal of Food Texture* Vol. 10, pp. 253-259
29. SCHEFLER, W.L. 1979. Bioestadística. Ed. Fondo educativo interamericano. México. pp. 122-144.
30. SZCZESNIAK, A.S. 1963. Clasification of textural characteristic. *Journal of Food Science*. Vol. 28. pp. 385-389.
31. SZCZESNIAK, A.S. 1963 Objective measurements of texture. *Journal of Food Science*. Vol. 28. pp. 410-420.
32. TANNER, I.R. 1988. Temperature and pressure effects. En "Engineering Rheology. Oxford University Press. New York. pp. 25-90.
33. TAYLOR, 1988. Statistical evaluation of quality control test. *Pharmaceutical Technology*. Sep. pp. 108-116.

34. VERNON, E.J., LEVER C.A. TORREBLANCA A. 1983. Estudio de las propiedades viscoelásticas de productos alimenticios. Rev Tecnología de Alimentos. Vol. 18. No. 2. pp. 11-17.

APENDICE A
MANUAL DE OPERACION Y METODO DE ANALISIS DE DATOS DEL
PROTOTIPO PARA PRUEBAS DE COMPRESION EN ALIMENTOS

C O N T E N I D O

CAPITULO 1

1.1

1.2

1.3

INTRODUCCION

Objetivo del manual.

Descripción del equipo.

Aplicación del instrumento.

CAPITULO 2

2.1

INSTALACION

Ensamblado y montaje.

CAPITULO 3

3.1

3.2

3.3

3.4

OPERACION

Principios de operación

Registro de datos

Muestra

Procedimiento de prueba

CAPITULO 4

4.1

4.1.1

4.2

METODO DE ANALISIS

Métodos estáticos

Relación de formación-tiempo (creep compliance)

Análisis estadístico de los datos

CAPITULO 5

MANTENIMIENTO

CAPITULO 1 INTRODUCCION

**ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA**

1.1. Objetivo del manual

El objetivo del presente manual es describir las partes principales, el principio de operación, mantenimiento y presentar algunos de los métodos matemáticos que pueden usarse para el tratamiento de datos, obtenidos en el prototipo para pruebas de compresión en alimentos.

1.2. Descripción del equipo

El prototipo consta básicamente de tres secciones:

- Soporte.
- Sección de la fuente o suministro de aire comprimido para efectuar la compresión.
- Sección del sistema de compresión.
- Sección de registro y lectura de datos.
- * La base del prototipo es una placa de hierro de 30 cm. x 40 cm.; y espesor de 0.05 cm.

Cada una de estas secciones consta de diversas partes. A continuación se describen las mas importantes de cada sección.

- *Sección de la fuente o suministro de aire comprimido.*

Esta sección está constituida básicamente por un compresor para aire, (figura 1.1)

*Las columnas vertical, horizontal que sostienen a la sección compresión son de hierro de 1/16 in. Esta estructura firme y rígida, garantiza un apoyo firme bajo una gran variedad de circunstancias.

1. Cabezal
2. Motor
3. Tanque
4. Manómetro
5. Automático
6. Válvula de servicio
7. Válvula de seguridad

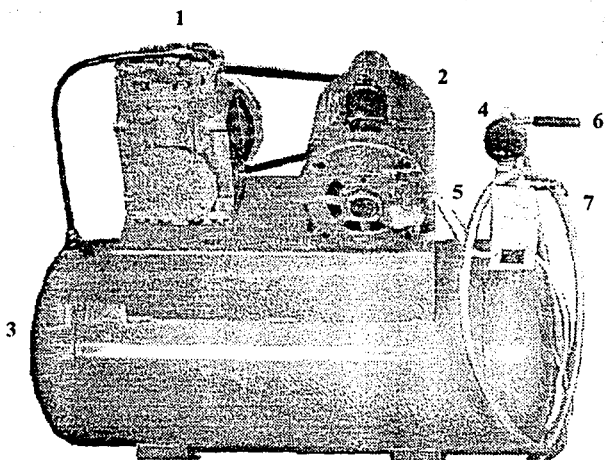


Figura 1.1. Compresor de aire

comprimido. El cual consta esencialmente de un cabezal, de un pistón, motor de 1/2 caballo de potencia, tanque con capacidad de 48 litros y una presión de descarga de 80 lb/in². Además de una válvula de seguridad y de servicio.

- *Sección del sistema de compresión.*

Esta sección está formada esencialmente por un pistón de simple efecto con posicionador de resorte, un filtro para aire, un manómetro y una válvula reguladora de presión.

Las características y funciones de cada una de las partes citadas anteriormente son descritas a continuación:

-PISTON DE SIMPLE EFECTO.- Este elemento es el encargado de realizar el trabajo de compresión. El diámetro es de 5 cm.

-FILTRO PARA AIRE.- La finalidad del filtro es eliminar la humedad del aire para que no dañe el equipo.

-MANOMETRO.- El manómetro es del tipo de Bourdon y su finalidad es indicar la presión a la que está operando el equipo. Su capacidad es de 1kg/cm² y el grado de resolución es 0.01kg/cm².

-VALVULA REGULADORA DE PRESION.- La finalidad de ésta válvula es regular la presión a las condiciones que se requiera. En una válvula de aguja modelo NIR 200, con capacidad de 0.05 kg/cm² a 7 kg/cm². Presión de entrada 8 Kg/cm².

- *Sección de registro y lectura de datos.*

Esta sección está constituida básicamente de un indicador de cuadrante y una base magnética.

-BASE MAGNETICA.- La finalidad de esta base es soportar el indicador de cuadrante por la tapa posterior del mismo. Su palanca de control que interrumpe la atracción magnética, permite retirar la base del soporte con suavidad, para ubicarla en la posición deseada.

-INDICADOR DE CUADRANTE.- La finalidad del indicador de cuadrante es medir el desplazamiento axial del material en estudio. Las características principales son las siguientes:

- Capacidad de 30 mm.
- Graduación 0.01 mm.
- El punto de contacto es de acero rectificado.
- Vástago de acero inoxidable.
- Diámetro del cuadrante de 75 mm.
- Las escalas de los cuadrantes son negras y de lectura fácil.
- El husillo de cremallera, los piñones y pivotes son de acero inoxidable.
- Cuentarrevoluciones.

Este indicador es de esfera continua y contarrevoluciones y su utilización es fácil. Una revolución completa en el indicador, registra 1 mm. Así, en el contarrevoluciones se leen milímetros, mientras que en la esfera principal se leen centésimas de milímetro.

1.3. Aplicación del prototipo

El prototipo se aplica a la determinación de las propiedades viscoelásticas de los alimentos sólidos, mediante el estudio de las relaciones deformación-tiempo.

1. Punto de contacto
2. Cremallera
3. Caña
4. Esfera
5. Cuentarrevoluciones
6. Escala

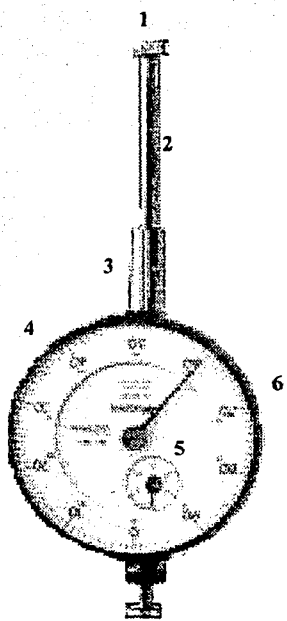


Figura 1.2 Indicador de cuadrante

CAPITULO 2

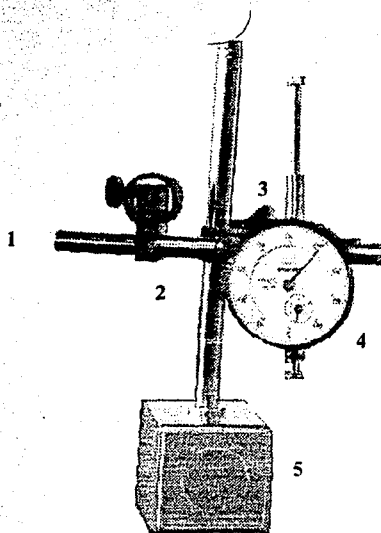
INSTALACION

2.1. Ensamble y montaje

De las secciones en que se divide el prototipo para pruebas para compresión en alimentos, la sección de registro y lectura de datos, es la única que requiere de un ensamble previo a efectuarse la prueba de compresión; dado que el sistema de compresión esta montado en una base, la cual se encuentra sobre la mesa de trabajo del laboratorio y el sistema que suministra el aire comprimido, es una unidad que opera independientemente.

El ensamble del sistema de registro y lectura de datos es fácil y se procede de la siguiente manera: (figura 2.1)

- 1.- Fijar el brazo soporte del indicador de cuadrante, sobre la varilla soporte de la base magnética, mediante la abrazadera universal.
- 2.- Fijar el indicador de cuadrante en el extremo opuesto del brazo soporte, esta operación se realiza con la abrazadera universal.
- 3.- Con la abrazadera universal se puede deslizar el brazo soporte del indicador de cuadrante, hasta la altura que se requiera.
- 4.- Mediante la palanca de control, que interrumpe la acción magnética, se fija o se mueve el sistema de registro y lectura de datos, según se requiera.



1. Brazo soporte del indicador de cuadrante.
2. Varilla de la base magnética.
3. Abrazadera universal.
4. Indicador de cuadrante.
5. Base magnética

Fig. 2.1 Indicador de cuadrante y base magnética

CAPITULO 3

OPERACION

3.1. Principio de operación

El prototipo para pruebas de compresión es neumático. Este prototipo opera a presión constante, según el operador decida la presión más conveniente a emplear. Al introducir aire al pistón, se desplaza la carrera del pistón, efectuándose el trabajo de compresión.

El material o muestra que se desea someter a la prueba de compresión se coloca en medio de dos placas circulares. La placa superior esta unida a la carrera del pistón neumático, por lo cual al desplazarse ésta, la placa superior desciende provocando que el material esté sujeto a un esfuerzo constante. El desplazamiento de la placa superior es registrado en un indicador de cuadrante. Las placas circulares tienen un diámetro de 6 cm y 1 cm de espesor.

La presión mínima a la que puede operar el prototipo es de 0.06 kg/cm^2

La presión bajo la cual se realice la prueba de compresión, debe ser convertido a valores de esfuerzo, para el tratamiento de los datos obtenidos.

3.2. Registro de datos:

Es recomendable que cada vez que se efectúe una prueba de compresión, anotar la siguiente información:

- a) Presión a la que se efectúa la prueba.
- b) Altura inicial de la muestra antes de comprimir.
- c) Diámetro inicial de la muestra.
- d) Temperatura de la muestra.
- e) Altura final de la muestra comprimida.

El intervalo de tiempo en que se toman los datos de desplazamiento debe ser lo más corto que sea posible. Es recomendable que el primer dato de desplazamiento se tome lo más rápido posible, una vez iniciada la prueba, para tener el valor lo más cercano posible a J_0 .

3.3 Muestra

La muestra deberá tener preferentemente forma cilíndrica y mantener su temperatura constante a lo largo de la prueba. El diámetro de la muestra no deberá exceder el diámetro de las placas circulares.

En el caso de que el gel al que se le realice la prueba de compresión, haya sido preparado a partir de gomas ó hidrocoloides, se recomienda poner entre la muestra y las placas circulares, un trozo de papel, para evitar que la muestra se mueva; debido al agua que se desprende del gel durante la compresión.

3.4. Procedimiento de prueba.

El procedimiento para la prueba de deslizamiento se hace bajo las siguientes consideraciones:

- 1°. Accionar el compresor de aire, este parará cuando alcance la presión de 80lb/in². Verificar que la válvula de servicio la de drenado estén cerradas. El compresor está provisto de un dispositivo que activa o desactiva el compresor, cuya finalidad es el reemplazar el aire utilizado durante la prueba de deslizamiento. (figura 3.1)

NOTA: Antes de accionar el compresor deberá verificarse el nivel de aceite del compresor.

- 2°. Colocar la muestra entre las placas circulares del prototipo.
- 3°. Ensamblar el sistema de registro y lectura de datos. (ver capítulo 2)

- 4°. Colocar el sistema de registro y lectura de datos a un costado de las placas circulares, de modo que el punto de contacto del indicador de cuadrante quede debajo de la barra guía de las placas circulares.
- 5°. Abrir la válvula de servicio del compresor, verificando que la válvula reguladora de presión del sistema de compresión, esté cerrada.
- 6°. Abrir gradualmente la válvula reguladora de presión hasta alcanzar la presión requerida. Simultáneamente deberá sostenerse la barra guía de las placas circulares para que esta no se mueva, antes de que se alcance la presión requerida.
- 7°. Una vez alcanzada la presión de trabajo, liberar la barra guía e iniciar la toma de lecturas de deslizamiento, a los intervalos de tiempo que se haya establecido.
- 8°. Una vez concluida la prueba, debe cerrarse la válvula de servicio del compresor, retirarse la muestra, así como el sistema de registro y lectura de datos.
- 9°. Si se requiere hacer más repeticiones del evento, los pasos del 2° al 8° deberán realizarse en esa secuencia.
- 10°. Al concluir la sesión de trabajo se debe drenar el compresor, así como la purga del mismo. (figura 1.1)

Es recomendable seguir las instrucciones anteriores para el correcto funcionamiento del prototipo. Además de que con esto, se evita el deterioro prematuro del equipo.

1. Base del prototipo
2. Columna vertical
3. Brazo soporte
4. Manómetro
5. Válvula reguladora de presión
6. Filtro
7. Pistón
8. Indicador de cuadrante
9. Base magnética
10. Tornillos niveladores

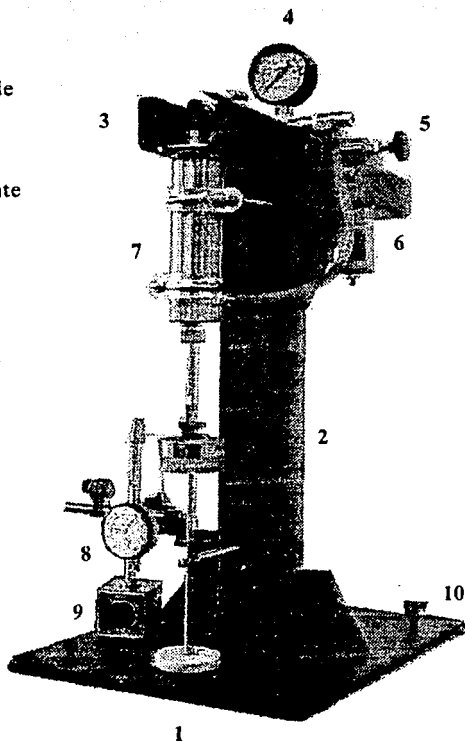


Figura 3.1 Prototipo para pruebas de creep

CAPITULO 4

METODO DE ANALISIS

4.1. Relación deformación-tiempo.

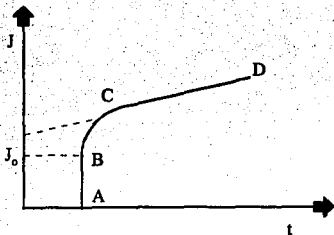
Dado que el prototipo está diseñado para el estudio de las relaciones deformación-tiempo, este será el único método que se estudiará en este manual.

Este método consiste en someter la muestra a una tensión constante y registrar su deformación en función del tiempo. Esta respuesta está definida para la mayoría de los alimentos sólidos viscoelásticos por el modelo de Burgers. Los resultados de este ensayo suelen expresarse en términos de la función $J(t)$, que se define como la inversa del módulo de elasticidad y representa la relación instantánea deformación/tensión (compliance).

Tomando en cuenta esta definición, la ecuación que define el modelo de Burgers puede expresarse:

$$J(t) = J_0 + J_1 (1 - e^{-t/\tau_{rel}}) + t/\mu N$$

En la gráfica siguiente puede verse una curva experimental típica.



La región AB describe el comportamiento elástico instantáneo.

$$J_0 = 1/E_0$$

La región de BC describe el comportamiento de elasticidad retardada y se rige por la ecuación:

$$J_r = \sum_1^n J_i (1 - e^{-t/T_{ret}})$$

Para determinar el número de términos que se ajustan a la ecuación, se recurre al método gráfico de Inokuchi.

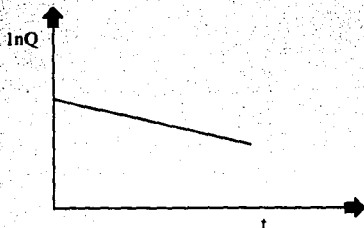
Se define la función, como:

$$Q = J_1 - J_r = J_1 - J_1 + J_1 \cdot e^{-t/T_{ret}}$$

$$Q = J_1 e^{-t/T_{ret}}$$

Se ve que Q representa la distancia entre la extrapolación lineal de la curva (recta CD) y la misma curva para todo el tiempo t.

Se representa la función ($\ln Q$ vs. t), de la que se obtiene una curva con una porción lineal para valores de tiempo largos; de su pendiente se obtiene el primer tiempo de retardo (T_{ret}) y su ordenada al origen es J_1 .



Si la gráfica no es lineal en todos sus puntos, se restan de Q los valores de J y se grafica ($\ln Q - J_1 e^{-1/T_{ref}}$ vs. t), si es lineal se obtienen J_1 , T_{ref} de la recta.

La región CD corresponde a la zona de flujo Newtoniano y $(1/m)$ pendiente representa la viscosidad Newtoniana.

4.1.2 Tratamiento de los datos

Para analizar los datos obtenidos de la prueba de compresión, mediante el método de creep compliance; los valores de desplazamiento axial y presión deberán convertirse a valores de esfuerzo y deformación respectivamente. El procedimiento se describe a continuación:

- 1º. Registrar los valores de tiempo, con su respectivo valor de desplazamiento, para cada presión de trabajo.
- 2º. Transformar el valor de la presión en esfuerzo. Para ello se utiliza la siguiente ecuación:

$$\tau = \frac{F}{A_1} \quad (1)$$

$$P = \frac{F}{A_2} \quad (2)$$

Donde:

$$\tau = \text{Esfuerzo (N/m}^2\text{)}$$

$$F = \text{Fuerza (N)}$$

$$A_1 = \text{Area de la muestra (m}^2\text{)}$$

$$A_2 = \text{Area del cilindro del pistón (m}^2\text{)}$$

$$P = \text{Presión (N/m}^2\text{)}$$

De la ecuación (2) se despeja F:

$$F = P (A_2) \quad (3)$$

La ecuación (3) se sustituye en la ecuación (1)

$$\tau = \frac{P (A_2)}{A_1} \quad (4)$$

3°. Transformar los valores de desplazamiento a valores de deformación.

Para ello se utiliza la siguiente ecuación:

$$\gamma = \frac{h_i - h_f}{h_i} \quad (5)$$

$$\gamma = \frac{h_i - [h_i - d]}{h_i}$$

$$h_f = (h_i - d)$$

de donde:

γ = deformación relativa

h_i = altura inicial de la muestra (mm)

h_f = altura final de la muestra (mm) a un tiempo $t_1 \dots t_n$

d = desplazamiento axial (lectura del indicador de carátula)

4°. Transformar los valores de deformación a valores de J, mediante la ecuación:

$$J = \frac{\gamma}{\tau}$$

de donde:

J = Relación deformación/esfuerzo constante (compliance). (m^2/N)

γ = deformación

τ = esfuerzo (N/m^2)

- 5°. Los pares J - t se grafican para obtener la curva que representa la respuesta mecánica de los materiales viscoelásticos.

Una vez obtenida la curva, la cual está definida por el modelo de Burgers; se procede a analizar las tres fases que presenta dicha curva, para obtener los parámetros reológicos, que definen el comportamiento viscoelástico del material analizado.

A continuación se presenta un ejemplo numérico del cálculo de los parámetros reológicos, a partir de la curva J vs. t.

Se preparó una dispersión, mezcla de carragenina y algarrobo que se vació en moldes cilíndricos para dejarlos gelificar. Los geles se sometieron a la prueba de deslizamiento (creep compliance) bajo las condiciones siguientes:

Presión a la que se trabajó. = 0.06 kg/cm

Altura inicial de la muestra = 3.7 cm.

Diámetro del pistón = 5 cm.

- 1°. Registrar los valores de tiempo con su respectivo valor de desplazamiento axial (lectura del indicador de cuadrante).

2°. Transformar el valor de la presión a esfuerzo.

$$\tau = \frac{P (A_2)}{(A_1)} \quad (4)$$

$$\tau = \frac{(0.06 \text{ kg/cm}^2) (A_2)}{A_1} = 0.06 \text{ Kg/m}^2$$

En este caso coincidentemente el A_1 y A_2 son iguales, dado que los diámetros del pistón y la muestra es el mismo. Por lo cual la presión es igual al esfuerzo, solo que hay que convertir la presión a Newton por metro cuadrado.

$$\tau = 5886 \text{ N/m}^2$$

3°. Transformar los valores de desplazamiento axial a valores de deformación.

$$\gamma = \frac{h_i - h_f}{h_i} \quad (5)$$

$$(t=15_s) \quad \gamma = \frac{37\text{mm} - [(37\text{mm} - 1.2\text{mm})]}{37\text{mm}} = 0.034$$

$$(t=30_s) \quad \gamma = \frac{37\text{mm} - [(37\text{mm} - 1.12\text{mm})]}{37\text{mm}} = 0.057$$

$$(t=375_s) \quad \gamma = \frac{37\text{mm} - [(37\text{mm} - 5.56\text{mm})]}{37\text{mm}} = 0.150$$

4°. Transformar los valores de deformación a valores de $J = \gamma / \tau$

$$J = \frac{0.034}{5886 \text{ N/m}} = 5.77 \times 10^{-6}$$

$$J = \frac{0.150}{5886 \text{ N/m}} = 2.55 \times 10^{-5}$$

Los datos obtenidos se resumen en la tabla siguiente, para una mayor comprensión. Se grafica J vs. T (gráfica 1.a)

Tiempo (s)	Desplazamiento axial (mm)	$\gamma = h_i - hf/h_i$	$J = (\gamma / \tau) \times 10^{-6}$ ($\text{N}^{-1} \text{m}^2$)
15	1.26	0.034	0.577
30	2.12	0.057	0.968
45	2.75	0.074	1.25
60	3.14	0.084	1.42
75	3.45	0.093	1.58
90	3.72	0.101	1.71
105	3.92	0.105	1.78
120	4.10	0.111	1.88
135	4.25	0.115	1.95
150	4.39	0.118	2.00
165	4.52	0.122	2.07
180	4.65	0.125	2.12
195	4.75	0.128	2.17
210	4.85	0.131	2.22
225	4.92	0.133	2.25
240	5.02	0.135	2.29
255	5.09	0.137	2.32
270	5.16	0.139	2.36
285	5.23	0.141	2.39
300	5.29	0.143	2.42
315	5.34	0.144	2.44
330	5.40	0.146	2.48
345	5.46	0.148	2.51
360	5.51	0.149	2.53
375	5.56	0.150	2.55

Analizando las tres zonas de la gráfica 1.a se obtienen los parámetros reológicos que definen este comportamiento.

La zona AB describe el comportamiento puramente elástico. y esta definido por el parámetro J_0 , el cual se lee directamente de la curva de J vs. t

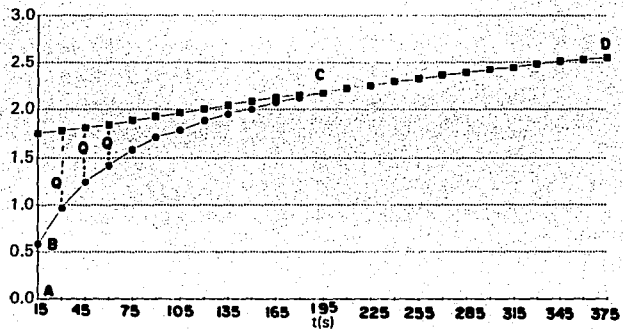
$$J_0 = 5.77 \times 10^{-6} \text{ N}^{-1} \text{ m}^2$$

La zona BC describe el comportamiento de elasticidad retardada y se encuentra definida por los parámetros J_1 , μ_1 , y T_1 .

GRAFICA 1.a.

CURVA DE CREEP BAJO COMPRESION

$J(N^{-1}m^2) \times 10^{-5}$



Para obtener estos parámetros la región BC se linealiza siguiendo el método de Inokuchi.

Se define la función Q, como:

$$Q = J_1 - J_r = J_1 - J_1 e^{-\sqrt{T}}_1$$

$$Q = J_1 e^{-\sqrt{T}}$$

Se ve que Q representa la distancia vertical entre la extrapolación lineal de la curva CD y la misma curva (J vs. t) para todo el tiempo t. Se representa la función ln Q vs. t, de la cual se obtiene una curva con una porción recta para tiempos largos. De su pendiente se obtiene el tiempo de retardo (T_1), su ordenada al origen es J_1 .

Tiempo (s)	$Q = (J - J_r) \times 10^{-5}$	lnQ
15	1.75 - .577	-11.35
30	1.80 - .968	-11.69
45	1.82 - 1.25	-12.07
60	1.85 - 1.42	-12.35
75	1.90 - 1.58	-12.65
90	1.92 - 1.71	-13.07
105	1.95 - 1.78	-13.28
120	2.00 - 1.88	-14.17
135	2.05 - 1.95	-13.81
150	2.07 - 2.00	-14.17
160	2.10 - 2.07	-15.01

De la regresión lineal de lnQ vs t se obtienen:

$$A = -11.09$$

$$J = \text{Antiln } A = 1.52 \times 10^5 \text{ m}^2/\text{N}$$

$$B = m = -0.0207$$

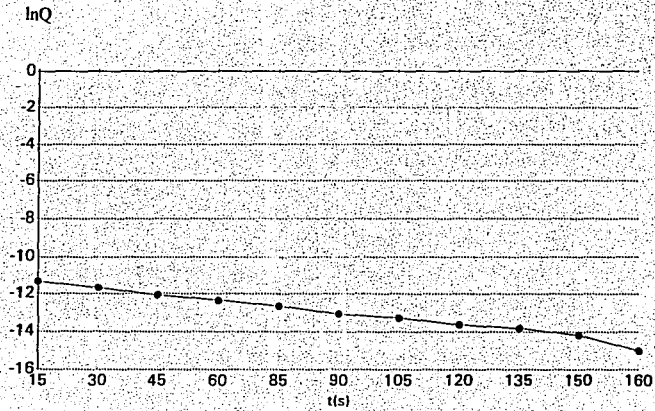
$$T = 1/m = 48.60 \text{ s}$$

$$r = -0.998$$

$$\mu_1 = T/u = 3.17 \times 10^6 \text{ Pa.s}$$

GRAFICA 1.b

Ln Q Vs. T



La zona CD describe el comportamiento de flujo Newtoniano y el inverso de la pendiente de la curva CD representa la viscosidad Newtoniana.

Tiempo (s)	J (m ² /N) x 10 ⁻⁵
180	2.12
195	2.17
210	2.22
225	2.25
240	2.29
255	2.32
270	2.36
285	2.39
300	2.42
315	2.44
330	2.48
345	2.51
360	2.53
375	2.55

* Resumiendo, los parámetros son:

$$A = 1.75 \times 10^{-5}$$

$$B = m = 2.10 \times 10^{-8} \quad \mu n = 4.59 \times 10^7 \text{ Pa.s}$$

$$R = 0.995$$

$$J_0 (\text{m}^2/\text{N}) = 5.77 \times 10^{-6}$$

$$J_1 (\text{m}^2/\text{n}) = 1.52 \times 10^{-5}$$

$$\mu_i (\text{P.S}) = 3.17 \times 10^6$$

$$\mu N (\text{P.S}) = 4.59 \times 10^7$$

$$\tau_1 (\text{s}) = 48.66$$

Todo el procedimiento anterior puede simplificarse notablemente y reducir el tiempo de cálculo si se hace por medio de computadora utilizando una hoja de cálculo como excel 5.0.

4.2 Análisis estadístico de los datos

Para cada material en que se efectúe la prueba de creep compliance bajo compresión se debe evaluar la repetibilidad y precisión de los datos obtenidos de dicha prueba a cada esfuerzo manejado. Para esto se recomienda efectuar 5 réplicas. Para la repetibilidad de la deformación relativa respecto al tiempo, se determina con un análisis de varianza.

La precisión se determina con el coeficiente de variación de los parámetros reológicos viscoelásticos.

Cuando se caracteriza la prueba de creep compliance bajo compresión se determinará el rango de viscoelasticidad lineal y si se realiza a volumen constante. Con un análisis de muestras independientes del volumen inicial de la muestra y el volumen final de la muestra (después de efectuar la prueba de creep), se determina si la prueba se efectuó a volumen constante. Un análisis de covarianza entre esfuerzos determinará entre que valores de esfuerzo se manifiesta la viscoelasticidad lineal.

Se realiza un análisis de covarianza entre las réplicas que son repetibles para un valor de esfuerzo y obtener una curva representativa de dicho esfuerzo, para así posteriormente de cada curva representativa de cada esfuerzo, realizar un análisis de covarianza entre esfuerzos y determinar así la viscoelasticidad lineal (parámetros reológicos independientes del esfuerzo aplicado).

Para cada evento se debe efectuar por lo menos cinco réplicas.

Para que los resultados obtenidos sean válidos como valores reológicos fundamentales, se sugiere el siguiente procedimiento.

- 1.- Preparar las muestras bajo las mismas condiciones.
- 2.- Tratar de que la temperatura a que se evalúan sea siempre la misma y se mantenga durante la prueba.
- 3.- Por medio de una prueba preliminar, determinar el esfuerzo máximo que la muestra resiste sin sufrir daño aparente (exceso de sinérisis, ruptura, presencia de grietas).
- 4.- Efectuar pruebas de creep a la muestra, a diferentes presiones a partir de 0.06 kg/cm^2 , hasta un valor menor a la presión máxima que soporta. Evaluar por lo menos 5 réplicas para cada esfuerzo.
- 5.- Determinar a cada esfuerzo si existe repetibilidad por medio de un análisis de varianza, teniendo como tratamientos a las réplicas y como variable de respuesta a la deformación relativa. Se considerará repetible si cuando menos 3 de las 5 réplicas no muestran diferencias significativas, al aplicar la prueba alterna de Tukey.
- 6.- Determinar a cada esfuerzo la precisión, obteniendo el coeficiente de variación de los parámetros reológicos calculados con los datos de las réplicas que fueron repetibles.
- 7.- Por medio de un análisis de covarianza ($\text{Ln } Jvs t$) entre las réplicas que fueron repetibles, obtener la ecuación representativa para cada esfuerzo y los parámetros correspondientes. Con la ecuación, generar los valores calculados de J y graficarlos. Observar las gráficas y determinar cual de las curvas presenta una tendencia diferente.
- 8.- Para determinar si la prueba se efectuó en el intervalo de linealidad, efectuar un análisis de covarianza entre esfuerzos, cuyas curvas, presentan un comportamiento similar. Si el análisis muestra que no hay diferencias significativas, el comportamiento es lineal para esos esfuerzos. Repetir el análisis de covarianza, ahora incluyendo los datos

del esfuerzo, cuya curva se aleja de las demás. Si el análisis arroja diferencias, significa que a ese esfuerzo el comportamiento no es lineal.

- 9.- A los esfuerzos en que hubo repetibilidad y precisión, determinar si la prueba se efectuó a volúmen constante por medio de un análisis de muestras independientes, del volúmen inicial y final de la muestra (después de efectuar la prueba de creep).

CAPITULO 5

MANTENIMIENTO

5.1 Generalidades

El prototipo para pruebas de compresión, es por su construcción compacta, un equipo que no requiere de un mantenimiento excesivo o de muchos cuidados, sin embargo, se debe observar ciertos cuidados sencillos para mantenerlo limpio y alineado para utilizarlo en el momento que se requiera.

5.2 Limpieza

La estructura del prototipo, hace que este deba estar en un lugar fijo, el cual debe estar alejado de fuentes de calor, atmósfera de elevada humedad relativa y de polvos.

Se recomienda adaptarle una funda para proteger las partes externas, de polvos y otros agentes que puedan dañar dichas partes.

Si el prototipo no se usa frecuentemente el indicador de cuadrante y base magnética no deben estar montados sobre la base del prototipo, para evitar daños, deberán estar empacados, teniendo cuidado de no golpear el indicador de cuadrante cuando se empaque o se desempaque.

Las partes externas pueden limpiarse con tela de textura suave, cuidando de no rayar el cristal del indicador de cuadrante, manómetro y niveles de burbuja. La base del prototipo, puede limpiarse con una tela humedecida de agua para eliminar polvos y el mismo material de la muestra.

El punto de contacto y vástago del indicador de cuadrante son de acero inoxidable. A pesar de lo cual, no se debe utilizar líquidos corrosivos al acero inoxidable.

5.3 Inspección periódica

Periódicamente es recomendable revisar las partes externas de prototipo para ver que estén en buen estado. El nivel de aceite del compresor debe revisarse cada mes o dos meses, según la frecuencia con la que se utilice. En caso de no tener la certeza de cuando se revisó, éste no deberá accionarse, hasta verificar el nivel de aceite.

Después de cada sesión de trabajo, el compresor y la manguera que lo conecta al equipo, deberá de ser purgado. La purga del filtro de aire debe efectuarse con la frecuencia con la que se revisa el nivel de aceite del compresor.

El indicador de cuadrante, como cualquier otro instrumento de precisión, no se le debe dejar en cualquier sitio, deberá mantenerse libre de polvo, no se le debe dejar caer. Un indicador debe ser calibrado periódicamente. Esto deberá realizarse por personal capacitado.