

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA INGENIERÍA MECÁNICA – TERMOFLUIDOS

ANÁLISIS EXPERIMENTAL DEL PROCESO DE EMULSIFICACIÓN A BAJOS NÚMEROS DE REYNOLDS

TESIS QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE: MAESTRO EN INGENIERÍA

PRESENTA: ROSAS HERNÁNDEZ NATALY

TUTORES PRINCIPALES

DR. WILLIAM VICENTE Y RODRÍGUEZ, INSTITUTO DE INGENIERÍA DR. CARLOS ALBERTO PALACIOS MORALES, FACULTAD DE INGENIERÍA

Ciudad Universitaria, CD.MX., Diciembre, 2020



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 esta 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.

AGRADECIMIENTOS

Quiero agradecer a mis padres, por su paciencia, compresión, apoyo y amor, gracias por estar a mi lado y alentarme a continuar con la vida en todas mis elecciones.

A mis tutores, el Dr. William Vicente Y Rodríguez y al Dr. Carlos Alberto Palacios Morales, por su paciencia, enseñanzas y consejos.

Al Dr. Edgar Gerardo Mendoza Baldwin del Instituto de Ingeniería UNAM por el préstamo del equipo PIV.

Agradezco la amabilidad de los compañeros que trabajan en el Laboratorio de CFD y fuera del mismo. A Lucy por su amistad, ayuda, paciencia y apoyo, que me brindo desde mi llegada al Instituto. Al M.I Alfonso Palacios Muños, M.I Alejandro y al Dr. Jonathan Hernández por el apoyo, ayuda y consejos para realizar los experimentos.

A mis amigos, porque a pesar de haber tomado caminos diferentes continuamos alentándonos para seguir creciendo como profesionistas y personas. Gracias a Val, por sus consejos y estar en los momentos que más he necesitado palabras de apoyo y orientación.

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca recibida que permitió el satisfactorio desarrollo del presente proyecto.

Al Instituto de Ingeniería, que me permitió ser parte de su comunidad.

CONTENIDO	PAGINA
RESUMEN	5
CAPITULO 1 INTRODUCCIÓN	6
1.1 FLUJOS MULTIFASICOS	6
1.2CLASIFICACION DE LOS FLUJOS MULTIFASICOS	6
1.3EMULSION 1.3 TEORMACIÓN DE EMULSIONES	ð 8
1.3.2SURFACTANTE	10
1.3.3TIPOS DE EMULSIONES	11
1.3.4ESTABILIDAD E INESTABILIDAD	12
1.4ACTIVIDAD SUPERFICIAL	13
1.4.1 TENSIÓN SUPERFICIAL	13
1.4.2 PROPIEDADES	15
1.4.3 ENERGÍA SUPERFICIAL	15
CAPÍTULO 2. AGITACIÓN DE FLUIDO	16
2.1 FLUJO Y AGITADORES	16
2.2 TIPOS DE AGITADOR SEGÚN EL FLUJO QUE GENEREN	17
2.3 MÉTODOS PARA DETERMINAR CARACTERÍSTICAS IMPORTANTES EN LAS EMULSIONES	20
2.4 TÉCNICA PIV	22
2.5 COMPONENTES BÁSICOS DE PIV	23
2.5.1PARTÍCULAS TRAZADORAS	23
2.5.2DISPERSOR DE LUZ LASER	24
2.5.3LUZ LASER	24
2.5.4SISTEMA DE REGISTRO	25
2.5.5PROCESADO DE IMÁGENES	27
2.5.6CORRELACIÓN CRUZADA	27
2.5.7AUTO CORRELACIÓN	28
CAPÍTULO 3 ANTECEDENTES	30
3.1 TRABAJOS PREVIOS	30

3.2 OBJETIVO GENERAL	38
3.2.1 OBJETIVOS PARTICULARES	38
CAPÍTULO 4 AGITADOR EXPERIMENTAL	39
4.1 SISTEMA EXPERIMENTAL	39
4.2 TÉCNICA EXPERIMENTAL	43
4.3 METODOLOGÍA DEL EXPERIMENTO	44
4.3.1 ETAPA 1. IDENTIFICACIÓN DE VELOCIDAD	44
4.3.1.1PHASE LOCKING	44
4.3.2 ETAPA 2. CAPTURA DEL FENÓMENO.	45
4.3.2.1EQUIPO PARA LA VISUALIZACIÓN DE IMÁGENES DE PARTÍCULAS	45
CAPÍTULO 5 ANÁLISIS EXPERIMENTAL	50
5.1 ANÁLISIS DIMENSIONAL Y PARÁMETROS.	50
5.2 PARÁMETROS Y RELACIONES FIJOS DEL EXPERIMENTO	51
CAPITULO 6 RESULTADOS EXPERIMENTALES	54
6.1 PRIMERA ETAPA	54
6.2 CAMBIO EN LA INTERFACE	62
6.3 SEGUNDA ETAPA	64
6.3.1 HILO Y GOTA	64
6.3.2 CAMPOS DE VELOCIDAD	72
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS FUTUROS	86
REFERENCIAS	88

RESUMEN

En este trabajo se analizan las etapas presentes en la formación de gota dentro del proceso de emulsificación, de dos fluidos inmiscibles con densidades muy parecidas, pero con una diferencia en el valor de la viscosidad notable entre ambos líquidos. Se hizo un análisis dimensional para obtener los parámetros adimensionales adecuados. Fueron utilizadas técnicas de visualización como; fotografía, video normal, video de alta velocidad y velocimetría de imágenes de partículas.

La ubicación del agitador respecto a la interface es uno de los factores que definen el inicio del proceso de emulficación. Por lo que, se documentó una descripción del proceso en tres opciones de profundidad a las que fue colocado el agitador de disco inclinado dentro del tanque cilíndrico de fondo plano. Con la ayuda del equipo de velocimetría por imágenes de partículas (PIV) se obtuvo la dinámica del fluido cuando comenzaba el proceso de emulsificación. Los datos fueron procesados con el software Dantec Dynamics®, mientras que la visualización de resultados fueron obtenidos por el programa Tecplot 360®. Se encontró el rango de las velocidades críticas (inicio de deformación de interfaz, formación de hilos viscosos y formación de gotas) y el campo de velocidades para las tres posiciones del agitador.

CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN

Este capítulo presenta la descripción de flujos multifásicos, así como la definición y clasificación de emulsiones. También, se menciona como el uso de agentes tensoactivos facilitan el proceso de emulsificación, aumentan el tiempo de estabilidad y en algunos casos definen el tipo de emulsión generada.

1.1 FLUJOS MULTIFÁSICOS

Los flujos multifásicos son el flujo de fluidos compuestos de dos o más fases distintas mezcladas simultáneamente; las mezclas contienen un nivel de separación entre las fases. Los flujos multifásicos de dos fases pueden ser clasificados como bifásicos y de acuerdo con el estado en el que se encuentre:

- o Gas Sólido
- o Líquido Sólido
- o Gas Líquido

1.2 CLASIFICACIÓN DE LOS FLUJOS BIFÁSICOS

Gas – Sólido: Se le conoce como flujos de gas y partículas sólidas, refiriéndose a partículas dentro de una fase gaseosa. También, se denominan flujos dispersos; las partículas sólidas constituyen la fase dispersa, mientras que el gas conforma la fase continua. El comportamiento del flujo depende en gran medida a la concentración de partículas presente. La presencia de partículas puede alterar el movimiento de flujo si se presenta una colisión entre ellas o pueden no alterar el movimiento de flujo, siendo únicamente marcadores dentro de la fase continua.

Líquido – Sólido: Son conocidas como flujos de lodo y consiste en el transporte de partículas sólidas en el flujo de un líquido, donde nuevamente las partículas forman parte de la fase dispersa, por lo que el líquido constituye la fase continúa.

Gas - Líquido: en este caso, se tiene como fase continúa un gas, mientras que la fase dispersa es un líquido [1].

En la Tabla 1 se presentan algunos ejemplos de tipos de flujo bifásico.

Tipo de flujo (fase continua—fase dispersa)	Ejemplo
Gas—sólido	Tormenta de arena: en una tormenta de arena las partículas sólidas están inmersas en el aire.
Liquido — sólido	Lodo: representa partículas sólidas siendo llevadas por agua.
Gas – líquido	Niebla: son partículas líquidas suspendidas en el aire.

Tabla 1. Ejemplos de tipos de flujo bifásico.

Dentro de la clasificación gas-líquido, se tiene otras configuraciones, que son mostradas en la Tabla 2.

Tipo de flujo gas—líquido	Característica
Flujo disperso	Es el movimiento de partículas líquidas en un gas.
Flujo separado	Cuenta con la presencia de una interface bien definida, debido a que ambos fluidos son inmiscibles.
Flujo mixto o de transición	Se caracterizan por denotar una transición entre los flujos dispersos y los flujos separados; cuenta con la presencia de ambos flujos.

Tabla 2. Clasificaciones del flujo gas-liquido.

1.3 EMULSIÓN

La emulsión es un caso particular de flujos multifásicos, donde se tienen como fase continua y dispersa líquidos in-miscibles entre sí.

1.3.1 FORMACIÓN DE EMULSIONES.

El proceso de emulsificación consiste en generar esfuerzos para deformar y romper la interface bien definida entre dos líquidos in-miscibles. Una vez que la interface se ha roto y ha formado hilos con uno de los líquidos, éstos pueden romperse, o unirse de nuevo con el resto del líquido, hasta tener pequeñas gotas de uno de los líquidos inmersas en el segundo líquido. Ambas posibilidades están regidas por la estabilidad que dicho hilo pueda tener. Si los hilos son inestables se romperán, ya sea en hilos más pequeños, o en gotas. La estabilidad del hilo está

directamente relacionada con el ambiente en el que se encuentra. En un ambiente muy turbulento la probabilidad de que le hilo s e rompa será alta.

En la Figura 1 se pueden observar las fases en la interface del sistema una vez que el agitador empieza su movimiento:

Fase 1: La línea horizontal representa la interface en el sistema en reposo.

Fase 2: El comportamiento de la interface ante una perturbación; la segunda linea representa una leve deformación de la interface mientras que en la siguiente, ya se aprecia una deformación mayor (formación de hilos). La deformación de la interface aumenta con la velocidad de giro del agitador.

Fase 3: En la cuarta línea se representa la ruptura de la interface, generando las gotas que formaran la emulsión [2].



Figura 1. Cambios presentes en la interface, durante el proceso de emulsificación[2].

1.3.2 SURFACTANTE

Los surfactantes son compuestos con estructura molecular anfifílica; es decir, que la molécula consta de un extremo hidrófilo y otro hidrofóbico, como se ejemplifica en la Figura 2. La parte hidrófilica tiene afinidad por el agua, mientras que la parte hodrófobica es repelida por ella. Físicamente, el tensioactivo facilita la disminución de la tensión interfacial entre ambos líquidos, sin requerir grandes concentraciones, permitiendo que el sistema necesite un mínimo de energía para emulsionarse, y también proporciona una mayor estabilidad en la emulsión [3].



Figura 2. Estructura típica de una molécula anfifílica [3].

La cantidad de surfactante utilizado debe ser controlada; el abuso en la cantidad empleada puede generar cambios en el resultado esperado, cambio que puede ser tan drástico que, incluso puede llegar a cambiar el tipo de emulsión que se forma, ya sea de una emulsión aceite en agua (O/W) a una emulsión de agua en aceite (W/O) o viceversa, teniendo una emulsión agua en aceite (W/O) cambia a una emulsión aceite en agua (O/W) [4].

1.3.3 TIPOS DE EMULSIONES

Para la clasificación de las emulsiones se considera la naturaleza oleosa o acuosa de las fases y la cantidad de líquidos involucrados. Cuando sólo se involucran dos líquidos, son emulsiones simples; mientras que, cuando se tienen más de dos líquidos involucrados se les conoce como emulsiones dobles o múltiples, donde la fase dispersa es una emulsión creada previamente [5].

Simples: Aceite en agua (O/W), se trata de gotas de aceite dispersas en agua, o agua en aceite (W/O), cuando es lo contrario. La Figura 3 ejemplifica ésto, una emulsión agua en aceite. En esta figura se aprecia como a cada fase se le dio un color, y una vez que se lleva a cabo la emulsificación se distingue la fase dispersa y la fase continua.



Figura 3. Componentes básicos para una emulsión agua en aceite [5].

Múltiples: Las emulsiones múltiples involucran una emulsión previa en una de las fases. Una emulsión W/O en agua (W/O/W), y para la emulsión O/W en aceite (O/W/O). En caso de que las pequeñas gotas que están en las gotas de fase dispersa sean de un líquido diferente al de la fase continua (W₁/O/W₂ m o O₁/W/O₂), donde 1 y 2 denotan los diferentes líquidos, como se muestran en la Figura 4 [5].



Figura 4. Componentes básicos para una emulsión agua en aceite- agua [5].

1.3.4 ESTABILIDAD E INESTABILIDAD

Para que la emulsión tenga un uso práctico, es necesario brindarle estabilidad por cierto tiempo. Esto quiere decir que debe permanecer de esa forma (emulsionada) por un tiempo prolongado. Sin embargo, al tratarse de un sistema donde las fases se componen de líquidos inmiscibles, la emulsión tiende a romperse después de cierto tiempo. El proceso de inestabilidad puede presentarse mediante cuatro mecanismos.

Cremado /sedimentación. Se trata de un proceso causado por la acción de la gravedad y produce un gradiente vertical de concentración de las gotas sin variar la distribución del tamaño de gota de éstas, generalmente. Para la emulsión aceite en agua (O/W), las gotas de aceite son menos densas que la fase continua y (acuosa), y por lo tanto principalmente ocurre el cremado.

Floculación. Es la adhesión de las gotas sin fusionarse; no existe una variación en la distribución de tamaño de gotas.

Coalescencia. Es la fusión de gotas para crear gotas más grandes con la eliminación de parte de la interface líquido/líquido.

Engrosamiento de gotas (OstwaldRipening). Se debe al crecimiento de las gotas más grandes a costa de las pequeñas hasta que estas últimas prácticamente desaparecen. Este proceso se debe a la presión interna de las gotas (presión de Laplace) que es mayor en las gotas más pequeñas [3].

1.4 ACTIVIDAD SUPERFICIAL

1.4.1 TENSIÓN SUPERFICIAL

El comportamiento en la superficie de cualquier líquido se asemeja a una membrana a tensión. A este fenómeno se le denomina tensión superficial y está asociada a la cantidad de energía necesaria para aumentar su superficie por unidad de área.

La tensión superficial es causada por los efectos de las fuerzas intermoleculares que existen en la interface como se ilustra en la Figura 5 y depende de la naturaleza del líquido, el medio que le rodea y la temperatura.

En términos generales, la tensión superficial disminuye con la temperatura, debido a que las fuerzas de cohesión disminuyen al aumentar la agitación térmica. La influencia del medio que le rodea se debe a que las moléculas del medio ejercen acciones atractivas sobre las moléculas situadas en la superficie del líquido, las acciones atractivas contrarrestan las acciones de las moléculas del líquido [6].



Figura 5. Fuerzas entre moléculas y de tensión superficial [6].

Durante la emulsificación se tiene un incremento en la superficie de la interface, que se debe a la formación masiva de gotas constituidas por uno de los líquidos presentes, inmersos en el otro líquido, así que la superficie de cada gota estará en contacto con el otro líquido.

1.4.2 PROPIEDADES

Propiedades principales de la tensión superficial:

1. La definición física de la tensión superficial (γ) es en términos del trabajo necesario (ω) para producir un cambio en el área de superficie (incremento de la superficie, ΔS).

 $\gamma = \frac{\omega}{\Delta S}$, las unidades de esta tensión se encuentran en Newton por metro o Joules por metro cuadrado; $\frac{N}{m} = \frac{J}{m^2}$.

2. Siempre va a tener valor positivo ya que al llevar moléculas a la superficie aumenta la energía del sistema.

3. Depende de la naturaleza de las dos fases que están puestas en contacto que normalmente será líquido-sólido o gas-sólido.

4. Depende de las fuerzas intermoleculares en el seno del líquido; cuanto mayor sean las fuerzas de cohesión del líquido, mayor será su tensión superficial.

5. Disminuye con la temperatura por el aumento de la agitación térmica que provoca un descenso entre las fuerzas intermoleculares.

6. El valor de la tensión superficial tenderá a cero conforme la temperatura se aproxime a la temperatura crítica del compuesto, aquí el líquido es indistinguible del vapor y por lo tanto se formará una fase continua donde no existe una superficie definida entre ambos [7].

1.4.3 ENERGÍA SUPERFICIAL

La energía superficial puede definirse como la energía necesaria para romper el enlace intermolecular para dar lugar a una superficie.

Definiendo una superficie libre como la zona donde la energía es mayor al resto del líquido. Esto quiere decir que, sí el área de esta superficie aumenta, la energía de todo el sistema también aumentará [4].

CAPÍTULO 2 AGITACIÓN DEL FLUIDO

En este capítulo se presentan brevemente el tipo de flujo presente en los agitadores convencionales. También, se menciona los métodos utilizados en la literatura para determinar algunas características importantes de las emulsiones.

Una condición necesaria para controlar y garantizar una emulsión depende de las diferencias de densidad de fase, velocidad de agitación, tipo/tamaño del impulsor y su ubicación dentro del tanque cilíndrico.

2.1 FLUJO Y AGITADORES

El flujo que se produce en un tanque por agitación, depende de factores como: placas deflectoras, las características del fluido, medidas del tanque, tipo/tamaño de agitador y su posición dentro del tanque, principalmente. En este trabajo no se usarán las placas, sin embargo, se presenta una breve descripción de las mismos.

Las placas deflectoras son placas verticales ubicadas radialmente en el interior del tanque, con ellas se busca generar una mejor mezcla y por lo tanto una mayor turbulencia. Generalmente, se utiliza en conjunto con agitadores del tipo turbina o axial centrados en el tanque; los patrones de flujo promueven una importante circulación desde el fondo a la parte superior, evitando así la generación de zonas de estancamiento. Generalmente, si la ubicación del agitador no es céntrica y de posición vertical, no son necesarias las placas deflectoras. Adicionalmente, cuando se trabaja con un régimen laminar, las placas no son utilizadas; ésto se debe a que el agitador consume la misma energía con o sin placas deflectoras [10].

El flujo que se produce dentro del tanque depende del agitador utilizado para el proceso de mezclado. Durante el proceso de mezclado la velocidad del fluido tiene tres componentes de velocidad, que definen el tipo de flujo dominante; radial, longitudinal y tangencial.

Las tres componentes que definen el tipo de flujo se muestran en la Figura 6 y se definen a continuación.

a) Radial, donde el movimiento es en dirección perpendicular al eje del impulsor.

b) Longitudinal o axial, el movimiento actúa en dirección paralela al eje.

c) La tercera es tangencial o rotacional, y actúa en dirección tangencial a la trayectoria circular descrita por el impulsor [11].



Figura 6. Tipos de flujo dominante; (a) radial, (b) axial o longitudinal y (c) tangencial o rotacional [12].

2.2 TIPOS DE AGITADOR SEGÚN EL FLUJO QUE GENEREN

Agitador de flujo axial: Son agitadores de palas, generalmente, con un ángulo menor a 90° respecto al plano perpendicular al eje, de las cuales se desprende el flujo donde se hace presente una recirculación; el desprendimiento de flujo ocurre a 45° de inclinación, aproximadamente, y regresa a la zona central de las palas, como lo muestra la Figura 7. Creando así un vaivén del flujo paralelo al eje de giro. También, cuenta con dos rangos de velocidad de giro, uno por transmisión directa y otro por transmisión por engranaje, que van generalmente; de 1150 a 1750 rpm y de 350 a 420 rpm, respectivamente [10].



Figura 7. Agitador de palas con ángulo [13].

Agitador de flujo radial: Los más comunes son los de placas planas y paralelas al eje del motor, como en la Figura 8, donde a cualquier número de Reynolds genera un flujo radial con baja capacidad de impulsión, pero con una velocidad tangencial alta [10].



Figura 8. Agitador de placas planas y paralelas al eje del motor [13].

Agitador de paso cerrado: Los agitadores del tipo ancla y helicoidales se encuentran en esta clasificación, representados en la Figura 9, los cuales trabajan muy cerca de la pared del tanque y son de manera particular eficaces en un fluido viscoso; se genera un flujo efectivo cerca de la pared [10].



Figura 9. Agitador tipo ancla (a) y agitador tipo helicoidal (b) [13].

2.3 MÉTODOS PARA DETERMINAR CARACTERÍSTICAS IMPORTANTES EN LAS EMULSIONES

El proceso de emulsificación implica muchos procesos simultáneos e independientes. Los patrones de flujo y la turbulencia en los contenedores donde se lleva el proceso de agitación, son fenómenos complejos que se aprecian mejor utilizando herramientas modernas como la velocimetría laser Doppler (LDV), dinámica de fluidos computacional (CFD) y velocimetría por imágenes de partículas (PIV) [13].

Estas tecnologías no intrusivas se pueden utilizar para el desarrollo de nuevos diseños de impulsores o para optimizar la configuración del sistema de mezcla.

Velocimetría laser Doppler (Laser Doppler Velocimetry), la técnica es de tipo no intrusivo, es decir no altera al medio de estudio con la presencia de sensores u otros dispositivos. En este arreglo, dos haces de luz láser provenientes generalmente de una misma fuente, son dirigidos hacia un punto en común de un fluido que contiene partículas. Estas partículas que se mueven dentro del fluido, dispersan la luz de ambos haces la cual es captada por un foto sensor, y la diferencia de fase detectada contiene una medición indirecta del fluido por medio del efecto Doppler. Si en el sistema se utilizan más pares de haces de luz láser con distintas longitudes de onda, entonces es posible distinguir la segunda o tercera componente de velocidad del fluido [14].

Las partículas, por consecuencia, tienen que tener un tamaño adecuado para que se pueda cumplir la aproximación de que la velocidad de las partículas es la velocidad del fluido; ésta es usada para medir los patrones de flujo principales en el recipiente e identificar regiones de baja velocidad [15].

Los modernos códigos para dinámica de fluidos computacional (CFD) se usan para predecir el movimiento complejo (Figura 10) como lo es en un mezclador [13]. En estos códigos, se resuelven las ecuaciones que gobiernan el movimiento del fluido mediante alguna técnica moderna.



Un sistema PIV está integrado por cuatro componentes, un contenedor transparente o semitransparente que contendrá las partículas trazadoras, una fuente de luz láser que iluminará la zona de interés, un sistema de captación y almacenamiento (recogerán los fotogramas necesarios para el análisis) y un sistema de procesamiento de datos con el que se obtendrán las velocidades de las partículas.

Para esta tesis se eligió trabajar con la técnica de velocimetría por imágenes de partículas. La técnica nos permite obtener campos de velocidad en un plano del fluido.

2.4 TÉCNICA PIV

La velocimetría por imágenes de partículas (Particle Image Velocimetry, PIV), es una técnica que analiza y permiten determinar campos de velocidad "instantáneos" de flujos, utilizando partículas sembradas en un flujo, ya sea líquido o gaseoso. En la Figura 11 se muestran los equipos para llevar a cabo esta técnica. Se muestra el laser que genera un plano laser que atraviesa el flujo previamente sembrado con partículas trazadoras, el sistema de registro consiste en una cámara de alta velocidad y un software para procesar las imágenes obtenidas.



Figura 11. Arreglo PIV, donde el sistema de registro se encuentra perpendicular al plano generado por el laser que ilumina la zona de estudio; la zona fue previamente sembrada con partículas trazadoras [16].

Para el proceso de cada imagen se divide en pequeñas sub-áreas llamadas "regiones de interrogación" y de cada una de ellas, se obtiene un vector de desplazamiento local de las partículas trazadoras con ayuda de la autocorrelación y la correlación cruzada, que son métodos estadísticos. Se asume que las regiones de interrogación se mueven homogéneamente entre las dos imágenes en estudio.

2.5 COMPONENTES BÁSICOS DE PIV

2.5.1PARTÍCULAS TRAZADORAS

En la selección de partículas trazadoras para el análisis del fluido, se debe tener en cuenta sus propiedades y las del fluido. Las partículas deben poder seguir adecuadamente el flujo del fluido, esto depende de su tamaño y densidad. Deben poder dispersar correctamente la luz del láser seleccionado y/o fluorescer, esta condición involucra: el método de captación de imágenes y la potencia de la iluminación elegida; en el caso de usar partículas con poca dispersión se requerirá un láser con una mayor potencia o sistemas de registro más sensibles, incluso una mayor concentración de partículas, lo que a efectos de presupuesto y de seguridad produce un aumento significativo [26]. Por último, la cantidad de partículas necesaria tiene que ser uniforme para seguir el flujo de la mejor forma posible y poder realizar el correcto análisis del flujo, obteniendo así buenos resultados.

Para el uso de agua como un fluido principal, los materiales más empleados por su buen funcionamiento a la hora de realizar los experimentos son el poliestireno y/o plásticos que cuentan con una gravedad específica aproximada a 1. Sin embargo, la mayoría de los materiales con gravedad específica cerca de 1, también cuentan con un índice de refracción muy similar al del agua [27], lo cual representa un problema por difícil que serán capaces de realizar una correcta dispersión de la luz láser incidente, para resolver el problema se pueden utilizar partículas de materiales recubiertos de materiales fluorescentes como la rodamina o partículas plateadas para una mejor difracción.

Para otros líquidos suelen utilizarse materiales sólidos como polvos de aluminio, esferas de cristal huecas, PVC, nylon, poliexpan, polietileno y gránulos para revestimiento sintético. También se usan materiales líquidos y gaseosos (como algunos tipos de aceite y burbujas de oxígeno) como partículas trazadoras, dependiendo del tipo de líquido que se use como fluido principal.

Por lo general en la técnica de PIV se usan partículas de tamaños aproximados entre 0.5 y 10 micrómetros. El número de partículas necesarias dentro de un experimento con PIV no puede ser calcula de forma exacta, la cantidad depende del fluido, tipo de partículas y laser. No se puede calcular exactamente un número general de partículas que se necesitan dentro de un experimento con PIV ya que esto depende de diversos factores como el fluido que se va a estudiar, el tipo de partículas trazadoras y el láser utilizado.

2.5.2 DISPERSOR DE LUZ LASER

La calidad de imágenes en la técnica del PIV es dependiente a la intensidad con que las partículas dispersan la luz incidente del láser. Para obtener mejores resultados es bueno conocer la dispersión producida por las partículas que se van a utilizar en la técnica [27], para evitar la saturación de luz que distorsione los datos obtenidos.

La luz dispersada por las partículas trazadoras también es influenciada por su índice de refracción, tamaño, la forma y su polarización.

2.5.3 LUZ LASER

El láser es un sistema que amplifica la luz mediante emisiones estimuladas de radiación, produciendo un haz que conserva un tamaño reducido en su paso por el vacío a largas distancias y que puede concentrar dicha emisión en un rango espectral bastante estrecho. Puede ser continuo o pulsado, los más utilizados dentro de la técnica PIV son los segundos. Los láseres continuos más comunes son los de Helio-Neón y los de iones de argón (más potentes que los primeros), ambos con potencias de unos pocos watts.

Dentro de los láseres pulsados, el tipo de láser más usado en los laboratorios de PIV es el Nd:YAG, que puede alcanzar pulsos de entre 100 mJ y 500 mJ con frecuencias de repetición de decenas de Hertzios.

La mayoría de los laboratorios de PIV predilección por los láseres pulsados, pues ofrecen capacidad de apoyo al momento de capturar el movimiento de las partículas.

Los pulsos tienen un corto tiempo de duración, las partículas que traspasan el plano láser creado en el momento de la captura de imágenes, aparecerán congeladas y con una gran nitidez en los archivos que se obtengan a través del sistema de registro.

2.5.4 SISTEMA DE REGISTRO

Es necesario tener un sistema de registro apropiado, es la parte de la técnica PIV que se encarga de documentar la dispersión de las partículas trazadoras en imágenes, que se procesan posteriormente con el programa indicado.

El sistema de registro común son las cámaras digitales y se tienen dos tipos de ellas utilizadas en laboratorios de sistemas PIV, las cámaras digitales CCD, llamadas así por el sensor incorporado, Dispositivo de Carga Acoplada (Charged-Coupled Device); y las cámaras digitales CMOS cuyo sensor es un Semiconductor Complementario de Óxido Metálico (Complementary Metal Oxide Semiconductor)[28].

Ambos sensores se constituyen por semiconductores de metal-óxido (MOS) y están distribuidos en forma de matriz. La función que tienen es acumular una carga eléctrica en cada una de las celdas de esta matriz. Las celdas constituyen los píxeles. La carga eléctrica será almacenada en cada píxel, entonces, mientras más luz incida sobre el píxel, mayor será la carga adquirida [26].

El sensor CCD convierte las cargas de las celdas de la matriz en voltajes y entrega una señal analógica en la salida, para después ser digitalizada por la cámara. En el mismo sensor se hace una lectura de cada uno de los valores correspondientes a cada una de las celdas. Un convertidor analógico-digital traduce los valores obtenidos en forma de datos. Sin embargo, se requiere el uso de otro chip encargado de tratar con la información que proporcione el sensor.

Para el sensor CMOS, se tienen celdas independientes y una digitalización de los píxeles realizados internamente con unos transistores que lleva cada celda, por lo que todo el trabajo se lleva a cabo dentro del sensor y no es necesario un chip externo encargado para esta función. Debido al trabajo individual que se realiza en cada pixel, se facilita la lectura de la imagen.

Los sensores tienen diferencias entre sí, una de ellas es el rango dinámico, es la capacidad que posee una cámara de captar en una imagen la mayor cantidad de tonos posibles. De esta capacidad depende que en una fotografía (o video) logremos obtener más detalle, tanto en las zonas más claras y como en las más oscuras [27].

El sensor CCD, es menos sensible y los extremos de luz los tolera mejor. En cuanto al ruido, los sensores CCD tienen también un funcionamiento mejor a los sensores CMOS. Esto es debido a que el procesado de la señal se lleva a cabo en un chip externo, el cual puede optimizarse mejor para realizar esta función. Para el

sensor CMOS, al realizarse todo el proceso de la señal dentro del mismo sensor, los resultados serán peores, puesto que disponen de un menor espacio para colocar los foto-diodos encargados de recoger la luz.

La respuesta uniforme, es otra diferencia. Es el resultado que se espera de un píxel sometido al mismo nivel de excitación que los demás, y que éste no presente cambios apreciables en la señal obtenida. Un sensor CMOS esté constituido por píxeles individuales, le hace más propenso a sufrir fallos. En el CCD, al ser toda la matriz de píxeles uniforme, tiene un mejor comportamiento que el sensor CMOS.

Otro aspecto interesante es la responsividad, que corresponde al nivel de señal que es capaz de ofrecer el sensor por cada unidad de energía óptica incidente. Es importante disponer de una responsividad elevada, con poca cantidad de luz y obtener una señal aceptable. Los sensores CMOS tienen ventaja sobre los sensores CCD, por ser más sensibles a la luz, teniendo un mejor comportamiento en sistemas carentes de luz. Esto debido a que la celda contiene los amplificadores de señal [26].

El CMOS tiene un funcionamiento mucho más elevado que el CCD debido a que todo el procesado se realiza dentro del propio sensor, ofreciendo mayor velocidad. También tiene una mejor consideración que los CCD de blooming. El blooming es la saturación de un píxel, para posteriormente saturar los pixeles vecinos. Los CMOS no tienen este problema.

Ambos sensores son buenas opciones para trabajar con un sistema PIV. Sin embargo, el uso de CCD es más común.

2.5.5 PROCESADO DE IMÁGENES

Los datos adquiridos por el sistema de registro deben ser procesados mediante un sistema de procesamiento (un ordenador) y lograr obtener las velocidades de las partículas incluidas en el flujo, así como su dirección y sentido, finalmente se obtiene una velocidad local del propio flujo.

Para llevar a cabo el procesado de imágenes existe un método que comúnmente es el más utilizado para esta técnica, la correlación. Se pueden utilizar dos variantes de este método, la correlación cruzada si el procesado se realiza sobre dos imágenes, o la auto-correlación si el procesado se realiza sobre una.

La correlación es un método de uso práctico, ya que se hace una comparación del desplazamiento de un grupo de partículas a lo largo del tiempo y obteniendo el vector de desplazamiento de cada grupo. La imagen obtenida es dividida en diferentes áreas cuadradas conocidas como regiones de interrogación, en cada región de interrogación se encuentran grupos de partículas, las cuales serán estudiadas y procesadas mediante la función de correlación, uno a uno y secuencialmente [28].

2.5.6 CORRELACIÓN CRUZADA

El método de evaluación para el PIV consiste en el registro de dos fotogramas por un pulso de laser (dos imágenes mono-pulso), esto quiere decir que cada imagen se mantiene iluminada por un pulso láser. Para conseguirlo se necesita una sincronización entre la cámara y el láser [27].

La función de correlación aplicada entre dos patrones de intensidad (i,) y B(i,j) existentes en las ventanas de análisis 1 y 2, las cuales son la misma ventana de interrogación, pero en distintos instantes de tiempo, se formula de la siguiente manera:

$$RAB(x,y) = \iint A(i,j)B(i+x,j+y)didjvi$$

en forma discreta como:

$$R(x,y) = \sum \sum A(i,j)B(i+x,j+y)n - 1j = 0n - 1i = 0$$

El trabajo de cálculo de la función se simplifica utilizando el algoritmo de la Transformada Rápida de Fourier (FFT). Los patrones serán cuadrados y la operación de correlación puede expresarse como:

$$R(x,y) = F - 1[F[A(i,j)] F * [B(i,j)]]$$

Proporcionar dirección de movimiento y detección de desplazamientos nulos. Además, tiene una mayor tolerancia a ruidos de imagen [26].

2.5.7 AUTO-CORRELACIÓN

El procesado de correlación se realiza en el mismo fotograma. Se puede conseguir esto al dejar abierto el obturador de la cámara cuando se realizan dos pulsos de láser consecutivos. Este método de grabación ese denomina simple-fotograma/doble-pulso.

Teniendo un patrón de intensidades (i,), la función de auto-correlación C(x,y) se define en la ventana de interrogación como:

$$C(x,y) = \iint I(i,j)I(i+x,j+y)didjvi$$

Al utilizar la definición en un entorno digital, ésta se transforma en una doble sumatoria discreta. Para calcular la función de auto-correlación para la imagen digital, se puede utilizar la Transformada Rápida de Fourier bidimensional (FFT-2D), sólo sí las dimensiones son las adecuadas. Las dimensiones requeridas son que sea cuadrada y que sus lados una potencia de 2 [26].

La operación de correlación [\otimes] y la operación de convolución [*] se relacionan:

$$C(x,y)=I(i,j) \otimes I(i,j)=I(i,j)*I(-i,-j)$$

Teniendo a la Transformada de Fourier, por el teorema de convolución:

$$F[C(x,y)] = F[I(i,j)] F * [I(i,j)] = |F[I(i,j)]| 2 \Rightarrow C(x,y) = F - 1[|F[I(i,j)]| 2]$$

En un mapa de auto-correlación normalmente aparecen tres picos destacados:

Se tiene el pico de posición central, se denomina pico de auto-correlación y correlaciona un desplazamiento nulo entre los patrones de ese único cuadro.

Los otros dos picos son menores y se posicionan a la misma distancia del pico central, las alturas suelen ser muy parecidas y reflejan información del verdadero desplazamiento de las partículas [28]. Esto no refleja el sentido del movimiento, la magnitud y la dirección, siendo una desventaja ante la correlacion cruzada. Esta desventaja puede evitarse si el sentido preferente del flujo del experimento es conocido o utilizando estrategias experimentales. No mide desplazamientos nulos o muy pequeños por la presencia del pico de auto-correlación que en general tiene el diámetro de la partícula.

Después de adquirir los datos necesarios se obtienen los desplazamientos de las partículas trazadoras, la velocidad se calcula con ayuda del software de procesamiento. También, se pueden obtener el cálculo de magnitudes derivadas, la sustitución de huecos producidos por un error de análisis, magnitudes estadísticas, etc. Los resultados se muestran mediante mallas de vectores de velocidad para ver las tendencias del flujo y las magnitudes de las velocidades de las partículas [26].

Capítulo 3 ANTECEDENTES

En este capítulo se muestran algunos de los trabajos reportados en la literatura, que anteceden a éste, y que permitirá establecer la aportación de esta tesis, así como sus alcances.

3.1 TRABAJOS PREVIOS

La presencia de las emulsiones es diversa, se tiene una inmensa cantidad de productos utilizados en el día a día, como lo son; el uso cosmético (cremas), alimenticio (lácteos) o farmacéutico. Es por esa razón que su estudio es importante.

Las emulsiones se encuentran dentro de la clasificación de los coloides y los primeros estudios fueron hechos desde 1843 por Francesco Selmi. Selmi fue profesor de farmacología y toxicología de la Universidad de Bolonia. El estudio de Selmi consistió en preparar soluciones de azufre, azul de Prusia y caseína; realizando numerosos experimentos llegó a la conclusión de que éstas no eran soluciones verdaderas, sino suspensiones en agua de pequeñas partículas. A dichas suspensiones, las llamo coloides [17].

Basándose en los experimentos y resultados de Selmi se hicieron otros descubrimientos, por ejemplo, Thomas Graham (1861), quien estudiando la difusión de las sustancias disueltas, distinguió dos clases de solutos a los que denominó cristaloides y coloides. Uno más fue Michael Faraday (1857) quien hizo observaciones a soluciones de oro coloidal cuando hacía pasar un haz de luz a través de ella; en el experimento pudo observar como la luz describía una trayectoria blanca. Faraday observó como las partículas de oro dispersaron la luz. A partir de estos descubrimientos llegaron muchos más. Sin embargo, para el presente trabajo sólo serán mencionados trabajos recientes, donde los descubrimientos pasados son aplicados para conocer el comportamiento de las emulsiones [17].

I Aranberri et al. [3], describe uno de los fenómenos importantes en el estudio de las emulsiones, la estabilidad de las mismas, ya que las emulsiones son descritas como una dispersión termodinámicamente inestable y con gotas dispersas que se encuentran en un rango de 0.1 y 0.2 μ m de diámetro.

La estabilidad de las emulsiones puede romperse mediante mecanismos de inestabilidad diversos, tales como: sedimentación/cremado, floculación,

coalescencia y/o engrosamiento de gota. Sin embargo, aunque el sistema de emulsión es inestable, puede volverse cinéticamente estable con ayuda de agentes tensoactivos. Los agentes tensoactivos son moléculas que cuentan con una estructura característica que contribuye a la formación de las emulsiones. Cada molécula se caracteriza por tener doble naturaleza, una polar y la otra apolar. La parte polar (hidrófila) puede llevar carga positiva o negativa, definiendo al agente como catiónico o aniónico. Por otro lado, la parte apolar (hidrofoba) generalmente se trata de una cadena de hidrocarburos. La clasificación de tensoactivos se determina con la carga en la parte polar de la molécula: 1) Carga negativa, se trata de un agente tensoactivos anicónico, 2) Carga positiva, agente catiónico, 3) Carga positiva y negativa, convirtiéndose en moléculas neutras, Ilamadas Zwitterionicos y 4) Son llamados no-iónicos al no tener grupos cargados, sin embargo, cuentan con grupos de etoxilatos. Los etoxilatos son alcoholes, aminas y fenoles a los que se les añade óxido de etileno. Estos grupos tienen afinidad hacia las moléculas de agua debido a la interacción de los enlaces de hidrógeno.

Una característica del agente tensoactivos es que debe favorecer la formación de la emulsión, clasificándose como agente emulsificante. El tipo de emulsión depende del balance hidrófilo- lipófilo presente en el agente emulsificante. El valor del balance hidrófilo- lipófilo (HLB) puede variar en función de la temperatura, tipo de electrolito y líquido oleico.

La función que desempeña el agente tensoactivo en la formación de emulsiones es la minimización de la superficie de contacto entre las fases acuosa y oleosa. Para definir el nivel de concentración a la cual se trabaja, se usa como referencia una concentración crítica, conocida como concentración crítica micelas (CMC). Por debajo de la CMC, el comportamiento de las moléculas es superficial, las moléculas se acumulan en la superficie con cierta orientación, de tal modo que la parte compatible con la fase continua se mantiene inmersa en ella; por otro lado, la parte de la moléculas ocupan toda la interface, asociándose y formando micelas de forma esférica, tal como se muestra en la Figura 12. El nivel de concentración y tipo de tensoactivos utilizado define la formación de las micelas, las cuales pueden tomar formas y tamaños diversos. Debido al comportamiento molecular de los tensoactivos en la emulsión, es posible la interacción entre las dos fases (acuosa y oleosa), generando estabilidad a la emulsión [3].



Figura 12. Micela esférica. [3]

Una característica importante dentro de la emulsión es la influencia de la temperatura bajo la cual se trabaja. Alfonso et al. [9] trabajó con emulsiones de petróleo de 15°API y un cambio creciente en la temperatura de 15 a 35°. Se reportó una disminución en la viscosidad aparente e índice de consistencia másica debido al aumento de temperatura. También, se menciona que las emulsiones de petróleo (Figura 13) tienen un comportamiento seudoplástico [9].



Figura 13. Estructura directa de petróleo pesado [19].

Debido a la naturaleza inestable de una emulsión, existe un gran número de variables que intervienen en dichos sistemas, es por eso que se tiene cierto control sobre los elementos que componen la emulsión y el proceso utilizado para su preparación. Un elemento controlable es la geometría del agitador utilizado, porque puede modificar características tales como la reología, la distribución de tamaño de gota e incluso la estabilidad. Este hecho es estudiado por M.C. Sánchez et al. [19], quienes trabajan las emulsiones generadas con el uso de dos tipos de agitadores, ancla y helicoidal.

El trabajo consistió en preparar emulsiones aceite en agua (O/W) con un 75% de aceite de girasol, un 7% de poli-etilenglicolnonil (tensoactivo no iónico) y el 18% restante, de agua. El proceso de emulsificación se llevó a cabo en dos etapas, primero se disolvió el emulgente en la fase continua, que en este caso es agua. Fue hecha agitando a 50 rpm y 50°C, con la intensión de favorecer la integración del tensoactivo y garantizar la presencia de únicamente dos fases, al integrar el aceite de girasol. Antes de mezclar con el aceite, la fase acuosa se enfrió a la temperatura de emulsificación. Las emulsiones fueron hechas a velocidad de agitación entre 100-300 rpm y 25°C para los dos tipos de agitadores. No se menciona a que altura se encuentra el agitador, ni en qué fase está sumergido.

Una vez obtenidas las emulsiones se tomaron muestras con una pipeta con punta especial para fluidos muy viscosos. Se llevaron a cabo ensayos dinámicos con un reómetro de esfuerzo controlado y con sistema sensor cono-placa de 60 mm de diámetro y ángulo de 4°, las medidas fueron hechas en el intervalo visco-elástico lineal, a una frecuencia de 1Hz y 25°C. La distribución de tamaño de gota se realizó en un analizador MalvernMastersizer X con una lente de 100mm de diámetro.

Los datos obtenidos fueron adaptados a una ecuación cinética de primer orden. En el caso de una emulsificación mediante el agitador de ancla, la ecuación cinética tiene una constante cinética, mientras que para el agitador helicoidal, la ecuación cinética se modifica, teniendo en ella dos constantes cinéticas [19]. Sin embargo, las características de una emulsión no sólo dependen del tipo de agitador empleado, en gran medida también se debe al protocolo de mezcla y sus variables.

Los reportes en la literatura mencionan que una variable a considerar para el proceso de emulsificación es la profundidad a la cual se encuentra el agitador, que al parecer garantiza la obtención del tipo de emulsión requerida. Fayira Villar Marcano et al, [20] analizan una emulsión O/W de aceite de maíz, agua y un

surfactante no iónico (sorbitanetoxilatomono estearato). Como agitador se usó un homogeneizador Polytron PT 3100 con rotor de diámetro de un centímetro y estátor, mostrado en la Figura 14. Se hizo una serie de pruebas preliminares, donde la ubicación del impulsor fue variada; éste se colocó en la interface. En estas pruebas obtienen que la ubicación adecuada para obtener una emulsión O/W es debajo de la interface, dentro de la fase acuosa.



Figura 14. Representación esquemática del homogeneizador [20].

El protocolo de mezcla comenzó con la disolución del surfactante en agua a 40°C, cuidando de no llegar al punto nube del surfactante. Posteriormente, se procede a agregar el aceite sin perturbar la interface formada y mezclar con el homogeneizador. Una vez que ya se tiene la emulsión, se toman muestras con el equipo MalvernMastersizer para medir el diámetro y la distribución de gotas. Para este trabajo el análisis fue únicamente estadístico.

Las características de diseño también son un factor considerado en otros estudios, como el de D. Abundis et al.[21], en dicho estudio se trabajó a bajos números de Reynolds y bajo tres características relevantes de diseño: fondo redondeado, agitador de disco inclinado y la excentricidad del eje del impulsor.

El sistema de D. Abundis et al. [21] contó, además con un control de temperatura, usando una camisa de calentamiento y recirculación de aire (dos puertos de aire con filtro). El impulsor de disco inclinado se colocó a diferentes excentricidades. El trabajo finalmente demostró que el impulsor de disco inclinado 45° es capaz de

producir condiciones caóticas extendidas en tanques de fondo redondo. El rendimiento de mezcla en el mini-biorreactor fue hecha a través de simulaciones de dinámica de fluidos computacional (CFD) y validada con experimentos de fluorescencia inducida por láser (LIF) [21].

Otro estudio que se llevó a cabo con las características relevantes de diseño, antes mencionadas, fue realizada por D. Abundis y M Álvarez, 2013, donde se comparó la emulsión resultante obtenida con impulsor de disco horizontal, una turbina Rushton y un impulsor HE-3 colocados concéntricamente, con la finalidad de tener un marco de comparación. Para el análisis se emplearon métodos como: CFD y LIF. Los resultados indican que las configuraciones excéntricas pueden ser una solución ante el problema de mezcla laminar, la mezcla es efectiva ante altas viscosidades con un gran suministro de energía.

El impulsor de disco inclinado 45° que se muestra en la Figura 15 provocó un flujo complejo, exponiendo mayor área de superficie para desplazar fluido y añadiendo una perturbación periódica de tiempo en el sistema ya asimétrico. El desplazamiento del eje del impulsor contribuye en la reducción de tiempo de mezcla en un tanque de fondo redondeado; en tanques de fondo plano se observan regiones de mezcla segregadas y con reducción de velocidad en el fondo plano del sistema [22].


Figura 15. Esquema experimental usado por D. Abundis y M Álvarez [22].

En los trabajos de experimentación hechos por D. Abundis et al. [22] la excentricidad está dada por la relación entre la distancia del eje del impulsor al centro del tanque y el radio del tanque.

El fluido modelo que se uso fue glicerina y el patrón de mezcla 3D se visualizó a través de inyección de trazadores fluorescentes; las imágenes tomadas fueron en una habitación oscura. Con ayuda de un plano de luz laser e inyección de un pulso de tinte fluorescente (rodamina B), dentro de la habitación oscura fue expuesta la estructura de la mezcla en un plano vertical 2D.

Por otro lado, en Mancilla et al. [23] se estudia el comportamiento de la interface entre dos fluidos estratificados de forma numérica, donde para explorar la respuesta de la interface se emplearon diferentes regímenes de agitación, donde se evita la ruptura y se preserva el límite entre ellos. También, se incluyeron efectos de tensión superficial en el modelo numérico para observar la influencia en la interface. El sistema consiste en un tanque cilíndrico de fondo plano y un agitador de geometría simple, un disco con inclinación de 30° y una camisa rectangular; la camisa es colocada para evitar distorsión óptica debida a la curvatura del cilindro. Se usó agua y aceite como fluidos de estudio, con una fracción volumétrica de un 50/50 [23].

Estos flujos producen un desplazamiento de los dos líquidos, donde el fluido de mayor viscosidad es movido por el impulsor y este a su vez arrastra al fluido de menor viscosidad, como puede se puede ver en la Figura 16.



Figura 16. Deformación de la interface [23].

Finalmente, los resultados obtenidos mostraron que el algoritmo es capaz de resolver con precisión características dinámicas de la interface distorsionada. Se demuestra que la geometría del impulsor produce el arrastre del fluido, promoviendo una diferencia de presión importante para la deformación en la interface. La diferencia de presión en la zona centro del tanque se debe a la diferencia de velocidad entre los fluidos, mientras que hay un aumento de presión en las zonas donde el fluido baja, que es consecuencia de las fuerzas ejercidas por el fluido superior a la interface (cuando la interface se mueve hacia el fondo del tanque).

Los últimos tres experimentos mostraron los beneficios de utilizar un agitador de disco inclinado y la importancia que tiene la ubicación del agitador en el sistema. El presente trabajo se centra en el fenómeno presente antes del rompimiento de

la interface, en un sistema con fracción volumétrica de 50/50, aceite/ agua, de forma experimental y colocando el agitador en tres situaciones diferentes.

Por lo tanto se tienen los siguientes objetivos de la tesis.

3.2 OBJETIVO GENERAL

Determinar los principales mecanismos que inician el proceso de emulsificación de dos fluidos inmiscibles con una diferencia apreciable de viscosidad.Se busca caracterizar el flujo producido en un tanque agitado y analizar las interacciones hidrodinámicas entre las fases

3.2.1 OBJETIVOS PARTICULARES

- Identificar las diferentes etapas del proceso de la formación de una emulsión.
- Visualizar la formación y posterior ruptura de filamentos de aceite o agua debido a las condiciones hidrodinámicas.
- Analizar el efecto en el inicio de la emulsificación al cambiar la posición de la profundidad del agitador: 1. El disco sumergido en la fase oleica sin tocar la interface. 2. El disco sumergido en la fase oleica, tocando la interface tangencialmente. 3. El disco sumergido en la fase acuosa sin tocar la interface.
- > Medir los campos de velocidad.
- > Analizar la hidrodinámica del flujo.

CAPÍTULO 4 AGITADOR EXPERIMENTAL

En este capítulo se presenta el sistema experimental que consta, básicamente, de un tanque de sección transversal circular y un agitador con un disco inclinado, que es movido por un servomotor de velocidad variable. El tanque contiene 2 fluidos inmiscibles, agua y aceite de cocina de igual altura. La posición del agitador es modificada para analizar su efecto en el inicio de la emulsificación.

La metodología para hacer las mediciones consta de 2 etapas, la primera es para identificar la velocidad a la cual comienza a romperse la interface, y la segunda es para obtener imágenes de la evolución del experimento y generar campos vectoriales de velocidades para analizar el inicio del proceso.

4.1 SISTEMA EXPERIMENTAL

El experimento se realizó en un contenedor cilíndrico de fondo plano con una camisa rectangular exterior, como se muestra en la Figura 17. La camisa se agregó con la finalidad de corregir la distorsión visual generada por la curvatura del contenedor y la refracción de la luz. Ambos contenedores son de acrílico transparente para la visualización del experimento.





En este experimento se eligieron tres agitadores de disco y con eje céntrico. El disco tiene un diámetro de 8 cm, un espesor de 1 mm, y un ángulo de ataque de 30° con respecto a la horizontal, como se puede ver en la Figura 18.



Figura 18. Vista completa del agitador (a), y vista de lo posición del disco del agitador (b).

En el tanque se tienen dos fluidos inmiscibles, en los cuales se tienen partículas trazadoras, que en este caso son de poliamida de 20µm recubiertas con rodamina B. La elección de la rodamina b se debió a que no modifica las propiedades de los dos fluidos (agua y aceite) utilizados en este trabajo y a su fluorescencia, en este caso la fluorescencia ayuda a que las imágenes tomadas sean del plano generado por el laser. Del contenedor, uno de los fluidos, es agua común, que tiene una altura de 71 mm. El otro fluido es aceite vegetal de cocina (soya). La cantidad de agua y aceite permanecerá constante para los tres casos experimentales como lo muestra la Figura 19.



Figura 19. Representación de las variables que permanecen constantes durante los tres casos experimentales.

Los agitadores son de diferente longitud, por lo que únicamente la profundidad del mismo es variable. La altura y diámetro del contenedor cilíndrico son 230 mm y 200 mm, respectivamente.

El contenedor para el experimento se montó en una base diseñada para asegurar que:

- 1.- El contenedor este nivelado.
- 2.- Mantener el eje del agitador en el centro.

Para controlar el movimiento del agitador se requirió el uso de un motor que fue colocado en la parte superior de la base. Una representación esquemática del equipo en el arreglo experimental se muestra en la Figura 20.



Figura 20. Esquema representativo del sistema experimental, donde se muestran los contenedores y agitador montados sobre la base. En la parte superior del sistema es colocado el motor.

El agitador se operará por medio de un motor de corriente directa AKD®, programado para variar la velocidad del agitador, el motor opera con el software KollmorgenWorkBench®.

En el experimento el agitador de disco está en tres posiciones, estas posiciones se muestran de manera esquemática en la Figura 21. La primera posición es donde el disco del agitador está sumergido en la fase oleosa y sin tocar la interface (Figura 21a); en la segunda, el disco se baja hasta hacer contacto tangencialmente con la interface (Figura 21b); mientras que en la tercera posición, el disco está sumergido en la fase acuosa (Figura 21c).



Figura 21. Representación esquemática de la posición del agitador.

4.2 TÉCNICA EXPERIMENTAL

Primera etapa:

- i. Obtención de fotografías de alta velocidad y video de la evolución del proceso inicial: Identificación de zonas relevantes de deformación y ruptura de interface.
- ii. Determinación del rango de velocidades críticas: inicio de deformación de interface, formación de hilos viscosos y formación de gotas.
- iii. Caracterización de la forma, altura y grado de deformación de la interface.

Segunda etapa:

iv. Obtención del campo de velocidades para las diferentes condiciones.

4.3 METODOLOGÍA DEL EXPERIMENTO

4.3.1 ETAPA 1. IDENTIFICACIÓN DE VELOCIDAD

Después de montar el arreglo experimental se procede con la etapa uno del experimento.

La etapa uno consiste en obtener imágenes y videos. Esto permite identificar la velocidad a la cual se presenta la deformación de la interface, la ruptura de hilos y formación de gota. Primero, el llenado del tanque se hace muy lentamente para evitar la formación de burbujas de aire o gotas de un fluido dentro de otro; este proceso dura aproximadamente 165s. Después, ya con los 2 fluidos inmiscibles y en reposo, se comienza a mover el agitador con una velocidad de 20 rpm durante 10 segundos, posteriormente, se aumenta la velocidad 10 rpm del agitador cada 10 segundos, hasta la velocidad en la cual se comienza, aproximadamente, a iniciar la emulsificación, que depende de la posición del agitador.

Todo el proceso es filmado en cámara rápida. Siguiendo esta metodología se determinaron las velocidades críticas de interés para cada posición del agitador.

4.3.1.1 PHASE LOCKING

Para poder obtener imágenes de la evolución de la interface durante el proceso de emulsificación fue necesario recurrir a la técnica de *phase-locking*, que se sincroniza con el disparo de rayo laser y se uso una cámara de alta velocidad (cámara phantom) para cada agitador.

Básicamente consiste en un sistema de lazo cerrado capaz de sincronizar la fase del motor controlado, con la fase de una señal de entrada que se acopla al disparo del laser. El dispositivo de *phase-locking* fue adherido a una de las aristas de la base, en la parte superior e interna, de forma paralela al eje del agitador. Al agitador se le colocó un anillo octagonal con un espejo adherido a uno de sus lados, este espejo recibe una señal (que proviene del mismo dispositivo) y por reflexión esa misma señal regresa al dispositivo como señal de entrada. Una vez que el agitador comienza a girar y la señal de entrada es detectada, se dispara un plano de luz laser y la cámara captura una imagen instantánea. Ya que el agitador en la misma posición fija, las imágenes instantáneas muestran el agitador en la misma posición.

4.3.2 ETAPA 2. CAPTURA DEL FENÓMENO.

Una vez que se identifica la velocidad a la cual se forman los hilos, se hace uso de la técnica de velocimetría por imágenes de partículas (ParticleImageVelocity, PIV), que permite el análisis del movimiento del fluido mediante el procesamiento de las imágenes capturas; técnica que se presenta más abajo.

La emulsión será obtenida mediante esfuerzo cortante, cuando los fluidos de trabajo estén en contacto y equilibrio, se verán perturbados con el movimiento del agitador.

Durante el proceso se tiene un cambio del área interfacial, que aumenta con la formación de gotas, por lo que un incremento de energía también está presente, alejándose de la tendencia natural de todos los sistemas a un estado de mínima energía, volviéndose un sistema inestable.

4.3.2.1 Equipo para la visualización de imágenes de partículas.

La técnica de velocimetra por imágenes de partículas tiene como propósito obtener un campo de velocidades en un plano del fluido. El propósito se logra añadiendo al fluido del experimento unas partículas trazadoras.

El método consiste en registrar imágenes tomadas de un plano iluminado con pulsos de luz; estas imágenes registran el movimiento de las partículas sembradas en el sistema en dos instantes de tiempo diferentes; con esta información es posible estimar campos de velocidades mediante la correlación de imágenes. El ancho de la hoja de luz es entre 1 y 2 mm, que se genera con un láser pulsado (Dantec Dynamics®), con longitud de onda de 532 nm, duración de pulso de 4ns, y energía de 400 mJ.

Para tomar las imágenes del comportamiento del fluido es usada una cámara de video rápido (Phantom®), cuyo tamaño y tipo de lente se selecciona considerando la iluminación y el tipo de partículas utilizadas como trazadoras.

Las imágenes grabadas se dividen en pequeñas subregiones llamadas regiones de interrogación, cuyas dimensiones determinan la resolución espacial de la medición. Las regiones de interrogación pueden ser adyacentes entre sí, o más comúnmente, tienen una superposición parcial con sus vecinos. La forma de las regiones de interrogación puede desviarse del cuadrado para adaptarse mejor a los gradientes de flujo. Además, las áreas de interrogación A y B, correspondientes a dos exposiciones diferentes, pueden desplazarse en varios

píxeles para eliminar una dirección de flujo media dominante, y por lo tanto, mejorar la evaluación de las pequeñas componentes de velocidad fluctuantes sobre la media. El pico de la función de correlación da la información de desplazamiento. Para imágenes individuales expuestas dobles o múltiples, se realiza un análisis de autocorrelación. Para imágenes dobles expuestas individuales, un análisis de correlación cruzada proporciona la información de desplazamiento.

El software Dynamic Studio (Dantec Dynamics) se usó para controlar el sistema y procesar las imágenes. El tiempo entre los pares de imágenes se varía dependiendo de la velocidad del giro del agitador. Para poder realizar un promedio de las imágenes adquiridas y de los campos de velocidad calculados, se utiliza la técnica de *phase-locking*, la cual permite la adquisición de las imágenes en la misma posición del agitador para cada giro.

Se capturan conjuntos de 400 imágenes para cada experimento con el fin de garantizar un promedio estadísticamente sólido. Como partículas trazadoras, fueron seleccionadas partículas de poliamida recubiertas con rodamina B (Figura 22a) y un filtro óptico de 58-62mm (rojo) es montado en la lente de la cámara (Figura 22b).



Figura 22. (a) Generación de fluorescencia al líquido por las partículas de poliamida recubiertas con rodamina b, y (b) filtro óptico rojo 58-62mm.

En la Figura 23 se muestra la disposición de los equipos que se utilizaron para hacer las mediciones; a) motor de corriente directa AKD®, b) dispositivo *PhaseLocking*, c) cámara Phantom®, d) laser pulsado (Dantec Dynamics®).



Figura 23. Disposición de los equipos que se utilizaron para hacer las mediciones en el sistema.

Las imágenes son tomadas y procesadas por correlación cruzada con el software Dantec-Dinamics. Se utiliza el método de correlación cruzada estándar para determinar los campos de velocidad, se consideran áreas de interrogación de 32 × 32 píxeles cuadrados con una superposición de 50 × 50%. Para eliminar vectores espurios se aplica un filtro promedio (3 x 3 pixeles). Obteniendo finalmente imágenes y datos que describen el movimiento de las partículas de rodamina durante el experimento, como lo muestran las imágenes de la Figura 24.



(b)



Figura 24. Los campos vectoriales que describen y confirman el movimiento de los dos fluidos involucrados, así como la generación de vórtices durante el experimento para los agitadores de posición P1 (24 a), P2(24 b) y P3(24c), con velocidades de 95,90 y 80 rpm, respectivamente.

Capítulo 5 ANALISIS EXPERIMENTAL

En este capítulo se presenta un análisis para determinar los números adimensionales, parámetros y relaciones importantes para el experimento.

5.1 ANÁLISIS DIMENSIONAL Y PARÁMETROS

Para este experimento es necesario determinar los números adimensionales que incluyen las características más importantes del fenómeno; para esto debe de conocerse la geometría del sistema y las propiedades de los líquidos involucrados.

Los líquidos son de uso común, agua y aceite comestible a 22°C. Las propiedades se muestran en la Tabla 3 y fueron determinadas conociendo volumen y masa de los líquidos, para el caso de la densidad y para el caso de la viscosidad fue utilizado un viscosímetro rotacional (Brookfield, modelo lv2t), que tiene repetibilidad de ± 0,2% y precisión de ± 1.0%.

La tensión superficial se determinó por capilaridad entre dos placas paralelas y ángulo de contacto.

Fluido	Densidad	Viscosidad dinámica	Tensión superficial
	(kg/m³)	(Pa·s)	(N/m)
Agua	998	0.001	0.0728
Aceite	918.16	0.053	0.028

Tabla 3. Propiedades del agua y aceite comestible de soya marca AVE® a temperatura ambiente, 22°C.

Para estimar el valor de la tensión interfacial se usa la regla de Antonoff [24], la cual establece que la tensión interfacial está relacionada con la diferencia entre las tensiones superficiales, $\sigma_{12} = \sigma_1 - \sigma_2$, correspondientes a un líquido saturado en otro. Suponiendo un comportamiento totalmente hidrófobico del aceite, se tiene la tensión interfacial de $\sigma_{agua-aceite} = 0.0448$ N/m ($\sigma_{agua-aceite} = \sigma_{agua} - \sigma_{aceite}$).

Los parámetros adimensionales se calcularon con el fin de identificar las condiciones bajo las cuales ocurre el proceso de emulsificación, para cada uno de los casos presentados. A continuación, se presentan estos parámetros.

5.2 PARÁMETROS Y RELACIONES FIJOS DEL EXPERIMENTO

De la Figura 19 se identifican los parámetros geométricos del experimento como; longitudes características D, h, d_p, donde D es el diámetro del tanque,h=h₁=h₂ y dp= d cos 30°, la proyección del disco en un plano horizontal. Adicionalmente, se tienen las propiedades del fluido: viscosidades μ_1 (aceite) = μ_1 , μ_2 (agua) = μ_2 , densidades ρ_1 (aceite) = ρ_1 , ρ_2 (agua) = ρ_2 , tensión interfacial $\sigma_{agua-aceite} = \sigma$, y velocidad en la periferia del disco v (velocidad tangencial).

Los parámetros adimensionales se determinaron mediante el teorema π de Buckingham. Del análisis, se tienen 9 variables dimensionales y 3 dimensiones, por lo que se esperan 6 números adimensionales independientes. Los números se obtuvieron con base al líquido donde se encuentre sumergido el agitador.

	<i>i</i>	
$\pi_4 = (\alpha_4 v^2 d_{\pi}) / \sigma$	(5.1)	۱
	(8.1)	,

 $\pi_2 = (\mu v) / \sigma$ (5.2)

 $\pi_3 = d/h$ (5.3)

 $\pi_4 = d/D$ (5.4)

$$\pi_5 = \rho_1 / \rho_2$$
 (5.5)

$$\pi_6 = \mu_2 / \mu_1$$
 (5.6)

El primer número es el número de Weber (ecuación (5.1)), que relaciona fuerzas de inercia y tensión superficial, y el segundo es un número de capilaridad (ecuación (5.2)). Los otros números son relaciones geométricas (ecuación (5.3)), de densidad (ecuación (5.4)) y de viscosidad (ecuación (5.5)). El número de Reynolds es importante en este trabajo, relaciona fuerzas viscosas y de inercia, y se obtiene con los números de Weber y capilaridad:

$$\frac{\pi_1}{\pi_2} = \frac{\frac{\rho_1 V^2 d_p}{\sigma}}{\frac{\mu_1 V}{\sigma}} = \frac{\rho_1 V d_p}{\mu_1} = Re$$
(5.7)

Encontramos la velocidad de deformación media, que puede ser calculada como $\gamma = 2v / (D-d_p)$.

Los parámetros fijos para el experimento son π_3 , π_4 , π_5 y π_6 , respectivamente:

$$\frac{d}{h} = 0.975$$
$$\frac{d}{D} = 0.346$$
$$\frac{\rho_1}{\rho_2} = 0.92$$
$$\frac{\mu_2}{\mu_1} = 0.018$$

Los números restantes son dependientes de la velocidad y para este experimento son variables. Y se trabajaran bajo los siguientes rangos, obtenidos a partir de la velocidad donde se presenta la formación de hilos y la velocidad donde se rompen los hilos:

Agitador 1

$$473.303 \le We \le 511.925 \tag{5.1}$$

$$68.3x10^{-3} \le Ca \le 71.0x10^{-3} \tag{5.2}$$

 $6920.509 \le \text{Re} \le 7206.689$ (5.7)

Agitador 2

$$374.903 \le We \le 482.81$$
 (5.1)

$$60.7 \times 10^{-3} \le Ca \le 68.9 \times 10^{-3} \tag{5.2}$$

$$6167.263 \le \text{Re} \le 6998.804$$
 (5.7)

Agitador 3

$$252.085 \le We \le 380.494$$
 (5.1)

$$0.9021 \times 10^{-3} \le Ca \le 1.1083 \times 10^{-3}$$
 (5.2)

$$260810.66 \le \text{Re} \le 320424.53 \tag{5.7}$$

CAPITULO 6 RESULTADOS EXPERIMENTALES

En este capítulo se muestran y analizan los resultados experimentales, primero se obtuvieron fotografías de alta velocidad y video de la evolución del proceso inicial: Identificación de zonas relevantes de deformación. Con esa información se encontró el rango de velocidades críticas: inicio de deformación de interface, formación de hilos viscosos y formación de gotas. Adicionalmente, se obtuvo el campo de velocidades para las diferentes posiciones del agitador.

6.1 PRIMERA ETAPA

En la primera etapa, se tomó video y fotografías para identificar el inicio del proceso de emulsificación, para las tres posiciones del agitador.

Los experimentos realizados fueron llevados a cabo usando 50% aceite y 50% agua en volumen; debido a la transparencia de ambos líquidos se usó colorante azul en el agua con la finalidad de facilitar la visualización: este colorante no afecta la densidad y viscosidad del agua.

El experimento se inició en estado de reposo para los dos fluidos, y después, la velocidad del agitador comenzó a incrementarse; posterior al reposo, se llevó el agitador de 20 rpm hasta 120 rpm; incrementándose la velocidad del disco 10 rpm cada 10 segundos.

Una vez que se identifican intervalos de velocidades donde el comportamiento de los fluidos es de nuestro interés, se reprograma el movimiento del agitador, para encontrar las velocidades criticas del experimento, Tabla 4; la velocidad donde la interface es perturbada por el movimiento del agitador, la velocidad a la cual se forman los hilos de la fase dispersa, y finalmente, la velocidad a la cual los hilos se rompen, formando gotas.

Velocidad del	Inicial	Deformación de	Formación	Ruptura de hilos
aaitadar		la interface	de hilos	o formación de
agitador			(EU)	gotas
Posición			(ГП)	(FG)
				(10)
del agitador				
P1	0	20	100	104
	Ŭ	20	100	
P2	0	17	89	101
P3	0	22	70	86

Tabla 4. Velocidades en rpm significativas en el comienzo del proceso de emulsificación.

La Figura 25 muestra las etapas por las que pasa la interface durante el proceso de emulsificación para la posición del agitador en la mitad de altura del aceite (P1); las fotografías fueron tomadas para velocidad de giro del agitador que se indica inmediatamente debajo de ésta. En la Figura 25a se muestran las condiciones iníciales del experimento, donde el sistema se encuentra en reposo. Posteriormente, cuando la velocidad del agitador está en 20 rpm, se observa un leve levantamiento de la interface, Figura 25b, y que continúa incrementándose para las siguientes velocidades hasta que la misma alcanza la cara inferior del disco, Figura 25c (40 rpm). Una vez que se alcanza una velocidad de 65 rpm se presentan los primeros hilos de agua dentro de la fase oleica, Figura 25d, hasta llegar a los 73 rpm, en donde los primeros hilos se rompen en pequeñas gotas de agua que regresan rápidamente al cuerpo principal de aguas (Figura 25e). Después de un tiempo, en el cual se sigue incrementando la velocidad, los hilos continúan rompiéndose en gotas y regresando al cuerpo de agua (Figura 25f), hasta que se alcanzan las 100 rpm (Figura 25g) que es cuando se visualizan hilos de agua más gruesos que los anteriores; las pequeñas gotas continúan presentándose hasta los 104 rpm (Figura 25h), aunque va en ciertas regiones del aceite se presenta porciones de agua con mayor volumen.



Figura 25. Proceso de emulsificación de dos fluidos inmiscibles a diferentes velocidades de giro del agitador. Posición del agitador: mitad de la columna de aceite (P1).

Cuando la velocidad del agitador es superior a la velocidad crítica de 104 rpm no es posible ver gotas de agua dentro de la fase oleica, Figura 26 a. Al detener el agitador, las fases vuelven a separase y en ningún momento se observan gotas de agua dentro del aceite, Figura 26 b.



Figura 26. Proceso de emulsificación de dos fluidos inmiscibles. El agitador girando a una velocidad de 110 rpm. El agitador girando a una velocidad de 0 rpm (P1).

En la Figura 27 se muestra el proceso de emulsificación para la posición del disco, en la cual un extremo del mismo toca la interface (P2). Al igual que en la posición del disco de la Figura 25, el sistema inicialmente se encuentra en reposo Figura 27a. Posteriormente, cuando la velocidad del agitador alcanza los 17 rpm, se observa un leve levantamiento de la interface, Figura 27b; levantamiento que alcanza la posición del disco en 30 rpm, Figura 27c. Cuando se alcanza una velocidad de 55 rpm se presentan los primeros hilos de agua dentro de la fase oleica, Figura 27d, pero los hilos no se rompen, regresando la mayoría al cuerpo principal de agua (Figura 27e). Si la velocidad continua incrementándose, estos hilos se rompen en gotas a partir de aproximadamente las 70 rpm (Figura 27f). Después de esta velocidad, si la velocidad continúa incrementándose, la formación de hilos más gruesos se presenta, así como de gotas con mayor volumen en ciertas zonas y hasta aproximadamente una velocidad de 101 rpm; véase Figuras 27g a 27k. La diferencia con el caso anterior, se debe a que el esfuerzo que le llega del disco a la interface, no se disipa tanto como en el caso en el que el disco está en la misma fase, pero a mayor distancia de la misma.



Figura 27. Proceso de emulsificación de dos fluidos inmiscibles a diferentes velocidades de giro del agitador. Posición del agitador: disco rozando la interface de los 2 fluidos (P2).

Al igual que el primer agitador, cuando la velocidad del agitador es superior a la velocidad crítica de 101rpm no se logra tener gotas de agua dentro de la fase oleica, Figura 28 a. Al detener agitador, las fases vuelven a separase y en ningún momento se observan gotas de agua dentro del aceite, Figura 28b.



Figura 28. Proceso de emulsificación de dos fluidos inmiscibles. El agitador girando a una velocidad de 110 rpm. El agitador girando a una velocidad de 0 rpm (P2).

En la Figura 29 se muestra el proceso de emulsificación para el caso de la tercer posición del agitador, donde el disco se encuentra sumergido en la fase acuosa, y el cual inicialmente se encuentra en reposo, ver Figura 29a. Posteriormente, una vez que el disco alcanza una velocidad de 20 rpm se observa una leve depresión de la interface, Figura 29b, la depresión alcanza la cara superior del disco, ver Figuras de la 29c y 29d. Cabe mencionar que esta depresión tiene un volumen menor que en el caso de la deformación de la interface que se presenta para los dos casos anteriores. Cuando alcanza una velocidad de 50 rpm la depresión forma un hilo muy grueso de aceite, Figura 29e, hasta llegar a los 70 rpm, en donde los primeros hilos se muestran de forma momentánea debido a la inestabilidad derivada de su diferencia de densidades (Figura 29f). Después de un tiempo, en el cual se sigue incrementando la velocidad, hasta que se alcanzan las 86 rpm (Figura 29g) los hilos se rompen en gotas, continuando con 86 rpm (Figura 29h) continúa la ruptura de hilos. Cabe mencionar que dado que el agitador se encuentra en el agua, el esfuerzo tangencial que transmite éste al fluido es menor que cuando se tiene el agitador en aceite para las mismas revoluciones, por la menor viscosidad que tiene el agua con respecto al aceite.



Figura 29. Proceso de emulsificación de dos fluidos inmiscibles a diferentes velocidades de giro del agitador. Posición del agitador: el disco se encuentra en medio de la fase acuosa (P3).

Similar a los primeros dos casos, cuando la velocidad del agitador es superior a la velocidad crítica de 86rpm no se observan gotas de aceite dentro de la fase acuosa, Figura 30a. Al detener agitador, las fases vuelven a separase y en ningún momento se observan gotas de agua dentro del aceite, Figura 30b.



Figura 30. Proceso de emulsificación de dos fluidos inmiscibles. El agitador girando a una velocidad de 110 rpm. El agitador girando a una velocidad de 0 rpm (P3).

En las Figuras 25h, 27k y 29h si fue posible ver las gotas, durante el experimento, cuando el agitador era detenido, era posible ver como las gotas de agua (en el caso de la posición del agitador 1 y 2) descendían a través del aceite y permanecían sobre la interface por 1 o 2 segundos. Las Figuras 26, 28 y 30 son imágenes que muestran el experimento por encima de sus respectivas velocidades donde se tiene formación de gotas, el movimiento del agitador duró cerca de dos minutos, sin embargo, cuando el agitador se detiene, los dos fluidos se separaban de forma inmediata y no fue posible obtener gotas de un fluido inmerso en el otro.

6.2 CAMBIO EN LA INTERFACE

El proceso de emulsificación depende del cambio generado en la estructura de la interface, así los parámetros y números adimensionales que se tienen en el inicio de este proceso son mostrados en la Tabla 5.

Parámetros	Posición 1		Posición 2		Posición 3	
adimensionales						
$\pi_1 = (\rho_1 v^2 d_p) / \sigma$	473.303	511.925	374.903	482.81	252.085	380.494
(Número Weber)						
π ₂ = [(μ v) / σ] x10 ⁻³	68.3	71	60.7	69.9	0.9021	1.1083
(Número capilaridad)						
π ₃ = d/h	0.975		0.975		0.975	
π ₄ = d/D	0.346		0.346		0.346	
π ₅ = ρ ₁ /ρ ₂	0.92		0.92		0.92	
π ₆ =μ ₂ / μ ₁	0.0188		0.0188		0.0188	
$\Pi_7 = \rho_1 v d_p / \mu_1$	6920.509	7206.689	6167.263	6998.804	260810.66	320424.53
(Número Reynolds)						

Tabla 5. Parámetros y números adimensionales

Mientras se aumenta la velocidad de giro del agitador, la interface sufre progresivamente cambios en su estructura. Para poder observar la evolución que tiene la interface durante el experimento se utilizó la técnica phase-locking, con esta técnica fue posible observar el cambio en la altura y forma de la interface, tal y como se puede ver en las Figuras 28, 29 y 30 para las tres posiciones del agitador.

Previo a las Figuras 28, 29 y 30, una de las primeras serie de imágenes mostraron una falta de homogeneidad de luz; la falta de iluminación en la mitad derecha de las imágenes que se debe a la sombra generada por el mismo agitador, y la presencia de rayos de luz generados por el laser y reflejos del agua, como se ve en la Figura 31a. Con esta información se modificó la luz externa, para generar datos confiables para los mapas de velocidad que se mostrarán más abajo; las imágenes que se obtuvieron son como la mostrada en la Figura 31b.



Figura 31.a) Imagen tomada con un arreglo que redujo de forma considerable la cantidad de luz externa, y b) la imagen tomada sin ese arreglo.

6.3SEGUNDA ETAPA

6.3.1 HILO Y GOTA

Una vez que se identificaron las velocidades criticas, se utilizó el equipo de velocimetría por imágenes de partículas (Particle Image Velocimetry, PIV), para obtener los datos necesarios y obtener el mapa de velocidades para conocer el comportamiento de fluidos involucrados en el experimento. Además, con las imágenes obtenidas gracias a la cámara rápida, fue posible visualizar con más detalle la ruptura de gotas.

AGITADOR 1

En la Figura 32 se muestra la generación de hilos y posterior ruptura, formando gotas de un líquido inmerso en el otro, agua en aceite (w/o).





(c)

(b)

(d)





(e)

(f)



(g)

(h)

Figura 32. Comportamiento de la fase acuosa cuando el agitador del sistema experimental gira a diferentes velocidades.

Las Figuras 32a y 32b presentan el comportamiento de la interface antes y después de llegar a la velocidad critica de formación de hilos. La Figura 32a muestra como el líquido de la fase acuosa se encuentra totalmente adherido a la parte inferior del disco, mientras que en la Figura 32b, ya se presenta formación de hilos; adicionalmente, la Figura muestra como la fase acuosa, además de adherirse a la parte inferior del disco, comienza a colocarse en la parte superior del disco en la forma de hilo.

En la Figura 32c se muestran la formación de hilos a 100 rpm y posteriormente, la ruptura de los hilos en gotas a 104 rpm, Figura 32h.

Las Figuras 32c, 32d, 32e y 32f muestran instantes donde las velocidades son 100 rpm, 101 rpm, 102 rpm y 103 rpm, respectivamente. En las imágenes se puede ver que a medida que la velocidad crece, el número de hilos que envuelven el disco aumentan. Sin embargo, no hay formación de gotas al estar aun por debajo de la velocidad crítica para la formación de dichas gotas.

Una vez que se alcanza la velocidad crítica para la formación de gota, se observa el alargamiento de los hilos. La ruptura es muy rápida, sin embargo se lograron tomar algunas imágenes que muestran el proceso de alargamiento de un hilo, como se puede ver en las Figuras 32f y 32g.

Siguiendo el comportamiento del hilo, en la Figura 32g se observa cómo llega a un límite de alargamiento, y finalmente se rompe, Figura 32h.

AGITADOR 2

En las imágenes de la Figura 33 se muestra la generación de hilos y posterior ruptura, formando gotas de un líquido inmerso en el otro, agua en aceite (w/o). Al igual que para el agitador 1, las primeras dos imágenes muestran el comportamiento de los fluidos durante el inicio del proceso de emulsificación, se muestra la adherencia del líquido de la fase acuosa a la parte inferior del disco en la Figura 33a y como el agua comienza a superar la altura del agitador en la Figura 33b.





(c)

(d)











(h)



(i)

(j)



Figura 33.Comportamiento de la fase acuosa cuando el agitador del sistema experimental gira a una velocidad ascendente.

En la Figura 33c se muestra el experimento llegando a una velocidad angular de 89 rpm, mientras que la imagen de la Figura 33d fue tomada 5 segundos después a la misma velocidad, confirmando la generación de hilos sin que estos lleguen a romperse a dicha velocidad.

Las Figuras 33e, 33f, 33g y 33h muestran la evolución de la interface a 92 rpm, 94 rpm, 95 rpm y 97 rpm, respectivamente. En ellas se observa como aumenta el número de hilos cuando aumenta la velocidad, sin que lleguen a romperse.

Mientras la velocidad y número de hilos aumentan, el alargamiento de éstos es mayor y cada vez más delgados, como lo muestra la diferencia entre la Figura 33h y 33i, en las cuales el agitador tiene una velocidad de 98 rpm y 99 rpm, respectivamente. No hay que dejar de notar que los hilos se adelgazan, pero no llegan a la ruptura.

Continúa generándose hilos cada vez más delgados como se observa en la Figura 33k, que mantiene una velocidad de 100rpm. Una vez que la velocidad de giro del agitador llega a 101 rpm, los hilos rompen en gotas, como se muestra en la Figura 33l.

Agitador 3

Las imágenes de la Figura 34 muestran el proceso de emulsificación para el agitador 3, ubicado dentro de la fase acuosa y sin tocar la interface, y al igual que para los casos anteriores, las primeras dos imágenes muestran el comportamiento inicial de los fluidos, se muestra la adherencia del liquido de la fase oleica a la cara superior del disco, Figura 34 a. En la Figura 34b, la fase oleica tiene un alargamiento en la parte baja, pero solo dura poco tiempo.



(b)





(d)





(f)



(g)

(h)



El alargamiento de la fase oleica no permanece, ésta se muestra cada que hay un cambio de velocidad en el agitador. Sin embargo, cada vez que se muestra lo hace con mayor delgadez y menor opacidad, como lo muestran la Figura 34c con una velocidad de 60 rpm y la Figura 34d con 70 rpm.

Una vez que llega a 70 rpm los hilos son menos opacos, como se muestra en la Figura 34e con 75 rpm; la Figura 34f muestra el experimento a 86 rpm y puede observarse la ruptura del hilo. Sin embargo, para este caso la generación del hilo continua siendo de forma intermitente, como puede observarse en la Figura 34g,
donde se tiene una velocidad de giro de 86 rpm, pero no está presente el hilo. La Figura 34h muestra la formación del hilo. Para las tres últimas imágenes, el agitador gira a la velocidad de 86 rpm y el hilo no se hace presente de forma continua. En la formación de hilos se tiene la posibilidad de que los hilos formados se rompan o se unan nuevamente con el resto de líquido. Después de observar las Figuras anteriores, se puede observar de forma cualitativa que el mecanismo de formación de emulsiones se relaciona directamente con la formación de hilos y su estabilidad; la inestabilidad genera la ruptura de los hilos.

6.4.2 CAMPOS DE VELOCIDAD

Con las imágenes obtenidas se generan campos de velocidad para los tres agitadores. Los campos vectoriales se tomaron de un plano vertical y en el centro del tanque.

Para cada imagen de las Figuras 35, 36 y 37 se colocó una línea punteada horizontal, que representa la interface cuando el sistema se encuentra en reposo.

Agitador 1

El mapa nos indica que todo el sistema es influenciado por el movimiento del agitador; sin embargo, se tienen zonas con mayor influencia, como lo son las zonas cercanas al disco, pues tienen una magnitud de velocidad mayor (próximas a 2.4 m/s).

Las zonas con una magnitud de velocidad mayor se muestran en la parte superior del agitador, el líquido acuoso ya está situado por encima del disco, donde la magnitud de velocidad continúa incrementándose.

Durante el proceso, en el cual se incrementa la velocidad del disco, la magnitud de velocidad continua siendo mayor por encima del agitador y si se continúa aumentando la velocidad del disco, se forman zonas en la parte central del agitador, donde la magnitud de velocidades es mayor, como se puede ver en las imágenes de la Figura 35, donde a cada imagen le corresponde una velocidad de giro diferente, 35a y 35b tienen una velocidad de 100 rpm, 35c, 35d 35e y 35f tienen velocidades de 101,102,103 y 104 rpm, respectivamente.

Una vez que la velocidad se acerca a la cual se tiene la ruptura de la interface, el esfuerzo cortante comienza a ser importante siendo capaz de separar el fluido del

cuerpo principal y dividirlo en gotas, la Figura 35f muestra como incluso la velocidad máxima no está solo por encima del agitado, sino que además es máxima en la periferia del mismo.







Figura 35 Campo de velocidad en m/s del fluido cuando el agitador del sistema experimental gira a velocidades próximas a la generación de hilos y su rompimiento en gotas.

Agitador 2

Al igual que en el caso del agitador 1, para este caso, también se observa movimiento en todo el sistema con velocidades relativamente bajas, como se muestra en todas las imágenes. Conforme aumenta la velocidad de giro, el agua comienza a adherirse a la cara inferior del disco, hasta que el agua finalmente comienza a cubrir la parte superior; la magnitud de la velocidad es mayor en la zona centro del agitador, como se ve en las imágenes de la Figura 36.

Mientras la velocidad de giro aumenta, la zona de magnitud de velocidad mayor continua situada por encima del agitador. Debido a lo anterior, el esfuerzo cortante comienza a ser importante siendo capaz de separar el fluido del cuerpo principal y dividirlo en gotas como se muestra en la imagen 36e.

En las imágenes de la Figura 36 le corresponde una velocidad de giro diferente, 36a y 36b tienen una velocidad de 98rpm, mientras que 36c, 36d, y 36e tienen velocidades de 99,100 y 101 rpm, respectivamente.







Figura 36. Campos de velocidad del fluido cuando el agitador del sistema experimental gira a velocidades diferentes.

Agitador 3

Para este tercer caso, la magnitud de velocidad se reduce significativamente de 2 a 0.26 m/s, se tienen zonas de alta velocidad en la zona cercana al eje del agitador y en ambos fluidos, sobre todo en la parte inferior del disco que corresponde a la fase acuosa como se puede ver en todas las imágenes de la Figura 37. Al igual que las Figuras anteriores, a las imágenes de la Figura 37 le corresponde una velocidad de giro diferente, 37a, 37b, 37c y 37d con velocidades de 80, 84, 85y 86 rpm.







Figura 37. Campos de la velocidad (en m/s) del fluido cuando el agitador del sistema experimental gira a velocidades diferentes, y próximas a la formación de los hilos y su rompimiento en gotas

Los campos de vorticidad pueden estar asociados a la intensidad de giro de las estructuras presentes en el flujo, es decir, pueden indicarnos la presencia de vórtices o zonas de recirculación (Figura 38), para las tres posiciones del agitador y las tres velocidades donde se tiene la formación de hilos. El movimiento es en ambos fluidos, pero presenta mayor intensidad alrededor del disco.



Posición 2



Posición 3



Figura 38. Campos de vorticidad instantánea para las tres posiciones del agitador a velocidades de 103, 100 y 85 rpm, donde se tiene formación de hilos.

Cuando el motor induce par de giro (ver Figura 39), el agitador genera movimiento al fluido en el que está inmerso. El movimiento se transfiere de un fluido a otro por esfuerzos cortantes, causando el levantamiento y deformación de la interface. La agitación de los fluidos desarrolla flujo radial y axial, se desplaza a los fluidos de forma radial, y después el fluido es llevado hacia el centro del contenedor.



Figura 39. Se muestra el sentido de giro del agitador.

El desplazamiento de fluido genera una zona de succión en la parte inferior del disco, obteniendo el desplazamiento de la interface hacia el agitador. Con el aumento de velocidad, la interface se adhiere a la parte inferior del disco casi en su totalidad. Debido al movimiento del flujo se tienen cambios en el centro del tanque y en la parte superior y periferia del disco (agitador), como se puede ver en la Figura 40.

La presión disminuye en las zonas donde la interface sube de nivel, el agitador produce un arrastre de la interface hacia el mismo y aumenta el nivel. Cuando el fluido baja de nivel es debido al empuje ejercido por el fluido que se encuentra en la parte superior y el empuje ejercido por la cara inferior del agitador, en las tres posiciones del agitador. Para los agitadores en posición P1 y P2, la generación de hilos y ruptura de gotas sucede en la zona alta de agitador (Figura 40a y 40b, respectivamente) como se ve en la Figura 40. Mientras que en el caso de la posición P3 (Figura 40c), es diferente, la generación de hilos y ruptura de los mismos, se produce en la zona inferior del disco.



Figura 40. Proceso de formación de hilos para cada posición del agitador. a) P1, b) P2, y c) P3.

CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES PARA TRABAJOS FUTUROS

Con la técnica de PIV es posible obtener el valor de la velocidad instantánea en un campo de flujo utilizando imágenes de las partículas trazadoras que siguen el movimiento de un fluido.

Los experimentos realizados se enfocaron en identificar las etapas que definen la formación de emulsiones, utilizando únicamente los dos elementos principales de ella, que en este caso son agua y aceite, y no se hizo uso de ninguna sustancia que facilitara la formación de las emulsiones. Se visualizo la evolución de la interface, la formación de hilo y posterior ruptura durante el proceso, documentándose en video de alta velocidad y serie fotográfica. Se tomaron los rangos de velocidad y vorticidad.

Para la formación de gotas de agua en aceite (w/o), el experimento consistió en mantener el agitador sumergido en la fase oleica. Por el contrario, para la formación de gotas de aceite en agua (o/w), el experimento consistió en mantener el agitador sumergido en la fase acuosa.

Para que comience el proceso para la obtención de emulsión agua en aceite (w/o), la fase dispersa debe envolver la parte superior del agitador y la interface se deforme hasta formar filamentos de la fase dispersa, los filamentos serán de características diferentes (largos, cortos, planos, gruesos, delgados) y se les llamo "hilos". La continua fragmentación de los hilos genera las gotas; las gotas son la fase dispersa de la emulsión. La fragmentación se debe a los esfuerzos cortantes que adelgazan el hilo para después fragmentarlo en las gotas.

Para las primeras dos posiciones del agitador, el incremento de velocidad se tiene en la periferia y parte superior del disco (agitador) que es donde se empiezan a formar la formación y ruptura de los hilos.

En la tercera posición se tiene una velocidad creciente en la zona cercana al eje del agitador, con mayor presencia en la fase oleica. La velocidad es máxima únicamente cuando hay ruptura de hilo en la fase acuosa. Al obtener los campos de vorticidad vectorial se verifica el movimiento de los dos fluidos generado por el movimiento del agitador y se observaron zonas de recirculación (ya reportadas en literatura), indicando la generación de una zona de baja presión bajo el disco del agitador.

Mientras más abajo se encuentre el agitador, se requiere de menor velocidad angular en el disco para alcanzar la formación de hilos.

Para un trabajo futuro se sugiere variar alturas de los fluidos, diámetro del agitador, tipos de fluidos, estudiar las ondas en la interface generadas por el movimiento del agitador y una cuarta posición del agitador, donde la mitad del disco se encuentre en el agua y la otra mitad, en el aceite.

También se sugiere trabajar en un arreglo con el laser, quizá una hoja de luz laser en cada lado del contenedor cilíndrico, para evitar zonas no iluminadas debido a la sombra generada por el agitador y obtener campos vectoriales de todo el sistema. Además, se puede hacer uso de surfactantes para estudiar su efecto en el proceso.

Referencias

1. Lagarza, C.(2009). Análisis numérico de flujo bifásico en un canal abierto. Universidad Nacional Autónoma de México.

2. Hernández, F. (2007). Emulsificación de un líquido viscoso en agua. Universidad Nacional Autónoma de México.

3. Aranberri, I., Binks, B. P., Clint, J. H., & Fletcher, P. D. I. (2006). Elaboración y caracterización de emulsiones estabilizadas por polímeros y agentes tensioactivos. *Revista Iberoamericana de Polímeros*, 7(3), 211-231.

4. Villar Marcano, F., Millán Trujillo, F., & Di Scipio Cimetta, S. (2007). Uso de la metodología de superficie de respuesta en el estudio del protocolo de mezcla para obtención de emulsiones concentradas O/W. *Interciencia*, *32*(6), 404-409.

5. Contreras-Reyes et. al, B. (2012). Emulsiones simples y múltiples de compuestos bioactivos.. *Temas selectos de ingeniería de alimentos.*, (6-1), 66-72.

6. http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/surten.html#c1

7. Sutheim, G. M. (1946). Emulsion Technology. *Chemical Publishing Co*, 285-286.

8. Palacios, A. (2016). Análisis numérico y experimental de la agitación de fluidos in-miscibles. Universidad Nacional Autónoma de México.

9. Laurencio-Alfonso, H., & Delgado-Drubey, Y. (2008). Influencia de la temperatura en las propiedades reológicas de la emulsión de petróleo pesado. *Minería y Geología*, 24(2), 12.

10. Castillo, V. (2013). Diseño y cálculo de un agitador de fluidos. *Universidad del Bío-Bío*.

11. LIZARDI-RAMOS, A., LÓPEZ-CALLEJAS, R., TERRES-PEÑA, H., & VACAMIER, M. (2018). Efecto del cambio del ángulo de los álabes de los impulsores en el flujo interior en depósitos cilíndricos Effect of interior flow in cylindrical vessels due to change in pitch blade impellers. *Revista de Ingeniería*, 2(6), 13-22.

12. https://www.slideshare.net/davifogaca/aula-4-agitao-e-mistura

13. Paul, E. L., Atiemo-Obeng, V. A., & Kresta, S. M. (Eds.). (2004). *Handbook of industrial mixing: science and practice*. John Wiley & Sons.

14. Martínez Gonzáles, A. (2014). *Estudio y caracterización de un sistema de velocimetría óptica para hacer mediciones de temperatura y velocidad* (Doctoral dissertation, Tesis Doctoral en Ciencias (óptica), Centro de investigaciones en óptica, León Guanajuato, México).

15. López Zubieta, B. A. (2008). MEDICIÓN DE VELOCIDADES DE FLUIDOS POR EFECTO DOPPLER. *Revista Boliviana de Física*, *14*(14), 65-72.

16. https://elblogpseudoplastico.wordpress.com/2019/03/27/piv/

17. https://www.timetoast.com/timelines/historia-de-los-coloides-65ecd989-41be-4a7d-9a65-1081b0b2e0b2

18. Pérez, A. (2016). Desarrollo de un sistema PIV(velocímetro por imagen de partículas) didáctico. Universidad Politécnica de Valéncia.

19. Sánchez, M. C., Berjano Núñez, M., Guerrero Conejo, A. F., & Gallegos Montes, C. (2001). Evolución de la cinética de emulsificación y de las propiedades reológicas de emulsiones aceite vegetal en agua preparadas con dos tipos de agitadores. *Grasas y Aceites, 52 (3-4), 222-228.*

20. Villar Marcano, F., Millán Trujillo, F., & Di Scipio Cimetta, S. (2007). Uso de la metodología de superficie de respuesta en el estudio del protocolo de mezcla para obtención de emulsiones concentradas O/W. *Interciencia*, *32*(6), 404-409.

21. Bulnes-Abundis, D., Carrillo-Cocom, L. M., Aráiz-Hernández, D., García-Ulloa, A., Granados-Pastor, M., Sánchez-Arreola, P. B., ... & Alvarez, M. M. (2013). A simple eccentric stirred tank mini-bioreactor: Mixing characterization and mammalian cell culture experiments. *Biotechnology and bioengineering*, *110*(4), 1106-1118.

22. Bulnes-Abundis, D., & Alvarez, M. M. (2013). The simplest stirred tank for laminar mixing: Mixing in a vessel agitated by an off-centered angled disc. *AIChE Journal*, *59*(8), 3092-3108.

23. Mancilla, E., Palacios-Muñoz, A., Salinas-Vázquez, M., Vicente, W., & Ascanio, G. (2019). A Level Set method for capturing interface deformation in immiscible stratified fluids. *International Journal of Heat and Fluid Flow*, *76*, 170-186.

24. https://www.alquera.com/rodamina/473-rodamina-b-en-polvo-250g.

25 . De Ciencias Exactas, A. (1976). *Revista de la Academia de ciencias exactas, físico-químicas y naturales de Zaragoza*. The Academy.

26. López, M. (2006). Un nuevo algoritmo en la técnica de velocimetría por imágenes de partículas. Instituto Politécnico Nacional.

27. Ismael, C. (2010). Medición de velocidad de fluidos en 3D. Centro de Investigaciones en Optica, A.C.

28. https://home.cscamm.umd.edu/programs/trb10/presentations/PIV.pdf