



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA
DE MEXICO**

FACULTAD DE ESTUDIOS
SUPERIORES

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
CUAUTITLAN

Departamento de
Exámenes Profesionales

**ANALISIS DE VELOCIMETRIA DE IMAGEN DE PARTICULAS
MILIMETRICAS SUSPENDIDAS EN UN REOMETRO DE PALETA
EN UN RECIPIENTE CON DEFLECTORES**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERA EN ALIMENTOS

P R E S E N T A :

MARIANA RAMIREZ GILLY

ASESORES:

DRA. LAURA PATRICIA MARTINEZ PADILLA

DR. OCTAVIO MANERO BRITO



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.



ESTADOS UNIDOS MEXICANOS
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA

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

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

C. N. A. A.
FACULTAD DE ESTUDIOS
SUPERIORES CUAUTITLAN



Departamento de
Exámenes Profesionales

DR. JUAN ANTONIO MONTARAZ CRESPO
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN
P R E S E N T E

ATN: Q. Ma. del Carmen García Mijares
Jefe del Departamento de Exámenes
Profesionales de la FES Cuautitlán

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

Análisis de velocimetría de imagen de partículas milimétricas suspendidas
en un reómetro de paleta en un recipiente con deflectores.

que presenta la pasante: Mariana Ramírez Gilly
con número de cuenta: 09754860-5 para obtener el título de :
Ingeniera en Alimentos

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

ATENTAMENTE
"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 17 de octubre de 2003.

| | | |
|------------------|---|-------------------------------|
| PRESIDENTE | <u>IBQ. Rosa Manuela Arriaga Orihuela</u> | |
| VOCAL | <u>IBQ. José Jaime Flores Minutti</u> | |
| SECRETARIO | <u>Dra. Laura Patricia Martínez Padilla</u> | |
| PRIMER SUPLENTE | <u>MC. Guadalupe Sosa Herrera</u> | |
| SEGUNDO SUPLENTE | <u>MC. Virginia Agustina Delgado Reyes</u> | <u>Virginia Delgado Reyes</u> |

Dedico esta tesis a todos los egresados de nuestra *alma mater*,
la Universidad Nacional Autónoma de México,
para que con nuestro trabajo y esfuerzo diarios mostremos ser
hombres y mujeres de bien,
comprometidos con México.

Nunca olvidemos que somos de sangre azul y piel dorada.

A la memoria de mi abuelo, José Gilly.

AGRADECIMIENTOS

A la Dra. Laura Patricia Martínez Padilla por su guía, ayuda, confianza y tiempo dedicados para la realización de esta tesis.

Al Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM por las facilidades brindadas para llevar a cabo la parte experimental de esta tesis, en especial al Dr. Octavio Manero Brito y al Dr. Roberto Zenit.

A mis padres, Julieta y Francisco, y hermanos, Alonso y Diego, por su ejemplo y sobretodo, por su apoyo en todas mis decisiones.

A Gerardo, en primera porque sí y en segunda porque quiero.

A mis amigos de la carrera, Pilar y Júpiter, por compartir estos años.

A toda la familia Gilly por su ayuda en momentos difíciles.

A mis amigos, Memo, Celia, Miguel, Gabriela, Heidi y César por soportarme todo este tiempo.

A la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, maestros y compañeros de la 21ª generación de la carrera de Ingeniería en Alimentos, porque en ningún momento me defraudaron.

CONTENIDO

| | |
|--|------|
| ÍNDICE DE FIGURAS | iv |
| ÍNDICE DE CUADROS | vii |
| RESUMEN | viii |
| INTRODUCCIÓN | 1 |
| OBJETIVOS | 4 |
| | |
| 1. REOLOGÍA DE SUSPENSIONES | |
| 1.1 Definición de suspensión | 5 |
| 1.2 Viscosidad de suspensiones | 5 |
| 1.3 Fuerzas en partículas suspendidas | 6 |
| 1.4 Mediciones reológicas | 7 |
| 1.4.1 Instrumentación en la reología de suspensiones | 9 |
| | |
| 2. TÉCNICAS COMPLEMENTARIAS A LA REOLOGÍA | |
| 2.1 Antecedentes | 16 |
| 2.2 Reología óptica | 16 |
| 2.2.1 Birrefringencia de flujo | 17 |
| 2.3 Velocimetría de imagen de partícula | 18 |
| 2.3.1 Principios básicos de velocimetría de imagen de partícula | 19 |
| 2.3.2 Procesamiento de imágenes en vectores | 21 |
| 2.3.3 Teoría general de correlación y transformadas rápidas de Fourier | 22 |
| 2.3.4 Sembrado de partículas | 34 |
| 2.3.5 Análisis de datos | 36 |

| | |
|--|----|
| 3. MATERIALES Y MÉTODOS | |
| 3.1 Características de los materiales | 39 |
| 3.2 Propiedades físicas de los materiales | 40 |
| 3.3 Validación de la geometría de paleta | 41 |
| 3.4 Caracterización reológica de los fluidos | 43 |
| 3.5 Caracterización reológica de los modelos de suspensión | 43 |
| 3.5.1 Características del sistema empleado | 43 |
| 3.5.2 Modelos partículas-agua y partículas-aceite | 44 |
| 3.5.3 Modelos partículas-glicerina y partículas-bebida | 45 |
| 3.6 Velocimetría de imagen de partícula | 46 |
| 3.6.1 Videograbación de la experimentación | 46 |
| 3.6.2 Pretratamiento de imágenes | 46 |
| 3.6.3 Correlación cruzada de imágenes | 47 |
| 3.6.4 Validación del método | 48 |
| 3.6.5 Filtrado de mapas de velocidad | 49 |
| 3.6.6 Estadísticas vectoriales | 50 |
| 3.6.7 Frente de avance de partículas | 50 |
| 3.6.8 Patrones de flujo | 51 |
| 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN | |
| 4.1 Propiedades físicas de los materiales | 52 |
| 4.2 Validación de la geometría de paleta | 53 |
| 4.3 Caracterización reológica de los fluidos | 56 |
| 4.3.1 Aceite multigrado y glicerina | 56 |
| 4.3.2 Bebida comercial | 58 |
| 4.4 Comportamiento de flujo de los modelos de suspensión | 63 |
| 4.4.1 Modelos partículas-agua y partículas-aceite | 63 |
| 4.4.2 Modelo partículas-glicerina | 65 |
| 4.4.3 Modelo partículas-bebida | 71 |
| 4.5 Velocimetría de imagen de partículas | 74 |

| | |
|--|----|
| 4.5.1 Frente de avance de partículas para el modelo partículas-agua | 74 |
| 4.5.2 Patrones de flujo | 75 |
| CONCLUSIONES | 90 |
| REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 92 |

ÍNDICE DE FIGURAS

- 1.1 Geometría de cilindros concéntricos (Rao, 1999).
- 1.1 Geometría de doble cilindro concéntrico (Rao, 1999).
- 1.1 Geometría de cono y plato (Rao, 1999).
- 1.1 Geometría de paleta (Barnes y Nguyen, 2001).
- 2.1 Esquema de un arreglo básico de PIV (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).
- 2.2 Áreas de interrogación (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).
- 2.3 Sistema de coordenadas y plano imagen-objeto (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).
- 2.4 Función de desplazamiento de imagen (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).
- 2.4 Secuencia de cálculo del procesamiento numérico del PIV (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).
- 2.4 Representación de la ventana "Top-hat" (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).
- 3.1 Vista superior y corte del recipiente y geometría de paleta empleados.
- 3.2 Cuadro de imagen enmascarada.
- 3.3 Mapa de vectores de velocidad en bruto.
- 3.4 Mapa de vectores de velocidad validado.
- 4.1 Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para la glicerina.
- 4.2 Caracterización reológica de la glicerina en cilindros concéntricos y paleta.
- 4.3 Número de la potencia en función del número de Reynolds para la glicerina con la geometría de paleta.
- 4.4 Curvas de flujo para el aceite multigrado y la glicerina.
- 4.5 Módulos elástico (G') y viscoso (G'') en función de la amplitud del esfuerzo de corte oscilatorio para la bebida comercial.
- 4.6 Módulos elástico (G') y viscoso (G'') en función de la frecuencia angular a esfuerzo de corte oscilatorio constante para la bebida comercial.

- 4.7 Curvas de flujo en condiciones de corte estacionario para la bebida comercial.
- 4.8 Velocidad rotacional de paleta a torque constante para los modelos partículas-agua y partículas-aceite.
- 4.9 Relación G''/G' en función del tiempo a torque constante para los modelos partículas-agua y partículas-aceite.
- 4.10 Velocidad rotacional de paleta en función del tiempo a torque constante para los modelos partículas-agua y partículas-aceite.
- 4.11 Velocidad rotacional de paleta en función del tiempo para los modelos partículas-glicerina y partículas-bebida.
- 4.12 Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para el modelo partículas-glicerina en los intervalos: a) 0.02 - 10 rad/s, b) 0.02 - 20 rad/s y c) 0.02 - 30 rad/s.
- 4.13 Torque en función de la velocidad rotacional de paleta en el estado estacionario para el modelo partículas-glicerina.
- 4.14 Curvas de flujo para la glicerina y el modelo partículas-glicerina.
- 4.15 Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para el modelo partículas-bebida en los intervalos: a) 0.02 - 10 rad/s, b) 0.02 - 20 rad/s y c) 0.02 - 30 rad/s.
- 4.16 Curvas de flujo estacionario para el modelo partículas-bebida.
- 4.17 Frente de avance de partículas en función del tiempo para los torques aplicados en el modelo partículas-agua.
- 4.18 Patrones de flujo para el modelo partículas-agua a un torque de $1.106 \times 10^{-3} \text{ Nm}$.
- 4.19 Patrones de flujo para el modelo partículas-agua a un torque de $4.423 \times 10^{-3} \text{ Nm}$.
- 4.20 Patrones de flujo para el modelo partículas-aceite a un torque de $1.106 \times 10^{-3} \text{ Nm}$.
- 4.21 Patrones de flujo para el modelo partículas-aceite a un torque de $4.423 \times 10^{-3} \text{ Nm}$.

- 4.22 Patrones de flujo para el modelo partículas-glicerina al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 10 rad/s.
- 4.23 Patrones de flujo para el modelo partículas-glicerina al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 20 rad/s.
- 4.24 Patrones de flujo para el modelo partículas-glicerina al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 30 rad/s.
- 4.25 Patrones de flujo para el modelo partículas-bebida al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 10 rad/s.
- 4.26 Patrones de flujo para el modelo partículas-bebida al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 20 rad/s.
- 4.27 Patrones de flujo para el modelo partículas-bebida al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 30 rad/s.

ÍNDICE DE CUADROS

- 1.1 Variables en el cálculo de viscosidad de suspensiones (Advani, 1994).
- 2.1 Materiales típicos empleados como siembra en flujos de agua (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).
- 3.1 Características de los materiales estudiados.
- 3.2 Características de los modelos de suspensión estudiados.
- 4.1 Propiedades físicas de las partículas milimétricas seleccionadas.
- 4.2 Densidad relativa de las fases continuas.
- 4.3 Relación de densidades entre fases continuas y partículas.
- 4.4 Valores para las constantes de esfuerzo de corte y velocidad de corte.

RESUMEN

El presente trabajo tuvo como finalidad establecer los patrones de flujo de suspensiones de partículas milimétricas en un reómetro con la geometría de paleta, contenidas en un recipiente con deflectores para disminuir el efecto de deslizamiento de pared. Se seleccionaron 3 tipos de partículas milimétricas: semiesféricas de resina de ionómero, semiesféricas de gelatina y esféricas de acetato. Se utilizaron 4 diferentes fluidos como fase continua: dos newtonianos de baja viscosidad (agua, 0.001 Pa s y aceite multigrado, 0.199 Pa s), uno newtoniano de alta viscosidad (glicerina, 0.75 Pa s) y uno viscoelástico de baja viscosidad (bebida comercial). Se estudiaron 4 modelos de suspensión: 1) partículas semiesféricas de resina en agua, 2) partículas semiesféricas de resina en aceite multigrado, 3) partículas esféricas de acetato en glicerina y 4) partículas semiesféricas de gelatina en la bebida comercial. Las propiedades de flujo del aceite y la glicerina fueron estimadas con la geometría de cilindros concéntricos, las de la bebida comercial con la de doble cilindro concéntrico, mientras que las de los modelos de suspensión se estudiaron con la geometría de paleta con 4 aspas.

Se analizaron los patrones de flujo haciendo uso de la técnica de velocimetría de imagen de partícula (Particle Image Velocimetry, PIV) a partir de las imágenes digitales provenientes de la videograbación con cámara doméstica de la caracterización de los modelos de suspensión con la geometría de paleta. Asimismo, se estudió la velocimetría de las partículas para determinar el frente de avance de éstas con respecto al tiempo en el modelo partículas-agua. También, se analizaron los patrones de flujo en todos los modelos de suspensión.

Los fluidos seleccionados presentaron comportamiento newtoniano a excepción de la bebida comercial que tuvo comportamiento viscoelástico a bajos esfuerzos de corte oscilatorio y fluidificante en corte estacionario. Las fases

continuas en las cuales las partículas se suspendieron uniformemente fueron la glicerina, gracias a su alta viscosidad y similitud en la densidad de partícula, y la bebida comercial, que además contiene un estabilizante que podría ser un polisacárido, el cual forma una red tridimensional que soporta a las partículas. En todos los casos, los modelos de suspensión exhibieron el mismo comportamiento al flujo que su fase continua.

El único modelo de suspensión estudiado con el cual la paleta se comportó como un cilindro rígido rotatorio fue el de partículas-glicerina. Los patrones de flujo confirmaron un flujo laminar al observarse líneas paralelas a la rotación de la paleta. En los fluidos newtonianos de baja viscosidad se detectaron patrones de flujo desordenados y la presencia de vórtices desde el inicio de la prueba hasta la completa incorporación de las partículas, característicos del flujo turbulento. La incorporación completa de las partículas en el modelo partículas-agua, en el cual éstas se encontraban flotando, se logró a pocos segundos de rotación de la paleta (0.7 s a 1.106×10^{-3} Nm y 1 s a 4.423×10^{-3} Nm). En el modelo partículas-bebida, a pesar de que las partículas se encontraban completamente suspendidas, los patrones de flujo observados confirmaron también el flujo turbulento. Lo anterior fue justificado por la baja viscosidad (2.9 mPa s) que posee el fluido viscoelástico a relativamente bajas velocidades de corte (250 – 450 1/s).

INTRODUCCIÓN

La mayor motivación de la investigación reológica ha sido la aplicación de las medidas de reología en la caracterización de materiales y la solución de problemas de procesamiento.

Las aplicaciones reológicas se pueden dividir en 3 categorías: caracterización, procesamiento y diseño. La reología puede ser una herramienta poderosa en la identificación de algunas características estructurales. Los dos grupos de materiales más importantes desde el punto de vista de la reología son las suspensiones y los polímeros; por lo que el flujo de suspensiones concentradas es un campo industrial importante que se ha convertido en un área activa para la investigación reológica (Macosko, 1994).

Las suspensiones concentradas se procesan en una gran cantidad de industrias como la química, la de materiales en polvo, la farmacéutica y la alimentaria. Es importante entender la estructura de las suspensiones concentradas para predecir las propiedades termodinámicas, la conductividad eléctrica y la reología de este tipo de materiales durante su procesamiento.

Aún cuando existe una gran cantidad de literatura acerca de las propiedades reológicas de suspensiones de partículas, la mayoría sólo se enfoca en la función material viscosidad. Esto se debe a que la viscosidad medida puede reflejar diversos tipos de comportamiento dependiendo de la interacción de las variables involucradas en el problema (Advani, 1994).

La geometría de paleta ha sido ampliamente utilizada en la ingeniería para evaluar cuantitativamente la compactación o solidez de suelos. Actualmente, esta tecnología ha sido adoptada gracias a su rápida detección del esfuerzo de fluencia, definido como el mínimo esfuerzo de corte necesario para inducir el flujo. En los alimentos, este esfuerzo de fluencia se debe a una

estructura inherente del material. Para el Ingeniero en Alimentos, el esfuerzo de fluencia es un parámetro de importancia en el análisis textural, el diseño de proceso, el control de calidad y en el desarrollo de productos en sistemas de alimentos.

Para determinar el esfuerzo de fluencia del material, se manipulan matemáticamente las características de la geometría del sistema y el torque, requeridos para el flujo de la muestra. La geometría de paleta tiene grandes ventajas sobre las técnicas reológicas tradicionales: la eliminación del fenómeno de deslizamiento de pared, mínimo daño a la estructura de la muestra al ser cargada, fácil preparación de la misma y rapidez de análisis. La geometría de paleta es un accesorio reológico que se introduce en una muestra y se hace rotar, produciendo un flujo cortante. Ha sido utilizada para determinar los esfuerzos de fluencia de salsa de tomate, pudín, mayonesa, mostaza y espumas.

Debido al éxito que la geometría de paleta ha tenido, han surgido nuevas tecnologías y aplicaciones. Ha sido empleada recientemente en alimentos semisólidos, arrojando información acerca de la untabilidad en quesos crema y de la dureza en helados. La velocidad de rotación de la paleta durante el flujo refleja el grado de deformación o esfuerzo necesario para que fluya. Si se relaciona esta información con la respuesta al esfuerzo, el Ingeniero en Alimentos puede proyectar los efectos de la composición y el procesamiento en la textura del material.

Por otra parte, se han aplicado técnicas de reología de mezclado para aproximar la velocidad de corte en función de la rotación de paleta, permitiendo la determinación del punto de fluencia y de las propiedades de corte laminar de ciertos materiales. Actualmente en los E.U.A., la tecnología de paleta se está proponiendo como método estándar para la determinación del punto de fluencia en alimentos (Daubert, 2000).

El mezclado de fluidos viscosos es una operación muy empleada en la industria química de procesamiento y, de cierta manera, está relacionada con la geometría de paleta utilizada para la caracterización reológica de fluidos no-newtonianos. Esto se debe a que en el mezclado también se utiliza un impulsor, montado en una flecha rotatoria, que se sumerge en un recipiente conteniendo el fluido a homogeneizar. Se puede emplear un gran número de impulsores en el mezclado, como el de paletas o de hélices; su selección depende de las condiciones de operación tales como la velocidad de agitación o el comportamiento reológico del fluido (Tanguy *et al.*, 1992).

El presente trabajo tiene como finalidad establecer los patrones de flujo de diferentes modelos de suspensión de partículas milimétricas valiéndose de la velocimetría de imagen de partícula (Particle Image Velocimetry, PIV), técnica complementaria a la reología. Asimismo, caracterizar el flujo de dichos modelos mediante el uso de la geometría de paleta, accesorio reológico alternativo. Además de analizar la influencia de las partículas y de las fases continuas en el comportamiento reológico de los modelos de suspensión en estudio.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL:

Estudiar los patrones de flujo de suspensiones de partículas milimétricas en un reómetro con la geometría de paleta con 4 aspas, contenidas en un recipiente con deflectores, haciendo uso de la técnica de velocimetría de imagen de partícula (PIV) para verificar que se puede emplear esta geometría para la caracterización reológica de dicho tipo de suspensiones.

OBJETIVOS PARTICULARES:

1. Establecer el patrón de flujo de suspensiones de partículas milimétricas en dos medios newtonianos de baja viscosidad, en un medio newtoniano de alta viscosidad y en un medio viscoelástico de baja viscosidad con la geometría de paleta, contenidas en un recipiente con deflectores, utilizando la técnica de PIV.
2. Por medio de la técnica de PIV, determinar el frente de avance de las partículas en una fase continua newtoniana de baja viscosidad.
3. Caracterizar el flujo de los modelos de suspensión estudiados utilizando la geometría de paleta.

1. REOLOGÍA DE SUSPENSIONES

1.1 DEFINICIÓN DE SUSPENSIÓN

Una suspensión consiste en partículas separadas distribuidas al azar en una fase continua fluida. Generalmente, se puede dividir a las suspensiones en 3 categorías: partículas sólidas en una fase continua líquida (a menudo la palabra suspensión se restringe a esta definición), gotas líquidas en una fase continua líquida (emulsión) y gas en un líquido (espuma). Todas estas categorías tienen una gran importancia práctica, desde los materiales biológicos como la leche y la sangre, hasta la pintura, tinta, cerámica y otras dispersiones industriales más (Macosko, 1994).

Las suspensiones también se pueden clasificar con base en el tamaño de partícula. El presente trabajo está enfocado al estudio de suspensiones groseras que corresponde a 10^{-4} m de diámetro de partícula (Toral, 1973).

1.2 VISCOSIDAD DE SUSPENSIONES

La adición de una esfera rígida a un líquido altera el flujo del fluido. Esta perturbación hidrodinámica, estudiada por Einstein, tiene una pequeña influencia en la viscosidad de las suspensiones. Sin embargo, si las esferas son pequeñas ($< 1 \mu\text{m}$), las fuerzas coloidales entre las partículas pueden ser enormes y, aún a bajas concentraciones, la viscosidad puede incrementarse más de un orden de magnitud. La adición de partículas no sólo altera la magnitud de la viscosidad, también puede introducir todas las desviaciones conocidas del comportamiento newtoniano (Macosko, 1994).

Para estimar la viscosidad de los diversos tipos de suspensiones es esencial considerar el tamaño de partícula y la fase continua, haciendo énfasis en distintas variables como se muestra en el Cuadro 1.1:

Cuadro 1.1. Variables en el cálculo de viscosidad de suspensiones (Advani, 1994).

| TIPO DE PARTÍCULA | FASE CONTINUA | VARIABLES |
|---|---|---|
| no coloidal | newtoniana no-newtoniana | forma distribución de tamaño concentración esfuerzo de corte |
| esferas rígidas coloidales monodispersas | newtoniana | radio concentración esfuerzo de corte temperatura |
| esferas coloidales | newtoniana dilatante (ley de la potencia) | distribución de tamaño concentración esfuerzo de corte cargas de superficie fuerzas dispersivas |

Las variables en el cálculo de viscosidad de suspensiones se definen en función del tipo de partícula y de la fase continua; de todas ellas, destacan el tamaño y la concentración de partícula.

1.3 FUERZAS EN PARTÍCULAS SUSPENDIDAS

Cuando una partícula se mueve a través de un fluido, varias fuerzas actúan sobre ella. Primero, se requiere una diferencia de densidades entre la partícula y el fluido. Debe haber una fuerza gravitatoria externa que imparta un movimiento a la partícula. Si las densidades del fluido y de la partícula son iguales, la fuerza de flotación sobre la partícula contrarrestará a la fuerza externa y la partícula no se moverá con respecto al fluido. Para el movimiento de una partícula rígida en un fluido existen 3 fuerzas que actúan sobre los cuerpos: la gravedad que actúa hacia abajo, la fuerza de flotación que actúa hacia arriba y la resistencia o fuerza de retardo que actúa en dirección opuesta al movimiento de la partícula (Geankoplis, 2003).

Las magnitudes relativas de las fuerzas que actúan sobre las partículas en una suspensión dependen del tamaño de partícula. Mientras que las fuerzas viscosas, que surgen debido a la aplicación de un esfuerzo de corte sobre el fluido en la interfase sólido-líquido, siempre están presentes en una suspensión deformante, las fuerzas coloidales y de movimiento Browniano sólo son relevantes cuando se trata de partículas submicrométricas. Pero, aún en una suspensión coloidal, estas últimas pueden ser completamente despreciables si las fuerzas viscosas dominan gracias a la presencia de un líquido viscoso altamente suspendente, o pueden ser parcialmente despreciables si se hace uso de estabilizadores estéricos o electrostáticos. Por esta razón es importante diferenciar entre estas dos situaciones. Para que las fuerzas viscosas predominen, las partículas suspendidas deben ser grandes o bien, la fase continua debe ser un líquido viscoso altamente suspendente.

En términos prácticos, el uso de partículas grandes requiere líquidos de alta viscosidad, de otro modo las partículas tienden a sedimentarse rápidamente bajo la influencia de la fuerza de gravedad. Algunos polímeros son intencionalmente adicionados a las suspensiones para retardar la sedimentación de partículas por largos periodos de tiempo. Los polímeros de cadena larga no sólo incrementan la viscosidad de la fase continua retardando la sedimentación, sino que pueden formar una red tridimensional que es capaz de atrapar físicamente a las partículas. Independientemente de que la fase líquida sea newtoniana o no, la adición de partículas incrementa la viscosidad debido a la modificación del flujo en presencia de sólidos (Advani, 1994).

1.4 MEDICIONES REOLÓGICAS

El problema central en la reología de suspensiones es relacionar el esfuerzo de corte promedio -medido instrumentalmente- sobre una frontera sólida y el estado instantáneo de una suspensión, o sea, relacionar la posición y la orientación de las partículas con las velocidades de los líquidos y los

gradientes de velocidad. Todos los instrumentos tradicionales estándar se pueden emplear para realizar mediciones reológicas en suspensiones con partículas, aunque la mayoría presenta ciertas desventajas.

A bajas velocidades de corte se utilizan viscosímetros o reómetros rotacionales, mientras que a altas velocidades se usan viscosímetros capilares. Entre los instrumentos rotacionales tradicionales, la geometría de cono y plato muchas veces es preferida gracias a la facilidad que ofrece para el análisis de datos. Sin embargo, en el caso de las suspensiones, es necesario asegurar que la dimensión característica de partícula sea pequeña en comparación con el espacio entre los elementos de medición. De otra forma, el deslizamiento de pared no se puede despreciar. La geometría de placas paralelas también es útil para realizar medidas mecánicas dinámicas; al emplear espacios amplios entre los elementos de medición, es posible obtener señales medibles de torque aún a muy bajas velocidades de corte.

Se han realizado algunos esfuerzos para caracterizar suspensiones groseras agrandando el radio y el espacio entre los elementos de medición de reómetros con geometrías tradicionales. Se observó un intervalo pequeño de velocidad de corte ($< 10 \text{ s}^{-1}$) al utilizar la geometría de cono y plato (Cross y Kaye, 1986) y la geometría de placas paralelas (Pordesimo *et al.*, 1994) o intervalos intermedios de velocidad de corte ($< 70 \text{ s}^{-1}$) con una geometría muy grande de cilindros coaxiales (Coussot y Piau, 1995).

Existen otros problemas específicos que surgen al realizar mediciones reológicas en suspensiones de partículas en viscosímetros rotacionales. Ya que la región cercana a la pared interna del accesorio fijo del reómetro debe estar libre de partículas, se tiene una capa de líquido de baja viscosidad en contacto con esta superficie, lo que resulta en un aparente deslizamiento de pared. Otro problema, especialmente en suspensiones muy concentradas, es que la muestra

no siempre se mantiene en contacto con los elementos de medición. A medida que la velocidad de rotación aumenta, la muestra usualmente se extruye hacia fuera de todos los viscosímetros rotacionales. La geometría de cilindros concéntricos tiende a perforar la muestra haciendo que las mediciones carezcan de significado; los viscosímetros capilares suelen atascarse (Advani, 1994).

Aún cuando las partículas sean grandes y esféricas, se presentan obstáculos para obtener resultados reproducibles independientes del tiempo en suspensiones concentradas al utilizar reómetros rotacionales tradicionales.

No obstante, todas estas dificultades ocurren sólo cuando la fase continua es de baja viscosidad y se acentúan en presencia de un esfuerzo de corte. La naturaleza de las partículas no es, en sí, tan importante. Por tanto, es preferible trabajar con dispersiones de polímeros. Cuando es necesario realizar mediciones de suspensiones en líquidos de baja viscosidad, se prefiere hacer uso de instrumentos reológicos alternativos (Advani, 1994).

1.4.1 INSTRUMENTACIÓN EN LA REOLOGÍA DE SUSPENSIONES

a) REÓMETROS CON GEOMETRÍAS TRADICIONALES

En este tipo de reómetros, la velocidad de corte se deriva de la velocidad rotacional de un cilindro o un cono. Si se requieren las propiedades de flujo del alimento para diseñar operaciones de proceso, es necesario utilizar velocidades de corte que contemplen el intervalo a abarcar durante su proceso, aunque éstas pueden ser muy altas.

- **CILINDROS CONCÉNTRICOS**

En esta geometría se coloca un cilindro concéntricamente (coaxialmente) dentro de otro que contiene al fluido muestra (Figura 1.1). Una desventaja de esta geometría es que al verter la muestra en un cilindro (recipiente) y al insertar

el otro (cilindro de medición), es posible destruir o alterar la estructura del fluido en estudio. También, se requiere un considerable esfuerzo para insertar el cilindro de medición en el otro cilindro cuando contiene un material altamente viscoso, como por ejemplo una masa. El cilindro de medición se gira y el arrastre del fluido es medido por un sensor de torque. En la geometría Couette, el cilindro-recipiente se hace rotar; su principal ventaja es que se pueden alcanzar velocidades de corte altas antes de alcanzar la turbulencia originada por los vórtices de Taylor. Al manipular la velocidad rotacional (velocidad de corte) y medir el esfuerzo de corte resultante, es posible obtener valores de viscosidad dentro de un amplio intervalo de condiciones de corte (Rao, 1999).

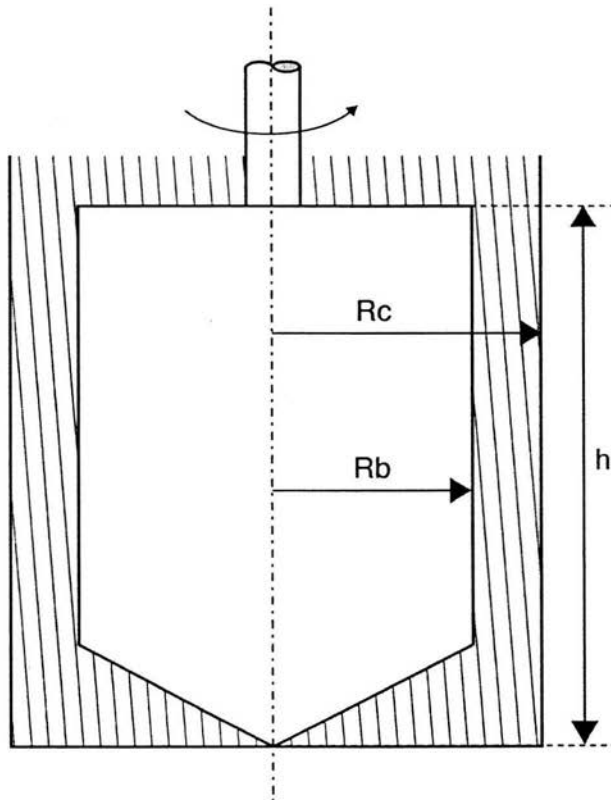


Figura 1.1. Geometría de cilindros concéntricos (Rao, 1999).

- DOBLE CILINDRO CONCÉNTRICO

Para fluidos de baja viscosidad, una forma de obtener el valor del esfuerzo es incrementando el área de corte (Figura 1.2). Comparando esta geometría con la tradicional de cilindros concéntricos (Figura 1.1), se aprecia que gracias a la delgada pared del componente interior, el fluido muestra se perturba en menor grado cuando se utiliza la geometría de doble cilindro concéntrico para pruebas reológicas y además, los efectos de borde son despreciables. Sin embargo, el tamaño de partícula suspendida se ve limitado por el espacio entre cilindros, lo que hace que esta geometría no sea apropiada para suspensiones de partículas grandes.

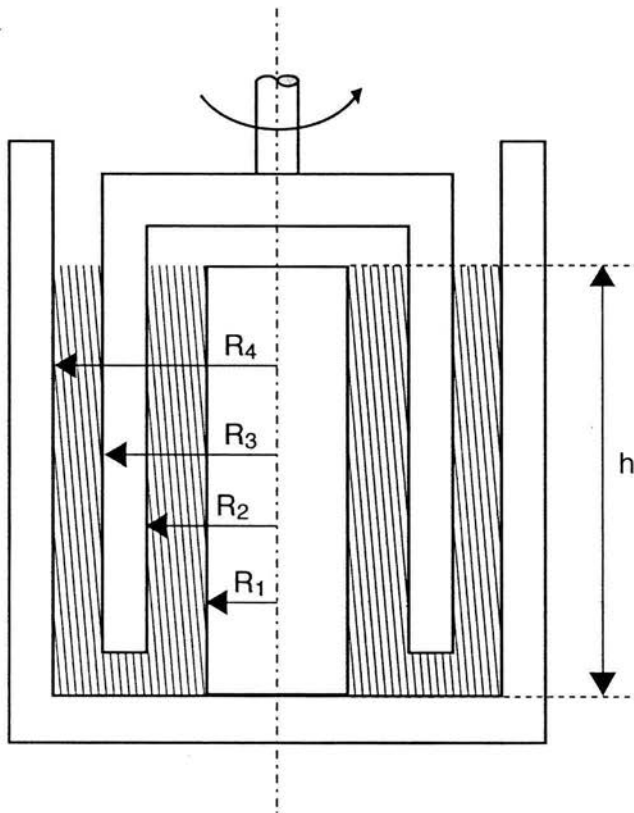


Figura 1.2. Geometría de doble cilindro concéntrico (Rao, 1999).

- CONO Y PLATO

El ápice de un cono se aproxima hasta un plato horizontal en esta geometría (Figura 1.3). Normalmente el ápice es truncado ligeramente para eliminar su punta cortante. El espacio mínimo entre el cono y el plato es de 50 μm , por lo que esta geometría tampoco es apta para suspensiones de partículas grandes. La muestra ocupa el espacio entre el cono y el plato y, debido a que éste es muy reducido, sólo se requiere un pequeño volumen (1 - 5 mL). Se hace rotar el cono y el torque se mide a varias velocidades de rotación. El ángulo del cono generalmente es pequeño ($\theta = 2^\circ - 4^\circ$) y se mide en radianes.

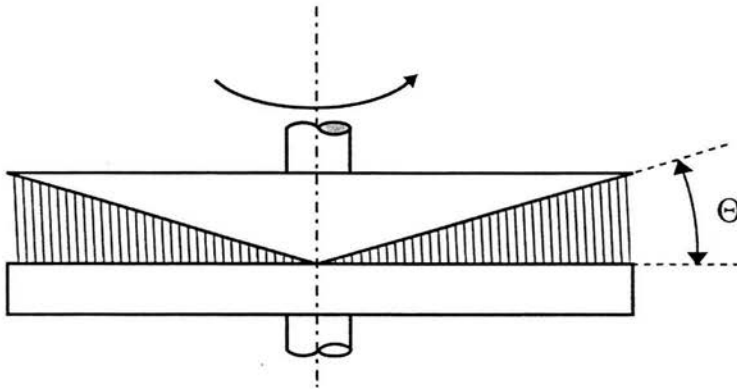


Figura 1.3. Geometría de cono y plato (Rao, 1999).

b) REÓMETRO CON GEOMETRÍA NO TRADICIONAL

- PALETA

Una gran cantidad de alimentos son suspensiones de partículas sólidas en una fase continua fluida. En las geometrías de cilindros concéntricos y de cono y plato, la materia sólida suele ser más grande que el espacio entre los accesorios fijos y los rotacionales, o puede sedimentarse debido a la agitación. Algunos alimentos que presentan dichos problemas son la mostaza, el puré de tomate y la salsa de manzana. Para estos y otros alimentos complejos se

pueden obtener curvas de flujo mediante una técnica que utiliza una paleta rotatoria que minimiza la sedimentación y la separación del producto. Inicialmente, dicha técnica fue desarrollada para determinar el consumo de energía durante la mezcla de fluidos y adaptada para el estudio reológico de medios de fermentación (Rao, 1999).

La geometría de paleta es un arreglo que ha resultado ser un medio sencillo y efectivo para medir las propiedades de fluidos no-newtonianos (incluyendo suspensiones) los cuales, si fueran estudiados con otras geometrías, presentarían grandes deslizamientos en paredes lisas. También ofrece una manera práctica de introducir el elemento de medición en un líquido estructurado sin ocasionar disturbios en la muestra, haciéndola muy adecuada para materiales como suspensiones de arcilla, barros y otros líquidos gelificados (Barnes y Nguyen, 2001).

El uso de la geometría de paleta para la medición de las propiedades de flujo de líquidos no-newtonianos ha crecido en los últimos 20 años. Originalmente, esta geometría se empleaba para medir el esfuerzo de fluencia (σ_0) de dispersiones inorgánicas, pero recientemente se ha utilizado para estimar otros parámetros reológicos como la viscosidad y la tixotropía en suspensiones concentradas y la fuerza de algunos geles. La geometría de paleta consiste básicamente en una flecha central a la cual se sujetan 4 aspas planas de tal manera que se obtiene una "cruz" cuando se observa desde abajo (Figura 1.4). La flecha se coloca en el elemento de rotación de un viscosímetro o reómetro. La paleta se sumerge en el fluido muestra y se puede hacer girar a una velocidad fija (velocidad de corte controlada) o ejercer un torque fijo al fluido (esfuerzo de corte controlado).

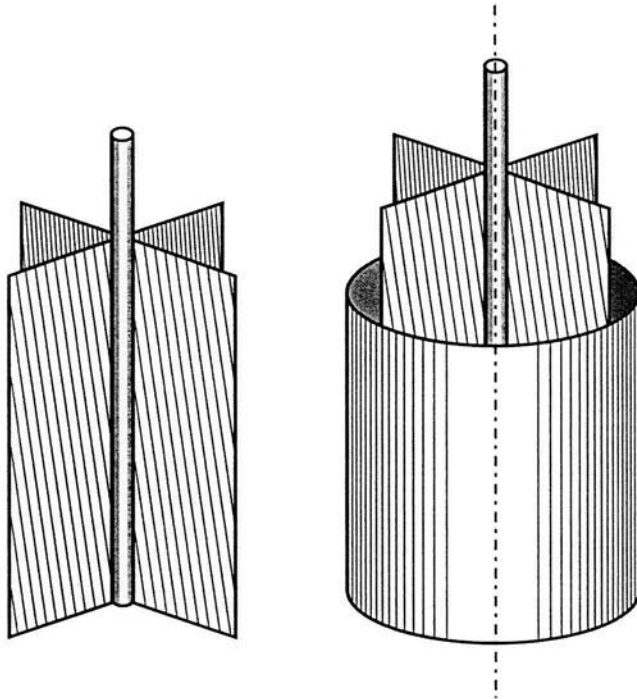


Figura 1.4. Geometría de paleta (Barnes y Nguyen, 2001).

Esta geometría posee varias ventajas en la medición de fluidos estructurados con respecto a otras geometrías. Se supone que el fluido que se encuentra circunscrito por las aspas de la paleta se mueve junto con ella como un cuerpo sólido. Por tanto, el límite del cilindro se encuentra entre las capas del fluido y el flujo debe tener lugar en cualquier parte del fluido. Esto es muy favorable ya que muchos materiales suelen deslizarse en las paredes de la mayoría de los reómetros (Barnes y Carnali, 1990).

Se han realizado numerosos estudios para comprobar lo anterior utilizando fluidos no-newtonianos que se cree, presentan un esfuerzo de fluencia (σ_0). También, se ha corroborado la suposición de que el material se mantiene

en el espacio formado entre las aspas de la paleta comportándose de manera semejante a un cilindro rígido, como se demuestra en los trabajos de Barnes y Carnali, 1990 y Yan y James, 1997. De la misma manera, se ha comprobado la conveniencia para emplear dicha geometría en suspensiones concentradas.

Por convención, el uso de esta geometría se basa en 4 supuestos. Primero, la velocidad promedio de corte alrededor de la paleta es directamente proporcional a la velocidad de rotación (Ω):

$$\dot{\gamma} = k_s \Omega \quad (1.1)$$

donde k_s es una constante que se debe determinar experimentalmente para cada tipo de paleta y Ω es la velocidad rotacional (rpm) de ésta. Segundo, que la superficie de fluencia se ubica en el cilindro cuyas dimensiones equivalen a las de la paleta. Tercero, el esfuerzo de corte se distribuye uniformemente en cualquier punto del cilindro y es igual al esfuerzo de fluencia. Cuarto, no existen flujos secundarios entre las aspas de la paleta (Yan y James, 1997).

2. TÉCNICAS COMPLEMENTARIAS A LA REOLOGÍA

2.1 ANTECEDENTES

Para el estudio de las propiedades de flujo de líquidos no-newtonianos se suelen emplear instrumentos tradicionales estándar con diferentes geometrías. No obstante, existen métodos y técnicas complementarias que ayudan a visualizar el comportamiento de dichos sistemas facilitando su análisis.

Actualmente, se utilizan experimentos ópticos de distinta naturaleza en el campo de la ciencia macromolecular; la reología de polímeros no es la excepción. En general, un experimento reológico involucra la medición de una fuerza (esfuerzo de corte) y un desplazamiento (tensión) o una velocidad (velocidad de corte). En un experimento reo-óptico, la medición de la fuerza se reemplaza por la medición de una propiedad óptica de la muestra. Los resultados obtenidos en ambos experimentos normalmente están muy relacionados, pero las diferencias entre sus principios y práctica hacen que las dos técnicas sean complementarias más que redundantes (Macosko, 1994).

La resonancia magnética de imagen (RMI) es una técnica a partir de la cual han surgido varias aplicaciones en la reología: la medición de perfiles de concentración en suspensiones así como el estudio de campos de velocidad en sistemas opacos. La importancia de esta técnica se debe a su habilidad para detectar un amplio intervalo de perfiles de concentración, aún en suspensiones modelo, durante la sedimentación por lotes (Powell *et al.*, 1992).

2.2 REOLOGÍA ÓPTICA

La reología óptica es una técnica complementaria que fue diseñada para estudiar la dinámica y estructura de líquidos complejos. Los primeros experimentos que se realizaron utilizando esta técnica aprovechaban la relación

óptica del esfuerzo de corte, válida para muchos sistemas poliméricos. Estos trabajos consistían principalmente en medidas polarimétricas, de las cuales, la birrefringencia es la más observable (Fuller, 1992).

Cuando la radiación electromagnética incidente interactúa con la materia, se presentan 3 fenómenos de interés: primero, la energía puede ser absorbida; segundo, la radiación puede dispersarse; y tercero, la luz puede propagarse a través del material sin algún cambio en dirección o energía, pero con un cambio en su estado de polarización. Esta última posibilidad es la base de la birrefringencia, el proceso más relevante desde la perspectiva reo-óptica. Los experimentos de dispersión también son de gran importancia en la ciencia de polímeros, mientras que la absorción y la emisión espectroscópica son utilizadas en el análisis químico de polímeros de la misma manera que para los sistemas de moléculas pequeñas.

2.2.1 BIRREFRINGENCIA DE FLUJO

La birrefringencia en un polímero líquido resulta de la orientación de las unidades monoméricas ópticamente anisotrópicas al imponerse un flujo apropiado. Gracias al postulado de la relación óptica del esfuerzo de corte, es posible extraer valores del esfuerzo de corte y de corte normal de las mediciones ópticas. Este postulado es la conexión íntima entre las relaciones y orientaciones del esfuerzo de corte y las elipsoides del tensor del índice de refracción. La relación óptica del esfuerzo de corte no es válida bajo cualquier circunstancia; pero aún cuando no aplica, las mediciones reo-ópticas pueden proveer información útil acerca del sistema (Macosko, 1994).

Las dos geometrías experimentales más utilizadas en la medición de la birrefringencia de flujo son la Couette, que provee información sobre la respuesta molecular a los flujos laminar y al transitorio de corte, y el transductor de capa fina fluida, que permite la medición de la birrefringencia dinámica en un

corte que varía con el tiempo sinusoidalmente. Sin embargo, también se han desarrollado otras geometrías que incluyen el flujo extensional. Los sistemas de interés incluyen a las suspensiones, soluciones y disoluciones, involucrando a homopolímeros y copolímeros flexibles. Otras técnicas relacionadas son el dicroísmo de flujo y la birrefringencia eléctrica (Macosko, 1994).

2.3 VELOCIMETRÍA DE IMAGEN DE PARTÍCULA

La velocimetría de imagen de partícula (Particle Image Velocimetry, PIV) es una técnica reo-óptica muy utilizada para medir velocidades y tamaños en flujos bifásicos (Kadambi *et al.*, 1998). Se emplea en diferentes áreas de la mecánica experimental de fluidos; es una técnica óptica de velocimetría mediante la cual es posible obtener un campo o mapa de velocidad en dos dimensiones para un determinado tiempo (Koch *et al.*, 1998).

Una de las ventajas del PIV como técnica experimental es su adaptabilidad a campos de flujo que presentan un amplio intervalo de velocidades. El PIV se ha empleado exitosamente para medir campos de velocidad bajo diferentes condiciones experimentales, que van desde el fluido reptante en microcanales hasta el flujo supersónico en túneles de aire (Olsen y Adrian, 2000).

Desde la década de los 80, el PIV es ampliamente utilizado como una valiosa técnica para la visualización de flujos. Además, debido a que se trata de una técnica óptica, no invade físicamente el campo de flujo en estudio. El PIV proporciona medidas cuantitativas e instantáneas de velocidad para el campo de flujo en su totalidad.

El fundamento del PIV se basa en hacer que un rayo láser atraviese por el campo de flujo de interés a una frecuencia conocida; el fluido se siembra con micropartículas que se iluminan sucesivamente por los barridos del rayo láser y

las imágenes de las partículas en movimiento son registradas por una cámara. Los negativos del campo de flujo son tratados para arrojar mapas vectoriales de velocidad (Figura 2.1). Es posible obtener líneas de flujo y contornos de vorticidad a partir de dichos campos (Shiang *et al.*, 1997).

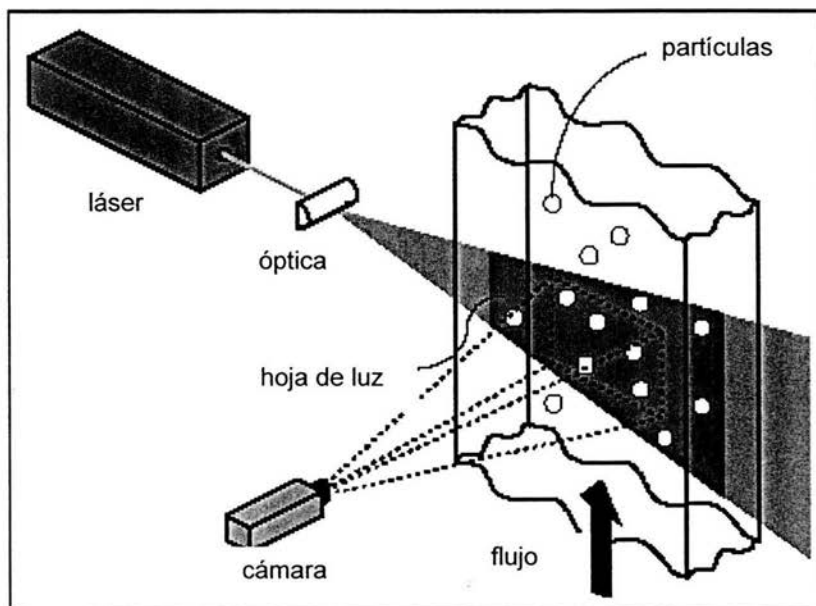


Figura 2.1. Esquema de un arreglo básico de PIV (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).

2.3.1 PRINCIPIOS BÁSICOS DE VELOCIMETRÍA DE IMAGEN DE PARTÍCULA

El PIV es una técnica de medición para obtener velocidades instantáneas de campo entero. Se basa en la ecuación ya conocida:

$$\text{velocidad} = \frac{\text{distancia}}{\text{tiempo}} \quad (2.1)$$

En el PIV la propiedad que realmente se mide es la distancia recorrida por las partículas en el flujo durante un intervalo determinado de tiempo. Estas partículas se adicionan al flujo y se conocen como "siembra". Se utilizan diferentes tipos de siembra en función de la naturaleza del flujo a estudiar. Las partículas sembradas se seleccionan para seguir o trazar el flujo y para detectar su movimiento; se ilumina un área del campo del flujo con una hoja de luz u hoja óptica. Ésta se genera con un láser y un sistema de componentes ópticos. La hoja de luz no es continua o permanente, sino que es pulsada para producir un efecto estroboscópico, congelando así el movimiento de las partículas sembradas. El tiempo entre cada pulso de luz es el denominador en la ecuación 2.1.

Para detectar la posición de las partículas iluminadas, se coloca una cámara CCD (Charged Couple Device) perpendicular a la hoja de luz, por lo que las posiciones de las partículas aparecen en cada cuadro de la cámara como manchas de luz sobre un fondo oscuro. Las pulsaciones de la hoja de luz y la cámara están sincronizadas, de manera que las posiciones de las partículas en el instante del pulso de luz número uno se registran en el cuadro número uno de la cámara y así sucesivamente.

Las imágenes de la cámara se dividen en regiones rectangulares llamadas áreas o regiones de interrogación (Figura 2.2) y para cada una de éstas, las imágenes correspondientes al primer y al segundo pulso se correlacionan para obtener un vector promedio de desplazamiento de partículas. Esto no requiere el rastreo individual de partículas; sin embargo, se necesita un cierto número de éstas dentro de cada área de interrogación para obtener resultados confiables. Al correlacionar todas las áreas de interrogación se produce un mapa de desplazamiento promedio de partículas. Si se divide este mapa entre el tiempo transcurrido entre imágenes, se obtiene un mapa de vectores de velocidad. Para acelerar el cálculo de las correlaciones se recurre

a las transformadas rápidas de Fourier (Fourier Fast Transforms, FFT).

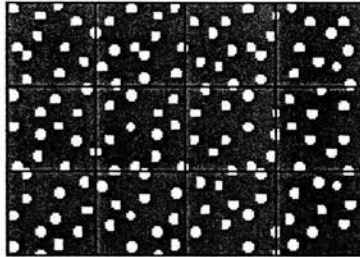


Figura 2.2. Áreas de interrogación (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).

Debido a que el PIV es una técnica de medición instantánea, toda la información espacial se muestrea al mismo tiempo y por tanto, existe una probabilidad estadísticamente finita de encontrar algunas regiones donde no haya una entrada o señal significativa de datos. Por esto, es necesario validar subsecuentemente el mapa de vectores. Posteriormente se pueden aplicar algoritmos de validación a los mapas de vectores en bruto u originales y así detectar y remover vectores erróneos o falsos.

2.3.2 PROCESAMIENTO DE IMÁGENES EN VECTORES

La técnica de PIV se basa en la determinación del desplazamiento de un grupo de partículas utilizando técnicas de correlación y transformadas rápidas de Fourier (FFT). Esto es distinto a la técnica de velocimetría de rastreo de partícula (Particle Tracking Velocimetry, PTV) en la cual se identifican individualmente las partículas y se usan algoritmos para hacer coincidir las posiciones inicial y final.

Básicamente, se pueden emplear dos diferentes técnicas de correlación: la autocorrelación y la correlación cruzada.

2.3.3 TEORÍA GENERAL DE CORRELACIÓN Y TRANSFORMADAS RÁPIDAS DE FOURIER

a) SISTEMA DE COORDENADAS

El programa FlowMap® utiliza un sistema de coordenadas cartesianas en el cual el plano **XY** coincide con la hoja de luz de manera que el eje positivo **X** apunte hacia la derecha y el eje positivo **Y** lo haga hacia arriba cuando se observa la hoja de luz desde atrás de la cámara (Figura 2.3).

Por tanto, la hoja de luz y la orientación de la cámara definen el sistema de coordenadas. El origen **(0,0)** se encuentra en la esquina inferior izquierda del área de observación y corresponde al pixel del lado inferior izquierdo de la imagen de cámara.

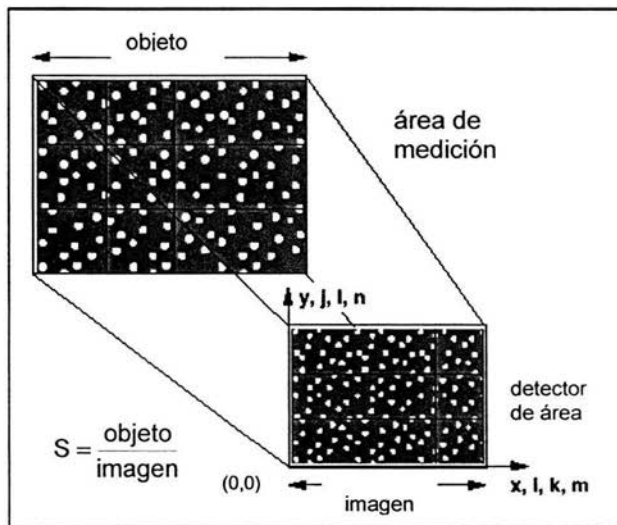


Figura 2.3. Sistema de coordenadas y plano imagen-objeto (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998)

En todos los cálculos se utilizan los pixeles como unidades de medición, pero esto no ocasiona problemas ya que los resultados finales se transforman a unidades SI (metros) al hacer uso del factor de escala S objeto:imagen.

b) CORRELACIÓN CRUZADA

En el PIV se "submuestran" dos mapas secuenciales de imágenes. La resolución de esta submuestra se define como un área de interrogación; éstas a su vez comprenden arreglos regulares. En estas áreas es posible observar un desplazamiento promedio de las partículas sembradas, que va desde dicha muestra a su contraparte en la segunda imagen de cámara, siempre y cuando exista un flujo en el plano iluminado. Este desplazamiento espacial puede describirse sencillamente mediante un modelo lineal y digital de procesamiento de señales como el que se describe en la Figura 2.4.

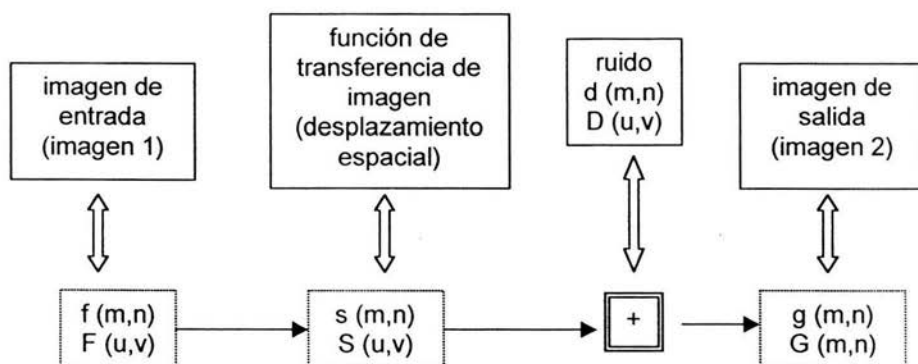


Figura 2.4. Función de desplazamiento de imagen (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).

La función $f(m,n)$ describe la intensidad de luz en el área de interrogación grabada en el tiempo t , y la función $g(m,n)$ describe la intensidad de luz grabada en el tiempo $t + \Delta t$. Esto último puede considerarse como el resultado de una función de transferencia de imagen $s(m,n)$ que toma a $f(m,n)$

como entrada, más la función proveniente del ruido $\mathbf{d}(\mathbf{m},\mathbf{n})$. Las funciones en mayúsculas son las transformadas de Fourier de las funciones correspondientes (en minúsculas) y (\mathbf{u},\mathbf{v}) son coordenadas en el dominio de frecuencia espacial (Figura 2.5).

La función de desplazamiento espacial $\mathbf{s}(\mathbf{m},\mathbf{n})$ está directamente relacionada al flujo y al tiempo entre las dos grabaciones, mientras que la función de ruido $\mathbf{d}(\mathbf{m},\mathbf{n})$ es el resultado del movimiento de las partículas sembradas hacia dentro y fuera del área de interrogación entre cada grabación.

La tarea más difícil para el PIV es estimar la función de desplazamiento espacial $\mathbf{s}(\mathbf{m},\mathbf{n})$ basándose en los valores conocidos (medidos) de las funciones $\mathbf{f}(\mathbf{m},\mathbf{n})$ y $\mathbf{g}(\mathbf{m},\mathbf{n})$, tomando en cuenta que la presencia de ruido lo hace más complicado.

El método seleccionado para estimar la función de desplazamiento $\mathbf{s}(\mathbf{m},\mathbf{n})$ es la técnica estadística de la correlación cruzada espacial. La función discreta de correlación cruzada $\Phi_{fg}(\mathbf{m},\mathbf{n})$ de las regiones muestreadas $\mathbf{f}(\mathbf{m},\mathbf{n})$ y $\mathbf{g}(\mathbf{m},\mathbf{n})$ está dada por el valor estimado:

$$\Phi_{fg}(\mathbf{m},\mathbf{n}) = E[f(\mathbf{m},\mathbf{n}),g(\mathbf{m},\mathbf{n})] \quad (2.2)$$

$$\Phi_{fg}(\mathbf{m},\mathbf{n}) = \sum_{\mathbf{k}=-\infty}^{\mathbf{k}=\infty} \sum_{\mathbf{l}=-\infty}^{\mathbf{l}=\infty} f(\mathbf{k},\mathbf{l}) g(\mathbf{k}+\mathbf{m},\mathbf{l}+\mathbf{n}) \quad (2.3)$$

En la literatura, generalmente la correlación cruzada se normaliza para obtener valores entre cero y uno, pero en este contexto, sólo los niveles relativos de correlación dentro de las áreas de interrogación en estudio son de interés. Se observa un valor alto de correlación cruzada cuando la mayoría de las partículas se emparejan con su homólogo espacialmente desplazado, y un valor bajo

cuando sólo algunas partículas lo hacen individualmente con otras. Las primeras se conocen como correlaciones verdaderas y las segundas como correlaciones al azar.

Las partículas que entran o salen del área de interrogación entre la captura de la primer y segunda imagen no contribuyen con las correlaciones verdaderas, ya que la posición inicial o final está ausente. Sin embargo, contribuyen con las correlaciones al azar. A pesar de esto, es seguro considerar que el pico de correlación más alto representa la mejor correspondencia entre las funciones $f(m,n)$ y $g(m,n)$ cuando el número de pares de partículas emparejadas es suficientemente grande. La posición de este pico de correlación en el plano corresponde directamente al promedio del desplazamiento de partícula a lo largo del área de interrogación estudiada.

En la práctica, para computarizar eficientemente el plano de correlación se utiliza un proceso de transformadas de Fourier. La justificación del uso de este proceso es la siguiente: una imagen (de la videocámara) se puede considerar como un campo de señal en dos dimensiones, análogo a una serie de tiempo en una dimensión. Gran parte de las técnicas de procesamiento de señales en una dimensión puede ser fácilmente extendida a dos dimensiones, y en este caso, las transformadas rápidas de Fourier (FFT) son empleadas para acelerar el proceso de correlación cruzada. En vez de realizar una sumatoria de todos los elementos de la región muestreada, la operación puede reducirse a una multiplicación compleja conjugada de cada par correspondiente de coeficientes de Fourier. Posteriormente, este conjunto nuevo de coeficientes se transforma inversamente para obtener la función de correlación cruzada, Φ_{fg} .

La técnica de transformadas de Fourier supone que las regiones muestreadas son periódicas en el espacio y genera una forma circular de correlación cruzada que no cae hasta el cero en los límites del área de interrogación, como sucede con técnicas lineales.

El criterio de muestreo de Nyquist asociado a las transformadas discretas de Fourier, limita el desplazamiento espacial máximo recuperable en cualquier dirección a la mitad del tamaño de la ventana, en esa dirección. Por tanto, para una ventana de tamaño **N**, se recomienda un desplazamiento máximo de partícula de $N/4$ para garantizar una relación señal-ruido razonable.

Otro parámetro importante que tiene influencia sobre esta relación, es el número de partículas dentro de cada área de interrogación. Con un número grande de partículas habrá una gran cantidad de correlaciones verdaderas garantizando una relación señal-ruido alta, y en este caso, se puede aceptar un desplazamiento promedio que exceda a $N/4$. Con un número relativamente pequeño de partículas, dicha relación disminuye. Normalmente se recomienda un mínimo de 5 partículas por región para alcanzar resultados confiables al utilizar la técnica de correlación cruzada y de 10 para la de autocorrelación.

c) DENSIDAD DEL SEMBRADO DE PARTÍCULAS

En el PIV habrá correlaciones cruzadas entre la posición inicial de algunas partículas y la posición final de otras. Este tipo de correlaciones puede considerarse como "ruido" y para evitar que sean las dominantes, deben existir algunos pares de partículas dentro de cada región de interrogación para que la señal de correlación sea más alta que el ruido. El error aumenta al incrementarse el desplazamiento. Para minimizar esto, normalmente se recomienda mantener el desplazamiento máximo por debajo de $1/4$ del tamaño del área de interrogación, pero con suficientes partículas sembradas puede aceptarse un desplazamiento mayor dado por la ecuación 2.4:

$$d_{\text{máx}} = \frac{u_{\text{máx}} t}{s} < \frac{N_{\text{int}} d_{\text{pixel}}}{4} \quad (2.4)$$

d) DETECCIÓN DE PICOS EN INTERPOLACIÓN DE SUBPIXELES

1. Autocorrelación. A pesar de la ambigüedad direccional de este método, el plano resultante de correlación siempre será simétrico y con base en el conocimiento previo del campo de flujo, se debe especificar en cuál de las mitades del plano de correlación es necesario buscar los picos.
2. Correlación cruzada. En este método generalmente el plano de correlación no es simétrico y no existe un pico central a menos que la velocidad de flujo sea igual a cero. En este caso el plano de correlación completo se examina para encontrar los 4 picos más altos de correlación.
3. Interpolación de curva de Gauss. Aquí, para cada uno de los picos encontrados en el plano de correlación, se ajusta una curva en dos dimensiones para interpolar el ancho, alto y posición del pico.

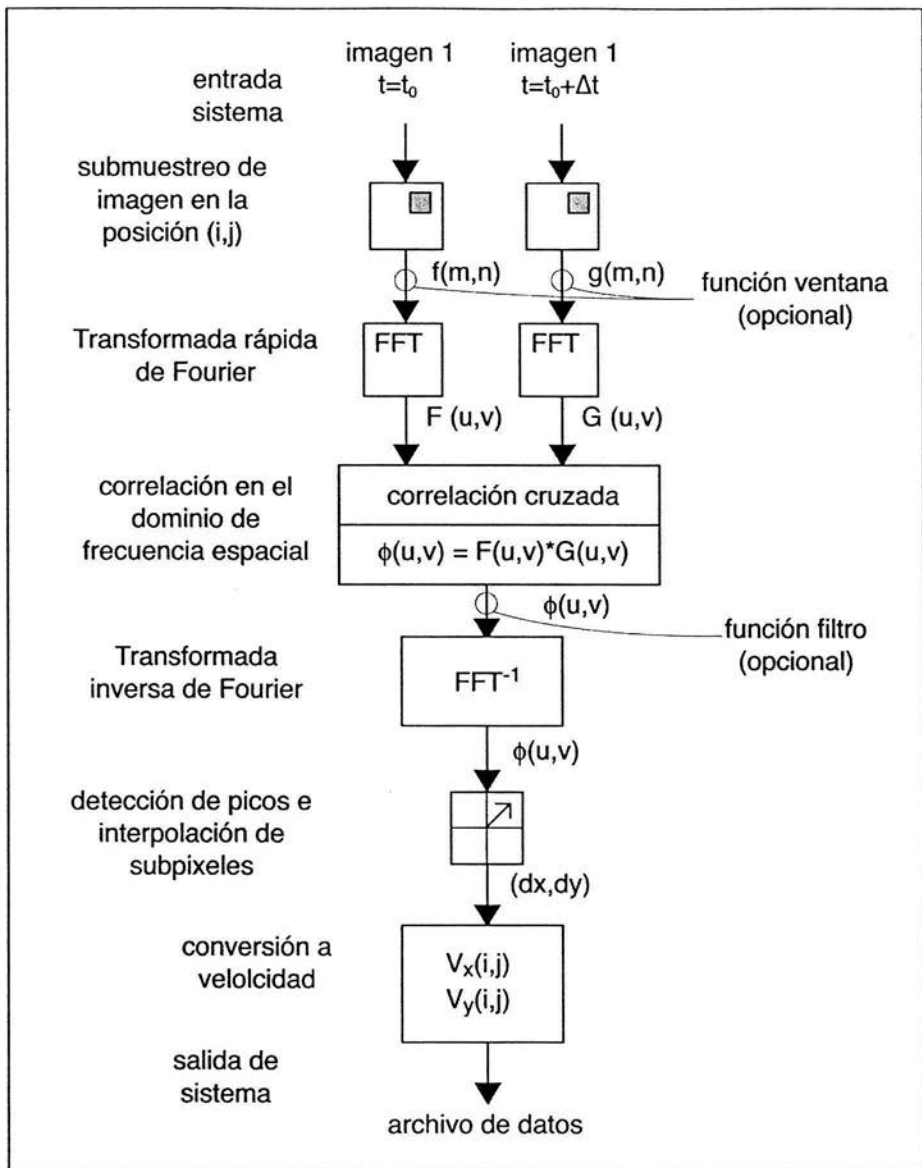


Figura 2.5. Secuencia de cálculo del procesamiento numérico del PIV (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).

e) RESOLUCIÓN DE ESTRUCTURAS DE VELOCIDAD

La resolución espacial fundamental de las estructuras más pequeñas de velocidad puede ser determinada por el tamaño del área de interrogación en el espacio. Lo anterior está dado por:

- el objeto: factor **S** de la escala de imagen
- el tamaño del área de interrogación en pixeles
- la distancia entre pixeles en el “chip” de la cámara CCD

El factor de escala **S** se determina a partir del experimento y la distancia entre pixeles es una propiedad fija de la cámara utilizada. El tamaño del área de interrogación puede ser de 16 x 16, 32 x 32, 64 x 64 ó 128 x 128 pixeles.

Al seleccionar el tamaño de ésta se debe tomar en consideración lo siguiente:

- La velocidad de flujo en un área de interrogación tiene que ser esencialmente homogénea.
- Debe ser lo más pequeña posible siempre y cuando existan 5 partículas por área de interrogación.
- El intervalo dinámico de los valores medidos de velocidad aumenta con áreas de interrogación más grandes.
- Para mantener una alta precisión de medida, el desplazamiento máximo de partícula entre imágenes sucesivas debe ser menor a 1/4 del tamaño del área de interrogación; ésta debe ser tan grande como sea posible para obtener el mayor intervalo dinámico posible.

Estas consideraciones conducen a la necesidad de establecer un balance entre resolución espacial e intervalo dinámico de velocidad. También se tienen que tomar en cuenta los siguientes puntos:

- El tiempo requerido para procesar un área de interrogación aumenta al incrementar su tamaño y sólo al traslaparlas disminuirá el número total de éstas.
- El desplazamiento máximo recomendado es de 1/4 del tamaño del área de interrogación, pero el intervalo de velocidad puede ajustarse en el plano de velocidad únicamente si es posible estimar un desplazamiento promedio razonable.

Para maximizar el número de vectores en el mapa de vectores del PIV, se sugieren áreas de 32 x 32 píxeles para la correlación cruzada y de 64 x 64 píxeles para la autocorrelación.

f) FUNCIONES DE "VENTANA"

Las correlaciones se calculan mediante FFT. No obstante, este método se basa en el supuesto de que los patrones entrada de partículas son cíclicos, lo que resulta en partículas y correlaciones "fantasma". Éstas provocan ruido cíclico en el plano de correlación reduciendo la efectividad de la señal. Por esto, se recomienda aplicar una función de ventana al área de interrogación para reducir la influencia de este tipo de partículas. Dicha función de ventana manipula los valores en la escala de grises de la imagen, o sea, actúa como un filtro de entrada para el algoritmo de la FFT (Figura 2.6).

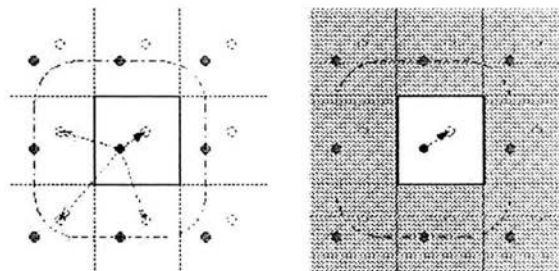


Figura 2.6. Representación de la ventana "Top-Hat". Las partículas fantasma y las correlaciones mostradas a la izquierda son eliminadas a la derecha (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).

Las funciones de ventana ayudan a suprimir las partículas cercanas al límite del área de interrogación, donde las correlaciones fantasma tienden a dominar. Los siguientes lineamientos normalmente se utilizan en el área de interrogación, pero se aplican a la ventana cuando se emplean sus respectivas funciones:

- La densidad de sembrado debe ser de al menos 5 partículas por ventana si se maneja la correlación cruzada y mínimo de 10 para la autocorrelación.
- El desplazamiento máximo de partícula no debe exceder 1/4 parte del ancho de la ventana.

Para mantener la densidad de sembrado y el intervalo dinámico requeridos, se recomienda incrementar el tamaño del área de interrogación cuando se utilicen las funciones de ventana. Para aprovechar al máximo los pixeles disponibles en la imagen de cámara, se sugiere traslapar las áreas de interrogación. Las siguientes son las funciones de ventana disponibles en el sistema FlowMap®:

- Ventana "Top-hat"

Esta ventana multiplica las intensidades en el centro de la región de interrogación por un factor igual a uno, mientras que las intensidades próximas al límite son multiplicadas por un factor equivalente a cero.

- Ventana de Gauss

Un problema no resuelto por la ventana Top-hat es la medición de las imágenes de partículas que deambulan en los límites del área de interrogación. En estos casos, el vector real de desplazamiento de la partícula en cuestión tiene su punto de inicio o final fuera de dicha área, lo que provoca que la ventana Top-hat multiplique la mitad de la imagen de partícula por cero y la otra mitad por uno.

Para manejar esto, la ventana de Gauss multiplica las intensidades registradas por un factor dependiendo de la distancia radial al centro del área de interrogación. Las partículas al centro de ésta se multiplican por uno, mientras que las imágenes de partículas son atenuadas al irse alejando del centro, por tanto, contribuirán en menor medida en el cálculo de las velocidades.

g) FILTROS

Las funciones de ventana actúan como filtros de entrada para el algoritmo de correlación. Similarmente, el sistema FlowMap[®] provee diversos filtros de salida que operan en el plano de correlación antes de la detección de picos y de la interpolación de subpíxeles.

- Filtro “No-DC”

La luz que alcanza a la cámara de videograbación a través de múltiples reflejos de las partículas, así como la luz de fondo, generalmente producen “ruido de fondo” en el plano de correlación. Este “piso” de ruido es removido por el filtro No-DC mejorando efectivamente la relación señal-ruido. Además, las variaciones en la luz de fondo a lo largo de un área de interrogación o algunas otras distorsiones de baja frecuencia óptica y de la cámara, pueden influenciar en los procesos de detección de picos y de interpolación de subpíxeles; sin embargo, el uso de este filtro reduce tales efectos.

- Filtro “Low-pass”

El algoritmo de interpolación de subpíxeles se basa en valores “pico” en el plano de correlación así como en valores de correlación en puntos vecinos. Si las imágenes de partícula son menores a 2 píxeles en diámetro, los picos de correlación pueden ser muy angostos y la interpolación de subpíxeles puede entonces no operar debidamente ya que los puntos o datos son insuficientes para ajustar la curva. Cuando los picos son angostos, un filtro Low-pass mejora el número de datos o puntos al ensancharlos. Cuando por el contrario los picos

de correlación son muy anchos, los puntos vecinos en el plano de correlación pueden tener aproximadamente los mismos valores de correlación, ocasionando que la interpolación de subpíxeles sea muy sensible al ruido de alta frecuencia superimpuesto en el pico de baja frecuencia. Dicho ruido puede ser generado por la cámara y este filtro puede mejorarlo al remover o, al menos, atenuar el ruido de alta frecuencia.

- Filtro “Band-pass”

El sistema FlowMap[®] también cuenta con un filtro Band-pass más tradicional que atenúa altas y bajas frecuencias sin modificar las frecuencias de término medio.

h) TRASLAPE DE ÁREAS DE INTERROGACIÓN

Las correlaciones son calculadas utilizando FFT, lo que produce ruido cíclico. Para reducir este efecto, se recomienda ampliamente aplicar funciones de ventana. Sin embargo, ya que estas últimas no usan efectivamente la información cercana a los límites del área de interrogación, se sugiere que éstas sean traslapadas o encimadas. La información no utilizada en un área de interrogación será usada en otra diferente que, en parte, se encuentra traslapada con la primera.

Al traslapar las áreas de interrogación, se incrementa la probabilidad de que todos los pares de partículas se completen a lo largo de un área de interrogación como mínimo. El sistema FlowMap[®] soporta traslapes del 25, 50 y 75%.

2.3.4 SEMBRADO DE PARTÍCULAS

En el PIV no es en realidad la velocidad del flujo la que se mide, sino la velocidad de las partículas suspendidas en el fluido. Estas partículas deben ser lo suficientemente pequeñas para seguir el flujo con precisión, pero suficientemente grandes para reflejar la luz hacia la cámara y así poder ser bien detectadas. Idealmente, las partículas deben estar suspendidas en el fluido, esto es, deben tener aproximadamente la misma densidad que el fluido que las contiene.

Preferentemente, las partículas sembradas deben presentar las siguientes características:

- adecuadas para seguir el flujo del fluido
- reflejar suficiente luz hacia la cámara
- económicas y resistentes
- no tóxicas, no corrosivas, no abrasivas
- no volátiles
- químicamente inactivas
- limpias y fáciles de manejar

En términos generales, el movimiento de las partículas suspendidas en el fluido se ve afectado por:

- la forma de las partículas
- el tamaño de las partículas
- las densidades relativas de las partículas y el fluido
- la concentración de las partículas en el fluido

La forma de las partículas sembradas afecta el arrastre ejercido en la partícula por el fluido. El tamaño de las partículas junto con su densidad relativa influyen en su respuesta a los cambios en velocidad del fluido.

La concentración de partículas afecta el movimiento de partícula debido a la interacción entre ellas mismas. En la práctica, las concentraciones que normalmente se utilizan en el PIV son tan bajas que en promedio, las partículas están separadas unas de otras por algunos diámetros de partícula, por lo que la interacción entre éstas puede ser despreciada.

a) TIPO Y TAMAÑO DE LAS PARTÍCULAS SEMBRADAS

Las partículas sembradas seleccionadas deben ser lo más grande posible para así reflejar la mayor cantidad de luz; pero el tamaño de partícula es limitado ya que las que son demasiado grandes no son aptas para seguir el flujo apropiadamente. En general, el máximo tamaño permitido de partícula disminuye al aumentar la velocidad de flujo, la turbulencia y los gradientes de velocidad. En el Cuadro 2.1 se muestra el tamaño recomendado para los materiales típicos empleados como siembra en flujos de agua.

Cuadro 2.1. Materiales típicos empleados como siembra en flujos de agua (Flowmap® Particle Image Velocimetry Instrumentation, 1998).

| MATERIAL | polvo de aluminio | burbujas | globos de vidrio | cuentas de látex | leche | pólen de pino |
|-----------------------------------|-------------------|----------|------------------|------------------|---------|---------------|
| DIÁMETRO DE PARTÍCULA (µm) | < 10 | 5 - 500 | 10 - 150 | 0.5 - 90 | 0.3 - 3 | 30 - 50 |

Las imágenes de las partículas deben tener un diámetro de al menos 2 píxeles. Esto permite al sistema estimar las posiciones y desplazamientos de las partículas en píxeles, incrementando la efectividad de la resolución de la técnica.

2.3.5 ANÁLISIS DE DATOS

Los métodos de cálculo son aplicados a los mapas en bruto de vectores de velocidad. Diversos análisis se pueden realizar a través de secuencias en función de los resultados deseados. Estos métodos se dividen en métodos de validación, filtración y derivación.

a) MÉTODOS DE VALIDACIÓN

Debido a que el PIV es un técnica de medición instantánea, toda la información espacial se muestrea al mismo tiempo. Por tanto, existe una probabilidad estadística finita de encontrar algunas regiones donde no haya una entrada de datos o señal significativa. Entonces, es necesario validar subsecuentemente el mapa crudo de vectores de velocidad.

El propósito de estos métodos de validación es reconocer, rechazar y remover los vectores falsos que resultan de los picos ruido en la función de correlación con la posibilidad de sustituirlos. Estos vectores sustituto son estimados a partir de los vectores de medición de los alrededores.

El programa FlowMap® cuenta con 3 rutinas de validación de datos basados en algoritmos matemáticos; éstos son:

- Validación de altura de picos. Valida o rechaza vectores individuales basándose en los valores de altura de los picos en el plano de correlacion donde el vector de desplazamiento fue medido.
- Validación del intervalo de velocidad. Rechaza vectores que están fuera de un cierto intervalo de velocidad establecido. No se sustituyen los vectores rechazados, pero al combinarse con otros métodos de validación esto puede ser factible.

- Validación de movimiento promedio. Valida o rechaza vectores en función de una comparación entre vectores vecinos. Los vectores rechazados pueden ser reemplazados por vectores estimados de valores circunvecinos. Se asume la continuidad del flujo del fluido.

b) MÉTODOS DE FILTRACIÓN

Los mapas en bruto de vectores de velocidad pueden presentar errores en cuanto al tamaño y dirección debido a efectos de ruido. También la variación en velocidad puede ser considerada como ruido. Para reducir este efecto se aplican filtros que modifican los vectores tomando en cuenta valores vecinos. Normalmente, un filtro sólo utilizará vectores válidos pero también puede tomar en cuenta vectores rechazados; esto depende del tipo de filtro aplicado.

El objetivo de estos filtros es esencialmente minimizar el ruido al efectuar derivaciones matemáticas como la vorticidad, ya que estos cálculos pueden amplificar cualquier ruido en la señal.

El programa FlowMap® únicamente está provisto con el siguiente filtro:

- Filtro de movimiento promedio. Sustituye cada vector por el vector promedio de una vecindad de tamaño específico $m \times n$, donde m y n son números nones correspondientes a celdas de vectores simétricamente arreglados en una posición (x,y) .

c) MÉTODOS DE DERIVACIÓN

Estos métodos se utilizan para extraer, cuantificar y remarcar algunas cualidades importantes del campo de flujo que no son visibles a primera vista en los mapas de vectores de velocidad ya validados y/o filtrados. Estas derivaciones por tanto, ayudan al análisis del flujo en estudio.

El programa FlowMap® cuenta con los siguientes métodos de derivación:

- Vorticidad. Uno de los temas más interesantes en la mecánica de fluidos es la generación de turbulencia y vórtices. Este método calcula el componente z del vector de vorticidad para un mapa de vectores de velocidad en dos dimensiones.
- Patrones de flujo. Las líneas de flujo son curvas paralelas a la dirección de éste en un campo de flujo. Representan la trayectoria que una partícula seguiría si el campo de flujo fuera constante con el tiempo.
- Sustracción: Calcula la diferencia entre cada vector en el mapa de vectores de velocidad y un vector constante. Dicho vector puede ser definido por el usuario o puede ser calculado como el promedio de todos los vectores disponibles en el mapa. Una aplicación típica de este método es visualizar estructuras de turbulencia superimpuestas en un flujo unidireccional estacionario. Al sustraer el vector de velocidad promedio correspondiente a dicho flujo, tales estructuras de turbulencia pueden ser visibles.
- Rotación/espejo de campo: Transforma las coordenadas del mapa de vectores de velocidad mediante una rotación de 0, 90, 180 ó 270° o en su espejo sobre el eje X (verticalmente) y/o sobre el eje Y (horizontalmente). Este método puede ser de gran ayuda para conceptualizar el campo de flujo en estudio.

3. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 CARACTERÍSTICAS DE LOS MATERIALES

Para la preparación de diferentes suspensiones de partículas milimétricas sólidas en fluidos como fase continua, se seleccionaron los siguientes materiales:

Cuadro 3.1. Características de los materiales estudiados.

| PARTÍCULAS MILIMÉTRICAS SÓLIDAS | MARCA |
|--|---|
| partículas semiesféricas de ionómero de resina | Dupont, México |
| partículas semiesféricas de gelatina | de la bebida comercial Átomos de Bioprocess, México |
| partículas esféricas de acetato | Engineering Laboratories, E.U.A. |
| FLUIDOS | MARCA |
| agua destilada (fluido newtoniano de baja viscosidad) | destilada en la FESC-UNAM |
| aceite multigrado para motor a gasolina (fluido newtoniano de baja viscosidad) | SAE 15W-40; Akron, México |
| glicerina grado reactivo (fluido newtoniano de alta viscosidad) | Fermont, México |
| bebida comercial (fluido viscoelástico de baja viscosidad) | Átomos de Bioprocess, México |

Con base en las propiedades de estos materiales se conformaron 4 modelos de suspensión que se describen en el Cuadro 3.2; se especifica la concentración de partículas empleada así como una breve descripción del comportamiento de éstas en las fases continuas al momento de introducirlas.

Cuadro 3.2. Características de los modelos de suspensión estudiados.

| MODELO DE SUSPENSIÓN | PARTÍCULAS-AGUA | PARTÍCULAS-ACEITE | PARTÍCULAS-GLICERINA | PARTÍCULAS-BEBIDA |
|---|--|--|--|--|
| PARTÍCULAS MILIMÉTRICAS | partículas semiesféricas de resina de ionómero | partículas semiesféricas de resina de ionómero | partículas esféricas de acetato | partículas semiesféricas de gelatina |
| CONCENTRACIÓN DE PARTÍCULAS | 6.5% p/p | 8% p/p | 20% p/p | 8.5% p/p |
| FASE CONTINUA | agua destilada | aceite multigrado | glicerina grado reactivo | bebida comercial |
| COMPORTAMIENTO DE LAS PARTÍCULAS EN EL MEDIO | Las partículas flotan en su totalidad. | Las partículas sedimentan en su totalidad. | Las partículas se suspenden uniformemente en todo el fluido. | Las partículas se suspenden uniformemente en todo el fluido. |

La concentración de partículas se determinó en función de que permitiera la visualización del flujo de los modelos de suspensión durante la videograbación de su caracterización reológica con la geometría de paleta.

3.2 PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS MATERIALES

La densidad de partícula se determinó por el método de desplazamiento por líquido en picnómetro descrito por Koichi *et al.*, (1991), utilizando agua destilada a una temperatura ambiente de 24 ± 1 °C. El diámetro del círculo equivalente y la esfericidad aproximada de las partículas se midieron con un calibrador Vernier digital marca Mitutoyo (Japón) con una precisión de ± 0.02 mm, siguiendo el método también propuesto por Koichi *et al.*, (1991).

La densidad relativa de las fases continuas seleccionadas se determinó en un densímetro digital marca Paar Physica modelo DMA 38 (E.U.A.) a 24 ± 1 °C.

3.3 VALIDACIÓN DE LA GEOMETRÍA DE PALETA

Para validar la geometría a emplear, se caracterizó reológicamente a la glicerina sin partículas en el reómetro marca Haake modelo RT20 (Alemania). Se utilizó la geometría de paleta con 4 aspas ($d= 4$ cm y $h= 5.5$ cm) (Figura 3.1). La prueba consistió en una curva de flujo en la cual se aplicaron los siguientes intervalos de ascenso y descenso de la velocidad rotacional de paleta: $0.02 - 10$ rad/s y $0.02 - 30$ rad/s. El intervalo se dividió en 50 puntos de manera lineal y se realizó a una temperatura ambiente de 30 ± 1 °C.

Basándose en esta geometría, se calcularon las constantes del esfuerzo de corte (k_σ) y de velocidad de corte (k_γ) necesarias para aplicar la analogía en cilindros concéntricos y validar el método a seguir. Se determinaron en función de las siguientes ecuaciones (Steffe, 1992):

$$k_\sigma = \frac{1 + \alpha^2}{4\pi(h + h_0)R_c^2} \quad (3.1)$$

$$k_\gamma = \frac{1 + \alpha^2}{\alpha^2 - 1} \quad (3.2)$$

donde h : altura de la paleta (m), h_0 : altura que cuantifica en la paleta los efectos terminales en relación al fondo del recipiente (m), R_b : radio de la paleta (m), R_c : radio efectivo del recipiente (m) y $\alpha = R_c/R_b$. Cabe mencionar que h_0 es despreciable ya que la paleta se coloca a 3.5 cm del fondo del recipiente, evitando así los efectos terminales.

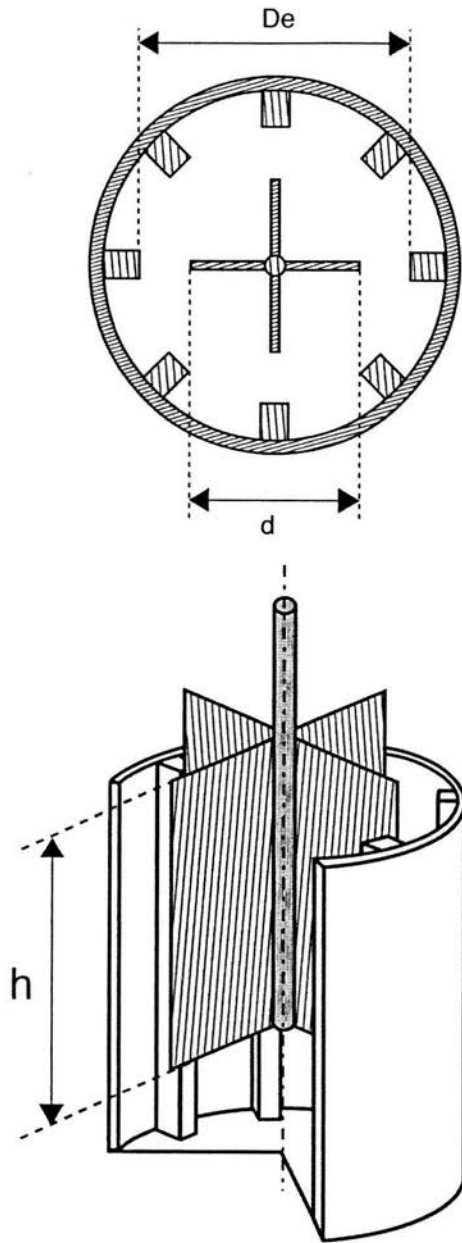


Figura 3.1. Vista superior y corte del recipiente y geometría de paleta empleados.

3.4 CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE LOS FLUIDOS

Las propiedades de flujo del aceite multigrado y de la glicerina se determinaron en el reómetro marca Haake modelo RT20 (Alemania) en un cilindro Z40 ($d=4$ cm y $h=5.5$ cm) (ver Figura 1.1). Se aplicaron dos programas: el primero, de ascenso-descenso de la velocidad de corte ($1 - 50$ s⁻¹) durante 30 s y el segundo, una curva de flujo estacionario con el mismo intervalo de velocidad de corte en donde se establecieron 30 s como tiempo máximo de espera para alcanzar el estado estacionario o el 5% de diferencia en la lectura. Los dos programas se realizaron a una temperatura de 24 ± 1 °C.

La bebida comercial se caracterizó reológicamente en el reómetro marca Paar Physica modelo LS100 (E.U.A.) utilizando la geometría DG1 de doble cilindro concéntrico ($R_1=2.2$ cm, $R_2=2.3$ cm, $R_3=2.4$ cm, $R_4=2.5$ cm y $h=3.6$ cm) a una temperatura de 24 ± 1 °C (ver Figura 1.2). Inicialmente, se realizaron 2 pruebas dinámicas de corte oscilatorio de amplitud pequeña. La primera, con una amplitud de torque de 1×10^{-3} a 5×10^{-3} mNm a una frecuencia constante de 0.1 Hz con el fin de delimitar la zona de viscoelasticidad lineal. La segunda, con una amplitud constante de torque equivalente a 2×10^{-3} mNm y a una frecuencia de 0.05 a 1 Hz. Después, sobre la misma muestra se aplicaron curvas de flujo de corte estacionario en las cuales se mantuvo el torque constante por 15 s durante un intervalo de 1×10^{-3} a 1 mNm y otro de 1 a 1×10^{-3} mNm.

3.5 CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE LOS MODELOS DE SUSPENSIÓN

3.5.1 CARÁCTERÍSTICAS DEL SISTEMA EMPLEADO

El sistema empleado para la caracterización reológica de los 4 modelos de suspensión estudiados consistió en lo siguiente:

- reómetro marca Haake modelo RT20 (Alemania) con interfase Windows® en el cual es posible programar curvas de flujo en rampa o de flujo estacionario;

en éstas últimas se establece un tiempo máximo de espera para alcanzar el estado estacionario o un porcentaje de diferencia en la lectura. Se puede controlar el esfuerzo y medir la velocidad de corte o controlar el torque y medir la velocidad rotacional.

- geometría de paleta con 4 aspas ($d= 4$ cm, $h= 5.5$ cm)
- recipiente enchaquetado de acrílico transparente con una capacidad de 638 mL y un diámetro efectivo (D_e) de 8 cm; cuenta con 8 deflectores de 1 cm de espesor distribuidos equidistantemente a 2 cm, uno del otro

En todos los casos se utilizaron 500 mL de suspensión que corresponden a una altura de 9 cm en la escala que va desde el fondo hasta la superficie del recipiente. La paleta se colocó a 3.5 cm del fondo de éste (Figura 3.1).

3.5.2 MODELOS PARTÍCULAS-AGUA Y PARTÍCULAS-ACEITE

Para estos modelos de suspensión, se determinó la velocidad de rotación de paleta en función del tiempo a un torque constante. Las pruebas se realizaron a temperatura ambiente (24 ± 1 °C) y se aplicó un programa que consistió en las siguientes etapas:

- **PRETRATAMIENTO**

Se realizó en dos segmentos. En el primero se aplicó un torque constante de 2.212×10^{-3} Nm durante 60 s con la finalidad de mover todas las partículas. En el segundo segmento se mantuvo el mismo torque a una frecuencia de 1 Hz por un periodo de 60 s, para permitir que las partículas flotaran o sedimentaran de la misma manera, según el modelo de suspensión. Así se aseguró que las condiciones iniciales fueran similares para todos los experimentos, esto es, que las partículas presentaran el mismo acomodo y posición inicial.

- **TRATAMIENTO**

En esta etapa se empleó un torque constante y se midió la evolución de la velocidad rotacional de la paleta en función del tiempo. Los torques aplicados fueron 1.106×10^{-3} y 4.423×10^{-3} Nm ya que permitieron que las partículas sedimentadas o flotantes se distribuyeran uniformemente por toda la fase continua. Es en esta etapa de la prueba donde se llevó a cabo la videograbación del experimento para su posterior análisis con el PIV.

3.5.3 MODELOS PARTÍCULAS-GLICERINA Y PARTÍCULAS-BEBIDA

Para el modelo partículas-glicerina, las pruebas se llevaron a cabo a una temperatura ambiente de 30 ± 1 °C y para el de partículas-bebida de 24 ± 1 °C. Para ambos se aplicó un programa que consistió en 3 segmentos:

- **SEGMENTO 1:** Se trata de una curva de flujo ascendente en la cual se aplican los siguientes intervalos de velocidad rotacional de paleta: 0.02 - 10, 0.02 - 20 y 0.02 - 30 rad/s durante 120 s. El intervalo se dividió en 50 puntos de manera lineal.
- **SEGMENTO 2:** Se refiere a una curva de flujo descendente durante la cual se aplican los siguientes intervalos de velocidad rotacional de paleta: 10 - 0.02, 20 - 0.02 y 30 - 0.02 rad/s en 120 s de manera lineal. El intervalo se dividió en 50 puntos.
- **SEGMENTO 3:** Es una curva de flujo estacionario en la cual se aplican los mismos intervalos ascendentes de velocidad rotacional de paleta (0.02 - 10, 0.02 - 20 y 0.02 - 30 rad/s); se establecieron 30 s como tiempo máximo de espera para alcanzar el estado estacionario o el 5% de diferencia en la lectura. El intervalo se dividió logarítmicamente en 30 puntos.

3.6 VELOCIMETRÍA DE IMAGEN DE PARTÍCULA

El programa computacional utilizado fue el FlowMap® (Dantec Measurement Technology A/S, Dinamarca) del Instituto de Investigaciones en Materiales (IIM) de la UNAM. La secuencia y parámetros de análisis se detallan en los siguientes apartados.

3.6.1 VIDEOGRABACIÓN DE LA EXPERIMENTACIÓN

Se realizó la videograbación de la caracterización reológica de todos los modelos de suspensión con una cámara digital formato Hi-8 marca Sony (Argentina) a una velocidad de 30 cuadros/s. Se hicieron tomas laterales del recipiente conteniendo a la suspensión, de frente al reómetro y enfocándose al área de interés. El recipiente cuenta con una escala vertical que se procuró incluir en las tomas. De esta forma la visualización del flujo de partículas fue posible. Se iluminó al equipo con luz incandescente a través de una pantalla.

Para utilizar la técnica de PIV no fue necesario sembrar partículas a las fases continuas ni utilizar un rayo láser debido a las características de los modelos de suspensión estudiados, esto es, las mismas partículas de los modelos sirvieron como trazadores del fluido.

3.6.2. PRETRATAMIENTO DE IMÁGENES

a) DIGITALIZACIÓN DE CUADROS DE IMÁGENES

En el FlowMap® así como en otros programas similares, es necesario trabajar con cuadros de imágenes. Para esto, las videograbaciones se digitalizaron con el programa XCAP® Imaging (Epix, E.U.A.) del IIM para obtener cuadros de imágenes. Éstos se manipularon bajo el formato "jpeg" (Joint Photographic Experts Group), mecanismo estandarizado de compresión de imágenes.

b) ENMASCARILLADO DE IMÁGENES

Para obtener datos más representativos en las subsecuentes etapas, se enmascararon algunos cuadros de imágenes, esto es, se eliminaron ciertas regiones (Figura 3.2). En algunos casos, fue necesario enfocarse al área específica entre dos deflectores del recipiente que contiene al modelo de suspensión; en otros, sólo se eliminaron las áreas donde la imagen no era nítida o de buena calidad. También, se eliminaron las áreas prescindibles o en las cuales no aparecían partículas.



Figura 3.2. Cuadro de imagen enmascarillada.

3.6.3 CORRELACIÓN CRUZADA DE IMÁGENES

Los cuadros de imágenes, enmascarillados o no, se dividieron en áreas de interrogación. Entre cada una de éstas fue posible observar un desplazamiento promedio de las partículas en estudio. Para cada área de interrogación se correlacionó al primer y segundo cuadros mediante el proceso de FFT para estimar tal desplazamiento. Al realizar este análisis para todas las áreas de interrogación se produjo un mapa de vectores de los desplazamientos promedio de las partículas. Se dividió este mapa entre el tiempo conocido entre

cuadros, en este caso 1/30 s, y se obtuvo un mapa original o en bruto de vectores de velocidad (Figura 3.3). Los parámetros utilizados para la correlación cruzada de imágenes fueron:

- tamaño del área de interrogación: 32 x 32 píxeles
- superposición de cuadros: 50%
- filtro: Top Hat; $k = 0.75$, ancho = $1/k^2 = 1.8$



Figura 3.3. Mapa de vectores de velocidad en bruto.

3.6.4 VALIDACIÓN DEL MÉTODO

Se utilizó el método de validación de velocidad promedio mediante el cual se validan o rechazan vectores a partir de una comparación entre vectores vecinos. Los vectores rechazados se sustituyeron por vectores estimados de los valores circunvecinos. La validación se realizó en el límite del área de interrogación. Los parámetros fueron los siguientes:

- tamaño del área: 5x5 píxeles
- factor de aceptación: 0.1
- número de iteraciones: 4

3.6.5 FILTRADO DE MAPAS DE VELOCIDAD

El tipo de filtrado utilizado fue el de velocidad promedio. Éste sustituye cada vector con el promedio de los vectores pertenecientes a una vecindad específica de tamaño $m \times n$. El tamaño que se utilizó fue de 5 x 5 píxeles.

Los parámetros anteriores fueron utilizados para la mayor parte de los mapas de vectores de velocidad obtenidos; sin embargo, en ocasiones fue necesario modificarlos para conseguir resultados representativos.

Después de este tratamiento, se obtuvieron mapas validados de vectores de velocidad como el de la Figura 3.4.



Figura 3.4. Mapa de vectores de velocidad validado.

3.6.6 ESTADÍSTICAS VECTORIALES

Siguiendo en la lógica de lograr datos representativos del comportamiento de las partículas en las suspensiones, en esta etapa se llevó a cabo un análisis adicional que consistió en obtener la media de ciertos parámetros de interés. El programa FlowMap® de PIV promedia 30 mapas de vectores de velocidad, equivalentes a 1 s de grabación en tiempo real, ya validados y filtrados. Asimismo, calcula el vector de velocidad promedio así como la desviación estándar de la media y el coeficiente de correlación para cada posición; incluye todos los vectores. A partir de este mapa estadístico resultante se continuó con el análisis de PIV.

3.6.7 FRENTE DE AVANCE DE PARTÍCULAS

Los mapas de velocidad también se pueden manejar numéricamente; es posible obtener matrices a partir de éstos. Los datos que se incluyeron en las matrices fueron la posición de las partículas en los ejes **X** y **Y**, así como los componentes de velocidad en estas dos direcciones. Con base en estas matrices se analizó el frente de avance de las partículas con respecto al tiempo. Se estudió cómo se desplazan las partículas al momento de aplicarles un torque hasta que el flujo se estableció.

Este análisis sólo se realizó para el modelo partículas-agua ya que para el de partículas-aceite la fase continua (aceite) era muy opaca para permitir la identificación de las partículas. En el resto de los modelos, las partículas se encontraban suspendidas uniformemente, por lo que no se puede hablar de un frente de avance en estricto sentido. Se estudió únicamente el frente de avance durante el tratamiento de la prueba reológica (3.5.2) por ser la etapa de interés. Debido a que este proceso se realizó cuadro por cuadro y a que involucra una gran cantidad de datos, sólo se consideró el periodo de tiempo necesario para poder visualizar la homogeneización de las partículas en la fase continua (aproximadamente 2 s).

3.6.8 PATRONES DE FLUJO

Se obtuvieron los patrones de flujo correspondientes a los mapas de velocidad de los 4 modelos de suspensión estudiados. El parámetro utilizado fue de un 50% de líneas de flujo para todos los casos. Este análisis se llevó a cabo durante determinados periodos de interés en las pruebas reológicas: al inicio, mitad y término del tratamiento (3.5.2) para los modelos partículas-agua y partículas-aceite, y para la curva de ascenso (3.5.3) en el resto de los modelos de suspensión. Estos patrones de flujo se calcularon para estudiar el comportamiento de las partículas y su influencia en las distintas fases continuas y visualizarlas gráficamente..

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 PROPIEDADES FÍSICAS DE LOS MATERIALES

Las propiedades físicas de las partículas seleccionadas para conformar los modelos de suspensión se resumen en el Cuadro 4.1.

Cuadro 4.1. Propiedades físicas de las partículas milimétricas seleccionadas.

| PARTÍCULA | DENSIDAD A 24° C (kg/m ³) | DIÁMETRO DEL CÍRCULO EQUIVALENTE (mm) | ESFERICIDAD |
|--|---|--|-------------|
| semiesférica de resina de ionómero ¹ | 948 ± 8.4 | 4.1 ± 0.14 | 0.83 |
| semiesférica de gelatina | 1028 ± 78.1 | 4.1 ± 0.31 | ≈ 1 |
| esférica de acetato ² | 1280 | 1 ± 0.002 | 1 |

¹ Partículas recubiertas con esmalte acrílico en aerosol para fines de contraste.

² Valores especificados por el proveedor.

La densidad relativa medida de las fases continuas empleadas se muestra en el Cuadro 4.2.

Cuadro 4.2. Densidad relativa de las fases continuas.

| FLUIDO | DENSIDAD RELATIVA |
|-----------------------------|---------------------------------|
| agua destilada ¹ | 1 |
| aceite multigrado | 0.882 ± 0.0005 |
| glicerina | 1.2339 ± 0.0468 |
| bebida comercial | 1.0327 ± 7.5 x 10 ⁻⁵ |

¹Dato bibliográfico (Perry, 1987).

El Cuadro 4.3 presenta la relación entre las densidades de partícula y de la fase continua para cada modelo de suspensión estudiado.

Cuadro 4.3. Relación de densidades entre fases continuas y partículas.

| MODELO DE SUSPENSIÓN | DENSIDAD DE PARTÍCULA (kg/m ³) | DENSIDAD DE LA FASE CONTINUA (kg/m ³) | DIFERENCIA EN DENSIDADES (%) |
|----------------------|--|---|------------------------------|
| partículas-agua | 948 ± 8.4 | 1000 | 5.5 |
| partículas-aceite | 948 ± 8.4 | 882 ± 0.0005 | 6.9 |
| partículas-glicerina | 1280 | 1233.9 ± 0.0468 | 3.6 |
| partículas-bebida | 1028 ± 78.1 | 1032.7 ± 7.5 x 10 ⁻⁵ | 0.5 |

La mayor diferencia en densidades se presenta en el modelo partículas-aceite en donde las partículas sedimentan desde el momento de su introducción en la fase continua. Para el modelo partículas-agua también se aprecia una considerable diferencia, pero en este caso las partículas flotan desde que se adicionan a la fase continua. En el modelo partículas-glicerina se observa que existe una diferencia significativa en densidades; sin embargo, gracias a la alta viscosidad de la glicerina, las partículas se distribuyen uniformemente en ésta. En cuanto al modelo partículas-bebida, la diferencia es mínima, por lo que también las partículas se suspenden por toda la fase continua.

4.2 VALIDACIÓN DE LA GEOMETRÍA DE PALETA

La Figura 4.1 corresponde a las pruebas reológicas aplicadas a la glicerina sin partículas para la validación de la geometría de paleta a 30 ± 1 °C. La glicerina presentó un comportamiento similar al ser caracterizada en cilindros concéntricos (Figura 4.4) y paleta, esto es, un comportamiento lineal al flujo. No obstante, en esta última, dicho comportamiento se presenta hasta alcanzar los 20 rad/s; a partir de este punto, se aprecia una ligera curvatura. No se observaron bucles de histéresis.

Asimismo, se calcularon los valores para las constantes del esfuerzo de corte (k_t) y de la velocidad de corte (k_v) a partir de las ecuaciones 3.1 y 3.2, para la geometría de paleta. Los resultados se muestran en el Cuadro 4.4.

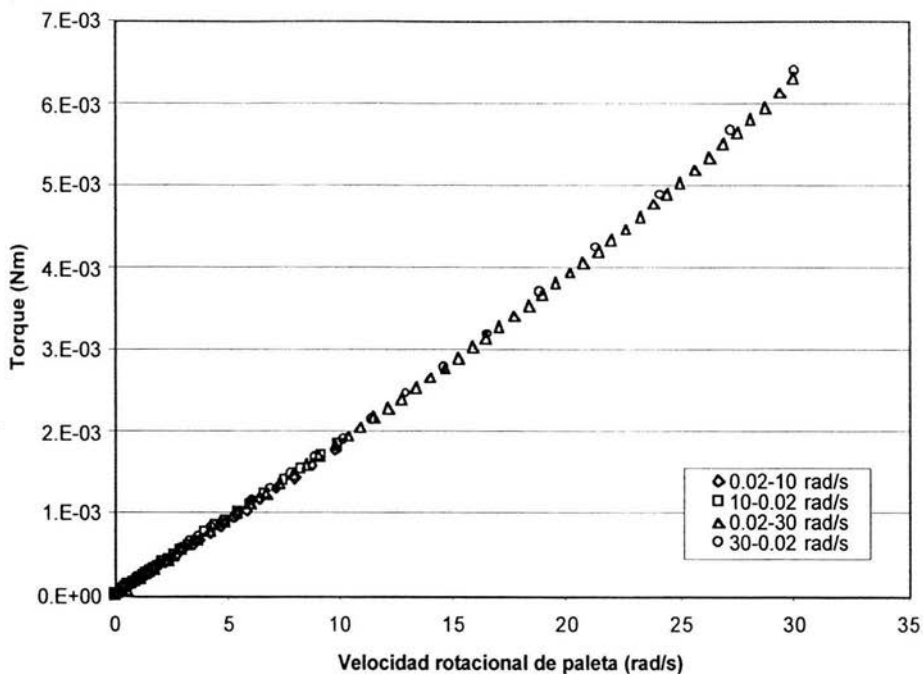


Figura 4.1. Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para la glicerina.

Cuadro 4.4 Valores para las constantes de esfuerzo de corte y velocidad de corte.

| | |
|--------------|--------------------------|
| k_{τ} | 4521.447 m ⁻³ |
| k_{γ} | 1.667 |

Haciendo uso de estas constantes y con base en la analogía de cilindros concéntricos para la geometría de paleta, se obtuvo la curva de flujo de la glicerina (Figura 4.2) donde se aprecia que su comportamiento al flujo sigue siendo lineal y que tampoco presenta un bucle de histéresis. Al comparar ambas curvas, se confirma lo anterior. A partir de estos datos se calculó la viscosidad de la glicerina a 30 ± 1 °C con la geometría de paleta que corresponde a $0.59 \text{ Pa s} \pm 0.141$, mientras que en cilindros concéntricos fue de $0.56 \text{ Pa s} \pm 0.0354$, a la

misma temperatura. Con base en los resultados obtenidos, la geometría de paleta es válida para caracterizar reológicamente a los modelos de suspensión en estudio con un margen de error del 5.35%.

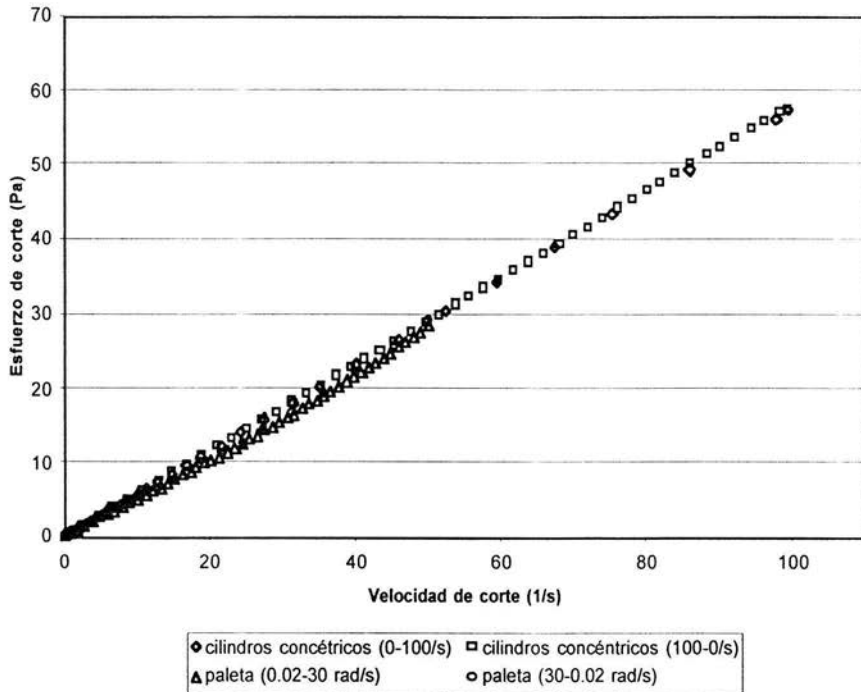


Figura 4.2. Caracterización reológica de la glicerina en cilindros concéntricos y paleta.

Para verificar que se trabajó en régimen laminar durante la validación de la geometría de paleta, se calcularon los números de la potencia y de Reynolds para la caracterización de la glicerina, con base en las siguientes ecuaciones (Steffe, 1992):

$$N_{Po} = \frac{P}{\rho \Omega^3 d^5} \quad (4.1)$$

$$N_{Re} = \frac{\rho \Omega d^2}{\mu} \quad (4.2)$$

$$P = M\Omega \quad (4.3)$$

donde N_{Po} : número de la potencia, P : potencia del mezclador, en este caso la paleta (Nm/s), ρ : densidad del fluido (kg/m^3), Ω : velocidad rotacional de paleta (rad/s), d : diámetro de la paleta (m), N_{Re} : número de Reynolds, μ : viscosidad (Pa s) y M : torque (Nm).

Generalmente se acepta que existe el flujo laminar para $N_{Re} < 63$ y se asegura el flujo turbulento cuando $N_{Re} > 63000$. La región de transición es amplia y depende particularmente del sistema en cuestión (Steffe, 1992). En la Figura 4.3 se observa que para el intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 30 rad/s, $0.1 < N_{Re} < 106$; por tanto, se corrobora que se llevó a cabo el experimento dentro de la región de transición, muy lejana a la de turbulencia. Al comparar con el comportamiento al flujo del agua con la geometría de paleta, se aprecia que se encuentra cerca del régimen turbulento, ya que $8870 < N_{Re} < 25132$.

4.3 CARACTERIZACIÓN REOLÓGICA DE LOS FLUIDOS

4.3.1 ACEITE MULTIGRADO Y GLICERINA

En la Figura 4.4 se muestra el comportamiento al flujo que presentaron el aceite multigrado y la glicerina al ser caracterizados reológicamente con la geometría de cilindros concéntricos a 24 ± 1 °C. Se observa que la glicerina tiene un comportamiento lineal al flujo y no presenta bucle de histéresis. La viscosidad obtenida a partir de las curvas de flujo estacionario para la glicerina y

el aceite multigrado es de $0.75 \text{ Pa s} \pm 0.14$. y $0.199 \text{ Pa s} \pm 0.013$, respectivamente. De la misma manera que la glicerina, el aceite también se comporta como un fluido newtoniano pero presenta una menor viscosidad.

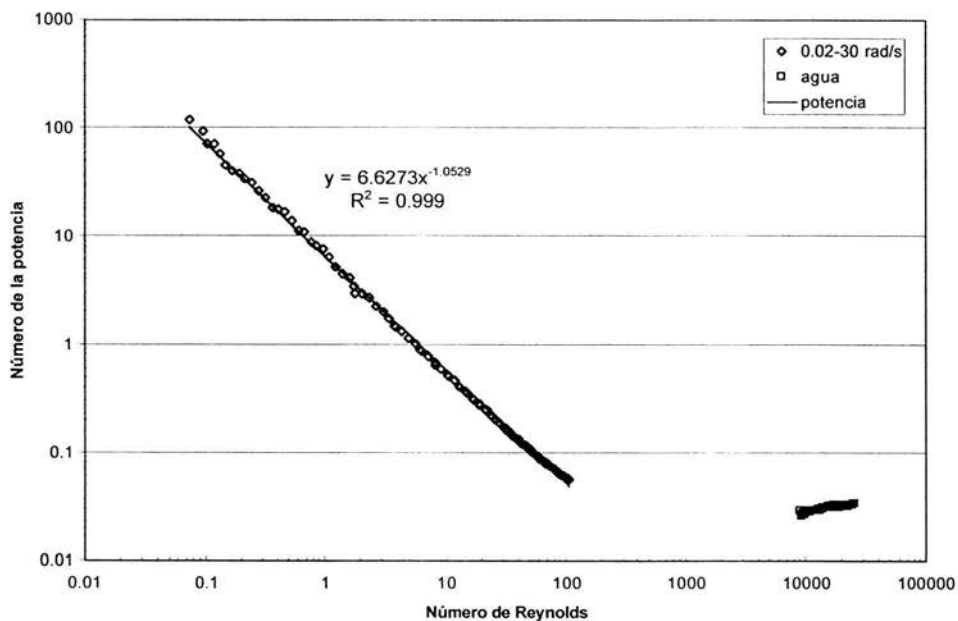


Figura 4.3. Número de la potencia en función del número de Reynolds para la glicerina con la geometría de paleta.

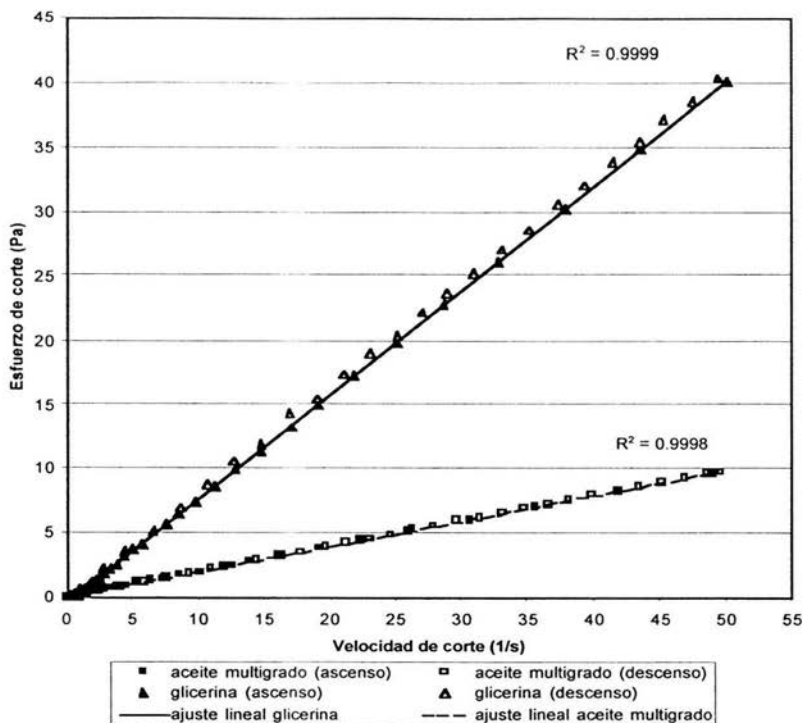


Figura 4.4. Curvas de flujo para el aceite multigrado y la glicerina.

4.3.2 BEBIDA COMERCIAL

Las Figuras 4.5 y 4.6 presentan los resultados de las pruebas dinámicas de corte oscilatorio realizadas a la bebida comercial a 24 ± 1 °C. En la Figura 4.5 se observa el barrido de esfuerzo que permite determinar la zona de viscoelasticidad lineal, en donde el módulo elástico de la bebida comercial (G') es aproximadamente constante, mientras que el módulo viscoso (G'') aumenta en el intervalo estudiado. Por tanto, la zona de viscoelasticidad lineal se encuentra entre los 0.007 y 0.015 Pa.

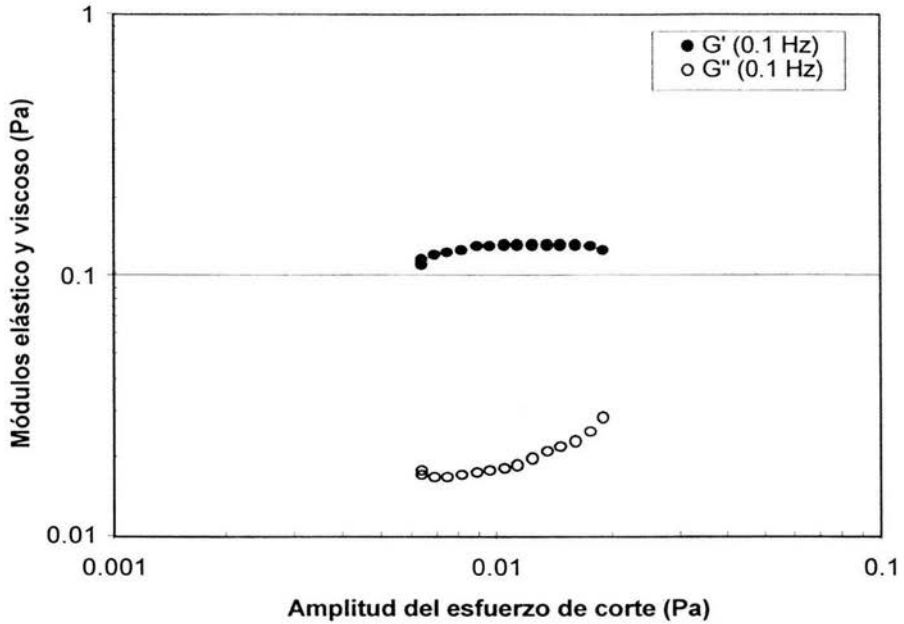


Figura 4.5. Módulos elástico (G') y viscoso (G'') en función de la amplitud del esfuerzo de corte oscilatorio para la bebida comercial.

En la Figura 4.6, el espectro mecánico indica un predominio del comportamiento elástico (G') sobre el viscoso (G'') en el intervalo de frecuencia estudiado, que corresponde a la zona de viscoelasticidad lineal, similar al obtenido en mezclas de gelana-xantana al 0.1% (Martínez-Padilla *et al.*, 2004). El módulo elástico presenta poca dependencia con la frecuencia, característico de los fluidos estructurados ($G' \sim \omega^{0.05}$). Por el contrario, el módulo viscoso presenta una mayor dependencia de la frecuencia ($G'' \sim \omega^{0.53}$).

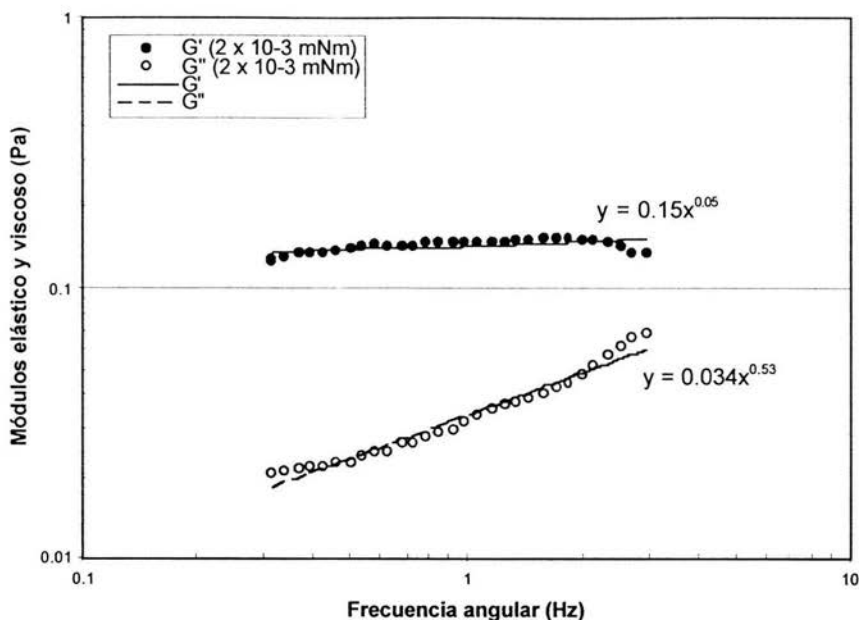


Figura 4.6. Módulos elástico (G') y viscoso (G'') en función de la frecuencia angular a esfuerzo de corte oscilatorio constante para la bebida comercial.

Tal comportamiento reológico explica el que este fluido suspenda las partículas milimétricas. Es probable que la formulación de la bebida comercial contenga un polisacárido (como la goma gelana) como estabilizante, el cual forme una red tridimensional que soporte a las partículas de gelatina y las mantenga en suspensión. Una vez destruida esta red, el fluido viscoelástico se comporta como newtoniano de baja viscosidad, como se observa en la Figura 4.7.

La Figura 4.7 muestra la curva de flujo en condiciones de corte estacionario realizada a este fluido viscoelástico con la geometría de doble cilindro concéntrico a 24 ± 1 °C. Esta prueba se realizó controlando el esfuerzo de corte. La bebida comercial no presentó flujo en velocidades inferiores a 20 s^{-1} al aumentar progresivamente el esfuerzo de corte. Cuando se sobrepasaron 0.14 Pa (esfuerzo de fluencia), el instrumento detectó velocidades de corte entre

20 y 800 s⁻¹. Al estimar la viscosidad respectiva, se observa que ésta disminuye en función de la velocidad de corte. Sin embargo, el límite de velocidad para no alcanzar el régimen turbulento en el doble cilindro concéntrico utilizado es de 81 s⁻¹ para viscosidades de 10 mPa s y de 24 s⁻¹ para viscosidades de 3 mPa s calculado como propone Nakken *et al.* (2001), con base en las siguientes ecuaciones:

$$\left(\frac{\rho\omega_{\text{crit}}}{\eta}\right)^2 = \frac{(\delta+1)\Pi^4}{2(\delta-1)^3 R_3^4} F_0 \quad (4.4)$$

donde ρ : densidad del fluido (kg/m³), ω_{crit} : velocidad angular crítica (rad/s), η : viscosidad del fluido (Pa s), R_1 y R_2 : radios externo e interno del cilindro estator (m), R_4 y R_3 : radios externo e interno del cilindro rotator (m) y

$$F_0 = \frac{1-0.652(\delta-1)}{0.00056+0.0571[1-0.652(\delta-1)]^2} \quad (4.5)$$

$$\delta = \frac{R_4}{R_3} = \frac{R_2}{R_1} \quad (4.6)$$

cuando $\delta < 1.3$. Por lo que se considera que una vez iniciado el flujo, la bebida comercial alcanzó el régimen turbulento, claramente evidenciado por el aumento en la viscosidad arriba de los 500 s⁻¹. Dichas condiciones de corte aplicado en la curva de ascenso ocasionaron, en primer lugar, la ruptura de la red tridimensional y después, una homogeneización del producto. Por esta razón, al realizar la prueba de descenso se observó una curva que define mejor el comportamiento de un material fluidificante al corte. También, se aprecia una ligera dependencia del fluido con el tiempo al no superponerse las curvas de ascenso y descenso.

Es importante remarcar los bajos niveles de viscosidad medidos, de 5 a 20 mPa s, así como los límites para el esfuerzo de corte controlados por el sensor de esta geometría, los cuales dependen del intervalo del torque permitido (0.001 a 10 mNm).

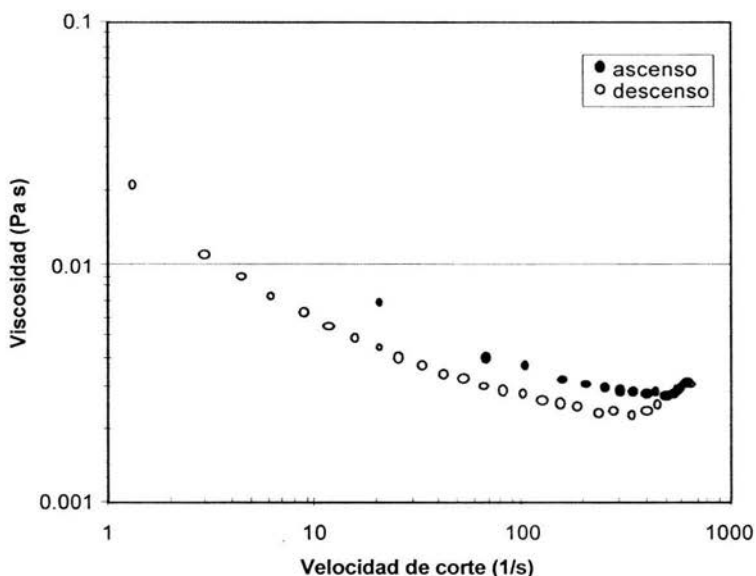


Figura 4.7. Curva de flujo en condiciones de corte estacionario para la bebida comercial.

Resultados similares de viscosidad en función de la velocidad de corte se obtuvieron en mezclas de xantana-gelana al 0.1% (Martínez-Padilla *et al.*, 2004), siendo la gelana la que, al formar una red tridimensional a bajas concentraciones, permite suspender las partículas milimétricas, mientras que la xantana proporciona las características viscosas.

4.4 COMPORTAMIENTO DE FLUJO DE LOS MODELOS DE SUSPENSIÓN

4.4.1 MODELOS PARTÍCULAS-AGUA Y PARTÍCULAS-ACEITE

Las Figuras 4.8 y 4.9 se desprenden de la aplicación de un torque constante con la geometría de paleta a estos modelos de suspensión. En la Figura 4.8 se aprecia que en el primer segmento del pretratamiento, la velocidad rotacional de paleta se estabiliza rápidamente antes de los 30 s de iniciada la prueba y que tiende a permanecer constante para ambos modelos, verificando así que las partículas sufrieron el mismo acomodo en las fase continuas. Durante los primeros instantes del mismo segmento, se observa un incremento considerable de la velocidad rotacional que corresponde al tiempo de fluidización de las partículas en los dos casos. Este incremento es más evidente para el modelo partículas-aceite a pesar de ser el que tiene una mayor concentración de partículas de estos dos, pero en esta suspensión, las partículas se encontraban sedimentadas al inicio de la prueba. Dicho incremento pudiera deberse también a que en el aceite multigrado las partículas están lubricadas y por tanto, hay menos fricción entre ellas.

En cuanto al segundo segmento del pretratamiento (Figura 4.9), de manera aproximada se puede decir que en ambos modelos de suspensión predomina el comportamiento fluido, ya que la relación entre el módulo viscoso y el módulo elástico ($\tan \delta = G''/G'$) se encuentra por arriba de la unidad. Se considera aproximado ya que no se tiene la certeza de permanecer en la zona de viscoelasticidad lineal. Esto es consecuencia de la baja concentración de partículas en los dos modelos en relación a las suspensiones concentradas.

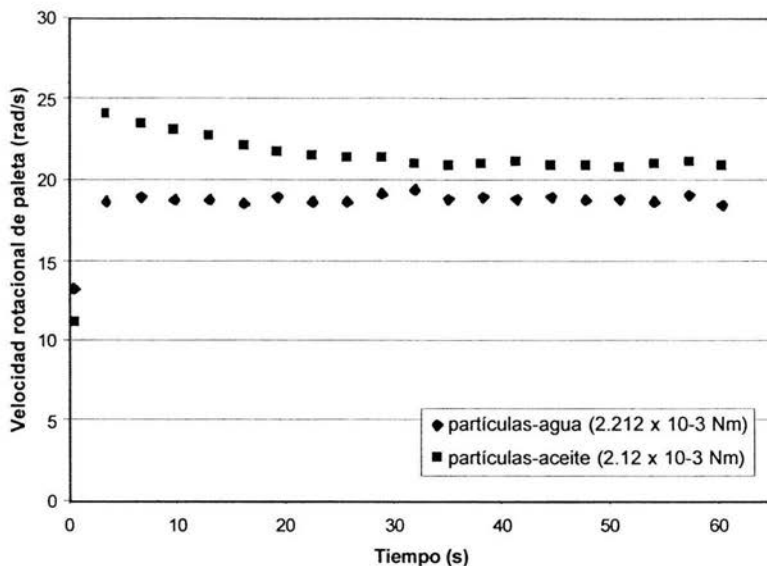


Figura 4.8. Velocidad rotacional de paleta a torque constante para los modelos partículas-agua y partículas-aceite.

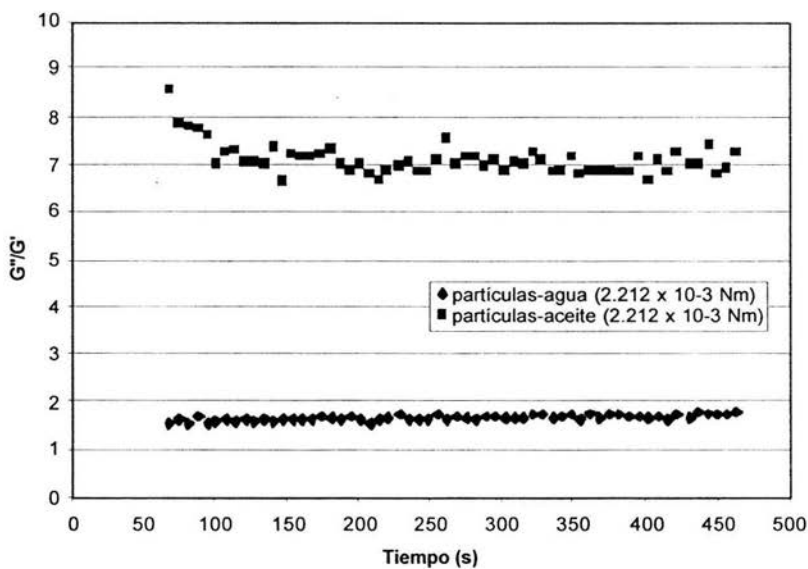


Figura 4.9. Relación G''/G' en función del tiempo a torque constante para los modelos partículas-agua y partículas-aceite.

No obstante, el modelo partículas-agua pudiera tener un comportamiento más viscoelástico ya que las partículas vuelven a flotar al comienzo del segundo segmento, esto es, están en contacto directo con la paleta. Al contrario, el modelo partículas-aceite exhibe un comportamiento más próximo al de un líquido debido a que las partículas están sedimentadas y no tienen contacto directo con la paleta al inicio de esta prueba reológica.

En la Figura 4.10 se observa que para los dos modelos de suspensión, la velocidad rotacional de paleta se mantiene relativamente constante durante toda la prueba a ambos torques. Sólomente para el modelo partículas-aceite se aprecia que la velocidad rotacional disminuye antes de los 15 s de iniciada la prueba a 4.423×10^{-3} Nm de torque y antes de los 25 s a un torque de 1.106×10^{-3} Nm, después permanece constante. Esto es consecuencia de que en dicho modelo las partículas vuelven a sedimentarse al inicio de esta prueba y no están en contacto directo con la paleta.

Al comparar, se observa que para el torque de 1.106×10^{-3} Nm, los dos modelos de suspensión presentan una velocidad rotacional de paleta similar. Al incrementar 4 veces el torque, es el modelo partículas-aceite el que exhibe una mayor velocidad rotacional, 2.5 veces más. Asimismo, se observa una respuesta más fluctuante a ambos torques en el modelo partículas-agua.

4.4.2 MODELO PARTÍCULAS-GLICERINA

La Figura 4.11 muestra la comprobación gráfica del programa utilizado en el primer segmento para la caracterización reológica de los modelos partículas glicerina y partículas-bebida con la geometría de paleta. Los intervalos de velocidad rotacional de paleta se seleccionaron en función de que permitieran la visualización del desplazamiento de las partículas en las fases continuas durante la experimentación y evitaran la incorporación de aire a tales velocidades. Se verificó que la velocidad rotacional de paleta fuera aplicada con el tiempo.

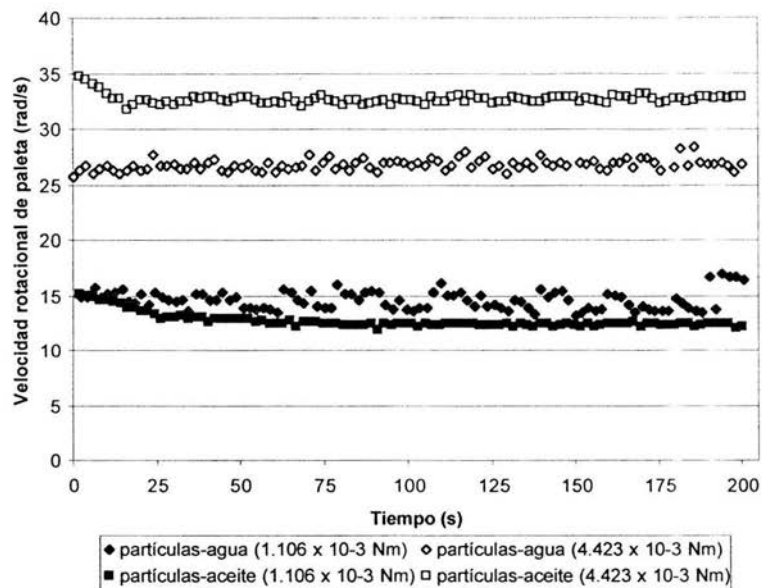


Figura 4.10. Velocidade rotacional de paleta em função do tempo a torque constante para os modelos partículas-água e partículas-óleo.

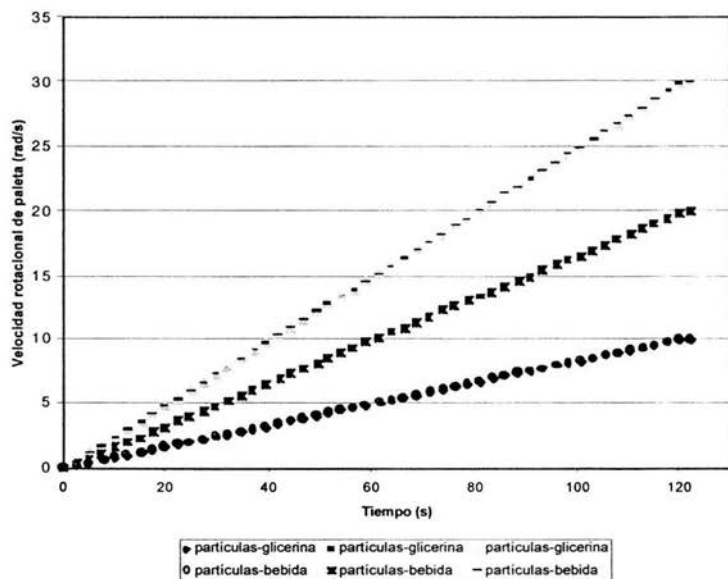


Figura 4.11. Velocidade rotacional de paleta em função do tempo para os modelos partículas-glicerina e partículas-bebida.

En las Figuras 4.12.a, 4.12.b y 4.12.c, se observa la respuesta del torque del modelo partículas-glicerina que fue similar para los 2 primeros intervalos de velocidad rotacional de paleta aplicados. La suspensión se comportó como un fluido newtoniano (respuesta lineal); sin embargo, las curvas de ascenso y descenso no se sobrepone en estos intervalos; caso contrario a la glicerina pura (Figura 4.4). Presentan un periodo de estabilización correspondiente a la curva de ascenso que, para todos los intervalos de velocidad rotacional, tuvo una duración de 120 s al igual que la de descenso. En este periodo las partículas milimétricas sufren un reacomodo en la fase continua por lo que en la curva de descenso ya se aprecia un comportamiento al flujo más próximo al equilibrio. La mejor respuesta se obtuvo para el intervalo más alto de velocidad (0-30 rad/s), al no sobreponerse ambas curvas. Se puede hablar de establecer una relación entre la velocidad rotacional de paleta y el tiempo de prueba de 0.25 rad/s^2 para observar resultados significativos en este tipo de suspensiones.

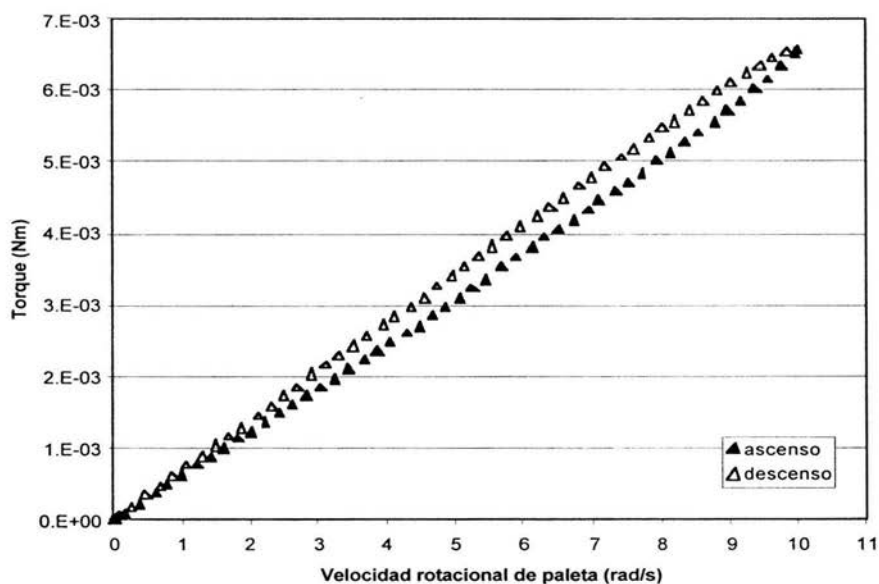


Figura 4.12.a. Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para el modelo partículas-glicerina en el intervalo de 0.02 a 10 rad/s.

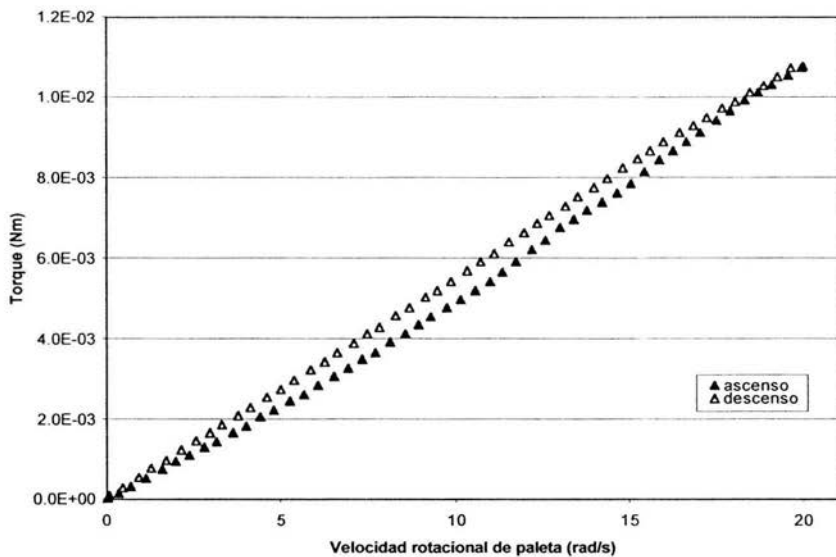


Figura 4.12.b. Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para el modelo partículas-glicerina en el intervalo de 0.02 a 20 rad/s.

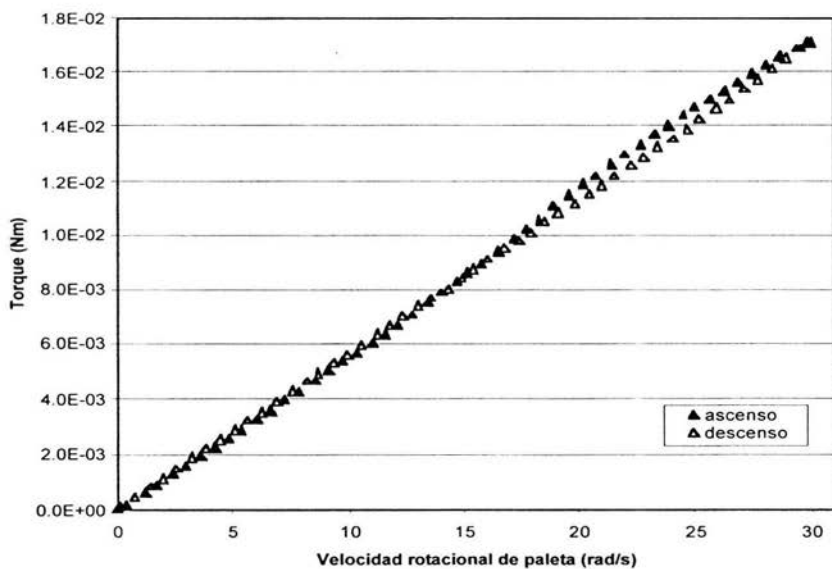


Figura 4.12.c. Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para el modelo partículas-glicerina en el intervalo de 0.02 a 30 rad/s.

La Figura 4.13 muestra las curvas de flujo estacionario para los 3 intervalos de velocidad aplicados. Se comprueba que la respuesta lineal es la misma, esto es, las curvas se sobreponen confirmando que se puede aplicar cualquiera de los programas propuestos a este tipo de suspensiones.

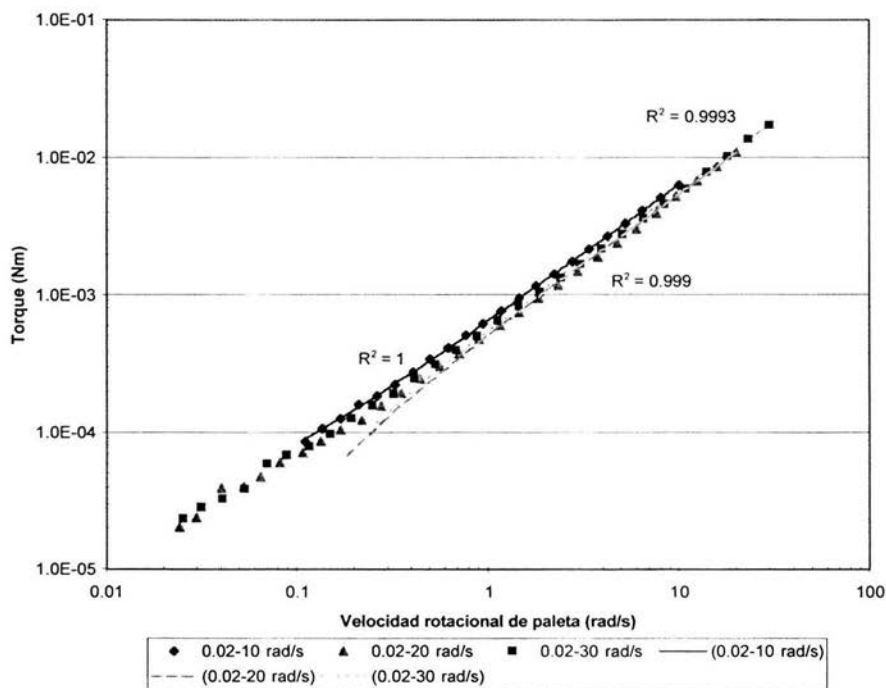


Figura 4.13. Torque en función de la velocidad rotacional de paleta en el estado estacionario para el modelo partículas-glicerina.

En la Figura 4.14 se aprecia la influencia que tuvieron las partículas en la viscosidad de la fase continua del modelo partículas-glicerina. A 30 ± 1 °C y para una concentración del 20% de partículas, la viscosidad calculada se incrementa de 0.59 Pa s a $1.58 \text{ Pa s} \pm 0.185$. Por tanto, la viscosidad relativa estimada experimentalmente es de 2.7.

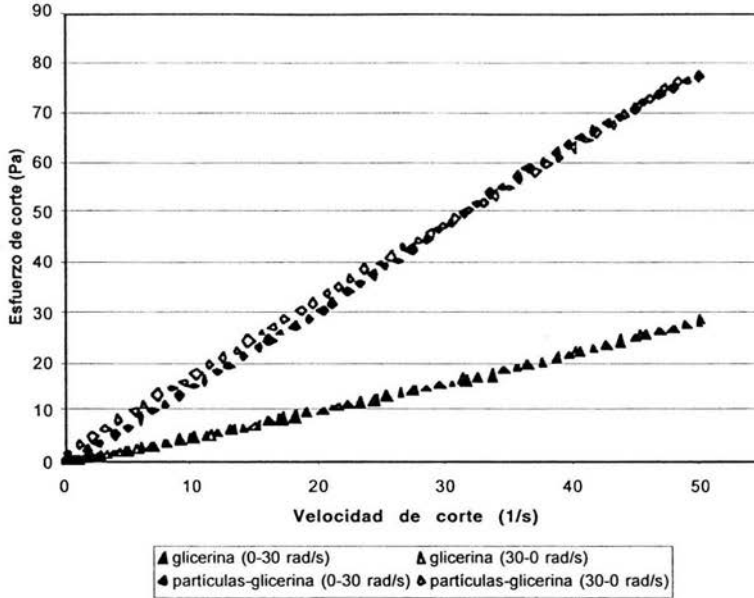


Figura 4.14. Curvas de flujo para la glicerina y el modelo partículas-glicerina.

Al respecto, es posible predecir la influencia de las partículas en la viscosidad de la fase continua a través de relaciones matemáticas como la que propone Happel (Martínez-Padilla *et al.*, 1999) para partículas esféricas en suspensiones semiconcentradas ($0.05 < \phi < 0.5$):

$$\eta_r = (1 + 5.5\phi) \left[\frac{4\phi^{7/3} + 10 - \left(\frac{84}{11}\right)\phi^{2/3}}{10\left(1 - \phi^{10/3}\right) - 25\phi\left(1 - \phi^{4/3}\right)} \right] \quad (4.7)$$

donde η_r : viscosidad relativa y ϕ : fracción volumen.

Con base en esta ecuación y considerando que para el modelo partículas-glicerina $\phi = 0.2$, la viscosidad relativa corresponde a 2.83, valor cercano al

obtenido experimentalmente (2.7) con un margen de error de 4.6%. Lo que comprueba que la geometría de paleta es adecuada para caracterizar reológicamente a este tipo de suspensiones.

4.4.3 MODELO PARTÍCULAS-BEBIDA

Las Figuras 4.15.a, 4.15.b y 4.15.c muestran la respuesta del torque de este modelo. Al inicio de la prueba se presenta un comportamiento no lineal al flujo, después se aprecia una respuesta lineal para los 3 intervalos de ascenso y descenso de la velocidad rotacional de paleta aplicados (0.02 – 10, 0.02 – 20 y 0.02 – 30 rad/s). La Figura 4.16 representa las curvas de flujo estacionario correspondientes a estos intervalos. Se verifica el comportamiento descrito al observar una respuesta lineal a partir de los 4 rad/s en los 3 intervalos de velocidad. El modelo partículas-bebida se comportó como un fluido newtoniano de baja viscosidad como se aprecia al comparar con la respuesta al flujo del agua bajo las mismas condiciones. Se confirma el rompimiento de la red tridimensional que soporta a las partículas a esta concentración (8.5%), a partir de dicha velocidad rotacional.

Los factores que determinaron que las partículas se suspendieran en los modelos partículas-glicerina y partículas-bebida fueron las propiedades reológicas de las fases continuas, así como la densidad de partícula. En el primero, éstas se distribuyeron uniformemente en toda la fase continua debido a la alta viscosidad de la glicerina y a la proximidad de densidades entre las partículas y el fluido. En el segundo, la suspensión de las partículas fue posible gracias a la red tridimensional que se considera presentó el fluido viscoelástico y a que las densidades de partícula y fase continua también son similares. En cuanto a los otros dos modelos, no se logró la suspensión de partículas ya que las fases continuas son fluidos de baja viscosidad y sus densidades son distantes (Cuadro 4.3).

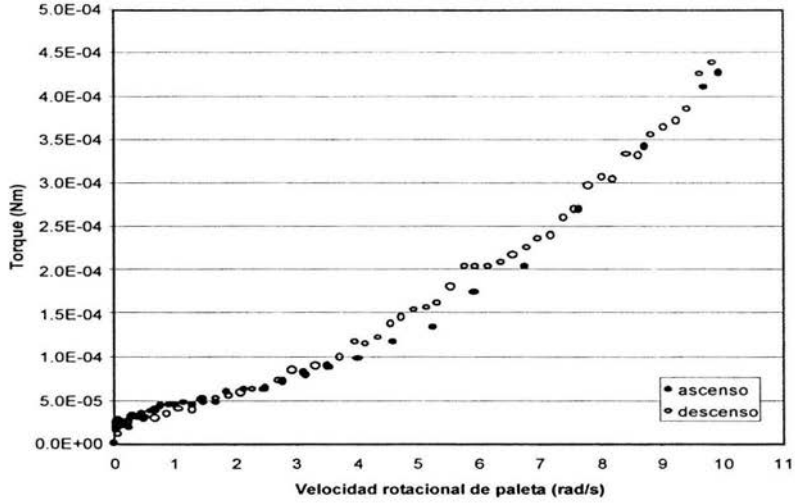


Figura 4.15.a. Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para el modelo partículas-bebida en el intervalo de 0.02 a 10 rad/s.

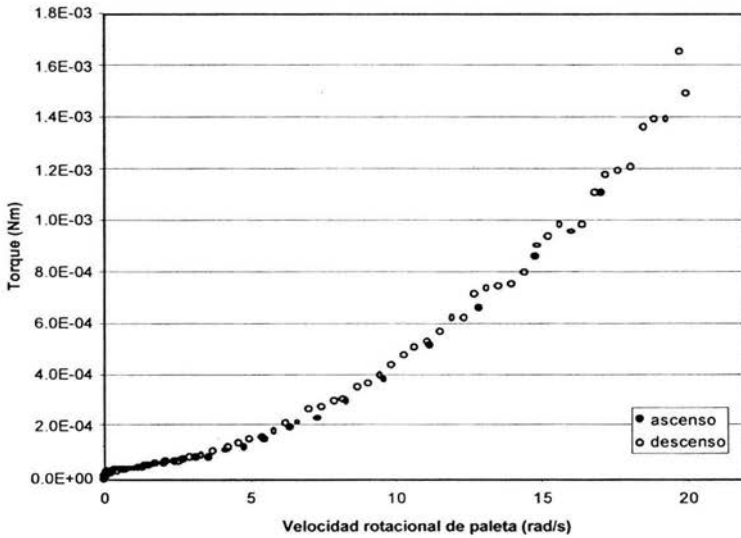


Figura 4.15.b. Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para el modelo partículas-bebida en el intervalo de 0.02 a 20 rad/s.

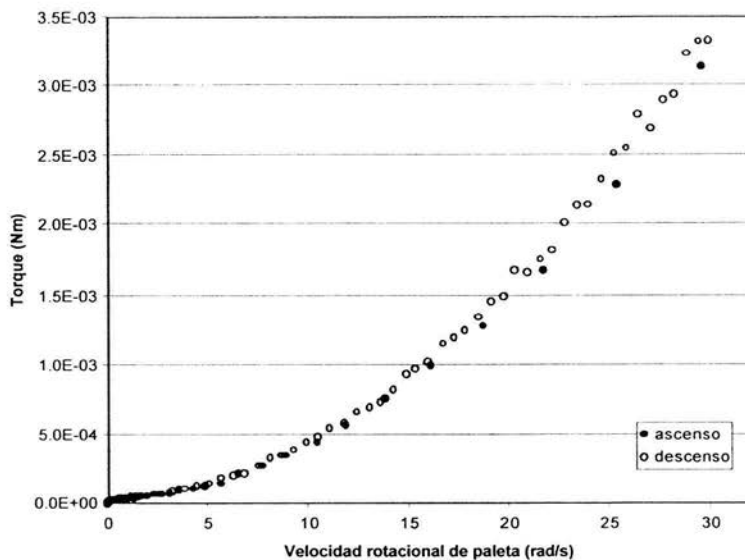


Figura 4.15.c. Torque en función de la velocidad rotacional de paleta para el modelo partículas-bebida en el intervalo de 0.02-30 rad/s.

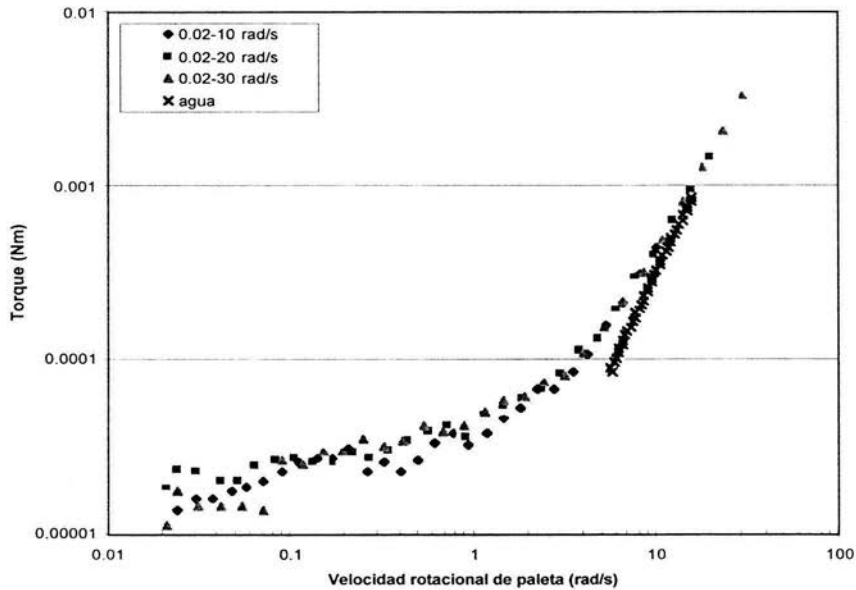


Figura 4.16. Curvas de flujo estacionario para el modelo partículas-bebida.

4.5 VELOCIMETRÍA DE IMAGEN DE PARTÍCULAS

4.5.1 FRENTE DE AVANCE DE LAS PARTÍCULAS

El frente de avance de las partículas en el modelo partículas-agua se muestra en la Figura 4.17. El eje de las Y corresponde a la escala del recipiente. Al inicio de la prueba reológica todas las partículas se encuentran flotando en la superficie del fluido a 25 y 30 mm del fondo del recipiente. Se observa que conforme avanza el tiempo, las partículas se desplazan paulatinamente hacia el fondo de éste, empujadas por el movimiento rotatorio de la paleta, hasta alcanzarlo. Después se distribuyen uniformemente en toda la fase continua y permanecen en constante movimiento. También se aprecia que a un torque mayor (4.423×10^{-3} Nm), el tiempo en el que alcanzan el fondo del recipiente es menor y la velocidad con la que avanzan las partículas aumenta.

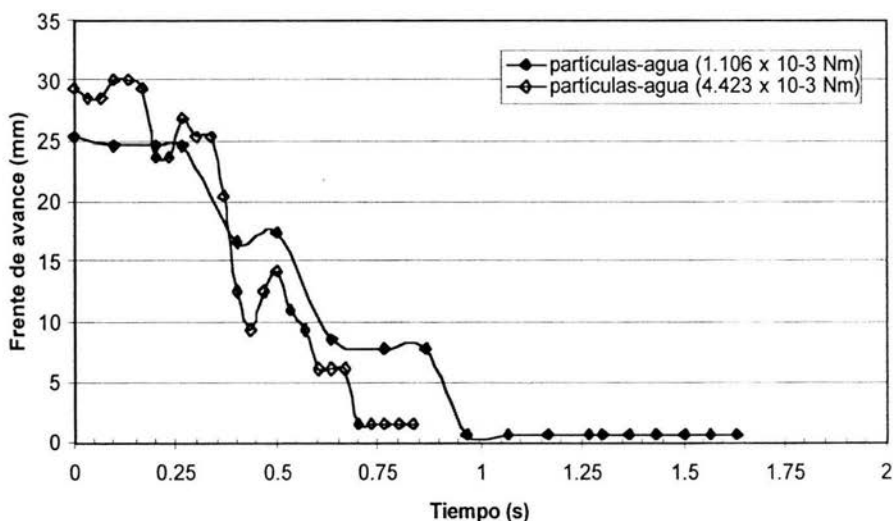


Figura 4.17. Frente de avance de partículas en función del tiempo para los torques aplicados en el modelo partículas-agua

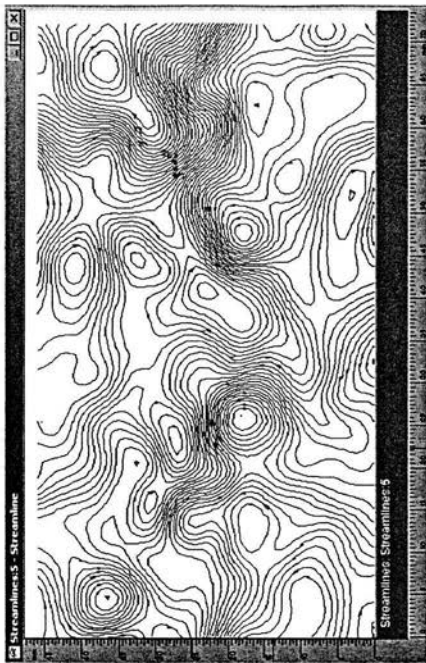
4.5.2 PATRONES DE FLUJO

a) MODELOS PARTÍCULAS-AGUA Y PARTÍCULAS-ACEITE

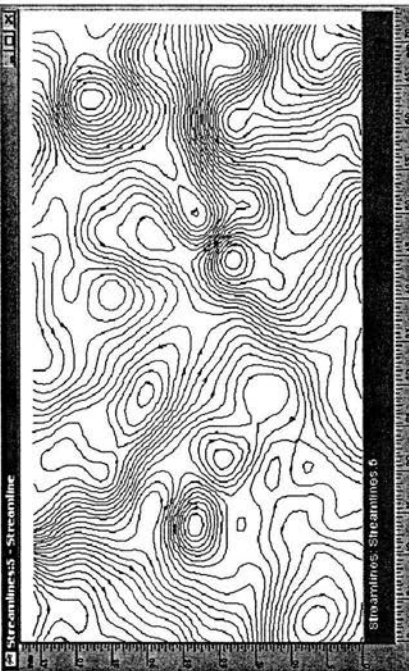
Haciendo uso del PIV se obtuvieron los patrones de flujo para los mapas de velocidad correspondientes a los 4 modelos de suspensión estudiados. En la Figura 4.18.a, se observa que al inicio de la prueba reológica para el modelo partículas-agua y a un torque de 1.106×10^{-3} Nm, se formaron vórtices principalmente en el área donde se ubicaban las partículas, esto es, en la parte superior del recipiente. A medida que avanzó la prueba, estos vórtices se redistribuyeron en todo el recipiente conforme las partículas se movían hacia el fondo de éste (Figura 4.18.b). Una vez homogeneizadas las partículas, los vórtices se ubicaron axisimétricamente con respecto al eje de la paleta como se aprecia en la Figura 4.18.c. Este comportamiento se presentó hasta el término de la prueba con desplazamiento de los vórtices hacia la superficie del recipiente.

Para el mismo modelo, a un torque de 4.423×10^{-3} Nm, se observó una tendencia similar, aunque en este caso se formaron 4 grandes vórtices axisimétricos respecto al eje de la paleta como se ve en la Figura 4.19.b. Lo más sobresaliente es que durante los primeros instantes de la prueba, las partículas se desplazaron hacia la superficie del recipiente para después dirigirse al fondo. En la Figura 4.19 se muestran estos patrones de flujo.

A diferencia del anterior, en el modelo partículas-aceite y para un torque de 1.106×10^{-3} Nm, los primeros vórtices no se situaron donde se encontraban inicialmente las partículas, es decir, sedimentadas (Figura 4.20.a). Los vórtices se formaron en todo el recipiente aunque aparecieron más tarde que en el modelo partículas-agua (Figura 4.20.b). Esto se debe a que la fase continua es más viscosa que el agua, lo que brinda una mayor resistencia al sistema. Una vez que las partículas se encontraban completamente homogeneizadas, se



c) $t = 1.433 \text{ s}$

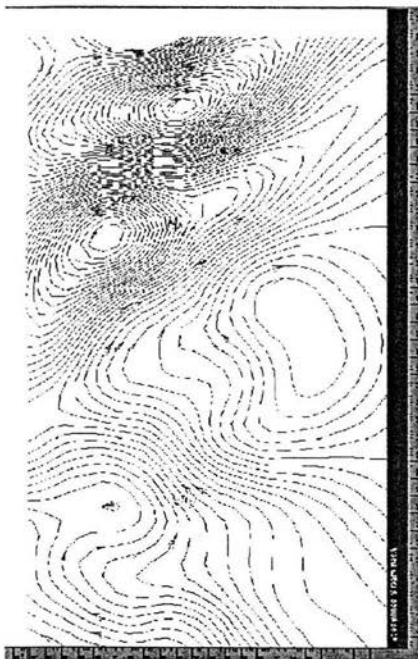


b) $t = 0.966 \text{ s}$

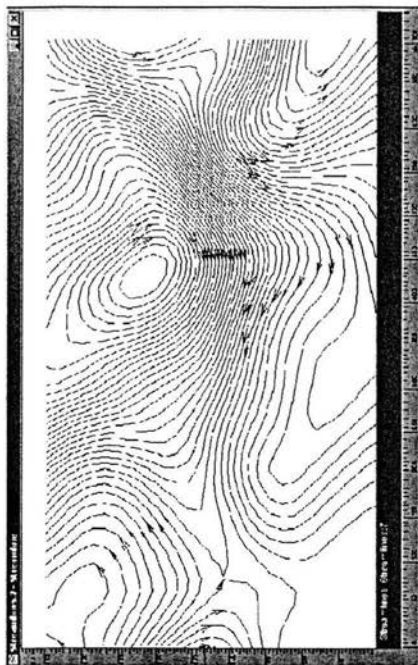


a) $t = 0.266 \text{ s}$

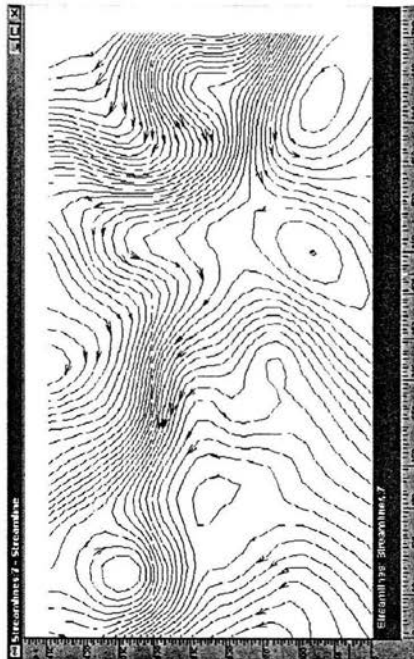
Figura 4.18. Patrones de flujo para el modelo partículas-agua a un torque de $1.106 \times 10^{-3} \text{ Nm}$.



a) $t = 0.566$ s

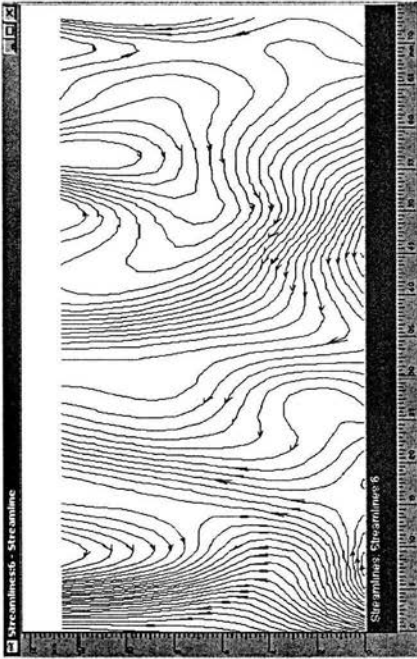


c) $t = 2.666$ s

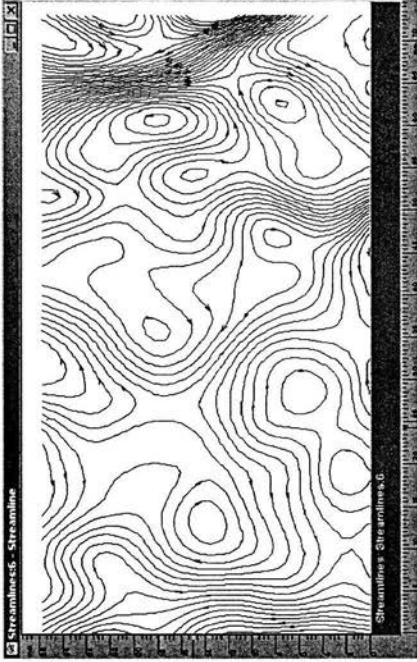


b) $t = 2$ s

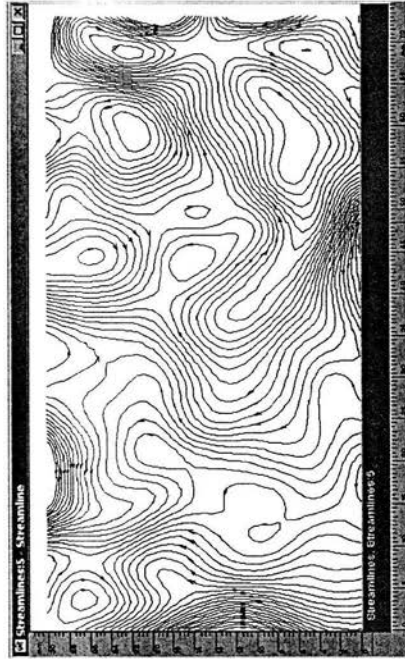
Figura 4.19. Patrones de flujo para el modelo partículas-agua a un torque de 4.423×10^{-3} Nm.



a) $t = 0.433 \text{ s}$



c) $t = 2.533 \text{ s}$



b) $t = 0.9 \text{ s}$

Figura 4.20. Patrones de flujo para el modelo partículas-aceite a un torque de $1.106 \times 10^{-3} \text{ Nm}$.

observó la existencia de vórtices distribuidos a lo largo del recipiente, los cuales tampoco se ubicaron axisimétricamente como en el modelo partículas-agua. En este caso no fue posible diferenciar a las partículas de la fase continua (aceite), por lo que los patrones de flujo obtenidos corresponden a la suspensión en su conjunto, pero a partir de ellos es posible inferir el comportamiento de las partículas.

Como se observa en la Figura 4.21, a un torque de 4.423×10^{-3} Nm, la presencia de vórtices es más rápida para el modelo partículas-aceite (Figura 4.21.a). En términos generales, se apreció el mismo comportamiento que a un torque menor (1.106×10^{-3} Nm); sin embargo, se formó una mayor cantidad de vórtices al aumentar el torque y por tanto, la turbulencia (Figuras 4.21.b y 4.21.c).

Evidentemente, para los dos torques aplicados, la presencia de vórtices en ambos modelos de suspensión significa que el flujo se encontraba en régimen turbulento (Figuras 4.18 a 4.21). La geometría de paleta no se comportó como un cilindro rígido rotatorio, sino que en el espacio entre las aspas y los deflectores del recipiente se originó otro tipo de patrones de flujo, diferentes a los esperados. Esto puede atribuirse a varios factores: la alta velocidad rotacional de paleta correspondiente al torque aplicado, a la baja viscosidad de los medios, a la baja concentración de partículas, a los deflectores, así como a la diferencia en densidades entre las partículas y las fases continuas (Cuadro 4.3). La homogeneización de las partículas fue más tardía en la fase continua de mayor viscosidad (aceite), aunque una vez establecido el flujo, el comportamiento de las partículas fue similar en ambas.

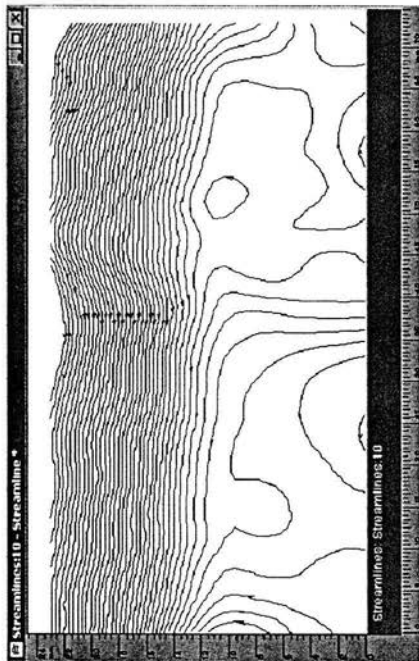
La trayectoria del flujo en un recipiente depende de las propiedades del fluido, de la geometría del recipiente y del tipo de impulsor. Si este último va montado verticalmente en el centro del recipiente sin deflectores, casi siempre

se desarrolla una trayectoria de flujo tipo remolino. En el mezclado esto suele ser indeseable debido a que se atrapa aire, se desarrolla un vórtice considerable y ocurren oleadas, por lo que no se obtiene un buen mezclado, en especial cuando se opera a velocidades altas. Para reducir el tamaño de este remolino y mantener una agitación vigorosa con impulsores verticales, se emplean deflectores que se colocan en la pared interna de los recipientes. Estos deflectores inhiben el flujo radial y promueven el flujo axial o vertical, lo que ocasiona la aparición de vórtices, logrando así un buen mezclado (Geankoplis, 2003). Por tanto, los deflectores del recipiente empleado fueron un factor determinante en la presencia de vórtices en estos dos modelos de suspensión, al igual que en el de partículas-bebida, aunque también existen otras variables involucradas en este fenómeno que ya fueron citadas.

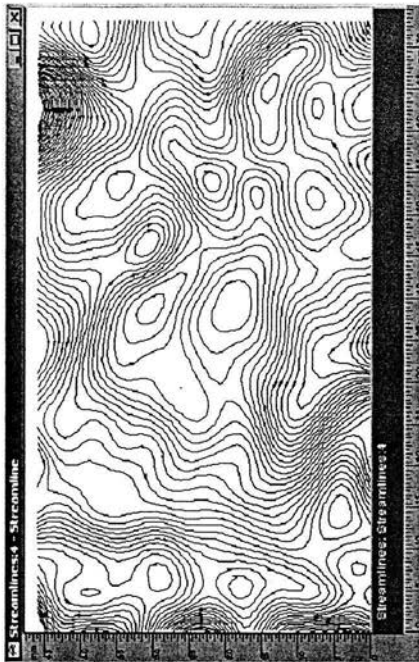
b) MODELOS PARTÍCULAS-GLICERINA Y PARTÍCULAS-BEBIDA

En la Figura 4.22 se muestran los patrones de flujo para el modelo partículas-glicerina que corresponden al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 10 rad/s. Se aprecia que al inicio de la prueba reológica, el flujo de partículas todavía no se ha establecido completamente; se presentan ligeros vórtices al fondo del recipiente (Figura 4.22.a). Avanzada la primera mitad de la prueba, se observan líneas horizontales perfectamente establecidas que representan el flujo de partículas. Este comportamiento se advierte desde los primeros 25 s (Figura 4.22.b) hasta el término de la prueba, como se observa en la Figura 4.22.c.

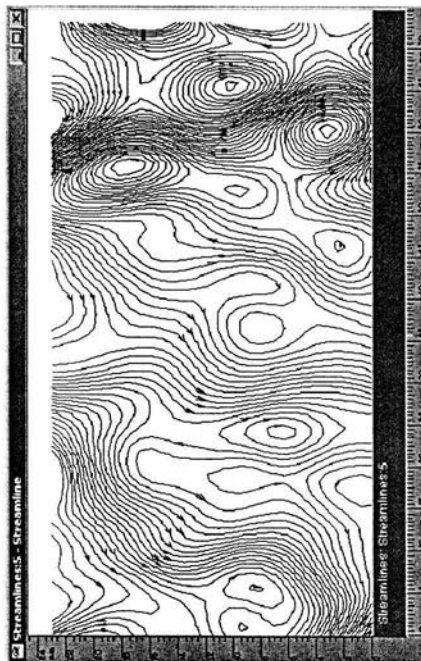
En el mismo modelo, para el intervalo de velocidad de 0.02 a 20 rad/s, se observa que al inicio de la prueba los vórtices son más evidentes que a un gradiente menor y se ubican en la parte central del recipiente (Figura 4.23.a). El flujo de partículas se estabiliza aproximadamente durante los primeros 15 s exhibiendo líneas horizontales. A partir de este momento y hasta el término de la prueba, el flujo se muestra constante (Figuras 4.23.b y 4.23.c).



a) $t = 0.1$ s

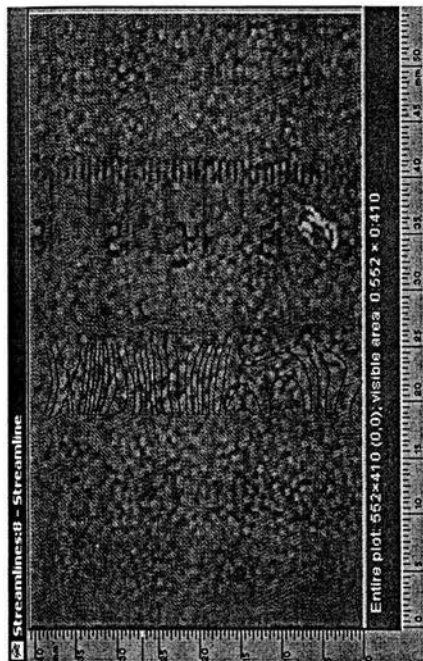


c) $t = 2.833$ s

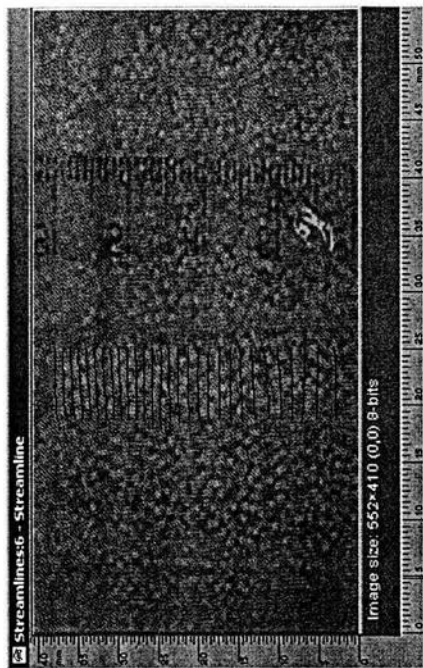


b) $t = 1$ s

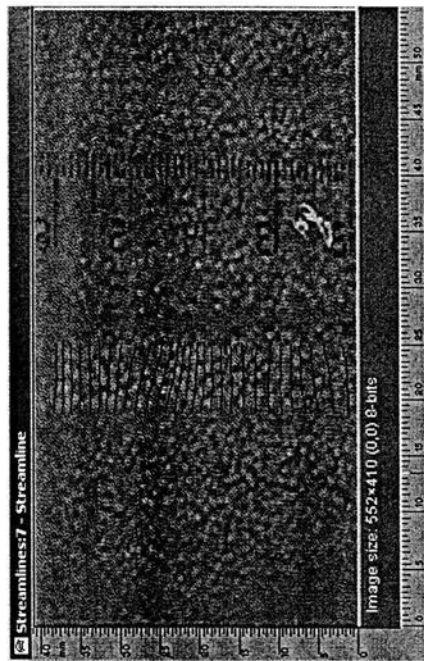
Figura 4.21. Patrones de flujo para el modelo partículas-aceite a un torque de 4.423×10^{-3} Nm.



a) $t = 1$ s

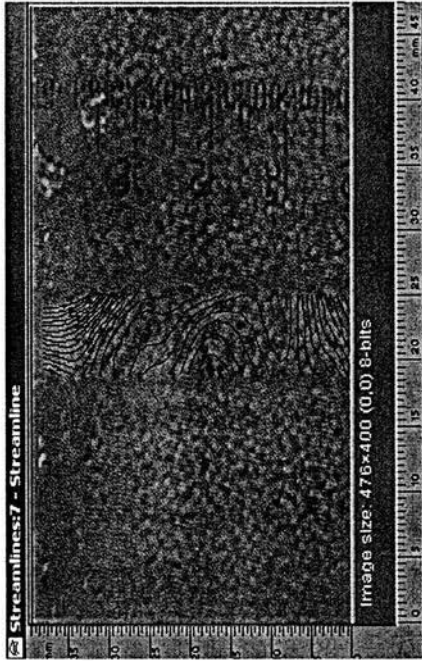


c) $t = 114$ s

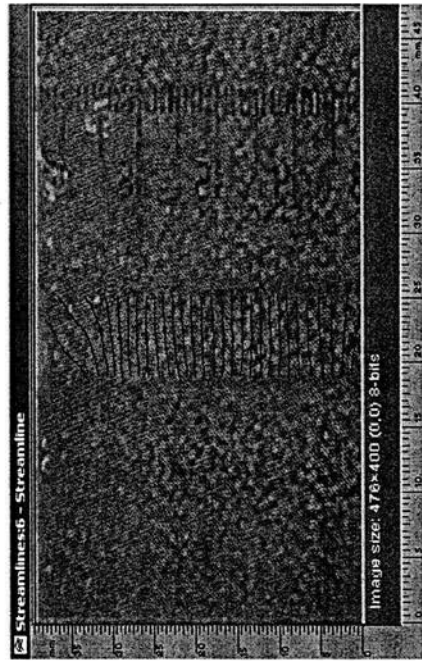


b) $t = 60$ s

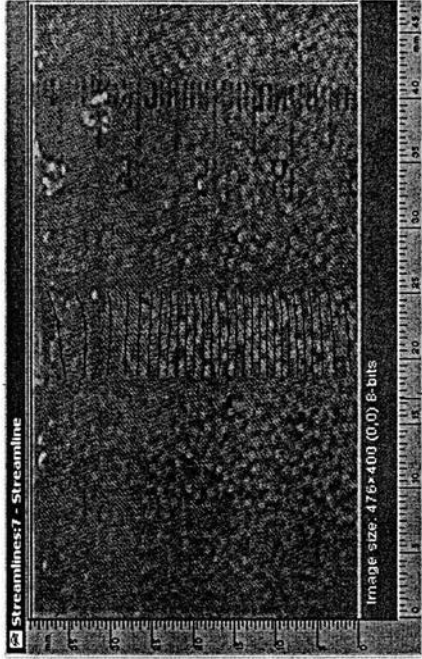
Figura 4.22. Patrones de flujo para el modelo partículas-glicerina correspondiente al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 10 rad/s.



a) $t = 1$ s



b) $t = 60$ s



c) $t = 112$ s

Figura 4.23. Patrones de flujo para el modelo partículas-glicerina correspondientes al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 20 rad/s.

En la Figura 4.24.a, se aprecia que la presencia de vórtices al inicio de la prueba fue más obvia para este intervalo de velocidad (0.02 a 30 rad/s). El establecimiento del flujo de partículas ocurrió durante los primeros 10 s en los cuales se observan líneas de flujo horizontales, al igual que en los casos anteriores. Este comportamiento se mantuvo hasta finalizada la prueba (Figuras 4.24.b y 4.24.c).

En relación al modelo partículas-glicerina, se puede asegurar que el régimen bajo el cual se llevó a cabo la prueba reológica fue laminar, ya que el comportamiento de las partículas, a los 3 intervalos de velocidad rotacional, fue constante (Figuras 4.22 a 4.24). La presencia de vórtices al inicio de las pruebas se refiere al reacomodo que sufren las partículas momentos antes de establecerse el flujo por completo. Estos vórtices fueron más evidentes al incrementarse la velocidad rotacional de paleta y que a medida que esta última aumentó, el establecimiento del flujo de partículas fue más rápido.

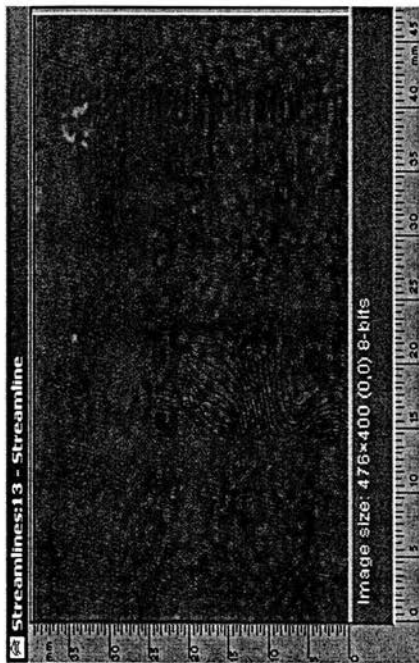
La Figura 4.25 muestra los patrones de flujo para el modelo partículas-bebida correspondientes al intervalo de velocidad rotacional de 0.02 a 10 rad/s. En la Figura 4.25.a, se observa la presencia de vórtices al inicio de la prueba situados en la parte central del recipiente. Posteriormente, se advierte el reacomodo de estos vórtices aún cuando su presencia ya no es tan evidente. (Figura 4.25.b). Al término de la prueba ya no existen vórtices, el flujo de partículas está totalmente establecido y tiende a ser laminar (Figura 4.25.c).

En la Figura 4.26 se muestran los patrones de flujo para el modelo partículas-bebida que corresponden al intervalo de velocidad de 0.02 a 20 rad/s. Al inicio de la prueba los vórtices son más evidentes que a una velocidad menor y no se ubican solamente en la parte central del recipiente, sino que se distribuyen a lo largo de éste (Figura 4.26.a). El flujo empieza a estabilizarse a

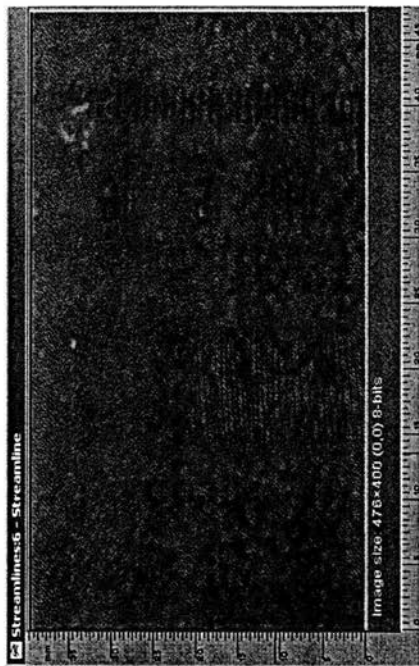
alrededor de los 60 s ya que los vórtices tienden a desaparecer (Figura 4.26.b). Al finalizar la prueba, el flujo está completamente establecido exhibiendo líneas de flujo horizontales (Figura 4.26.c).

Para este mismo modelo y al intervalo de velocidad más alto (0.02 a 30 rad/s), se aprecia una gran cantidad de vórtices distribuidos en el recipiente al iniciar la prueba (Figura 4.27.a). Resultado de esta alta velocidad, los vórtices son más evidentes al ir avanzando la prueba (Figura 4.27.b). Una vez establecido el flujo, las líneas de flujo tienden a ser horizontales (Figura 4.27.c).

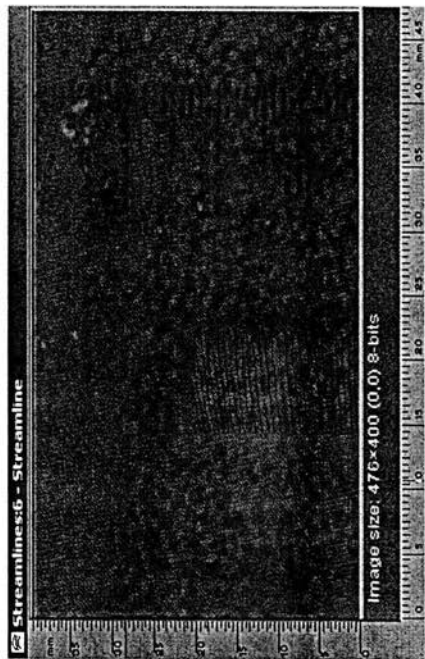
En relación al modelo partículas-bebida, se esperaba encontrar patrones de flujo similares a los que presentaron los modelos partículas-agua y partículas-aceite, debido a la baja viscosidad de sus fases continuas. Asimismo, se sabe que al trabajar con este tipo de fluidos viscoelásticos a las velocidades rotacionales de paleta aplicadas, no se puede abandonar el régimen turbulento. Sin embargo, la presencia de vórtices a lo largo de la prueba reológica no fue constante. Los vórtices observados sugieren que al inicio de la prueba se trabajó en régimen turbulento pero que, a medida que se avanzó con respecto al tiempo, hubo una tendencia al régimen laminar, a decir por las líneas horizontales de flujo (Figuras 4.25 a 4.27). Esto no significa que se haya trabajado bajo régimen laminar, sino que probablemente para esta suspensión, el tiempo necesario para asegurar que el flujo está completamente establecido, sea mayor a la duración de la prueba reológica realizada. También, la presencia de los deflectores en el recipiente que contiene a la suspensión contribuye en la aparición de vórtices al inhibir el flujo radial y promover el flujo axial.



a) $t = 1$ s

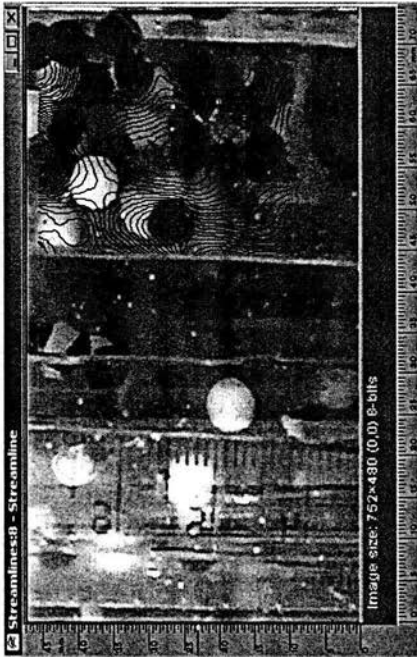


c) $t = 112$ s



b) $t = 30$ s

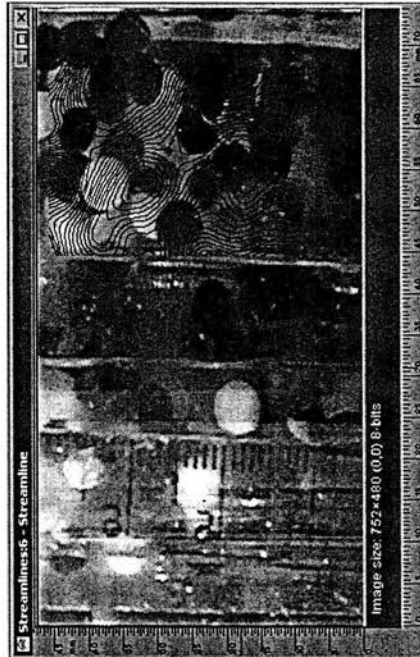
Figura 4.24. Patrones de flujo para el modelo partículas-glicerina correspondientes al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 30 rad/s.



a) $t = 1.5$ s



c) $t = 121.5$ s

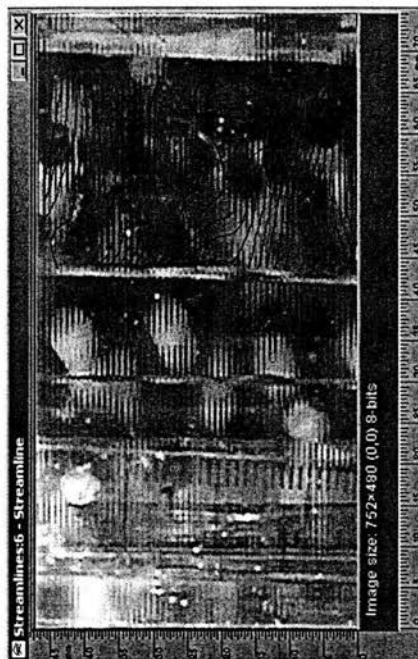


b) $t = 61.5$ s

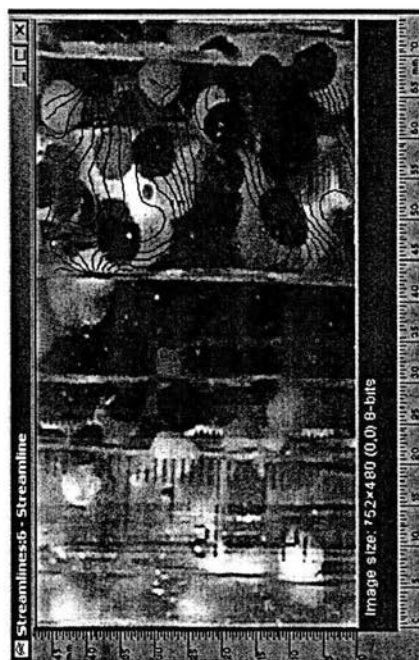
Figura 4.25. Patrones de flujo para el modelo partículas-bebida correspondientes al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 10 rad/s.



a) $t = 1.5$ s



c) $t = 121.5$ s



b) $t = 61.5$ s

Figura 4.26. Patrones de flujo para el modelo partículas-bebida correspondientes al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 20 rad/s.



89



Figura 4.27. Patrones de flujo para el modelo partículas-bebida correspondientes al intervalo de velocidad rotacional de paleta de 0.02 a 30 rad/s.

CONCLUSIONES

El PIV es un método complementario a la reología que permite tener una visión más amplia de los fenómenos reológicos en diferentes sistemas. Es una herramienta útil para verificar visualmente el régimen de flujo bajo el cual se lleva a cabo un experimento reológico.

Los 4 modelos de suspensión estudiados presentaron el mismo comportamiento al flujo que su fase continua, lo cual supone que la presencia de partículas a las concentraciones empleadas no fue determinante en este aspecto pero sí modifican sus propiedades. Las fases continuas seleccionadas presentaron comportamiento newtoniano a excepción de la bebida comercial que exhibió comportamiento viscoelástico a bajos esfuerzos de corte oscilatorio y fluidificante en corte estacionario.

En los modelos de suspensión partículas-agua y partículas-aceite (fluidos newtonianos de baja viscosidad), las partículas flotan en el agua y sedimentan en el aceite, a diferencia de los modelos partículas-glicerina (fluido newtoniano de alta viscosidad) y partículas-bebida (fluido viscoelástico de baja viscosidad) donde las partículas se suspenden uniformemente. Esto se debe, en el caso de la glicerina, a su alta viscosidad y similitud en la densidad de la fase continua y partícula, y para la bebida comercial además, a la presencia de un estabilizante que podría ser un polisacárido que forma una red tridimensional que soporta a las partículas.

Con base en los patrones de flujo obtenidos, el único modelo de suspensión estudiado en donde la geometría de paleta se comportó como un cilindro rígido rotatorio fue el de partículas-glicerina. Esto fue posible gracias a las propiedades intrínsecas de esta suspensión y a que no se presentó el deslizamiento de pared debido a la presencia de los deflectores en la pared interna del recipiente. Similarmente a lo que ocurre con la geometría de cilindros concéntricos, el modelo de suspensión partículas-glicerina giró alrededor de la

paleta como un cuerpo sólido. Se observaron líneas de flujo paralelas al sentido de rotación de la paleta lo cual confirma que esta geometría puede utilizarse para caracterizar reológicamente suspensiones de partículas milimétricas con estas propiedades. Esto es, que sean suspensiones semiconcentradas ($0.05 < \phi < 0.5$) de partículas milimétricas esféricas, presenten una alta viscosidad y que las partículas se encuentren uniformemente distribuidas en toda la fase continua. Se corroboró que la influencia de las partículas en la viscosidad de este tipo de suspensiones se puede predecir mediante la ecuación que propone Happel (Martínez-Padilla *et al.*, 1999).

En los modelos partículas-agua y partículas-aceite se detectaron patrones de flujo desordenados y la presencia de vórtices, característicos del flujo turbulento. En el modelo partículas-bebida, a pesar de que las partículas se encontraban suspendidas, los patrones de flujo exhibidos confirmaron también el flujo turbulento durante los inicios de las pruebas reológicas. Esto fue justificado por la baja viscosidad que presenta la bebida comercial a relativamente bajas velocidades de corte.

El análisis correspondiente al frente de avance de partícula para el modelo partículas-agua, permitió identificar el tiempo necesario para que éstas se incorporaran completamente en la fase continua. Este análisis es viable para determinar el tiempo de homogeneización de partículas en sistemas de mezclado.

Por tanto, se considera que la geometría de paleta es adecuada para caracterizar reológicamente a este tipo de suspensiones, cumpliendo las condiciones citadas.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Advani, S. G. 1994. "Flow and Rheology in Polymer Composites Manufacturing". Elsevier Science Publishers B.V. Holanda.
- Barnes, H. A. y Carnali, J. O. 1990. The vane-in-cup as a novel rheometer geometry for shear thinning and thixotropic materials. *J. Rheology*. 34(6): 841-866.
- Barnes, H. A. y Nguyen, Q. D. 2001. Rotating vane rheometry: a review. *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics*. 98: 1-14.
- Coussot, P. y Piau, J. M. 1995. A large-scale field coaxial cylinder rheometer for the study of the rheology of natural coarse suspensions. *J. Rheology*. 39: 105-124.
- Cross, M. M. y Kaye, A. 1986. Techniques for the viscosimeter of suspensions. *J. Polymer Engineering Science*. 26(2): 121-126.
- Daubert, C. R. 2000. History and recent applications of the vane method. *Proceedings of the IFT's Annual Meeting, Dallas, Texas. E.U.A.*
- FlowMap® Particle Image Velocimetry Instrumentation. *Installation & User's Guide*". 1994. 4ª. Dantec Measurement Technology A/S. Dinamarca.
- Fuller, G. G. 1992. Optical rheometry. Theoretical and applied rheology. *Proceedings of the XIth International Congress on Rheology, Bruselas, Bélgica.* Elsevier Science Publishers B.V. Holanda.
- Geankopolis, C.J. 2003. "Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias." 3ª. CECSA. México.

Kadambi, J. R., Martin, W. T., Amirthaganesh, S. y Wernet, M. P. 1998. Particle sizing using Particle Image Velocimetry for two-phase flows. *Powder Technology*. 100: 251-259.

Koch, S., Schneider, T. y Küter, W. 1998. The velocity field of dilute surfactant solutions in a Couette-viscosimeter. *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics*. 78: 47-59.

Koichi, I., Keishi, G. y Ko, H. 1991. "Powder Technology Handbook". Marcel Dekker, Inc. E.U.A.

Macosko, C. W. 1994. "Rheology: Principles, Measurements and Applications". Wiley-VCH, Inc. E.U.A.

Martínez-Padilla, L. P., Cornejo Romero, C., Cruz Cruz, C. M., Jáquez Huacuja, C. C. y Barbosa Cánovas, G. V. 1999. Rheological characterization of a model food suspension containing discs using three different geometries. *J. Food Process Engineering*. 22: 55-79.

Martínez-Padilla, L. P., López-Araiza, F. y Tecante, A. 2004. Steady and oscillatory shear behavior of fluid gels formed by binary mixtures of xanthan and gellan. *Food Hydrocolloids* (en prensa).

Nakken, T., Tande, M. y Elgsaeter, A. 2001. Measurements of polymer induced drag reduction and polymer scission in Taylor flow using standard double-gap sample holders with axial symmetry. *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics*. 97: 1-12.

Olsen, M. G. y Adrian, R. J. 2000. Brownian motion and correlatioin in Particle Image Velocimetry. *J. Optics & Laser Technology*. 32: 621-627.

Perry, R. 6ª. 1987. "Manual del Ingeniero Químico". McGraw-Hill. México.

Pordesimo, L. O., Zuritz, C. A. y Sharma, M. G. 1994. Flow behavior of coarse solid-liquid food mixtures. *J. Food Engineering*. 21(4): 495-511

Powell, R. L., Seymour, J., McCarthy, M. J. y McCarthy, K. 1992. Magnetic Resonance Imaging as a tool for rheological investigation. Theoretical and applied rheology. Proceedings of the XIth International Congress on Rheology. Bruselas, Bélgica. Elsevier Science Publishers B.V. Holanda.

Rao, M. A. 1999. "Rheology and Semisolid Foods: Principles and Applications". Aspen. E.U.A.

Shiang, A. H., Lin, J. C., Öztekin, A. y Rockwell, D. 1997. Viscoelastic flow around a confined circular cylinder: measurements using High-Image-Density Particle Image Velocimetry. *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics*. 73: 29-49.

Steffe, J. F. 1992. "Rheological Methods in Food Process Engineering". Freeman Press. E.U.A.

Tanguy, P. A., Lacroix, R., Bertrand, F., Choplin, L. y Brito de la Fuente, E. 1992. Finite element analysis of viscous mixing with a helical ribbon-screw impeller. *AIChE Journal*. 38: 939-944.

Toral, M. T. 1973. "Fisicoquímica de Superficies y Sistemas de Dispersión". Urmo. España.

Yan, J. y James, A. E. 1997. The yield surface of viscoelastic and plastic fluids in a vane viscometer. *J. Non-Newtonian Fluid Mechanics*. 70: 237-253.