



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA  
DE MEXICO**

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

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES  
CUAUTITLAN



Departamento de  
Exámenes Profesionales

**“PROPIEDADES DE FLUJO DE PARTICULAS  
MILIMETRICAS DURAS EN DIFERENTES  
FLUIDOS”**

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

**INGENIERO EN ALIMENTOS**

P R E S E N T A :

**JOSE LUIS GODINEZ RODRIGUEZ  
MARIA GUADALUPE MORALES CABRAL**

ASESORA:

DRA. LAURA PATRICIA MARTINEZ PADILLA



Universidad Nacional  
Autónoma de México



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

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

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

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



SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA  
ESTADOS UNIDOS MEXICANOS

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

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS



**DR. JUAN ANTONIO MONTARAZ CRESPO**  
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLAN  
PRESENTE

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:

Propiedades de flujo de partículas milimétricas duras en diferentes fluidos.

que presenta el pasante: José Luis Godínez Rodríguez  
con número de cuenta: 9754565-9 para obtener el título de:  
Ingeniero en Alimentos

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

**ATENTAMENTE**  
**"POR MI RAZA HABLARA EL ESPIRITU"**

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 25 de Noviembre de 2003.

- PRESIDENTE IBQ. Rosa M. Arriaga Orihuela
- VOCAL Dra. Laura Patricia Martínez Padilla
- SECRETARIO IA. Laura M. Cortazar Figueroa
- PRIMER SUPLENTE IA. Ma. Guadalupe Sosa Herrera
- SEGUNDO SUPLENTE MC. Virginia A. Delgado Reyes Virginia Delgado Reyes.



ESTADOS UNIDOS MEXICANOS  
ESTADO DE QUANTILAN

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

ASUNTO: VOTOS APROBATORIOS

**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:

Propiedades de flujo de partículas milimétricas duras en  
diferentes fluidos.

que presenta la pasante: María Guadalupe Morales Cabral  
con número de cuenta: 9756004-5 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"**

Cuatitlán Izcalli, Méx. a 25 de Noviembre de 2003

- PRESIDENTE IBQ. Rosa M. Arriaga Orihuela
- VOCAL Dra. Laura Patricia Martínez Padilla
- SECRETARIO IA. Laura M. Cortazar Figueroa
- PRIMER SUPLENTE IA. Ma. Guadalupe Sosa Herrera
- SEGUNDO SUPLENTE MG. Virginia A. Delgado Reyes Virginia Delgado Reyes

## DEDICATORIA

A mis padres, Ramón y Margarita, porque gracias a ellos tengo la vida.

A mis abuelos, pues gracias a ellos tengo unos padres maravillosos.

A mis hermanos, Felipe, Maguie, David y Monse por ser ellos lo más importante  
en mi vida y por estar ahí siempre.

A mis amigos, que siempre me apoyaron, y estuvieron cuando más los necesité.

A todas las personas que de algún modo tuvieron que ver con la realización de este  
trabajo.

**María Guadalupe Morales Cabral**

## DEDICATORIA

A mis padres, José Luis y María Silvia.

A mis abuelos en especial a Epifanio Godínez (Q.P.D.) porque siempre estarás  
en mi corazón.

A mis hermanas Ana Silvia y Diana.

A mi Elizabeth.

A la familia Godínez Muñoz y Rodríguez Romero.

A mis amigos y compañeros.

**José Luis Godínez Rodríguez.**

## AGRADECIMIENTOS

A **DIOS** POR SU INFINITA BONDAD.

A MIS **PADRES** POR LA CONFIANZA Y COMPRENSIÓN QUE ME BRINDADO  
A LO LARGO DE MI VIDA Y PORQUE SIEMPRE ESTAN AHÍ PARA  
APOYARME EN LOS MOMENTOS MÁS DIFÍCILES.

A MIS **HERMANOS** POR SU APOYO Y AYUDA.

A MIS **AMIGOS** Y COMPAÑEROS QUE ME APOYARON A LO LARGO DE  
ESTE TIEMPO Y QUE NUNCA DEJARON DE ECHARME PORRAS,  
ESPECIALMENTE A **JOSÉ LUIS G.** QUE SIN EL NO HUBIERA REALIZADO  
ESTE PROYECTO Y PORQUE SIEMPRE ESTUVO AHÍ PARA APOYARME.  
A LA **UNAM**, QUE ME BRINDÓ LOS ELEMENTOS NECESARIOS PARA MI  
FORMACIÓN.

A LOS **PROFESORES** QUE NOS DIERON LAS FACILIDADES PARA PODER  
REALIZAR NUESTRO PROYECTO, Y A TODOS AQUELLOS QUE DE ALGUNA  
MANERA AYUDARON A MI FORMACIÓN (PERSONAL Y PROFESIONAL), EN  
ESPECIAL **DRA. PATY, LAURA C. Y VICKY** YA QUE GRACIAS A SU APOYO Y  
ENSEÑANZAS APRENDÍ MUCHO Y GRACIAS A ESO SOY LO QUE SOY.

AL SR. **RAUL**, QUE SIEMPRE ME BRINDÓ APOYÓ.

A **MIGUEL** POR SU APOYO Y SUS CONSEJOS.

**MUCHAS GRACIAS**

**LUPITA M. C.**

A LA FUERZA CREADORA QUE NOS DIO LA VIDA, YA QUE GRACIAS A ELLA SE CUMPLE UNO DE LOS OBJETIVOS DE MI VIDA.

A MIS PADRES **JOSÉ LUIS Y MA. SILVIA** YA QUE GRACIAS A SU AMOR Y ENTREGA ME DIERON EL MEJOR EJEMPLO DE MI VIDA. GRACIAS POR TODO SU APOYO ESPERO NUNCA DEFRAUDARLOS.

A MIS **ABUELOS** YA QUE AL VERLOS ME DOY CUENTA DE LA BUENA MADERA CON LA QUE ESTOY HECHO.

A MIS **HERMANAS ANA Y DIANA** YA QUE LAS DOS FUERON UN APOYO EN CADA MOMENTO YA QUE SIEMPRE ESTAN AHÍ.

A **ELIZABETH** POR SER MI COMPAÑERA Y AMIGA EN CADA MOMENTO, GRACIAS CHAMACA.

A MIS DOS FAMILIAS, A LOS GODÍNEZ Y LOS RODRÍGUEZ YA QUE SIEMPRE SERAN MI GRAN FAMILIA, LA MEJOR DE LA MEJOR.

A MIS **AMIGOS**, POR LOS BUENOS MOMENTOS COMPARTIDOS, SOBRE TODO A LOS **PÁJAROS** POR ESE GRAN PRIMER SEMESTRE.

A **LUPITA MORALES CABRAL** YA QUE SIN SU APOYO Y COMPRESIÓN DURANTE TODA LA CARRERA ESTO NO SERIA POSIBLE.

A LA DOCTORA **LAURA PATRICIA MARTÍNEZ PADILLA** YA QUE CON SU APOYO Y COMPRESIÓN SE PUDO LLEVAR EN BUENOS TÉRMINOS LA REALIZACIÓN DE ESTE TRABAJO, ADEMÁS DE PERMITIRME SER PARTE DE LA UNAM.

A **LUPITA SOSA Y VIRGINIA DELGADO**, GRACIAS POR SUS CONSEJOS Y APOYO.

A LA UNAM POR PERMITIRME CRECER EN LA FES CUAUTITLÁN, MI SEGUNDA CASA.

A DON **RAUL** PORQUE CON SUS CHARLAS ME HACÍA LOS RATOS MÁS AMENOS.

Y A TODOS AQUELLOS QUE FUERON PARTE DE MI VIVA EN LA FES, YA QUE DE TODOS ELLOS APRENDÍ ALGO. **GRACIAS A TODOS.**

**JOSÉ LUIS.**

**The only easy day is yesterday** (el único día fácil de vivir es ayer) (lema de los marines de Estados Unidos)

**DESIDERATA:**

Ve plácidamente entre el ruido y la prisa. Recuerda que la paz puede estar en el silencio. Sin renunciar a ti mismo, esfuérzate por ser amigo de todos. Di tu verdad, quietamente, claramente. Escucha a los otros, aunque sean torpes e ignorantes; cada uno de ellos tiene también una vida que contar. Evita los ruidosos y agresivos porque ellos denigran el espíritu. Si te comparas con los otros puedes convertirte en un hombre vano y amargado; siempre habrá cerca de ti alguien mejor o peor que tú. Alégrate tanto de tus realizaciones como de tus proyectos.

Ama tu trabajo, aunque se humilde es el tesoro de tu vida. Sé prudente en los negocios, porque en el mundo abunda la gente sin escrúpulos. Pero que esta convicción no te impida reconocer la virtud; hay muchas personas que luchan por hermosos ideales y, dondequiera, la vida está llena de heroísmo. Sé tú mismo. Sobre todo, no pretendas disimular tus sanas inclinaciones. No seas cínico en el amor porque cuando aparece la aridez y el desencanto en el rostro, se convierte en algo tan perenne como la hierba. Acepta con serenidad el consejo de los años y renuncia sin reserva a los dones de la juventud. Fortalece tu espíritu para que no te destruyan inesperadas desgracias. Pero no te crees falsos infortunios. Muchas veces el miedo es fruto de la fatiga y de la soledad. Sin olvidar una justa disciplina, sé benigno contigo mismo.

No eres más que una criatura en el universo, no menos que los árboles o las estrellas; tienes derecho a estar aquí. Y, si no tienes ninguna duda, el mundo se desplegará ante ti. Vive en paz con Dios, no importa cómo lo imagines; sin olvidar tus trabajos y aspiraciones manténte en paz con tu alma, pese a la ruidosa confusión de la vida. Pese a tu falsedades penosas luchas y sueños arruinados, la tierra sigue siendo hermosa. Sé cuidadoso, lucha por ser feliz. (Inscripción fechada en el año 1692 encontrada en una tumba de la vieja iglesia de San Pablo de Baltimore).

## ÍNDICE GENERAL

	Página
Índice de figuras	ii
Índice de cuadros	v
Nomenclatura	vii
Resumen	ix
1. Introducción	1
2. Antecedentes	3
2.1. Definición de reología	3
2.2. Definición de fluido	4
2.3. Tipos de fluidos	6
2.4. Viscosidad de suspensiones	18
2.5. Reometría	26
3. Objetivos	39
4. Materiales	43
4.1. Partículas	43
4.2. Fluidos	43
4.3. Equipos	45
5. Métodos	46
5.1. Propiedades de partículas	47
5.2. Propiedades de fluidos	49
5.3. Comprobación de analogía Couette-Searle	50
5.4. Corrección de efectos finales para paletas con base en el método propuesto para cilindros concéntricos	51
5.5. Preparación de suspensiones	51
5.6. Determinación de parámetros de flujo	52
6. Resultados	58
6.1. Selección de fase continua y fase dispersa	58
6.2. Caracterización de partículas milimétricas	60
6.3. Caracterización de fluidos seleccionados	63
6.4. Comprobación de analogía Couette-Searle	68
6.5. Corrección de efectos finales para paletas con base en el método propuesto para cilindros concéntricos	73
6.6. Comportamiento de flujo de las partículas milimétricas en los diferentes fluidos	75
7. Conclusiones y recomendaciones	122
8. Referencias	126

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Página
2.1 Deformación resultante de la aplicación de una fuerza cortante constante.	4
2.2 Clasificación de los fluidos.	7
2.3 Curvas de fluidos con diferente comportamiento reológico.	15
2.4 Aparato tradicional de prueba con geometría de cilindros concéntricos mostrando un cilindro interno con fondo y tapa ahuecados para minimizar los efectos finales.	26
2.5 Valores usuales de h usados en la determinación de la corrección final.	32
2.6 Geometría de paletas.	35
5.1 Vistas frontal (a) y superior (b) del recipiente contenedor de las partículas que se utilizó en la experimentación, así como del deflector (c).	46
5.2 Muestras de partículas de mostaza en disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas.	53
5.3 Partículas de mostaza en agua, Carboximetilcelulosa (CMC) al 0.3% y disolución viscoelástica.	53
6.1 Comportamiento reológico de CMC al 0.3% a 25°C.	64
6.2 Viscosidad aparente en función a la velocidad de cizalla para la disolución viscoelástica a 25°C.	65
6.3 Comportamiento reológico de la disolución viscoelástica de la curva de descenso al equilibrio, a 25°C.	65
6.4 Comportamiento del módulo de pérdida y almacenamiento de la disolución viscoelástica en función a la frecuencia, en la geometría de cilindros concéntricos de doble espacio anular.	67
6.5 Comportamiento de viscosidad dinámica y fuera de fase de la disolución viscoelástica en función a la frecuencia, en la geometría de cilindros concéntricos de doble espacio anular.	67
6.6 Curva de flujo de la glicerina comercial a 25°C	69
6.7 Curva de flujo del aceite a 25°C	70
6.8 Número de potencia y número de Reynolds para los diferentes fluidos a 25°C.	72
6.9 Comparación de la viscosidad obtenida en geometría de cilindros concéntricos y en paletas para el aceite a 25°C.	73
6.10 Corrección de efectos finales para la glicerina a diferentes alturas, a 25°C.	74
6.11 Comportamiento observado de la velocidad angular para las partículas de resina en agua en el programa P-AD (a) y en el programa P-E (b), 25°C.	76
6.12 Curvas dinámicas para las partículas de resina en agua en el programa P-AD (a) y para el programa P-E (b), 25°C.	77
6.13 Comportamiento de la velocidad angular con respecto al torque de las partículas de resina en agua al aplicarse el programa P-AD (a) y P-E (b), 25°C.	79

6.14	Comportamiento de flujo de las partículas de mostaza en agua a diferentes concentraciones volumétricas durante el primer segmento de los programas P-AD (a) y P-E (b), 25°C.	83
6.15	Respuesta de la $\tan(\delta)$ en función del tiempo de las muestras de partículas de mostaza en agua, al aplicársele el segundo segmento de los programas P-AD(a) y P-E (b), a las partículas de mostaza a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C.	84
6.16	Curvas del programa P-AD (a) y P-E (b) de las suspensiones con partículas de mostaza en agua a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C.	86
6.17	Curvas obtenidas en el primer segmento para las partículas de mostaza en agua en el programa P-AD (a) y para el programa P-E (b), 25°C.	89
6.18	Curvas dinámicas de las partículas de resina en agua para el programa P-AD (a) y el programa P-E (b), 25°C.	90
6.19	Comportamiento que presentaron las partículas de mostaza en agua variando el tiempo de sedimentación observado en el programa P-AD (a) y P-E (b), 25°C.	92
6.20	Comportamiento de la velocidad angular con respecto al tiempo para las partículas de resina en CMC en el programa P-AD (a) y para el programa P-E (b), 25°C.	95
6.21	Comportamiento presentado en las pruebas dinámicas por las partículas de resina en CMC (0.3%) en el programa P-AD (a) y en el programa P-E (b), 25°C.	96
6.22	Comportamiento de la velocidad angular con respecto al torque que presentaron las partículas de resina en CMC (0.3%) al aplicarse el programa P-AD (a) y P-E (b), 25°C.	98
6.23	Curvas de flujo de las partículas de resina en CMC al 0.3% en el programa P-AD (a) y P-E (b), 25°C.	101
6.24	Respuesta de la $\Omega$ en función del tiempo en los programas P-AD (a) y P-E (b), a las partículas de mostaza en CMC al 0.3%, a diferentes concentraciones volumétricas, a 25°C.	103
6.25	Respuesta de la $\tan(\delta)$ en función del tiempo de aplicársele el segundo segmento de los programas P-AD (a) y P-E (b), a las partículas de mostaza en CMC al 0.3% a diferentes concentraciones volumétricas.	104
6.26	Curva del programa P-AD de las partículas de mostaza en CMC al 0.3%, efectuada con la geometría de paletas de cuatro aspas a 25°C.	106
6.27	Comportamiento de la velocidad angular observado en el primer segmento para a) las partículas de mostaza en agua y b) en CMC (60% v/v) en las pruebas de fluencia, a 25 °C.	110
6.28	Curvas de $\tan(\delta)$ en función del tiempo para las partículas de mostaza a) en agua y b) en CMC (60% v/v), en las pruebas de fluencia, 25°C.	111
6.29	Curvas de fluencia para partículas de mostaza en agua al 60% v/v,	112

25°C.	
6.30	Curvas de fluencia para partículas de mostaza en CMC al 60% v/v, 25°C. 112
6.31	Torques críticos en función de la concentración de partículas en las diferentes suspensiones, 25°C. 114
6.32	Comportamiento del módulo de almacenamiento (a) y módulo de pérdida (b), en las partículas de mostaza en disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C. 116
6.33	Comportamiento de la viscosidad dinámica (a) y la viscosidad fuera de fase (b) de las suspensiones con partículas de mostaza en la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, a 25°C. 117
6.34	Curva de la prueba P-AD de las muestras preparadas con partículas de mostaza en la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, a 25°C. 119
6.35	Curva de la prueba P-E de las suspensiones con partículas de mostaza en la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C. 119
6.36	Parámetros reológicos encontrados para las muestras de disolución viscoelástica con partículas. 121

## ÍNDICE DE CUADROS

		Página
2.1	Clasificación de fluidos de acuerdo el comportamiento de flujo.	8
2.2	Velocidades de cizalla de operaciones industriales y aplicaciones a productos.	10
2.3	Clasificación de sistemas coloidales	19
2.4	Clasificación de suspensiones en función del tamaño de partícula.	19
5.1	Medidas del recipiente contenedor utilizado en la experimentación.	46
5.2	Cantidad de partículas y de fase continua con respecto a cada concentración.	52
5.3	Magnitudes de torque empleados en los segmentos de ascenso-descenso y estacionario para cada suspensión	55
5.4	Magnitudes de torque empleados en los segmentos de ascenso-descenso y estacionario para cada tiempo de reposo.	56
5.5	Magnitudes de torque empleados en las pruebas de fluencia para las suspensiones de partículas de mostaza en agua y en carboximetilcelulosa de sodio (CMC) al 60%.	57
6.1	Tiempo de sedimentación de las partículas de mostaza y resina en CMC, goma guar y xantana a diferentes concentraciones, en seco (a) e hidratadas previamente en agua (b).	58
6.2	Formulación empleada para la elaboración de la disolución viscoelástica.	60
6.3	Densidad de las partículas de resina secas y húmedas.	60
6.4	Densidad de las partículas de mostaza secas y húmedas.	60
6.5	Tamaño de partícula de resina observado en el microscopio en seco e hidratadas previamente con agua desionizada.	61
6.6	Tamaño de las partículas de mostaza en el microscopio, secas e hidratadas.	62
6.7	Masa y volumen de las partículas en seco y húmedo con su respectivo aumento de volumen calculado.	62
6.8	Densidad relativa de CMC 0.3% y disolución viscoelástica.	63
6.9	Parámetros reológicos del modelo de la potencia de CMC al 0.3% a 25°C.	63
6.10	Parámetros reológicos del modelo de Carreau para la disolución viscoelástica a 25°C.	66
6.11	Densidad relativa de los estándares.	68
6.12	Viscosidad de la glicerina 25°C.	69
6.13	Viscosidad del aceite 25°C.	70
6.14	Torques críticos encontrados en las suspensiones con partículas de resina en agua a las diferentes concentraciones en el programa P-AD.	80
6.15	Torques críticos presentados por las muestras con partículas de resina en agua en el programa P-E.	81
6.16	Torques críticos de partículas de mostaza en agua, evaluados en el programa P-AD.	87
6.17	Torques críticos de partículas de mostaza en agua, empleando el	87

programa P-E.	
6.18 Torques críticos presentados en las muestras de partículas de mostaza a los diferentes tiempos de sedimentación en el programa P-AD.	93
6.19 Torques críticos encontrados en las muestras de partículas de mostaza a los diferentes tiempos de sedimentación en el programa P-E.	93
6.20 Torques críticos de las muestras con partículas de resina en CMC 0.3% en el programa P-AD.	99
6.21 Torques críticos encontrados en las muestras con partículas de resina en CMC 0.3 % en el programa P-E.	99
6.22 Parámetros reológicos determinados en las muestras con partículas de resina en CMC 0.3 % en ambos programas.	100
6.23 Torques críticos de partículas de mostaza en CMC al 0.3 %, evaluados en el programa P-AD.	107
6.24 Torques críticos de partículas de mostaza en CMC al 0.3%, empleando el programa P-E.	107
6.25 Comparación de los torques críticos de partículas de mostaza en agua y CMC al 0.3%, en las diferentes pruebas empleadas	113
6.26 Datos de viscosidad encontrados para las suspensiones con la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones.	120

## NOMENCLATURA

Símbolo	Término	Unidades
$A$	Área	$m^2$
$ab_{pasa}$	Abertura del tamiz por el que pasan las partículas	mm
$ab_{retiene}$	Abertura del tamiz donde se retienen las partículas	mm
$D$	Diámetro total del sistema	m
$d$	Diámetro de la paleta	m
$Dp_i$	Diámetro promedio	m
$F$	Fuerza	N
$G$	Módulo de elástico	Pa
$G^*$	Módulo complejo	Pa
$G''$	Módulo de pérdida	Pa
$G'$	Módulo de almacenamiento	Pa
$h$	Altura de la paleta	m
$h_0$	Un punto sobre la altura del cilindro concéntrico	m
$h_{cc}$	Altura total del cilindro concéntrico	m
$J$	Capacitancia	$Pa^{-1}$
$K$	Índice de consistencia	$Pa \cdot s^n$
$M$	Torque	N.m
$M_c$	Torque crítico	N.m
$M_{min}$	Torque mínimo para vencer el esfuerzo de fluencia	N.m
$m$	Constante	Adimensional
$m_0$	Masa del picnómetro vacío	kg
$m_w$	Masa del picnómetro con agua	kg
$m_l$	Masa del picnómetro con líquido	kg
$m_s$	Masa del picnómetro con partículas	kg
$m_{sl}$	Masa del picnómetro con líquido y partículas	kg
$Np$	Número de potencia	Adimensional
$n$	Índice de comportamiento al flujo	Adimensional
$P$	Potencia de entrada a un mezclador ( $M\Omega$ )	Nm/s
$R_b$	Radio del cilindro concéntrico	m
$R_C$	Radio del cilindro externo	m
$Re$	Número de Reynolds	Adimensional
$w$	Velocidad angular	$rad \cdot s^{-1}$
$z$	Distancia entre dos puntos	m
$\alpha$	Exponente de la viscosidad estructural	Adimensional
$\beta$	Exponente de la viscosidad estructural	Adimensional
$\gamma$	Deformación de cizallamiento	Adimensional
$\dot{\gamma}$	Velocidad de cizalla	$s^{-1}$

$\dot{\gamma}_a$	Velocidad de cizalla promedio	$s^{-1}$
$\eta$	Viscosidad	Pa.s
$\eta'$	Viscosidad fuera de fase	Pa.s
$\eta''$	Viscosidad dinámica	Pa.s
$\eta^*$	Viscosidad compleja	Pa.s
$\eta_a$	Viscosidad aparente	Pa.s
$\eta_d$	Viscosidad de la dispersión	Pa.s
$\eta_{md}$	Viscosidad del medio de dispersión	Pa.s
$\eta_p$	Viscosidad plástica	Pa.s
$\eta_R$	Viscosidad relativa	Adimensional
$\eta_0$	Viscosidad límite a baja cizalla	Pa.s
$\eta_\infty$	Viscosidad límite a alta cizalla	Pa.s
$\lambda$	Constante del tiempo	Adimensional
$\mu$	Viscosidad newtoniana	Pa.s
$\rho$	Densidad	$kg/m^3$
$\rho_l$	Densidad del líquido	$kg/m^3$
$\rho_p$	Densidad de las partículas	$kg/m^3$
$\rho_w$	Densidad del agua	$kg/m^3$
$\sigma$	Esfuerzo de cizalla	Pa
$\sigma_a$	Esfuerzo de cizalla promedio	Pa
$\sigma_c$	Esfuerzo correspondiente asociado con la transición de flujo newtoniano a baja cizalla al comportamiento no newtoniano.	Pa
$\sigma_{min}$	Esfuerzo de cizalla mínimo	Pa
$\sigma_0$	Esfuerzo de fluencia	Pa
$\tau$	Componente del esfuerzo de cizalla	Pa
$\phi$	Fracción volumen de la fase dispersa	Adimensional
$\phi_m$	Concentración volumétrica máxima	Adimensional
$\Omega$	Velocidad angular constante	$rad.s^{-1}$

## RESUMEN

En el presente trabajo se determinaron los torques críticos que definen el inicio del flujo de varias muestras elaboradas con dos diferentes partículas en tres tipos de fluidos, asimismo se observó la influencia del tamaño de partícula, el medio que se empleó como fase continua y la concentración volumétrica de partículas. Los dos tipos de partículas estudiadas previamente hidratadas, fueron: semillas de mostaza y partículas de resina de intercambio iónico; los fluidos que se utilizaron como fase continua fueron: el agua como modelo de newtoniano, una dispersión de carboximetilcelulosa de sodio (CMC) como fluido de la potencia y una disolución de xantana-gelana-lactato de calcio-azúcar como fluido viscoelástico. Se manejaron diferentes concentraciones volumétricas de partículas dependiendo de la fase continua y del tamaño de partícula. Las muestras preparadas a las diferentes concentraciones se caracterizaron con la geometría de paletas en un recipiente con deflectores, de manera que se cumpliera con la analogía Couette-Searle para cilindros concéntricos. Las partículas en la disolución viscoelástica no presentaron una resistencia inicial para fluir, por lo que no se determinó el torque crítico. Para el caso de las partículas en agua y en la dispersión de carboximetilcelulosa de sodio, se encontró que a mayor concentración de partículas aumentaban los torques críticos registrados, independientemente de la fase continua empleada, obteniéndose torques críticos mayores en agua y en las muestras con partículas de mayor tamaño. Se calculó finalmente el respectivo esfuerzo de fluencia ( $\sigma_0$ ).

## 1. INTRODUCCIÓN

Con el crecimiento de la Industria de Alimentos, se han identificado procesos en los cuales hay etapas críticas por el tipo de fluidos a transportar, tal es el caso de fluidos con partículas en suspensión. El tamaño de las partículas puede variar desde tamaños coloidales hasta partículas milimétricas, en este caso la caracterización reológica con geometrías convencionales se dificulta, ya que la separación entre geometrías es limitada además de que se presenta sedimentación de las mismas.

La caracterización de suspensiones con partículas milimétricas se ha realizado aumentando las dimensiones y alargando la separación entre las geometrías en reómetros tradicionales, por ejemplo la geometría de cono y plato (Cross y Kaye, 1986) y placas paralelas (Pordesimo y *col.*, 1994), en donde se obtuvieron velocidades de cizalla pequeñas ( $<10 \text{ s}^{-1}$ ), o en una geometría de cilindros concéntricos (Coussot y Piau, 1995), con velocidades de cizalla intermedias ( $<70 \text{ s}^{-1}$ ).

Otra alternativa para evaluar las propiedades reológicas de este tipo de suspensiones ha sido la aplicación de los principios de mezclado. Se han probado diferentes tipos de impulsores, pero sólo los de paletas y la cinta helicoidal (Martínez-Padilla y *col.*, 1999) evitan los problemas encontrados para fluidos viscosos en mezcladores de geometría pequeña, como son un mezclado heterogéneo, flujo con circulación lenta y el movimiento del fluido nulo cerca de las paredes del recipiente contenedor. Además con estos impulsores se puede considerar flujo similar a cilindros concéntricos (analogía de Couette-Searle) en fluidos con alta viscosidad aparente (Barnes y Carnalli, 1990).

La geometría de paleta puede ser una alternativa comercial para la caracterización de suspensiones con partículas esféricas milimétricas ya que ésta ha sido utilizada ampliamente en la determinación del esfuerzo de fluencia ( $\sigma_0$ ) en sistemas tales como: suspensiones de arcilla, grasas, espumas y emulsiones sin dañar gravemente la estructura (Barnes y Carnalli, 1990).

En este estudio se pretende evaluar las propiedades de flujo de dos tipos de partículas en tres diferentes fluidos (newtoniano, potencia y viscoelástico), partiendo de las partículas sedimentadas hasta la incorporación completa en el fluido, proponiendo una nueva metodología para evaluar propiedades de flujo de suspensiones con partículas milimétricas que modelen un fluido alimenticio como pueden ser frijoles, frutas en almíbar, y todos aquellos fluidos alimenticios que tengan partículas groseras en suspensión.

Inicialmente se presentan los antecedentes sobre reología, fluidos y tipos de fluidos, predicción de viscosidad de suspensiones y reometría, en donde se incluyen la geometría de cilindros concéntricos y la corrección de efectos finales, así como la geometría de paletas y los límites del régimen de flujo que se pueden alcanzar con la misma. Posteriormente se presentan los materiales y métodos empleados en donde se explican las diferentes técnicas para la caracterización de fluidos y partículas, así como la selección de los sistemas en estudio, seguido de los procedimientos reológicos aplicados para determinar las propiedades de flujo. Para finalizar se analizan los resultados obtenidos y se presentan las conclusiones del estudio.

## 2. ANTECEDENTES

### 2.1 DEFINICIÓN DE REOLOGÍA.

Reología es la ciencia que estudia la deformación y flujo de materiales, es decir la reología estudia la manera en que responden los materiales al aplicárseles un esfuerzo o deformación (Steffe, 1992).

Los principales conceptos teóricos de reología son de cinemática, relacionados con aspectos de deformación geométrica y de flujo; de leyes de conservación relacionadas con la fuerza, el esfuerzo e intercambios de energía; y la relación constitutiva particular de cada material. La relación o ecuación constitutiva sirve para unir el movimiento y la fuerza, y así poder describir completamente los procesos de flujo, lo cual es de suma importancia para resolver problemas de ingeniería (Tanner, 2000).

Todos los materiales tienen propiedades reológicas y el área es relevante en algunos campos de estudio como es la geología y minería, procesos de plásticos, mecánica de suelos, fabricación de pintura y dispersión de pigmentos, bioingeniería y cosmetología, entre otras aplicaciones. En la ciencia de los alimentos, hay numerosas áreas donde los parámetros reológicos son necesarios, como por ejemplo (Steffe, 1992):

- a) Cálculos de ingeniería para procesos en los cuales se encuentran numerosos equipos como bombas, extrusores, mezcladores, intercambiadores de calor, homogenizadores y viscosímetros.
- b) Determinación de funcionalidad de los ingredientes.
- c) Control de calidad del producto intermedio y final.
- d) Pruebas de vida de anaquel.

- e) Evaluación de textura del alimento para correlacionarlo a resultados sensoriales.

## 2.2 DEFINICIÓN DE FLUIDO

Un fluido es una sustancia que se deforma continuamente cuando se somete a un esfuerzo de cizalla, sin importar cuán pequeño sea este esfuerzo.

En la Figura 2.1 se muestra una sustancia entre dos placas paralelas separadas a una distancia pequeña siendo ellas lo suficientemente grandes para que las condiciones en sus límites se puedan despreciar. La placa inferior está fija y se aplica una fuerza ( $F$ ) a la placa superior, ejerciéndose entonces un esfuerzo de cizalla ( $F/A$ ) sobre cualquier sustancia entre las placas.  $A$  representa el área de la placa superior. Cuando la fuerza ( $F$ ) causa que la placa superior se mueva con una velocidad uniforme, sin que importe lo pequeña que sea la magnitud de ( $F$ ), se puede concluir que la sustancia entre dos placas es un fluido (Streeter y Wylie, 1988).

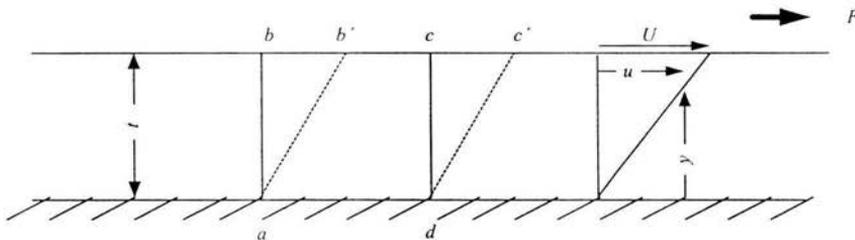


Figura 2.1 Deformación resultante de la aplicación de una fuerza cortante constante (Steeffe,1992).

Se considera que el fluido en contacto inmediato con una frontera sólida tiene la misma velocidad que la frontera, es decir, no hay deslizamiento en la

frontera. Este es un hecho experimental que ha sido verificado en un sin número de pruebas con diversos tipos de fluidos y materiales. El fluido en el área  $abcd$  fluye a la nueva posición  $ab'c'd'$ , con cada partícula del fluido en movimiento paralelo a la placa y variando la velocidad ( $v$ ) de modo uniforme desde cero en la placa estacionaria hasta ( $U$ ) en la placa superior. Los experimentos muestran que, siendo constantes otras cantidades, la fuerza ( $F$ ) es directamente proporcional al área ( $A$ ) y a ( $U$ ) e inversamente proporcional al espesor ( $t$ ). En forma de ecuación,

$$F = \mu A \frac{dU}{dy} \quad (2.2.1)$$

Donde  $\mu$  es el factor de proporcionalidad e incluye el efecto del fluido en particular. Si el esfuerzo de cizalla  $\sigma = \frac{F}{A}$ ,

$$\sigma = \mu \frac{dv}{dy} \quad (2.2.2)$$

La razón  $U/t$  es la velocidad de la línea  $ab$ , o es la *rapidez de deformación de cizalla* del fluido, es decir, la rapidez de decremento del ángulo  $bad$ . La velocidad también se puede escribir  $du/dy$ , ya que  $U/t$  y  $du/dy$  expresan la velocidad de cambio dividida por la distancia sobre la cual ocurre el cambio. Sin embargo,  $du/dy$  es más general, ya que es válida para situaciones en las que la velocidad de cizalla y el esfuerzo de cizalla cambian con  $y$ . El gradiente de velocidad  $du/dy$  también se puede visualizar como la rapidez con la que una capa se mueve en relación con una capa adyacente. En forma simplificada, la ecuación se expresa como:

$$\sigma = \mu \dot{\gamma} \quad (2.2.3)$$

que corresponde a la relación entre el esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla para el flujo unidimensional de un fluido. El factor de proporcionalidad  $\mu$  se denomina *viscosidad* del fluido, y la ecuación anterior representa la *ley de viscosidad de Newton* (Streeter y Wylie, 1988).

## 2.3 TIPOS DE FLUIDOS

Una sustancia plástica se deformará cierta cantidad proporcional a la fuerza, pero no continuamente cuando el esfuerzo aplicado es menor que el esfuerzo de fluencia. Si se colocara arena entre las dos placas, la fricción de Coulomb requeriría una fuerza finita para causar un movimiento continuo (Streeter y Wylie, 1988). El esfuerzo de fluencia  $\sigma_0$  se define como el esfuerzo de cizalla mínimo requerido para un flujo inicial (Steffe, 1992), éste se puede determinar por diversos métodos (Steffe, 1992), entre ellos se encuentra el método de esfuerzo al flujo inicial en el cual se mide el esfuerzo que provoca el movimiento de la geometría de paleta, empleado por Nguyen y Boger (1985) y Qiu y Rao (1988).

### 2.3.1 Clasificación de los fluidos según su viscosidad.

Los fluidos se clasifican en newtonianos o no-newtonianos. En el flujo newtoniano hay una relación lineal entre la magnitud del esfuerzo de cizalla aplicado y la velocidad de cizalla resultante,  $\eta$  es una constante en la ecuación 2.2.1, como se muestra en la Figura 2.2. En el fluido no-newtoniano hay una relación no lineal entre la magnitud del esfuerzo aplicado y la velocidad de cizalla.

Los gases y líquidos delgados tienden a ser fluidos newtonianos, mientras que los hidrocarburos espesos de cadena larga pueden ser no-newtonianos (Streeter y Wylie, 1988).

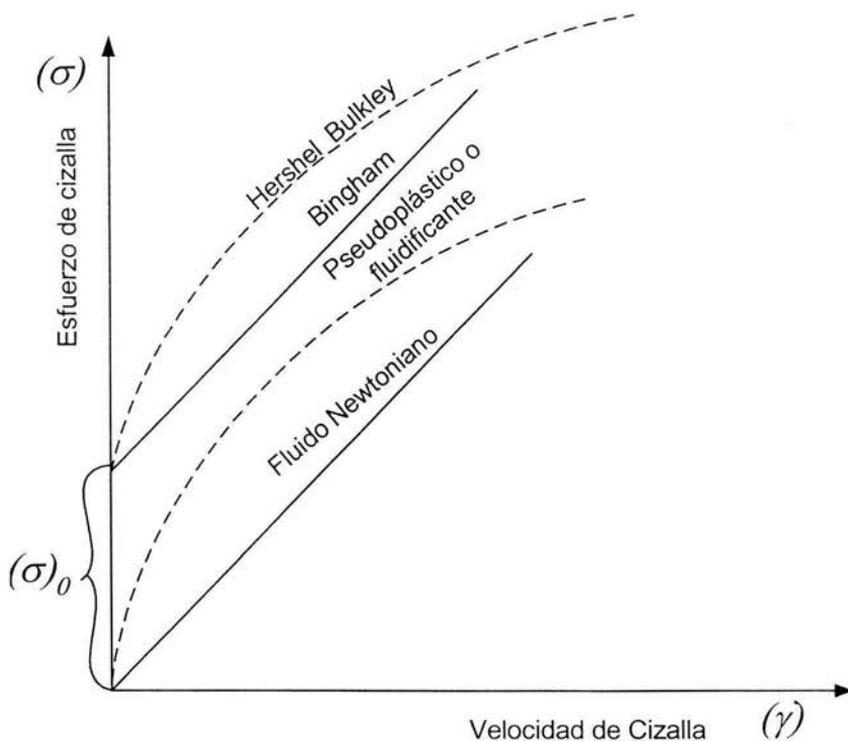


Figura 2.2 Clasificación de los fluidos (Streeter y Wylie, 1988).

### 2.3.2 Comportamiento de los fluidos.

En algunos fluidos, los cambios en su estructura interna ocurren muy rápido, y un nuevo esfuerzo correspondiente a la nueva velocidad de cizalla se alcanza instantáneamente. Tales fluidos son llamados *independientes del tiempo*. Para los fluidos *dependientes del tiempo*, los cambios estructurales son considerablemente más lentos, y el esfuerzo de cizalla cambia lentamente hasta

encontrar un valor estable correspondiente a la nueva velocidad de cizalla (Cheremisinoff, 1988).

Los fluidos pueden ser divididos en tres clases basándonos en su comportamiento de flujo: fluidos puramente viscosos independientes del tiempo, fluidos puramente viscosos dependientes del tiempo, y fluidos viscoelásticos. Las tres clases se pueden observar mejor en el Cuadro 2.1 (Cheremisinoff, 1988).

Cuadro 2.1 Clasificación de fluidos de acuerdo al comportamiento de flujo

Fluidos			
Puramente viscosos			
Independientes del tiempo		Dependientes del tiempo	
Sin esfuerzo de fluencia	Con esfuerzo de fluencia	Tixotrópico	Viscoelástico
Newtoniano	Bingham		
Pseudoplástico	Herschel-Bulckley	Antitixotrópico	
Dilatante	Casson		

### 2.3.3 Fluidos independientes del tiempo

#### Fluidos Newtonianos

La clase más simple de fluidos reales la comprenden los fluidos newtonianos para los cuales su ecuación está dada por la ley de Newton, como se describió anteriormente.

$$\sigma = \mu \dot{\gamma} \quad (2.3.1)$$

La viscosidad es una propiedad del fluido que es función de la temperatura y la presión (para un sistema de una sola fase y un solo componente). Con la temperatura la viscosidad de los líquidos disminuye (Figura 2.3).

Una gran lista de fluidos no sigue la ley de la viscosidad de Newton, y además, pueden presentar otras características como dependencia del tiempo, viscoelasticidad o esfuerzo de fluencia. Un fluido con alguna de estas características se denomina no-newtoniano.

Para los fluidos no-newtonianos es necesario definir la "viscosidad aparente" ( $\eta_a$ ) como:

$$\eta_a = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad (2.3.2)$$

La viscosidad aparente es una función de la velocidad de cizalla para materiales no-newtonianos y es análogo a la viscosidad de los fluidos newtonianos. Mientras que la viscosidad newtoniana no varía con la velocidad de cizalla, la viscosidad aparente de los no-newtonianos si lo hace (Cheremisinoff, 1988).

#### Fluidos fluidificantes a la cizalla o pseudoplásticos

Los fluidos pseudoplásticos son comúnmente referidos como fluidificantes o adelgazantes a la cizalla porque su viscosidad aparente disminuye con la velocidad de cizalla. El grado de aumento del esfuerzo de cizalla para tales fluidos disminuye con el aumento de la velocidad de cizalla (Figura 2.3). El cizallamiento modifica rápidamente la estructura interna del fluido y es reversible, por lo que la dependencia del tiempo no se manifiesta.

Muchos fluidos pseudoplásticos son adelgazantes a la cizalla a velocidades de cizalla intermedias y son newtonianos a velocidades de cizalla altas y bajas. Debido a que las velocidades de cizalla dependen de las propiedades intrínsecas

de cada material, se reportan datos obtenidos experimentalmente (Cuadro 2.2) de intervalos de velocidad para algunas operaciones específicas (Lapasin y Pricl, 1995). El comportamiento newtoniano se encuentra en fluidos de bajo peso molecular, soluciones de polímeros altamente diluidas y sistemas dispersos de bajo contenido de fase dispersa. El comportamiento reológico llega a ser adelgazante a la cizalla cuando el peso molecular del fluido aumenta, como en el caso de disoluciones de polímeros, o cuando la concentración del polímero o contenido de la fase dispersa aumenta.

Cuadro 2.2 Velocidades de cizalla de operaciones industriales y aplicaciones a productos.

Operación	Intervalo de velocidad de cizalla ( $s^{-1}$ )
Sedimentación de partículas finas en un fluido	$10^{-6} - 10^{-4}$
Equilibrio debido a la tensión superficial	$10^{-2} - 10^{-1}$
Drenado por gravedad	$10^{-1} - 10^1$
Mezclado y agitación de líquidos	$10^1 - 10^3$
Flujo en tuberías	$10^0 - 10^3$
Aplicación de cremas y lociones	$10^3 - 10^5$
Lubricación	$10^3 - 10^7$

Debido a su simplicidad, hay una relación de la ley de la potencia que es la más usada, a pesar de no describir el comportamiento newtoniano encontrado en los extremos en la mayoría de los fluidos pseudoplásticos. La ecuación de la ley de la potencia u Ostwald-de Waele es:

$$\sigma = K\dot{\gamma}^n \quad (2.3.3)$$

Es una ecuación de dos parámetros, el parámetro  $K$  es llamado índice de consistencia y  $n$  es el índice de comportamiento al flujo. Ambos son función de la temperatura y la presión, pero  $K$  es más sensible a la temperatura que  $n$  (Cheremisinoff, 1988).

Nótese que si  $n=1$  la ecuación anterior se reduce a la ley de la viscosidad de Newton. Para  $n < 1$ , el comportamiento pseudoplástico o fluidificante a la cizalla predomina, además si  $n > 1$ , el comportamiento dilatante o espesante a la cizalla se observa, de acuerdo a Cheremisinoff (1988), la viscosidad aparente para un fluido que sigue la ley de la potencia es

$$\eta_a = \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} = K\dot{\gamma}^{n-1} \quad (2.3.4)$$

Mostrando que si  $n < 1$ ,  $\eta_a$  disminuye con la velocidad de cizalla. El valor de  $n$  es la pendiente del reograma  $\sigma$  vs  $\dot{\gamma}$  en coordenadas logarítmicas.

#### Fluidos espesantes a la cizalla o dilatantes

Los fluidos espesantes a la cizalla (llamados también dilatantes) son aquellos donde la viscosidad aparente aumenta con la velocidad de cizalla. Tomando valores apropiados de los parámetros, las ecuaciones desarrolladas para los fluidos pseudoplásticos se aplican a los fluidos dilatantes. Por ejemplo, la ecuación de la ley de la potencia se usa con  $n$  mayor a la unidad para fluidos dilatantes (Cheremisinoff, 1988).

#### Fluidos Plásticos (fluidos con esfuerzo de fluencia)

Ciertos fluidos no se deforman continuamente a menos que un límite o "esfuerzo de fluencia" sea excedido. Estos son comúnmente conocidos como fluidos plásticos. En el caso más simple estos fluidos se comportan de una manera idéntica a los fluidos newtonianos una vez que se rebase el esfuerzo de fluencia.

En otros casos la curva de flujo es la misma que para un fluido pseudoplástico o dilatante pero comenzando a fluir después de exceder un esfuerzo inicial, como se observa en la Figura 2.3.

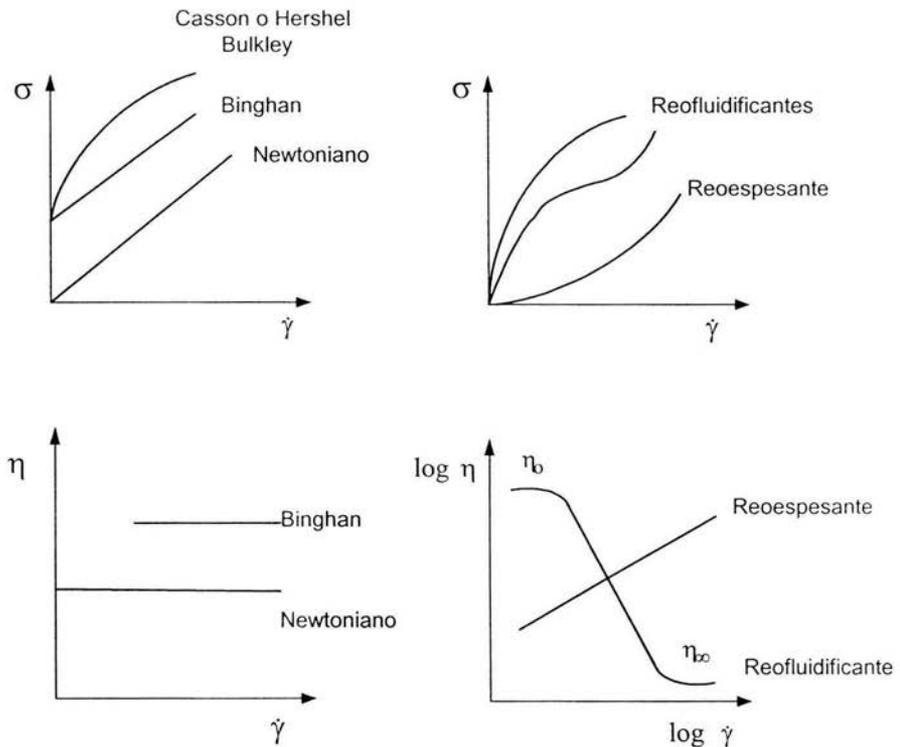


Figura 2.3 Curvas de fluidos con diferente comportamiento reológico (Darby, 1996).

Las ecuaciones representativas para estos fluidos son modificaciones a las empleadas para fluidos newtonianos o que siguen la ley de la potencia.

*Modelo de Bingham.* La ecuación de Bingham está dada por

$$\sigma = \sigma_0 + \eta_p \dot{\gamma} \quad (2.3.5)$$

donde  $\sigma_0$  es el esfuerzo de fluencia, y  $\eta_p$  es la viscosidad plástica.

*Modelo para fluidos Hershel-Bulkley* . El modelo está expresado como:

$$\sigma = \sigma_0 + K\dot{\gamma}^n \quad (2.3.6)$$

y es una simple combinación de las ecuaciones de Bingham y de la ley de la potencia, el comportamiento pseudoplástico o dilatante depende de si  $n$  es menor o mayor a la unidad (Cheremisinoff, 1988).

#### 2.3.4 Fluidos dependientes del tiempo de cizalla.

Los fluidos descritos anteriormente tienen un comportamiento de flujo que responde instantáneamente a cambios repentinos en la velocidad de cizalla. Hay una clase de fluidos denominados dependientes del tiempo para los cuales el tiempo de respuesta es apreciable. Para estos fluidos la variación de la velocidad de cizalla en el esfuerzo de cizalla cambia lentamente con el tiempo hasta que se establece un esfuerzo en equilibrio correspondiente a la velocidad de cizalla a la que se modificó. Los fluidos dependientes del tiempo son clasificados generalmente como tixotrópicos o antitixotrópicos

##### *Fluidos tixotrópicos*

A una velocidad de cizalla dada, el esfuerzo de cizalla disminuye lentamente con el tiempo hasta que se alcanza un estado de equilibrio. Tales fluidos se comportan como fluidos pseudoplásticos dependientes del tiempo.

##### *Fluidos antitixotrópicos*

Para estos fluidos el esfuerzo de cizalla a una velocidad de cizalla constante aumenta lentamente con el tiempo hasta llegar a un valor de equilibrio.

Tales fluidos se comportan como fluidos dilatantes dependientes del tiempo (Cheremisinoff, 1988).

### 2.3.5 Modelos Estructurales.

La mayoría de los fluidos que no presentan esfuerzo de fluencia generalmente se aproximan al comportamiento newtoniano a muy altas y muy bajas velocidades de cizalla (o esfuerzos), y presentan comportamiento fluidificante a velocidades medias. Tal comportamiento se describe como viscosidad estructural el cual es característico de un material con cierto grado de estructura (por ejemplo geles), la cual puede ser rota a alta cizalla pero se recupera a baja cizalla. Más de dos parámetros se requieren para describir el comportamiento viscoso de estos fluidos, y se han propuesto una variedad de modelos que tienen estas características típicas, un modelo estructural clásico es el propuesto por Carreau (Cheremisinoff, 1988):

$$\eta = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{[1 + (\lambda\dot{\gamma})^2]^x} + \eta_\infty \quad (2.3.7)$$

$$\eta = \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{\left[1 + \left(\frac{\tau}{\sigma_c}\right)^2\right]^\beta} + \eta_\infty \quad (2.3.8)$$

Donde  $\eta_0$  y  $\eta_\infty$  son las viscosidades límite a alta y baja cizalla. El parámetro  $\lambda$  es una constante del tiempo y  $\sigma_c$  es el esfuerzo correspondiente asociado con la transición de flujo newtoniano a baja cizalla al comportamiento no-newtoniano.

Estos valores están relacionados por  $\lambda = \eta_0 / \sigma_c$ . A velocidades de cizalla intermedia el modelo se reduce al modelo de la ley de la potencia, y  $\alpha$  (o  $\beta$ ) está relacionado con el índice de comportamiento al flujo, por:

$$n = (1 - 2\alpha) = (1 + 2\beta)^{-1} \quad (2.3.9)$$

Cuando  $(\lambda\dot{\gamma})^2 \gg 1$  la ecuación de viscosidad de Carreau se reduce al modelo usual de dos parámetros de la ley de la potencia, como:

$$\eta = \eta_0 (\lambda)^{n-1} (\dot{\gamma})^{n-1} \quad (2.3.10)$$

Suponiendo que  $K = \eta_0 (\lambda)^{n-1}$

En la Figura 2.3 se presentan algunos de los comportamientos reológicos más comúnmente encontrados.

### 2.3.6 Fluidos viscoelásticos

Si para los fluidos descritos anteriormente el esfuerzo de cizalla fuera retirado, la deformación terminaría, pero no hay tendencia del fluido para recuperar su estado original indeformado. Algunos fluidos tienen la propiedad de recuperar parcialmente su estado original después de quitar el esfuerzo. Tales fluidos tienen propiedades similares a sólidos elásticos, así como a líquidos viscosos, y son denominados viscoelásticos.

Las propiedades elásticas de tales fluidos nos llevan a un comportamiento interesante e inusual. El ejemplo más claro es el que se presenta cuando el fluido trepa por el eje impulsor, o el llamado también "efecto Weissenberg", mostrado por este tipo de fluidos. Contrariamente, si un cilindro rotatorio o eje impulsor se

sumerge en un líquido puramente viscoso, la superficie del líquido se disminuye cerca del eje impulsor debido a las fuerzas centrífugas (Cheremisinoff, 1988).

El comportamiento elástico se puede evaluar por métodos viscométricos al determinar las diferencias de esfuerzos normales. Alternativamente, la función lineal del material viscoelástico se determina por experimentos que incluyen pequeñas deformaciones. La mayoría de estas técnicas se dividen en dos categorías: métodos estáticos y métodos dinámicos. Los métodos estáticos involucran curvas de relajación o de fluencia y las pruebas dinámicas involucran la aplicación de una deformación oscilatoria (Steffe, 1992).

#### Fluencia y Relajación de esfuerzos.

En una prueba de fluencia, una sustancia se somete a un esfuerzo constante  $\sigma_{cte}$  y la deformación  $\gamma$  correspondiente se mide en función del tiempo  $\gamma(t)$ . Los datos son usualmente presentados en términos de fluencia, en función del tiempo.

$$J = f(t) = \frac{\gamma}{\sigma_{cte}} \quad (2.3.11)$$

En una prueba de relajación de esfuerzos, se aplica una deformación constante  $\gamma_{constante}$  a la muestra y se mide la variación de esfuerzos sobre el tiempo,  $\sigma(t)$ . Los datos se presentan comúnmente en términos de un módulo de relajación de esfuerzos, en función del tiempo (Steffe, 1992).

$$G = f(t) = \frac{\sigma}{\gamma_{constante}} \quad (2.3.12)$$

## Pruebas dinámicas

El comportamiento viscoelástico de los fluidos se puede determinar por pruebas dinámicas donde la muestra se somete a un movimiento oscilatorio (el movimiento varía armónicamente con el tiempo) cuando se coloca en varias geometrías, como son cono y plato o placas paralelas.

Normalmente se aplica una deformación sinusoidal a la muestra, provocando un nivel de esfuerzo que se transmite a través del material. La magnitud y el tiempo de desfase de la transmisión depende de la naturaleza viscoelástica de la sustancia. En materiales altamente viscosos la energía se disipa a causa de la fricción, mientras que ésta se almacena en mayor proporción en materiales altamente elásticos. Asimismo, el tiempo de desfase (llamado también fase lag) es grande para sustancias muy viscosas pero pequeño para materiales que muestran un alto grado de elasticidad.

Realizando este tipo de pruebas se conocen los parámetros viscoelásticos del material: módulo complejo ( $G^*$ ), módulo de pérdida ( $G''$ ), módulo de almacenamiento ( $G'$ ), viscosidad compleja ( $\eta^*$ ), viscosidad fuera de fase ( $\eta''$ ), viscosidad dinámica ( $\eta'$ ). Algunas veces las pruebas dinámicas son llamadas "pruebas oscilatorias de pequeña amplitud" porque se emplean pequeñas deformaciones para mantener la respuesta lineal del comportamiento viscoelástico (Steffe, 1992).

Una función material que comúnmente se utiliza para describir el comportamiento viscoelástico es la llamada  $\tan \delta$ , la cual es también una función de la frecuencia:

$$\tan(\delta) = \frac{G''}{G'} = \frac{\eta'}{\eta''} \quad (2.3.13)$$

Los parámetros de viscoelasticidad definidos anteriormente se definen mejor si se observa el comportamiento ideal. Un material es un material elástico ideal (sólido hookeano), si el esfuerzo y la deformación están en fase y  $\delta = 0$ . De ahí,  $G''$  y  $\eta'$  son también igual a cero porque no hay disipación viscosa de energía. En este caso,  $G'$  es una constante igual al módulo de cizallamiento ( $G$ ).

Si un material se comporta como una sustancia viscosa ideal (un material newtoniano ideal), el esfuerzo y la deformación están  $90^\circ$  fuera de fase y  $\delta = \pi/2$ .

$G'$  y  $\eta''$  se hacen cero porque el material no almacena energía;  $\eta'$ , sin embargo, es constante e igual a la viscosidad newtoniana ( $\mu$ ).

Un comportamiento similar es observado para fluidos no-newtonianos cuando la frecuencia se aproxima a cero (Steffe, 1992).

## 2.4 VISCOSIDAD DE SUSPENSIONES

### 2.4.1 Definición de suspensión

Imaginemos un sistema disperso como resultado de romper una superficie en partículas de dimensiones, que algunas veces dejen de ser visibles en el microscopio óptico ordinario. Las partículas así formadas quedan en dispersión en el medio que rodea la superficie. Las partículas constituyen la *fase dispersa* y el medio recibe el nombre de *medio de dispersión* (Toral, 1973).

Se dice que estas partículas están en estado coloidal, que es el estado que toda clase de materia puede tomar cuando está finamente dividida (al tamaño coloidal) y dispersa en un medio en el cual conserva su identidad como partícula.

Como todos los materiales pueden adquirir el estado coloidal, podemos clasificar los sistemas coloidales en función de los estados de la fase dispersa y del medio de dispersión, en diversas clases (Cuadro 2.3)

Cuadro 2.3 Clasificación de sistemas coloidales (Torral, 1973)

Medio de dispersión	Fase dispersa	Sistema (ejemplo)
Gas	Gas	No se forma, pues la mezcla es homogénea
Gas	Líquido	Niebla
Gas	Sólido	Humo
Líquido	Gas	Espuma
Líquido	Líquido	Emulsión
Líquido	Sólido	Suspensión
Sólido	Gas	Espuma sólida
Sólido	Líquido	Emulsión sólida
Sólido	Sólido	Ciertas aleaciones

También se pueden definir los sistemas dispersos por un intervalo dado de tamaño de partícula (Cuadro 2.4)

Cuadro 2.4 Clasificación de suspensiones en función del tamaño de partícula (Torral, 1973).

Longitud mayor (cm) Lado para cubos, diámetro para esferas)	Superficie /unidad de volumen $\text{cm}^2/\text{cm}^3$ (cubos)	
1	6	
$10^{-1}$	60	Suspensiones groseras
$10^{-2}$	600	
$10^{-3}$	$6 \times 10^3$	Suspensiones ordinarias
$10^{-4}$	$6 \times 10^4$	
	Límite de resolución del microscopio óptico	
$10^{-5}$	$6 \times 10^5$	Suspensiones coloidales típicas
$10^{-6}$	$6 \times 10^6$	
$10^{-7}$	$6 \times 10^7$	
$10^{-8}$		Soluciones verdaderas

En el Cuadro 2.4 se observa que el sistema con partículas milimétricas entra en la clasificación de las suspensiones no coloidales o suspensiones groseras, debido al gran tamaño de las partículas que se emplearán.

Las partículas en suspensión experimentan muchísimas colisiones por segundo, unas con otras, y si en cada una de estas colisiones las partículas se adhirieran mutuamente, la suspensión sólo duraría segundos o minutos. Esto está en función de la concentración, viscosidad del medio y la temperatura (Toral, 1973).

#### 2.4.2 Viscosidad de suspensiones coloidales.

Las ecuaciones que se emplean para las suspensiones coloidales pueden servir de base para la obtención de las ecuaciones para las suspensiones no coloidales o suspensiones groseras. En 1906, Einstein estudió el caso extremo de una dispersión que contenía partículas esféricas todas del mismo tamaño.

En este caso no había ni fuerzas estáticas entre las partículas ni interacciones dinámicas causadas por el movimiento de las partículas. Así, pues el modelo de Einstein era una dispersión en que las partículas distaban tanto unas de otras que podía considerarse que cada una de ellas se movía en un volumen infinitamente grande de líquido. Para este modelo, Einstein obtuvo la siguiente ecuación:

$$\eta_d = \eta_{md}(1 + 2,5\phi) \quad (2.4.1)$$

donde  $\eta_{md}$  es la viscosidad del medio de dispersión,  $\eta_d$  la viscosidad de la dispersión y  $\phi$  la fracción volumen de la fase dispersa, esto es, la relación entre el

volumen de la fase dispersa y el de la dispersión (Toral, 1973). La ecuación de Einstein puede escribirse en la forma

$$\frac{\eta_d - \eta_{md}}{\eta_{md}} = 2,5\phi \quad (2.4.2)$$

que proporciona el aumento relativo de la viscosidad de la dispersión llamado *viscosidad específica* (Toral, 1973).

#### 2.4.3 Viscosidad líquidos viscosos con partículas no coloidales.

Se han obtenido pocas expresiones teóricas para predecir la viscosidad de una suspensión concentrada de partículas monodispersas que no interactúan con un líquido viscoso newtoniano.

Una de las ecuaciones con más éxito es descrita por Frankel y Acrivos (1967), quienes asumieron que el incremento de la viscosidad debida a la adición de partículas se debe a la disipación de energía que se da en la delgada capa de líquido entre las esferas. Estos autores asumieron que la disipación debida al estrecho movimiento fue predominante y debido a que el movimiento de deslizamiento fue insignificante. Promediando la energía disipada por todas las parejas posibles de partículas en la suspensión obtuvieron la siguiente ecuación para la viscosidad relativa ( $\eta_R$ ), esto es, la proporción de la viscosidad de la suspensión en la viscosidad de la fase continua.

$$\eta_R = \frac{9}{8} \left[ \frac{\left(\frac{\phi}{\phi_m}\right)^{1/3}}{1 - \left(\frac{\phi}{\phi_m}\right)^{1/3}} \right] \quad (2.4.3)$$

Aquí  $\phi_m$  es la máxima concentración volumétrica posible de partículas y es el valor de la fracción volumen de esferas ( $\phi$ ) en la cual la viscosidad de la suspensión puede ser infinitamente grande. La ecuación representa correctamente datos para valores intermedios de  $\phi$ , pero como es claro, esta ecuación no se puede reducir a la ecuación (2.4.1), es decir, cuando  $\phi \rightarrow 0$ . Aunque el proceso para llegar a la ecuación (2.4.3) fue inadecuado y la disipación de interacciones pares es tan pequeña para ser responsable de los valores de viscosidad observados, se puede considerar la ecuación (2.4.3) como una ecuación empírica exitosa.

Otra ecuación empírica exitosa surge de la realización de una curva que se puede obtener si se grafica la viscosidad relativa en función de  $\frac{\phi}{\phi_m}$  en la cual  $\phi_m$  está determinada por datos experimentales. De esta manera Chong y col., 1971, demostraron:

$$\eta_R = \left[ 1 + 0.75 \left( \frac{\phi / \phi_m}{1 - \phi / \phi_m} \right) \right]^2 \quad (2.4.4)$$

La cual se puede reducir a la ecuación (2.4.1) a valores pequeños de  $\phi$  si  $\phi_m$  es igual a 0.6. La ecuación sencilla de un parámetro es la evaluada por Kataoka y col. (1981),

$$\eta_R = \left[ 1 - \frac{\phi}{\phi_m} \right]^{-2} \quad (2.4.5)$$

Y probada extensamente por Poslinski y *col.* (1988), los cuales midieron la distribución del tamaño de partículas de cristal suspendidas en cuatro diferentes tipos de polibutano (Gupta, 1994).

Efecto de la distribución del tamaño de partícula.

Si se formula una suspensión con partículas de diferentes tamaños, se pueden encontrar pequeños efectos de la distribución del tamaño en la viscosidad si  $\phi < 0.2$ . Cuando se excede este valor, se obtiene una dramática disminución en el nivel de la viscosidad por una apropiada selección en el tamaño de partícula. Adicionalmente,  $\phi_m$  puede aumentar significativamente.

Para predecir este efecto, se puede tomar el "medio efectivo" aproximado, esto es, comenzar con el líquido de la suspensión sólo y agregar los sólidos en etapas. Primero agregar las partículas más finas seguidas por las partículas más grandes y así sucesivamente. En cada etapa, la viscosidad de la suspensión se asume que puede ser calculada por la ecuación (2.4.1), excepto que  $\eta$  toma el valor de la viscosidad de la suspensión al final de la etapa previa. Como consecuencia la relación entre  $\eta$  y  $\phi$  es:

$$d\eta = \frac{5}{2} d\phi \quad (2.4.6)$$

Esto se asume debido al amontonamiento del actual volumen ocupado por la cantidad adicional de partículas  $d\phi$  es  $d\phi(1 - K\phi)$ , integrando la ecuación (2.4.6)

$$\eta_R = (1 - K\phi)^{-\frac{5}{2K}} \quad (2.4.7)$$

y  $K$  debe ser igual a  $\phi_m^{-1}$  esperando que  $\eta_R$  llegue a ser infinita cuando  $\phi \rightarrow \phi_m$  (para una distribución infinitamente amplia esperamos  $\phi$  igual a la unidad). De esta manera

$$\eta_R = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-\frac{5}{2}\phi_m} \quad (2.4.8)$$

De la ecuación (2.4.1) se nota que

$$\lim_{\phi \rightarrow 0} \left[ \frac{\eta_R - 1}{\phi} \right] = [\eta] = \frac{5}{2} \quad (2.4.9)$$

entonces

$$\eta_R = \left(1 - \frac{\phi}{\phi_m}\right)^{-[\eta]\phi_m} \quad (2.4.10)$$

la cual es la ecuación de Krieger (1972), donde  $\eta$  es la viscosidad intrínseca y es un nuevo parámetro de medida experimental, basada en la ecuación de Einstein, se reduce a la ecuación (2.4.1) cuando  $\phi \rightarrow 0$  (Gupta, 1994).

Efecto de un medio de suspensión no-newtoniano.

La mayoría de las disoluciones de polímeros son no-newtonianos, y en particular fluidifican por cizalla. La adición de la misma cantidad de partículas tiende a subir la viscosidad proporcionalmente, a más bajas velocidades de cizalla que a altas velocidades de cizalla. De esta manera, la viscosidad relativa depende de la velocidad de cizalla, y la cantidad de material suspendido. Ésta es la razón por la cual la viscosidad relativa de la suspensión así como también la fase continua, son evaluadas a la misma velocidad de cizalla.

Para predecir el efecto de la velocidad de cizalla, Jarzebeski (1981) asume que el fluido polimérico podría ser representado como un fluido de la ley de la potencia. El repite el análisis de Frankel y Acrivos (1967) para dar uniformidad a las partículas obteniendo

$$(\eta_R)_{\dot{\gamma}} = \frac{9}{8} \left[ \frac{\left(\frac{\phi}{\phi_m}\right)^{1/3}}{1 - \left(\frac{\phi}{\phi_m}\right)^{1/3}} \right]^n \quad (2.4.11)$$

la cual se reduce a la ecuación (2.4.3) cuando  $n$  es igual a la unidad. El sufijo  $\dot{\gamma}$  en la ecuación indica que la viscosidad relativa se calcula a una velocidad de cizalla constante (Martínez-Padilla, y col., 1999).

La ecuación teórica de Happel (1957) se desarrolló para partículas esféricas pero para suspensiones semiconcentradas ( $0.05 < \phi < 0.5$ ). Esta ecuación considera desordenes debidos a la capa superficial que limita a cada esfera, similar al comportamiento de un fluido al correr a través de un tubo. Di Felici y col. (1991) probó su aplicación para la predicción del flujo de suspensiones de partículas bimodales (Góngora-Nieto y col., 1996). También, la relación se usó para predecir la viscosidad aparente de esferas groseras y cubos ( $1 \times 10^{-3}$  m) suspendidos en un fluido adelgazante a la cizalla (Martínez-Padilla, y col., 1999).

$$\eta_r = (1 + 5.5\phi) \left[ \frac{4\phi^{7/3} + 10 - \left(\frac{84}{11}\right)\phi^{2/3}}{10\left(1 - \phi^{10/3}\right) - 25\phi\left(1 - \phi^{4/3}\right)} \right] \quad (2.4.12)$$

## 2.5 REOMETRÍA

### 2.5.1 Geometría de cilindros concéntricos.

#### *Derivación de la ecuación básica.*

El viscosímetro de cilindros concéntricos es un instrumento muy común que opera en un intervalo de velocidades de cizalla haciéndolo una buena opción para obtener datos usados en muchos cálculos de ingeniería. Un buen número de suposiciones son tomadas en cuenta en el desarrollo de las relaciones matemáticas que describen el funcionamiento del instrumento: flujo laminar en estado estacionario, efectos finales despreciables, flujo incompresible, que las propiedades no están en función de la presión, la temperatura es constante, que no existe deslizamiento en las paredes del instrumento y los componentes de la velocidad radial y axial son nulas.

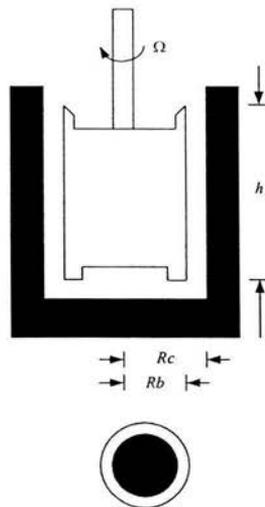


Figura 2.4 Aparato tradicional de prueba con geometría de cilindros concéntricos mostrando un cilindro interno con fondo y tapa ahuecados para minimizar los efectos finales (Steeffe, 1992).

La deducción presentada a continuación está basada en un montaje físico donde el cilindro interno gira y el cilindro externo se mantiene fijo; como sea es aplicable también al caso donde el cilindro externo gira y el cilindro interno es fijo (Steffe, 1992).

Cuando el cilindro interno gira a una velocidad constante y el cilindro externo está fijo (Figura 2.4), el instrumento mide el torque ( $M$ ) requerido para mantener una velocidad angular constante ( $\Omega$ ), entendiéndose como torque la cantidad en la dinámica de la rotación que toma en cuenta tanto la magnitud de la fuerza como el lugar de aplicación de la fuerza y su dirección (Resnik, 1998). La resistencia al torque viene del esfuerzo de cizalla ejercido sobre el cilindro interno por el fluido. Un balance de fuerzas proporciona:

$$M = 2\pi r h \sigma = 2\pi h r^2 \sigma \quad (2.5.1)$$

Donde  $r$  es cualquier posición en el fluido,  $R_b \leq r \leq R_c$ .

Resolviendo la ecuación (2.5.1) para el esfuerzo de cizalla, muestra que  $\sigma$  disminuye el movimiento del cilindro interno al cilindro externo:

$$\sigma = f(r) = \frac{M}{2\pi h r^2} \quad (2.5.2)$$

Utilizando la ecuación (2.5.2), el esfuerzo de cizalla en el cilindro interno ( $r = R_b$ ) puede ser definido como:

$$\sigma_b = \frac{M}{2\pi h R_b^2} \quad (2.5.3)$$

Para determinar la velocidad de cizalla, se considera la velocidad lineal a  $r$ :  
 $u = r\omega$  (2.5.4) entonces:

$$\frac{du}{dr} = r \frac{dw}{dr} + w \quad (2.5.5)$$

$w$  está relacionada a la rotación del cuerpo entero y no relaciona la cizalla interna; por lo tanto, la ecuación (2.5.5) puede ser escrita como:

$$\frac{du}{dr} = r \frac{dw}{dr} \quad (2.5.6)$$

Usando la definición de velocidad de cizalla  $\gamma = \frac{du}{dr} = f(\sigma)$ ,  $\gamma$  puede ser definida en términos de  $w$ :

$$\gamma = \frac{du}{dr} = -r \frac{dw}{dr} \quad (2.5.7)$$

Para relacionar la velocidad angular con el esfuerzo de cizalla, nótese que el torque es constante en flujo estacionario, así una expresión para  $r$  puede ser determinada por la ecuación (2.5.2):

$$r = \left[ \frac{M}{2\pi h \sigma} \right]^{1/2} = \left[ \frac{M}{2\pi h} \right]^{1/2} \sigma^{-1/2} \quad (2.5.8)$$

Diferenciando la ecuación (2.5.8) con respecto al esfuerzo de cizalla tenemos:

$$\frac{dr}{d\sigma} = \left( \frac{M}{2\pi h} \right)^{1/2} \left( -\frac{1}{2} \right) (\sigma)^{-3/2} \quad (2.5.9)$$

Sustituyendo el valor del torque definido por la ecuación (2.5.1) dentro de la ecuación (2.5.9) se obtiene:

$$\frac{dr}{d\sigma} = \left( \frac{2\pi h r^2 \sigma}{2\pi h} \right)^{1/2} \left( -\frac{1}{2} \right) (\sigma)^{-3/2} = -\frac{r}{2\sigma} \quad (2.5.10)$$

simplificando:

$$\frac{dr}{r} = -\frac{d\sigma}{2\sigma} \quad (2.5.11)$$

La velocidad de cizalla es función del esfuerzo de cizalla:

$$\dot{\gamma} = -r \frac{dw}{dr} = f(\sigma) \quad (2.5.12)$$

Resolviendo la ecuación (2.5.12) para el diferencial de la velocidad angular tenemos:

$$dw = -\frac{dr}{r} f(\sigma) \quad (2.5.13)$$

la cual puede ser expresada en términos de,  $d\sigma$ , sustituyendo la ecuación (2.5.11) en la ecuación (2.5.13)

$$dw = \frac{1}{2} f(\sigma) \frac{d\sigma}{\sigma} \quad (2.5.14)$$

Integrando la ecuación (2.5.14) resulta en una expresión general para la velocidad angular del cilindro interno ( $\Omega$ ) como una función del esfuerzo de cizalla en el espacio anular:

$$\int_{w=\Omega}^{w=0} dw = \frac{1}{2} \int_{\sigma_0}^{\sigma} f(\sigma) \frac{d\sigma}{\sigma} \quad (2.5.15)$$

ó

$$\Omega = -\frac{1}{2} \int_{\sigma_0}^{\sigma} f(\sigma) \frac{d\sigma}{\sigma} \quad (2.5.16)$$

La solución de la ecuación (2.5.16) depende de  $f(\sigma)$  la cual está determinada por el comportamiento reológico del fluido en cuestión. Puede ser resuelta directamente si la función entre el esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla es conocida.

La ecuación (2.5.15) refleja una solución general para viscosímetros de cilindros concéntricos porque los límites de la integral podrían ser cambiados fácilmente para reflejar el caso donde el cilindro interno se encuentra fijo y el cilindro externo gira o, incluso una situación donde ambos, el cilindro interno y el cilindro externo, están girando.

*Aplicación a fluidos newtonianos.*

Con un fluido newtoniano la relación entre el esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla es:

$$\dot{\gamma} = f(\sigma) = \sigma / \eta \quad (2.5.17)$$

Entonces la ecuación escrita en términos del sistema de la geometría (cilindros concéntricos) y el torque del instrumento:

$$\Omega = \frac{1}{2\eta} \left( \frac{M}{2\pi h R_b^2} - \frac{M}{2\pi h R_c^2} \right) \quad (2.5.18)$$

Reagrupando nos da una expresión simplificada conocida como la ecuación de Margules:

$$\Omega = \frac{M}{2\pi\eta h} \left( \frac{1}{R_b^2} - \frac{1}{R_c^2} \right) \quad (2.5.19)$$

*Aplicación a fluidos de la potencia.* ( $\sigma = k\dot{\gamma}^n$ )

Para fluidos de la potencia la relación entre el esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla es:

$$\dot{\gamma} = f(\sigma) = \left( \frac{\sigma}{k} \right)^{1/n} \quad (2.5.20)$$

la cual puede ser sustituida en la ecuación (2.5.16) y usando la ecuación (2.5.2) se obtiene una expresión alternativa para los fluidos que siguen la ley de la potencia:

$$\Omega = \frac{n}{2k} \left[ \left( \frac{M}{2\pi h R_b^2} \right)^{1/n} - \left( \frac{M}{2\pi h R_c^2} \right)^{1/n} \right] = \frac{n}{2k} \left( \frac{M}{2\pi h R_b^2} \right)^{1/n} \left[ 1 - \left( \frac{R_b}{R_c} \right)^{2/n} \right] \quad (2.5.21)$$

#### *Aplicación a fluidos Plásticos de Bingham.*

Un fluido plástico de Bingham tiene la siguiente relación entre el esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla:

$$\dot{\gamma} = f(\sigma) = \left( \frac{\sigma - \sigma_0}{\eta_{pl}} \right) \quad (2.5.22)$$

Sustituyendo la ecuación (2.5.22) en (2.5.16) e integrando y sustituyendo en (2.5.2) nos da la relación general (conocida como la ecuación de Reiner-Riwlin) entre el torque, velocidad angular y la geometría:

$$\Omega = \left[ \frac{M}{4\pi h \eta_{pl}} \right] \left[ \frac{1}{R_b^2} - \frac{1}{R_c^2} \right] - \frac{\sigma_0}{\eta_{pl}} \ln \left( \frac{R_c}{R_b} \right) \quad (2.5.23)$$

Esta ecuación es válida sólo cuando el esfuerzo de fluencia se excede en todos los puntos, así el mínimo esfuerzo de cizalla es más grande que el esfuerzo de fluencia:

$$\sigma_{\min} = \frac{M_{\min}}{2\pi R_c^2 h} > \sigma_0 \quad (2.5.24)$$

cuando  $M_{\min}$  es el torque mínimo requerido para vencer el esfuerzo de fluencia.

Si es posible el esfuerzo de fluencia debería ser determinado por otros medios, tales como el método de la geometría de paletas antes de realizar

pruebas en cilindros concéntricos. Con estos datos, se puede calcular la velocidad mínima rotacional requerida para asegurar cizallamiento a través del espacio anular en un viscosímetro (Steffe,1992).

*Corrección de efectos finales para cilindros concéntricos.*

Corrección final. Es importante cuantificar la influencia del fondo del cilindro en la respuesta del torque del sistema. Esta superficie está en contacto con el fluido pero no se toma en cuenta en el desarrollo teórico previo basado en la ecuación (2.5.1).

Para determinar la corrección de efecto final, el torque se mide a una velocidad de rotación fija cuando el espacio anular se llena a varias alturas de fluido (Figura 1.5.2). Los resultados se grafican como torque en función de la altura del fluido en contacto con el cilindro interno. La curva debería ser lineal con la pendiente igual al torque requerido para mantener la velocidad de rotación fija por unidad de longitud del cilindro. La altura efectiva ( $h_e$ ) se determina por la extrapolación a un valor de torque igual a cero.

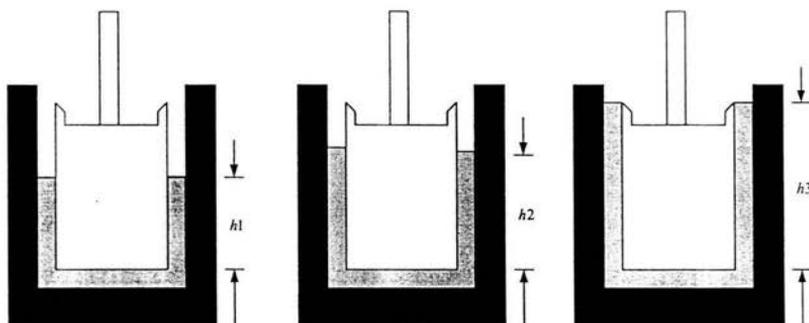


Figura 2.5 Valores usuales de  $h$  usados en la determinación de la corrección final (Steffe, 1992).

La altura efectiva se usa en ecuaciones previas desarrolladas para sistemas de cilindros concéntricos. La ecuación de Margules por ejemplo, se expresa como:

$$\Omega = \frac{M}{2\pi\eta(h_{cc} + h_0)} \left( \frac{1}{R_b^2} - \frac{1}{R_c^2} \right) \quad (2.5.25)$$

donde  $h_0$  corresponde a una longitud del cilindro que tiene que ser adecuada a la longitud real ( $h$ ) para compensar los efectos terminales (Steeffe, 1992).

### 2.5.2 Geometría de paletas.

Básicamente, la paleta consiste de un eje central al cual están sujetas cuatro aspas planas. El uso de menos de 4 aspas ha sido discutido pero la mayoría de los trabajos reportados involucra paletas con mayor número de aspas (Barnes y Carnalli, 1990). El eje de la paleta está generalmente sujeto al eje o elemento rotatorio de un viscosímetro o reómetro. La paleta se introduce en el fluido muestra y se hace girar a una velocidad que se puede transformar a velocidad de cizalla controlada o se aplica un torque a esfuerzo de cizalla controlado.

La paleta posee en este tipo de medidas, además de una agitación cilíndrica, otras ventajas. Primero, insertando la paleta dentro de la muestra se provoca menor cizallamiento, lo cual es un factor significativo en sistemas tixotrópicos. Segundo, la paleta, cuando se emplea en conjunto con un recipiente que contenga el fluido, no requiere emplear un espacio anular estrecho y en ningún caso es menos susceptible de suspender materiales de grandes tamaños de partículas. Tercero, el fluido dentro del cilindro circunscrito por las aspas de la

paleta se considera frecuentemente en movimiento junto con la paleta como un cuerpo sólido. Así, el límite del cilindro ocurre entre capas de fluido y ninguna fluencia ocurre sin el fluido por sí mismo (Barnes y Carnalli, 1990).

Se han propuesto otras aproximaciones para evitar deslizamiento en la pared del recipiente contenedor, como lo son superficies de cubierta con papel arena, usando superficies dentadas o pegando el fluido a la superficie.

*Analogía de cilindros concéntricos (Couette-Searle).*

Las propiedades reológicas de los fluidos en una geometría de paleta se pueden determinar por una aproximación de la velocidad y el esfuerzo de cizalla desarrollada por medio de una analogía con cilindros concéntricos. Castell-Pérez y col., (1991) desarrollaron reogramas para fluidos de la ley de la potencia para sistemas de mezclado (Figura 2.6) utilizando diferentes copas cilíndricas e impulsores de paleta. Asumiendo que los mezcladores eran análogos a los sistemas de cilindros concéntricos, así, la velocidad y esfuerzo de cizalla promedio se pueden estimar por parámetros geométricos y el índice de comportamiento al flujo usando las siguientes ecuaciones:

$$\sigma_a = \left[ \frac{\pi d^3}{2} \left[ \frac{h}{d} + \frac{1}{3} \right] \right]^{-1} M \quad (2.5.26)$$

y

$$\dot{\gamma} = 2\Omega \left[ \frac{(D/d)^{(2-n)/n}}{(D/d)^{2n} - 1} \right] \left( \frac{d}{h} \right)^{n/2} \quad 2.5.27$$

para  $\frac{d}{D} \geq 0.709$  y  $0.36 < \frac{d}{h} < 1.80$  con  $1\text{cm} \geq h \geq 5\text{cm}$  y  $0.5 \geq n \geq 0.9$  (Nguyen y

Boger, 1992). El índice de comportamiento al flujo es la pendiente de la ecuación:

$$\log(M) = \log(x) + n \log(\Omega) \quad (2.5.28)$$

*Cálculo del esfuerzo de fluencia.*

El esfuerzo de fluencia puede ser determinado usando el mismo equipo básico requerido en viscosimetría de mezclado. Las dimensiones de la paleta y el recipiente deben estar dentro de ciertos límites establecidos para obtener medida satisfactorias con este método:  $\frac{h}{d} < 3.5$ ,  $\frac{D}{d} > 2.0$ ,  $\frac{z_1}{d} > 1.0$ , y  $\frac{z_2}{d} > 0.5$  (Nguyen y Boger, 1992).

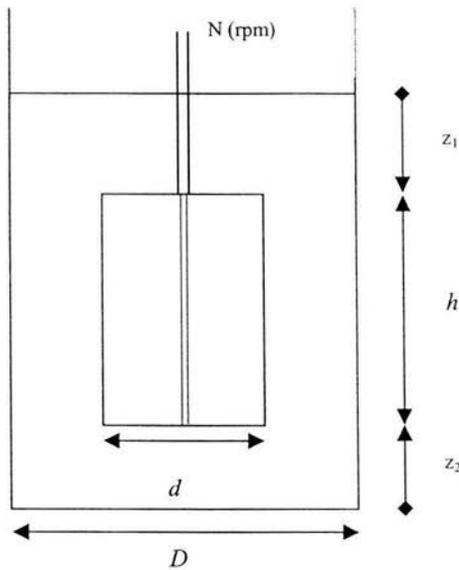


Figura 2.6 Geometría de Paletas (Nguyen y Boger, 1985)

El principio del método básicamente consta en que la paleta de cuatro aspas (Figura 2.6) inmersa en una muestra gira lentamente a una velocidad

constante para detectar el punto de fluencia cuando el torque ejercido en el eje de la paleta alcanza un valor máximo. El cálculo del punto de fluencia a partir del torque máximo medido requiere conocimiento de la superficie flexible de la geometría y la distribución del esfuerzo de cizalla sobre esta superficie (Nguyen y Boger, 1992).

Asumiendo que el material fluye a lo largo de una superficie cilíndrica (excluyendo el eje), entonces el torque total ( $M_c$ ) para pasar el esfuerzo de fluencia del fluido es:

$$M_c = (\pi dh) \left( \frac{d}{2} \right) \sigma_0 + 2 \int_0^{d/2} 2\pi r^2 \sigma_e dr \quad (2.5.29)$$

donde  $\sigma_e$  es igual al esfuerzo de cizalla sobre el final de las superficies (en la parte superior y en el fondo). Simplificando la ecuación (2.5.29) tenemos :

$$M_c = \frac{\pi h d^2}{2} \sigma_0 + 4\pi \int_0^{d/2} r^2 \sigma_e dr \quad (2.5.30)$$

Asumiendo (arbitrariamente) que  $\sigma_e$  varía con el radio de acuerdo a una relación de la potencia:

$$\sigma_e = \left( \frac{2r}{d} \right)^m \sigma_0 \quad (2.5.31)$$

Sustituyendo la ecuación (2.5.31) en (2.5.30) y simplificando proporciona:

$$M_c = \frac{\pi d^3}{2} \left( \frac{h}{d} + \frac{1}{m+3} \right) \sigma_0 \quad (2.5.32)$$

o, si la resolvemos para el esfuerzo de fluencia:

$$\sigma_0 = \frac{2M_c}{\pi d^3} \left( \frac{h}{d} + \frac{1}{m+3} \right)^{-1} \quad (2.5.33)$$

Los errores de usar la ecuación (2.5.33) para  $m > 1$  disminuyen con valores grandes de  $h/d$ . Si  $m = 1$ , errores menores o iguales al 3.7 por ciento pueden ser obtenidos cuando  $h/d > 2$ . El supuesto de que  $m = 0$  puede ser satisfactorio cuando se requieren de soluciones rápidas y simples. Para eliminar el efecto superior final, la superficie superior de la geometría debe ser colocada con el fluido ( $Z_1=0.0$ ) obteniendo (suponiendo  $m = 0$ ) la siguiente ecuación de torque al punto de fluencia (Steffe, 1992).

$$M_c = \frac{\pi d^3}{2} \left( \frac{h}{d} + \frac{1}{6} \right) \sigma_0 \quad (2.5.34)$$

### 2.5.3 Régimen de flujo

Al aplicarse un análisis dimensional a un sistema de viscosimetría de mezclado, en este caso el sistema paleta-recipiente, se tiene la ventaja de reducir el número de experimentaciones, además de definir si el flujo es laminar, de transición o turbulento, al encontrar una relación entre las variables adimensionales se obtiene el llamado el número de Potencia ( $N_P$ ), este número a su vez está en función del número de Reynolds ( $Re$ ), así como de otros números adimensionales en sistemas geoméricamente similares, donde el  $N_P$  representa la relación de la fuerza aplicada sobre las fuerza inerciales y el número de  $Re$  representa la relación de las fuerzas inerciales sobre las fuerzas viscosas. Generalmente en viscosimetría de mezclado el flujo laminar existe para  $Re < 63$  y el flujo turbulento se asegura para  $Re > 63000$ , para las unidades de velocidad en rad/s. Si la velocidad se expresa como rev/s el flujo laminar se encuentra con  $Re <$

10 y para turbulento con  $Re > 10000$ . El  $N_p$  y el  $Re$  pueden ser calculados mediante las siguientes relaciones adimensionales (Steffe, 1992), para fluidos newtonianos:

$$N_p = \frac{P}{\rho \Omega^3 d^5} = \frac{M \Omega}{\rho \Omega^3 d^5} \quad (2.5.35)$$

y

$$Re = \frac{\rho \Omega d^2}{\eta} \quad (2.5.36)$$

Para fluidos no newtonianos como la dispersión de CMC y la disolución viscoelástica el número de la potencia se calcula exactamente igual, cambiando únicamente el valor de densidad dependiendo del fluido, pero para el cálculo del número de Reynolds cambia el tipo de viscosidad a considerar ya que en el caso de la CMC se calcula como viscosidad aparente para fluidos pseudoplásticos mediante la ecuación 2.3.4 y para la disolución viscoelástica es algo similar, calculando la viscosidad aparente de ésta con la ecuación 2.3.10. El diámetro ( $d$ ) permanece constante y se toma como el diámetro de la paleta (0.04 m) y para ambos casos, tanto la densidad como la viscosidad varían dependiendo del fluido empleado. Los valores de torque y velocidad angular se toman de las pruebas realizadas para la caracterización reológica de los fluidos en el sistema de paletas.

### 3. OBJETIVOS

#### Objetivo general

Obtener experimentalmente las propiedades de flujo de suspensiones de dos diferentes tipos de partículas milimétricas duras a diferentes concentraciones volumétricas en tres diferentes fluidos: newtoniano, de la potencia y viscoelástico, empleando la geometría de paletas, para determinar torques críticos de éstas suspensiones.

#### Actividades preliminares

Actividad 1 Selección de partículas milimétricas.

Pruebas de sedimentación en diferentes fluidos.

Actividad 2 Selección de fluidos para la fase continua.

#### Establecimiento de concentraciones

Caracterización reológica (reómetro Haake y LS100) en geometrías convencionales

#### Objetivo particular 1

Determinar las propiedades físicas de las partículas y fluidos a trabajar, para establecer las condiciones para la experimentación, así como comprobar la analogía Couette-Searle para ambas geometrías, por medio de actividades preliminares.

Actividad 1 Determinación de densidad de las partículas milimétricas duras (partículas de resina y de mostaza).

Actividad 2 Tamizado y determinación del tamaño de partícula (partículas de resina y de mostaza) con microscopio compuesto.

Actividad 3 Determinación de aumento de volumen de las partículas.

Actividad 4 Determinación de densidad y parámetros reológicos de los fluidos empleados como estándar y como fase continua.

Actividad 5 Comprobación de la analogía Couette-Searle.

Aceite (fluido newtoniano)

Actividad 6 Evaluación de efectos terminales.

Glicerina a diferentes alturas (fluido newtoniano)

Actividad 7 Elaboración de suspensiones a las diferentes concentraciones volumétricas.

Objetivo particular 2

Obtener el torque crítico de suspensiones con partículas de mostaza y de resina en agua evaluando el efecto de la concentración volumétrica de las partículas sedimentadas, así como determinar el torque crítico de las primeras en tres diferentes tiempos de reposo a una concentración volumétrica constante.

Objetivo específico 2.1 Evaluar el efecto de la concentración volumétrica de las partículas de resina en agua en el torque crítico.

Objetivo específico 2.2 Evaluar el efecto de la concentración volumétrica de las partículas de mostaza en agua en el torque crítico.

Objetivo específico 2.3 Evaluar el efecto del tiempo de reposo de las partículas de mostaza en agua en el torque crítico a una concentración volumétrica de 60%.

#### Objetivo Particular 3

Obtener el torque crítico de suspensiones con partículas de mostaza y de resina en solución de carboximetilcelulosa de sodio, para evaluar el efecto de la concentración volumétrica de las partículas en sedimentación en éste, mediante la el uso de la geometría de paletas.

Objetivo específico 3.1 Evaluar el efecto de la concentración volumétrica de las partículas de resina en solución de carboximetilcelulosa de sodio en el torque crítico.

Objetivo específico 3.2 Evaluar el efecto de la concentración volumétrica de las partículas de mostaza en solución de carboximetilcelulosa de sodio en el torque crítico.

#### Objetivo Particular 4

Determinar el torque crítico de partículas de mostaza en agua y en solución de carboximetilcelulosa a una concentración volumétrica constante del 60% por medio de pruebas de fluencia para ratificar los torques obtenidos en las pruebas de flujo.

#### Objetivo Particular 5

Obtener los parámetros de flujo de partículas milimétricas duras de mostaza en una disolución viscoelástica, a través de pruebas de flujo evaluando el efecto de la concentración volumétrica de las mismas en suspensión en los parámetros de flujo.

## 4. MATERIALES

### 4.1 PARTÍCULAS

Las partículas que se emplearon durante la experimentación fueron esferas de resina de intercambio iónico (marca Amberlite IRA-400, Lote 96H1131) que se emplean en los filtros para agua y se les denominó "partículas de resina"; el otro tipo de partículas que se emplearon fueron semillas de mostaza a las cuales se les nombró "partículas de mostaza". Para la realización de las pruebas las partículas se hidrataron previamente en agua, en Carboximetilcelulosa de sodio (CMC) y en la disolución viscoelástica, dependiendo de la fase continua que se empleó para preparar la suspensión.

### 4.2 FLUIDOS

#### 4.2.1 Fluido newtoniano

Como fluido newtoniano se seleccionó agua destilada, en el cual todas las partículas sedimentan en segundos, éste sirvió para estudiar el efecto de la concentración volumétrica de partículas y del tiempo de sedimentación en el esfuerzo de fluencia de suspensiones con fluido newtoniano como fase continua.

#### 4.2.2 Fluido de la potencia

La dispersión de carboximetilcelulosa de sodio (CMC) al 0.3 % se empleó para el estudio del efecto de la concentración volumétrica de las partículas y el tiempo de sedimentación sobre el esfuerzo de fluencia para suspensiones con fluido de la potencia (pseudoplástico) como fase continua. La CMC es un polímero aniónico soluble en agua cuyo comportamiento reológico es principalmente

fluidificante porque las largas cadenas de moléculas tienden a orientarse ellas mismas en la dirección del flujo, por lo tanto, el esfuerzo de cizalla (fuerza aplicada), se incrementa mientras que la resistencia al flujo (viscosidad) disminuye (Gliksman, 1969). La CMC empleada fue CMC 7MF Lote 74329 de la marca Aqualon, Química Hercules.

#### 4.2.3 Fluido viscoelástico

Como fluido viscoelástico se utilizó una mezcla de gomas gelana y xantana, azúcar y iones de calcio, que permitió suspender las partículas milimétricas. La gelana es un polisacárido extracelular elaborado por la bacteria *Sphingomonas elodea*, que tiene la capacidad de formar geles firmes pero débiles a la vez, dependiendo de la combinación y concentración del polímero y el tipo de cationes metálicos empleados (Sanderson, 1990), la gelana utilizada fue de la marca KELCO Biopolymers, KELCOGEL BF10 grado alimenticio Lote 9H7037A.

Sin embargo, la presencia de iones divalentes en el polisacárido tiene un efecto inhibitor en la hidratación. En agua desionizada fría, solo se obtiene una hidratación parcial por lo que es necesario calentar la dispersión mínimo a 70 °C. (Sanderson, 1990). Para aportar los iones de calcio se seleccionó lactato de calcio porque representa una fuente de calcio económica y accesible, éste se obtiene del ácido láctico por tratamiento con ácido sulfúrico.

La goma xantana es el polisacárido de origen microbiano más popular, es un polímero aniónico secretado exocelularmente por la bacteria *Xanthomonas campestris*. En contraste con los polímeros marinos, los microbianos presentan estructuras más complicadas, en algunos casos las zonas de unión son menos

fuertes, así que la estructura formada es transitoria y son llamados geles débiles, la goma xantana es un buen ejemplo de este comportamiento, ésta experimenta una transición inducida de una conformación desordenada a temperaturas altas y baja fuerza iónica, a una forma ordenada a temperaturas y concentraciones de sal pertinentes (Lapasin y Pricl, 1995), la goma empleada fue de la marca Makymat.

#### 4.2.4 Fluidos estándares

Los fluidos que se emplearon como estándares fueron: el aceite marca Akron, que se empleó para la comprobación de la analogía Couette-searle y glicerina grado reactivo marca Fermont, que se utilizó para la determinación de los efectos finales.

#### 4.3 EQUIPOS

La determinación de los parámetros de flujo de las suspensiones y la determinación de efectos finales se llevaron a cabo mediante el uso de la geometría de paleta de cuatro aspas en un recipiente contenedor con bafles que se adaptó al reómetro Haake RT20 para placas paralelas. Mientras que la comprobación de la analogía Couette Searle se llevó a cabo con la geometría antes descrita y con la geometría de cilindros concéntricos (DIN-Z40) en el reómetro Haake RT20 para cilindros concéntricos, estos equipos controlan esfuerzos y dan como respuesta la velocidad de cizalla.

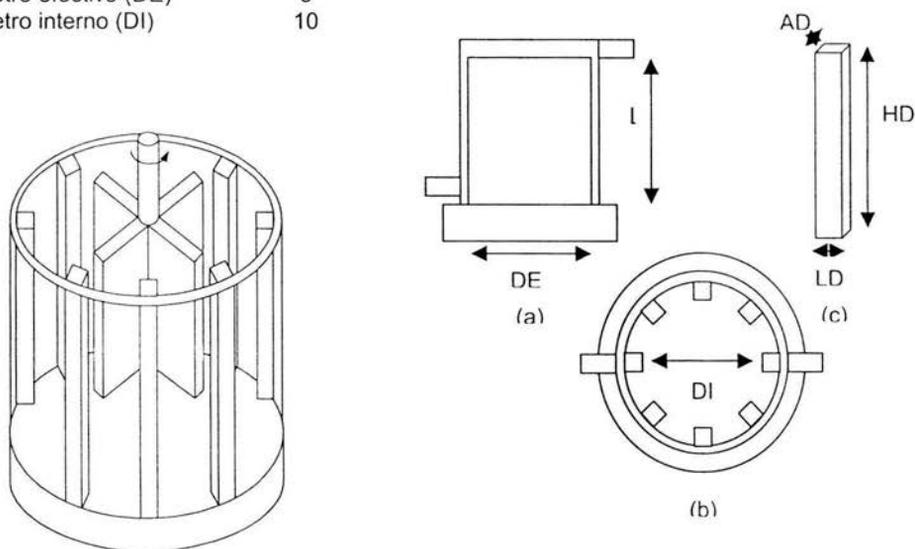
El recipiente contenedor para la geometría de paletas se fabricó en resina de polietileno transparente, éste cuenta con chaqueta para mantener las mismas condiciones de temperatura durante la experimentación ( $T=25^{\circ}\text{C}$ ), también cuenta

con ocho deflectores en forma de paralelepípedo (Figura 5.1) para evitar el deslizamiento en la pared al fluir la suspensión. Las medidas de este recipiente se muestran en el Cuadro 5.1.

Cuadro 5.1 Medidas del recipiente contenedor utilizado en la experimentación.

Dimensión	m
Longitud (L)	0.1
Deflector (LD*AD*HD)	0.1x0.01x0.01
Diámetro efectivo (DE)	8
Diámetro interno (DI)	10

Figura 5.1 Vistas frontal (a) y superior (b) del recipiente contenedor de las partículas que se utilizó en la experimentación, así como del deflector.



Se colocaron 540 mL de muestra para la caracterización del equipo, la altura alcanzada por fluido en el recipiente fue de 8.5 cm. La paleta se colocó al nivel de la superficie de la muestra para evitar los efectos finales que se pudieran tener al utilizar la geometría de paletas, dejando libres 3 cm en el fondo del recipiente.

## 5. MÉTODOS

Para seleccionar los fluidos para la fase continua se realizaron pruebas de sedimentación, se prepararon varias soluciones de diferentes hidrocoloides a diferentes concentraciones y se midieron los tiempos de sedimentación (tiempo en el que no había partículas en la superficie del fluido) para ver que solución funcionaba. Asimismo, se probó con diferentes partículas, hidratadas y en seco, pues cambian de tamaño y densidad al estar en agua o una solución acuosa.

### 5.1 PROPIEDADES DE LAS PARTICULAS

#### Determinación de densidad

La densidad de partícula está definida como la relación masa-volumen. Cuando la partícula es sumergida en un líquido, éste penetra en las grietas, defectos y huecos. El volumen de partícula en este caso incluye los poros cerrados, lo cual corresponde al volumen desplazado por la partícula (Koichi y col., 1991). Para la determinación de densidad de las partículas se empleó el método de desplazamiento por líquido, por picnometría, éste es el método más representativo. El picnómetro es generalmente usado para evaluar la densidad del líquido. Usando una serie de valores medidos,  $m_0$  (masa del picnómetro vacío),  $m_w$  (masa del picnómetro conteniendo el agua),  $\rho_w$  (densidad del agua) y  $m_l$  (masa del picnómetro conteniendo el líquido), la densidad del líquido  $\rho_l$ , puede ser evaluada como sigue:

$$\rho_l = \frac{m_l - m_0}{m_w - m_0} * \rho_w \quad (5.1.2)$$

El picnómetro se llena con el líquido después de poner una muestra de partículas dentro; entonces  $m_s$  (masa del picnómetro con partículas) y  $m_{sl}$  (masa del picnómetro con partículas y líquido) se miden. Finalmente, se calcula el valor de la densidad de la partícula  $\rho_p$  con la siguiente expresión (Koichi y col., 1991):

$$\rho_p = \frac{m_s - m_0}{(m_l - m_0) - (m_{sl} - m_s)} * \rho_l \quad (5.1.4)$$

#### Determinación de tamaño de partícula

La medición del tamaño de partícula fue diferente para las partículas empleadas, las de resina al ser pocas no permitieron un tamizado y sólo se midieron por medio del microscopio, mientras que en las de mostaza el tamaño se determinó por medio de tamizado y de microscopia. La selección de tamaños con ayuda de tamices se realizó utilizando las mallas 8, 10, 12, 14 y 16, con las aberturas de 2.36, 2, 1.7, 1.4 y 1.18 mm respectivamente, de donde se tomó el tamaño que fuera milimétrico y del cual se tuviera una mayor fracción de partículas, asimismo se calculó el diámetro promedio ( $Dp_i$ ) con la ecuación 5.1.5.

$$Dp_i = \frac{ab_{pasa} - ab_{retiene}}{2} \quad (5.1.5)$$

El tamaño de partícula por microscopia se realizó con el microscopio compuesto marca Carl Zeiss (objetivo 2.5, ocular graduado W10X-15.5mm) tomando 20 mediciones en seco e hidratadas en agua, éste para ambos tipos de partículas.

#### Determinación de aumento de volumen.

Con los resultados de la densidad de las partículas, se pudo estimar el aumento de tamaño de volumen. Para esto se pesó por triplicado una masa de partículas en seco, se dejaron hidratar durante 3 horas y se les quitó el agua en exceso por decantación, pesándolas después como masa de partículas en húmedo, posteriormente con las densidades en húmedo y en seco se obtuvieron los respectivos volúmenes.

## 5.2 PROPIEDADES DE FLUIDOS

### Determinación de densidad

La densidad de un fluido, designada por la letra griega  $\rho$  (rho), se define como la masa por unidad de volumen (Munson y *col.*, 1999). La densidad relativa ( $\rho_{\text{relativa}}$ ) de una sustancia es la razón de su peso al peso de un volumen igual de agua en condiciones estándar. También se puede expresar como una razón de su densidad o peso específico al del agua (Streeter y Wylie, 1988).

La medición de densidad de los fluidos se realizó en el densímetro DMA-110 Mettler, el cual (después de haber sido cuidadosamente calibrado con agua destilada) proporciona el valor de la densidad y de peso específico del fluido de estudio. El principio del densímetro es que mide la densidad de soluciones en base al método oscilatorio del cuerpo.

### Determinación de parámetros reológicos

La dispersión de CMC y los fluidos estándares se caracterizaron reológicamente con la geometría de cilindros concéntricos (Z40) en el reómetro

Haake RT20 para cilindros concéntricos a 25 °C para determinar su comportamiento reológico con un programa lineal estacionario variando la velocidad de cizalla de 1 a 1000 s<sup>-1</sup> en un tiempo máximo de espera de 10 s. Para la disolución viscoelástica su comportamiento reológico se determinó con la geometría de doble espacio anular (DIN-54453) del reómetro Physica LS100 debido a que emplea una mayor sensibilidad en sus determinaciones, el mismo equipo posee un software que proporciona el comportamiento que mejor se ajusta a la curva obtenida.

### 5.3 COMPROBACIÓN DE ANALOGÍA COUETTE-SEARLE

La comprobación de la analogía Couette-Searle del sistema paletas-recipientes consiste en comprobar si el sistema planteado proporciona resultados de la caracterización reológica similares a los de la geometría de cilindros concéntricos. Se realizó mediante la comparación de los parámetros reológicos de la caracterización del fluido estándar (aceite) en la geometría de paletas y los que se obtuvieron con la geometría de cilindros concéntricos. El mismo estándar se evaluó con la geometría de paletas y de cilindros concéntricos obteniéndose datos de velocidad angular ( $\Omega$ ) y torque (M). Para la comprobación, es necesario delimitar el flujo laminar y turbulento en el sistema con paletas, para esto se utilizaron los datos de  $\Omega$  y M del aceite evaluado con ésta geometría (ver sección 2.5.3). Con estos valores se calcularon el número de la Potencia y el número de Reynolds por medio de las ecuaciones 2.5.35 y 2.5.36.

Una vez delimitado el régimen de flujo se calcularon los valores de esfuerzo de cizalla y la velocidad de cizalla en la geometría de paletas con las ecuaciones

2.5.19 y 2.5.20 respectivamente a partir de los datos de  $\Omega$  y M correspondientes, con estos se calculó la viscosidad del fluido y se comparó con los valores de viscosidad del aceite obtenidos en la geometría de cilindros concéntricos, ya que la viscosidad debe ser la misma independientemente de la geometría empleada.

#### 5.4 CORRECCIÓN DE EFECTOS FINALES PARA PALETAS CON BASE EN EL MÉTODO PROPUESTO PARA CILINDROS CONCÉNTRICOS

Esta se realizó mediante corridas experimentales con la glicerina en el sistema de paleta-recipiente con deflectores llenando el recipiente a diferentes alturas y manteniendo la altura de la paleta constante (0.03 m sobre el fondo), obteniendo valores de  $\Omega$  y M para las diferentes alturas. Con estos valores se calculó la  $h_c$  mediante la ecuación de Margules (ecuación 2.5.19) para determinar si existen los efectos finales.

#### 5.5 PREPARACION DE SUSPENSIONES.

La preparación de las suspensiones se realizó con los resultados de la caracterización del recipiente y de las partículas. Para la suspensión de partículas de mostaza en agua a una concentración volumétrica del 60 %, se ocuparon 324 mL de partículas, que con la ayuda de su densidad sabemos que se requieren 346.14 g de éstas y 216 mL de agua para completar el volumen de 540 mL. En el Cuadro 5.2 se resumen la cantidad de partículas y fase continua necesarias para las concentraciones volumétricas evaluadas en la experimentación. Son diferentes concentraciones para ambas partículas por lo obtenido en pruebas preliminares, donde se aplicó un torque para ver su comportamiento, llegando algunas rápido a

flujo turbulento, tomando en cuenta que la máxima concentración para mostaza se encontraba entre 60 y 65%. En las Figuras 5.2 y 5.3 se presentan algunas muestras preparadas con partículas de mostaza en los diferentes fluidos.

Cuadro 5.2 Cantidad de partículas y de fase continua con respecto a cada concentración.

Volumen total del recipiente	540 mL		Altura total 8.5cm	
	Concentración volumétrica (%)	Partículas (mL)	Solución (mL)	Partículas (g)
Partículas de Mostaza en agua $\rho_{rel_{particulas}}=1.06835$	60	324	216	346.14
	55	297	243	317.29
	50	270	270	288.45
Partículas de Mostaza en CMC al 0.3% $\rho_{rel_{particulas}}=1.06835$	65	351	189	374.99
	60	324	216	346.14
	55	297	243	317.29
Partículas de Resina en Agua $\rho_{rel_{particulas}}=1.05714$	80	432	108	456.68
	70	378	162	399.59
	60	324	216	342.51
	50	270	270	285.43
Partículas de Resina en CMC al 0.3% $\rho_{rel_{particulas}}=1.05714$	80	432	108	456.68
	70	378	162	399.59
	60	324	216	342.51
	50	270	270	285.43
Partículas de Mostaza disolución viscoelástica $\rho_{rel_{particulas}}=1.08440$	60	324	216	351.34
	50	270	270	292.78
	40	216	324	234.23
	30	162	378	175.67
	20	108	432	117.11
	10	54	486	58.56

## 5.6 DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE FLUJO

### a) Partículas sedimentadas

Para la medida del esfuerzo de fluencia en las suspensiones se emplearon dos pruebas o programas, a los cuales distinguimos por separado como: 1) Programa Ascenso-Descenso (P-AD) y 2) Programa Estacionario (P-E) que se programan en el software del reómetro, las cuales se dividen en segmentos, en

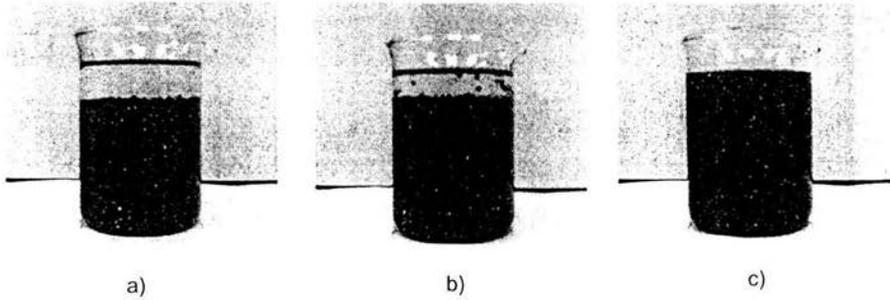


Figura 5.2 Partículas de mostaza en a) agua, b) CMC al 0.3% y c) Disolución viscoelástica.

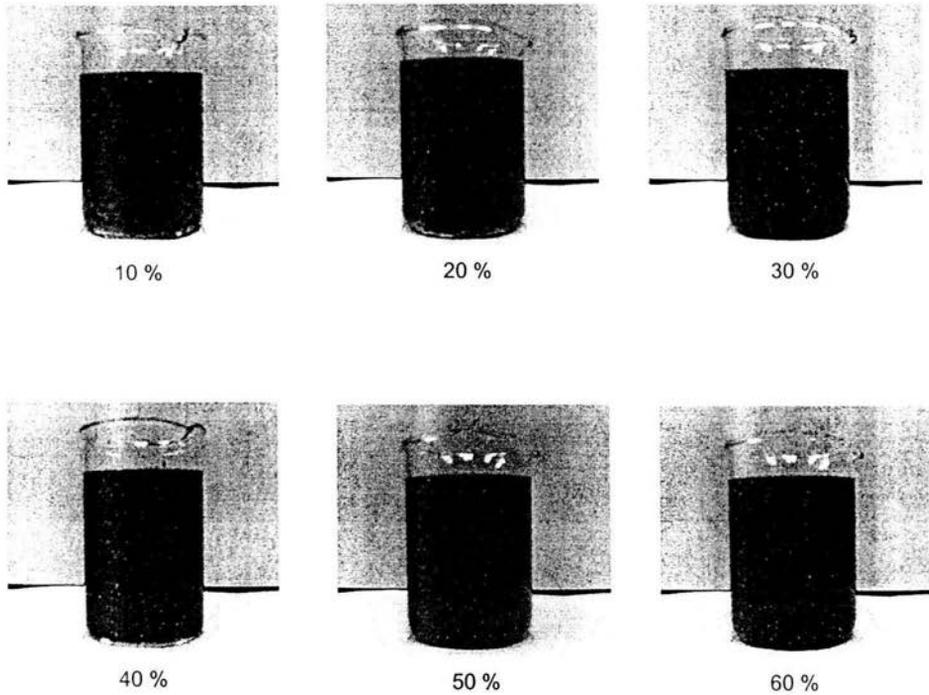


Figura 5.3 Muestras de partículas de mostaza en disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas.

ambas se aplicó un pretratamiento con la finalidad de obtener un estado inicial constante el cual incluye dos primeros segmentos, las condiciones empleadas se muestran en el Cuadro 5.3.

En el primer segmento se aplicó un esfuerzo constante (que varió en algunos casos para los diferentes tipos de muestras empleadas) durante 60 s con el fin de mover todas las partículas de modo que se tuvieran las mismas condiciones iniciales en todos los experimentos. En el segundo segmento se aplicó un barrido de esfuerzos de un torque inicial de  $2.212E-3$  Nm a un torque final de la misma magnitud a una frecuencia de 1 Hz para permitir que las partículas sedimenten de la misma manera. Estos dos primeros segmentos permiten el mismo acomodo y altura inicial de las partículas.

El tercer y cuarto segmento de las pruebas las distinguen entre sí, ya que para la prueba nombrada "Programa Ascenso-Descenso (P-AD)" el tercer segmento se trató de una curva de ascenso del torque mientras que el cuarto segmento fue una curva de descenso del mismo. En la prueba denominada "Programa Estacionario (P-E)" el tercer segmento consistió en una prueba de ascenso logarítmico del torque de tipo estacionario, es decir se mantuvo cada torque por un tiempo máximo de 60 s o cuando el porcentaje de respuesta no variaba más del 5%. Los intervalos de torque empleados variaron dependiendo de la concentración y tipo de partículas, así como de la fase continua empleada (Cuadro 5.3), en el tercer y cuarto segmento donde se localiza el torque al cual la suspensión comienza a fluir, éste sirvió para determinar el esfuerzo de fluencia, por lo cual se registraron los torques en función de la concentración, tipo de fluido y tiempo de sedimentación.

Cuadro 5.3 Magnitudes de torque empleados en los segmentos de ascenso-descenso y estacionario para cada suspensión

Suspensión	Concentración volumétrica (%)	Segmento 1 M (Nm)	Segmento 2 M (Nm)	Segmento 3 M <sub>i</sub> – M <sub>r</sub> (Nm)	Segmento 4 M <sub>i</sub> – M <sub>r</sub> (Nm)
Partículas de resina en agua	80	$7.741 \times 10^{-3}$	$2.212 \times 10^{-3}$ F=1Hz	$1.106 \times 10^{-4}$ $4.423 \times 10^{-3}$	$4.423 \times 10^{-3}$ $1.106 \times 10^{-4}$
	70	$5.529 \times 10^{-3}$		$1.106 \times 10^{-4}$ $1.548 \times 10^{-3}$	$1.548 \times 10^{-3}$ $1.106 \times 10^{-4}$
	60	$2.212 \times 10^{-3}$		$1.106 \times 10^{-4}$ $1.106 \times 10^{-3}$	$1.106 \times 10^{-3}$ $1.106 \times 10^{-4}$
	50	$2.212 \times 10^{-3}$		$1.106 \times 10^{-4}$ $5.529 \times 10^{-3}$	$5.529 \times 10^{-3}$ $1.106 \times 10^{-4}$
Partículas de mostaza en agua	60	$1.44 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$ F=1Hz	$2.212 \times 10^{-3}$ $1.548 \times 10^{-2}$	$1.548 \times 10^{-2}$ $2.212 \times 10^{-3}$
	55	$1.44 \times 10^{-2}$		$2.212 \times 10^{-3}$ $1.548 \times 10^{-2}$	$1.548 \times 10^{-2}$ $2.212 \times 10^{-3}$
	50	$1.44 \times 10^{-2}$		$2.212 \times 10^{-3}$ $1.548 \times 10^{-2}$	$1.548 \times 10^{-2}$ $2.212 \times 10^{-3}$
Partículas de resina en CMC	80	$2.212 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$ F=1Hz	$1.106 \times 10^{-4}$ $1.106 \times 10^{-2}$	$1.106 \times 10^{-2}$ $1.106 \times 10^{-4}$
	70	$2.212 \times 10^{-2}$		$1.106 \times 10^{-4}$ $1.106 \times 10^{-2}$	$1.106 \times 10^{-2}$ $1.106 \times 10^{-4}$
	60	$1.769 \times 10^{-2}$		$1.106 \times 10^{-4}$ $4.423 \times 10^{-3}$	$4.423 \times 10^{-3}$ $1.106 \times 10^{-4}$
	50	$1.769 \times 10^{-2}$		$1.106 \times 10^{-4}$ $4.423 \times 10^{-3}$	$4.423 \times 10^{-3}$ $1.106 \times 10^{-4}$
Partículas de mostaza en CMC	65	$2.212 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$ F=1Hz	$1.106 \times 10^{-4}$ $1.106 \times 10^{-2}$	$1.106 \times 10^{-2}$ $1.106 \times 10^{-4}$
	60	$1.880 \times 10^{-2}$		$1.106 \times 10^{-4}$ $1.106 \times 10^{-2}$	$1.106 \times 10^{-2}$ $1.106 \times 10^{-4}$
	55	$1.880 \times 10^{-2}$		$1.106 \times 10^{-4}$ $1.106 \times 10^{-2}$	$1.106 \times 10^{-2}$ $1.106 \times 10^{-4}$

b) Partículas sedimentadas variando el tiempo de reposo

En estas pruebas se aplicaron los mismos programas que en las anteriores (P-AD y P-E) pero variando el tiempo de reposo de las muestras a partir de su preparación, este tipo de pruebas se realizaron para observar el efecto que tenía éste en el torque crítico (M<sub>c</sub>) de las suspensiones, a una concentración constante (60 %) para tener así un parámetro de comparación. Los tiempos estudiados fueron 400 s, que es el tiempo que tarda en llevarse a cabo el segundo segmento del pretratamiento de la prueba; 20 min y 3 h de reposo, que se cuantificaron

después de haberse aplicado el pretratamiento. En el Cuadro 5.4 se observan los torques empleados para los diferentes segmentos de las pruebas.

Cuadro 5.4 Magnitudes de torque empleados en los segmentos de ascenso-descenso y estacionario para cada tiempo de reposo.

Programa ascenso-descenso					
Suspensión	Tiempo de reposo	Segmento 1 M (Nm)	Segmento 2 M (Nm)	Segmento 3 $M_i - M_f$ (Nm)	Segmento 4 $M_i - M_f$ (Nm)
Partículas de mostaza en agua (60%)	400 s	$1.44 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$ F=1Hz	$2.212 \times 10^{-3}$	$2.433 \times 10^{-2}$
	1200 s	$1.44 \times 10^{-2}$		$2.433 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$
	3 h	$1.44 \times 10^{-2}$		$2.212 \times 10^{-3}$	$2.654 \times 10^{-2}$
				$2.654 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$
				$2.212 \times 10^{-3}$	$4.203 \times 10^{-2}$
				$4.203 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$
Programa estacionario					
Suspensión	Tiempo de reposo	Segmento 1 M (Nm)	Segmento 2 M (Nm)	Segmento 3 $M_i - M_f$ (Nm)	Segmento 4 $M_i - M_f$ (Nm)
Partículas de mostaza en agua (60%)	400 s	$1.44 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$ F=1Hz	$2.212 \times 10^{-3}$	
	1200 s	$1.44 \times 10^{-2}$		$1.991 \times 10^{-2}$	
	3 h	$1.44 \times 10^{-2}$		$2.212 \times 10^{-3}$	
				$2.654 \times 10^{-2}$	
				$2.212 \times 10^{-3}$	
				$3.318 \times 10^{-2}$	

### c) Pruebas de fluencia

Estas pruebas se realizaron con la finalidad de corroborar los resultados obtenidos con anterioridad con los programas P-AD y P-E para las partículas de mostaza en agua y en CMC a la concentración del 60%. Por el tipo de prueba que se realiza se define de manera precisa cual es el torque crítico de las muestras. Al igual que en las pruebas anteriores se aplicó el mismo pretratamiento, se modificó el tercer segmento, que en este caso consistió de una curva de fluencia donde para cada muestra se mantuvo un torque constante durante 3600 s, incrementando o disminuyendo el torque entre las diferentes muestras hasta que alguna de éstas fluyera en un tiempo intermedio entre los 0 y 3600 s (Cuadro 5.5), tomando éste como el valor de torque crítico.

Cuadro 5.5 Magnitudes de torque empleados en las pruebas de fluencia para las suspensiones de partículas de mostaza en agua y en carboximetilcelulosa de sodio (CMC) al 60%.

Segmento 1 M (Nm)	Segmento 2 M (Nm)	Segmento 3 M (Nm)	Segmento 3 M (Nm)
		Partículas de mostaza en agua	Partículas de mostaza en CMC
$1.44 \times 10^{-2}$	$2.212 \times 10^{-3}$ F=1Hz	$9.953 \times 10^{-3}$	$1.106 \times 10^{-3}$
$1.44 \times 10^{-2}$		$9.178 \times 10^{-3}$	$1.327 \times 10^{-3}$
$1.44 \times 10^{-2}$		$8.847 \times 10^{-3}$	$1.548 \times 10^{-3}$

#### d) Partículas suspendidas

El programa que se aplicó a las partículas suspendidas en la disolución viscoelástica no incluyeron pretratamiento debido a que en esta fase continua las partículas suspenden completamente, en este caso se incluyeron en la parte inicial pruebas dinámicas, el primer segmento fue un barrido de esfuerzos (de  $4.423 \times 10^{-4}$  a  $1.106 \times 10^{-3}$  Nm, a una frecuencia de 0.1 Hz), el segundo segmento consistió de un barrido de frecuencia (de 1 a 0.01 Hz a un torque de  $4.423 \times 10^{-4}$  Nm), el tercer y cuarto segmento fueron una curva de ascenso-descenso rápido del torque y finalmente en el quinto segmento se efectuó una curva de equilibrio. Dependiendo de la curva de flujo se ajustó a diferentes modelos, para seleccionar el que mejor describiera el comportamiento reológico de la suspensión. Se tabularon los parámetros reológicos en función de la concentración.

Para tener una mayor confiabilidad en los resultados se realizaron todas las pruebas por triplicado (que en algunos casos, por efectos prácticos, denominamos corridas), a los cuales se les determinó el promedio, la desviación estándar y el coeficiente de variación (CV), donde se estableció que un coeficiente de variación menor del 10% en los resultados indica una mayor confiabilidad.

## 6. RESULTADOS

Lo primero que se llevó a cabo fueron las pruebas para seleccionar las partículas milimétricas esféricas duras; una fase continua newtoniana, una no-newtoniana que mantuviera las partículas en suspensión durante un tiempo relativamente pequeño y que no presentara propiedades viscoelásticas (efecto Weissenberg \*\*, definido en la sección 2.3.6); así como una fase continua que suspendiera por completo las partículas.

### 6.1 SELECCIÓN DE FASE CONTINUA Y FASE DISPERSA

El fluido newtoniano que se eligió para las pruebas experimentales fue el agua y a partir de las pruebas de tiempo de sedimentación (Cuadro 6.1) se estableció el fluido no-newtoniano con el que se experimentó.

Cuadro 6.1 Tiempo de sedimentación de las partículas de mostaza y resina en CMC, goma guar y xantana a diferentes concentraciones, en seco (a) e hidratadas previamente en agua (b).

a) En seco:

Partículas	Hidrocoloide	Concentración	Tiempo de sedimentación	Observaciones
Mostaza	CMC bajo peso molecular	0.8 %	11 s	
Mostaza	CMC bajo peso molecular	0.4 %	12 s	
Mostaza	CMC alto peso molecular	0.5 %	10 min	Efecto Weissenberg **
Mostaza	CMC alto peso molecular	0.3 %	8 min	
Mostaza	Goma guar	0.5 %	17 min	
Mostaza	Xantana	0.4 %	> 2 h	
Resina	CMC bajo peso molecular	0.8%	15 min	
Resina	CMC bajopeso molecular	0.4 %	8 min	
Resina	CMC alto peso molecular	0.5%	20 min	Efecto Weissenberg **
Resina	CMC alto peso molecular	0.3 %	18 min	
Resina	Goma guar	0.5 %	> 2 h	
Resina	Xantana	0.4 %	> 2 h	

b) Hidratadas:

Partículas	Hidrocoloide	Concentración	Tiempo de sedimentación	Observaciones
Mostaza	CMC bajo peso molecular	0.8 %	8 s	
Mostaza	CMC bajo peso molecular	0.4 %	6 s	
Mostaza	CMC alto peso molecular	0.5 %	5 min	Efecto Weissenberg **
Mostaza	CMC alto peso molecular	0.3 %	5 min	
Mostaza	Goma guar	0.5 %	5 min	
Mostaza	Xantana	0.4 %	> 2 h	
Resina	CMC bajo peso molecular	0.8 %	11 min	
Resina	CMC bajopeso molecular	0.4 %	5 min	
Resina	CMC alto peso molecular	0.5 %	18 min	Efecto Weissenberg **
Resina	CMC alto peso molecular	0.3 %	13 min	
Resina	Goma guar	0.5 %	> 2 h	
Resina	Xantana	0.4 %	> 2 h	

De acuerdo a los resultados obtenidos mostrados en el Cuadro 6.1, se decidió emplear las partículas de resina de intercambio iónico y las semillas de mostaza en una dispersión de CMC de alto peso molecular al 0.3%, ya que fueron éstas las que presentaron el comportamiento buscado al preparar las suspensiones, para los objetivos del presente trabajo. Las primeras partículas se comportaban estables pero después de 13 minutos (Cuadro 6.1), comenzaban a sedimentar, mientras que las segundas duraron 5 minutos, cuando se mezclaron en seco y prácticamente no suspenden cuando están hidratadas, lo cual es favorable para la medición de esfuerzos de fluencia de partículas sedimentadas.

Se buscó además un fluido que tuviera las propiedades de suspender las partículas completamente y que siguieran suspendidas aún después de aplicársele un esfuerzo o cizallamiento. Preparando una disolución de goma gelana con iones de lactato de calcio en agua destilada, para que presentara propiedades de gel fluido y baja viscosidad, aprovechando el sinergismo con la goma xantana. Para que la suspensión con partículas fuera homogénea, se

aumentó la densidad de la disolución con el objeto de igualar la densidad de las partículas agregándole azúcar, con ello se logró que las partículas suspendieran de manera uniforme por tiempo indefinido. La formulación final que se generó se presenta en el Cuadro 6.2, a este fluido se le denominó disolución viscoelástica.

Cuadro 6.2 Formulación empleada para la elaboración de la disolución viscoelástica

Ingrediente	Porcentaje %
Goma gelana	0.04
Goma xantana	0.07
Lactato de calcio	0.12
Azúcar	19.0

## 6.2 CARACTERIZACIÓN DE PARTÍCULAS MILIMÉTRICAS

### 6.2.1 Densidad.

Partículas milimétricas de resina. Se determinó siguiendo el método propuesto tanto para partículas en seco como hidratadas en agua desionizada, los resultados se muestran en el Cuadro 6.3.

Partículas milimétricas duras (semilla de mostaza). Se realizó igual que para las partículas de resina los resultados se muestran en el Cuadro 6.4.

Cuadro 6.3 Densidad de las partículas de resina secas y húmedas.

	Densidad en seco (Kg/m <sup>3</sup> )	Densidad en humedo (Kg/m <sup>3</sup> )
Promedio	769.8	1057.1
Desviación estándar	9.73E-4	1.86E-3
C.V. (%)	0.12	0.18

Cuadro 6.4 Densidad de las partículas de mostaza secas y húmedas.

	Densidad en seco (Kg/m <sup>3</sup> )	Densidad en humedo (Kg/m <sup>3</sup> )
Promedio	1100.3	1068.3
Desviación estándar	1.52E-3	5.68E-3
C.V. (%)	0.12	0.50

En los Cuadros 6.3 y 6.4 se observa que la densidad de las partículas de mostaza en seco es mayor en un 30% a la densidad de las partículas de resina, mientras que en húmedo sólo es mayor en 1.05%.

#### 6.2.2 Tamaño de partícula.

Partículas de resina.

El tamaño de las partículas de resina obtenido con el microscopio compuesto se presenta en el Cuadro 6.5. Se observa que los resultados de las partículas de resina hidratadas y en seco son confiables ya que el coeficiente de variación fue considerablemente menor del 10%.

Cuadro 6.5 Tamaño de partícula de resina observado en el microscopio en seco e hidratadas previamente con agua desionizada.

	Tamaño en seco (mm)	Tamaño hidratadas (mm)
Promedio	0.56	0.71
Desviación estándar	0.04	0.07
CV %	0.08 %	0.09 %

Debido a que se contaba con poca muestra para preparar las suspensiones a las concentraciones propuestas se utilizaron estas partículas sin tamizar.

Partículas de mostaza.

Tamizado. El tamizado en seco se utilizó para homogeneizar el tamaño de las partículas. Las semillas de mostaza que se emplearon fueron las que pasaron por el tamiz No. 12 quedando atrapadas en el tamiz No. 14, esto es que el tamaño de partículas fue aproximadamente de 1.5 milímetros, ya que se obtuvo el diámetro

promedio entre las aberturas del tamiz No. 12 y No. 14, éste valor se corroboró al medir las partículas en el microscopio (Cuadro 6.6).

Cuadro 6.6 Tamaño de las partículas de mostaza en el microscopio, secas e hidratadas.

	Tamaño en seco (mm)	Tamaño hidratadas (mm)
Promedio	1.47	1.63
Desviación estándar	0.08	0.07
CV %	5.58 %	4.43 %

### 6.2.3 Medición de aumento de volumen.

Siguiendo el método propuesto se cuantificó en 80% y 27% para partículas de resina y de mostaza respectivamente, el cual se observa en el Cuadro 6.7, siendo mayor el incremento de volumen hasta un 66.74% mayor para el caso de las partículas de resina que el de las partículas de mostaza.

Cuadro 6.7 Masa y volumen de las partículas en seco y húmedo con su respectivo aumento de volumen calculado.

Partículas de resina secas y húmedas					
	Masa partículas secas (g)	Volumen part. secas (cm <sup>3</sup> )	Masa partículas húmedas (g)	Volumen part. húmedas (cm <sup>3</sup> )	Aumento de volumen (cm <sup>3</sup> )
Promedio	10.0243	13.01	24.82	23.4784	10.46 (80.3 %)
Desviación estándar	0.017	1.89	0.16	0.15	
C.V.	0.17%	0.17%	0.66%	0.67%	
Partículas de mostaza secas y húmedas					
	Masa partículas secas (g)	Volumen part. secas (cm <sup>3</sup> )	Masa partículas húmedas (g)	Volumen part. húmedas (cm <sup>3</sup> )	Aumento de volumen (cm <sup>3</sup> )
Promedio	10	11.003	13.06	13.95	2.96 (26.8 %)
Desviación estándar	0	0	0.15	0.16	
C.V.	0	0	1.16	1.16	

Esto explica porque las densidades en seco son tan diferentes y en húmedo sean similares ya que absorben mayor cantidad de agua y esto se refleja en la densidad (ver Cuadro 6.3 y 6.4).

### 6.3 CARACTERIZACIÓN DE FLUIDOS SELECCIONADOS.

#### 6.3.1 Densidad

La densidad relativa y los parámetros reológicos se obtuvieron con los métodos ya descritos. Los fluidos seleccionados como ya se mencionó fueron el agua, disolución viscoelástica y una solución de CMC al 0.3%. La densidad relativa se muestra en el Cuadro 6.8. El agua por ser el disolvente universal no se caracterizó y se utilizaron los valores reportados en la bibliografía.

Cuadro 6.8 Densidad relativa de CMC 0.3% y disolución viscoelástica.

Fluidos de estudio	T (°C)	$\rho_{\text{relativa}}$ Promedio	Desviación estándar	C.V. (%)
CMC al 0.3%	22.43	1.001	0.0001	0.0099
Disolución viscoelástica	20.43	1.083	0.0005	0.0473

#### 6.3.2 Comportamiento reológico de los fluidos seleccionados.

##### Carboximetilcelulosa de sodio (CMC) al 0.3%

La CMC al 0.3% se comportó como un fluido de la ley de la potencia, su comportamiento se muestra en la Figura 6.1, y los parámetros reológicos que definen su comportamiento en el Cuadro 6.9.

Cuadro 6.9 Parámetros reológicos del modelo de la potencia de CMC al 0.3% a 25°C.

	K (Pa.s <sup>n</sup> )	n	10 ≤ $\dot{\gamma}$ ≤ 1000
Promedio	0.85	0.508	
Desviación estándar	0.023	0.0048	
C.V. (%)	2.8	0.95	

En la misma figura se superponen las curvas de ajuste y la ecuación reológica que las define con el coeficiente de correlación. Las curvas de ajuste pasan por las experimentales y los coeficientes de correlación son superiores a 0.998.

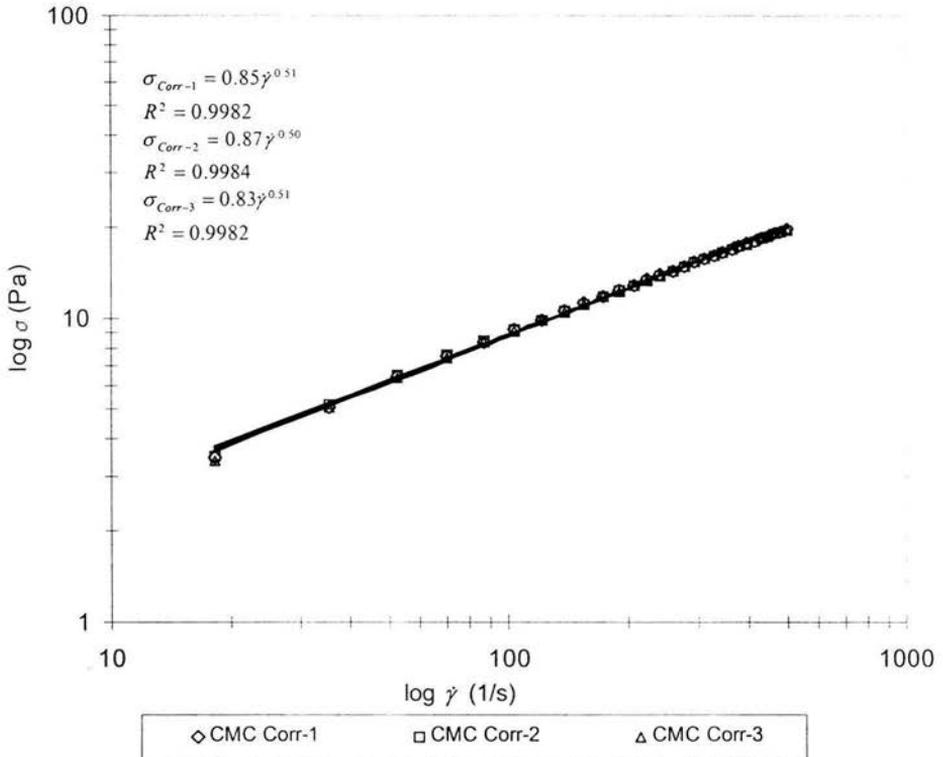


Figura 6.1 Comportamiento reológico de CMC al 0.3% a 25°C

Disolución viscoelástica.

En la Figura 6.2 se muestra el comportamiento de la viscosidad aparente en función a la velocidad de cizalla en ascenso y descenso, mostrando tendencia hacia un comportamiento tixotrópico. La curva de ascenso se describe como un fluido Hershel-Bulkley, mientras que el descenso se ajusta mejor a un fluido de Carreau.

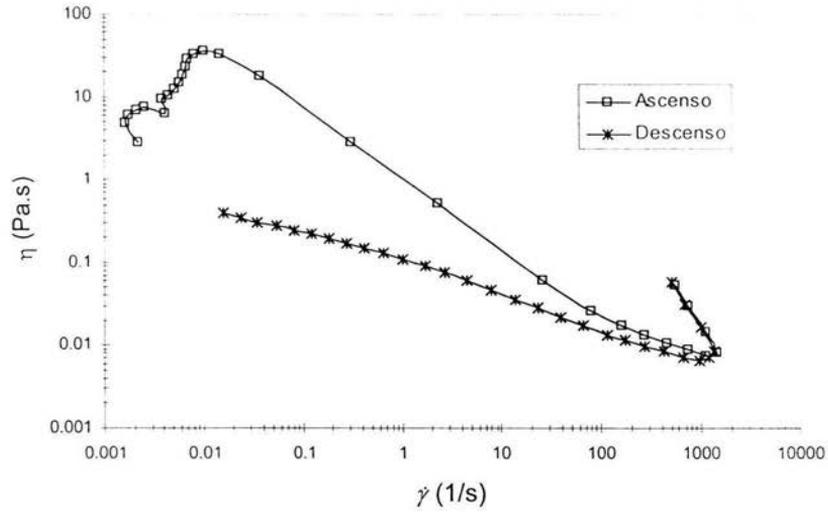


Figura 6.2 Viscosidad aparente en función a la velocidad de cizalla para la disolución viscoelástica a 25°C.

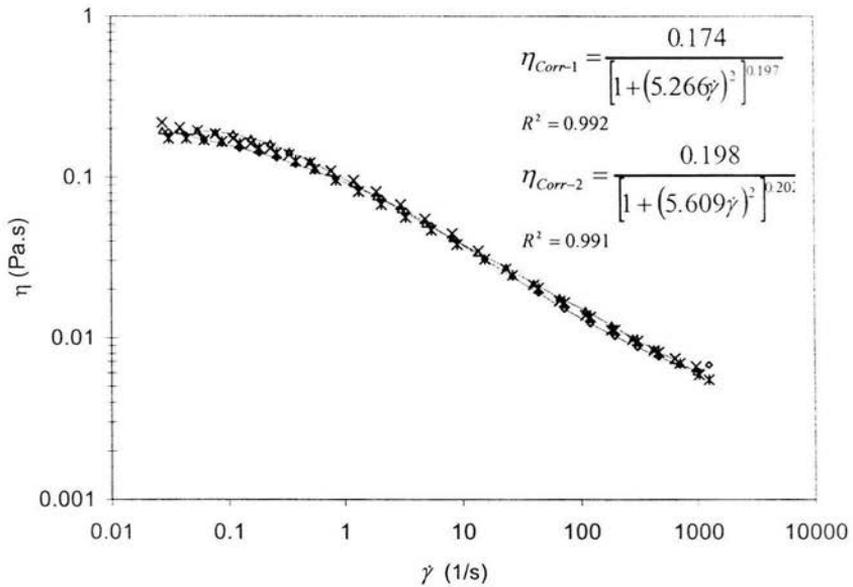


Figura 6.3 Comportamiento reológico de la disolución viscoelástica de la curva de descenso al equilibrio, a 25°C.

El comportamiento que presentó en el descenso es más representativo de lo que ocurrirá en el sistema de paletas ya que por las condiciones de flujo (cizallamiento previo y la adición de partículas), se puede observar una fluidificación a la cizalla.

El modelo que define a los datos experimentales es el modelo de Carreau (Figura 6.3) se observa una resistencia alta al flujo inicial de la curva, después una fluidificación y finalmente niveles bajos de viscosidad, se incluye la curva de ajuste, las ecuaciones del modelo reológico así como el coeficiente de correlación ( $R^2$ ). Nótese que después de  $1000 \text{ s}^{-1}$  se detecta un aumento en la viscosidad aparente debido a la turbulencia que se genera por la velocidad alcanzada. En el Cuadro 6.10 se resumen los parámetros reológicos del modelo que definen este fluido.

Cuadro 6.10 Parámetros reológicos del modelo de Carreau para la disolución viscoelástica a  $25^\circ\text{C}$ .

	$\eta_0$	$\lambda$	$\alpha$	n
Media	0.186	5.43	0.199	0.602
Desviación estándar	1.7E-2	0.243	3.7E-3	
C. V. (%)	8.91	4.46	1.87	

También se obtuvieron los parámetros viscoelásticos como son el módulo de pérdida ( $G''$ ) y de almacenamiento ( $G'$ ), a partir de pruebas dinámicas las cuales indicaron el módulo predominante. Como se puede ver en la Figura 6.4, el módulo de almacenamiento es mayor que el de pérdida. Lo cual explica que las partículas de mostaza se mantengan suspendidas en la disolución, pues al ser mayor éste se tiene una estructura de gel fluido que consiente que las partículas suspendan. De igual manera se realizó el gráfico para los valores de viscosidad dinámica ( $\eta'$ ) y viscosidad fuera de fase ( $\eta''$ ), los cuales, al igual que los dos

anteriores indican que predomina más el componente sólido o elástico (Figura 6.5).

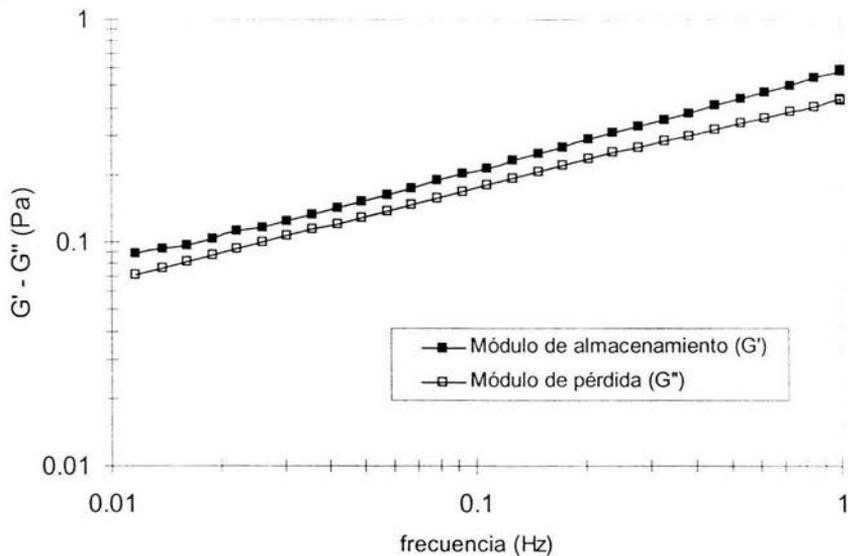


Figura 6.4 Comportamiento del módulo de pérdida y almacenamiento de la disolución viscoelástica en función a la frecuencia, en la geometría de cilindros concéntricos de doble espacio anular.

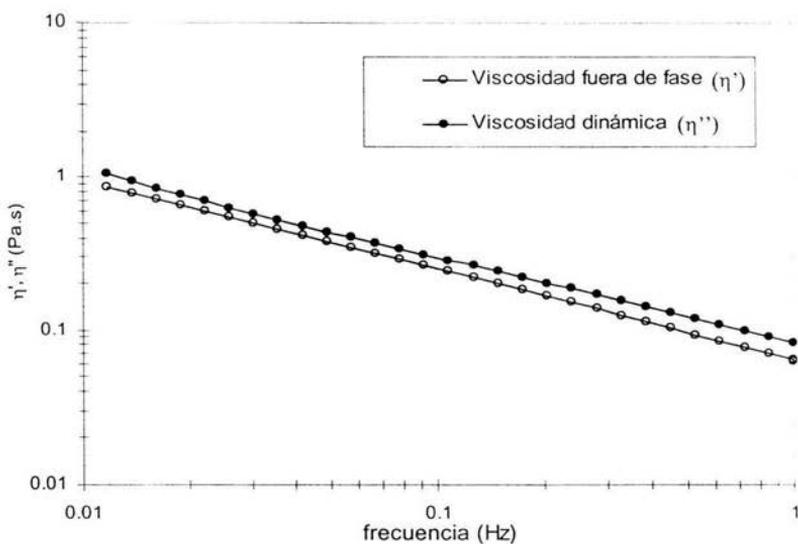


Figura 6.5 Comportamiento de viscosidad dinámica y fuera de fase de la disolución viscoelástica en función a la frecuencia, en la geometría de cilindros concéntricos de doble espacio anular.

## 6.4 COMPROBACIÓN DE ANALOGÍA COUETTE-SEARLE

La comprobación de la analogía Couette-Searle se llevó a cabo tomando los parámetros reológicos obtenidos con la geometría de cilindros concéntricos, de los estándares. Previamente a su caracterización reológica se determinó la densidad relativa de los mismos que se reportan en el Cuadro 6.11, donde se observa un valor mayor de densidad para la glicerina, con coeficientes de variación pequeños.

Cuadro 6.11 Densidad relativa de los estándares.

Fluidos estándar	T (°C)	$\rho_{\text{relativa}}$ promedio	Desviación estándar	C.V. (%)
Glicerina	22.8	1.256	0.0003	0.0364
Aceite	23.1	0.882	0.0005	0.0623

### 6.4.1 Comportamiento reológico de los estándares.

Es importante mencionar que en todas las gráficas obtenidas de los estándares se observa una relación lineal entre el esfuerzo de cizalla ( $\sigma$ ) y la velocidad de cizalla ( $\dot{\gamma}$ ), la viscosidad del fluido se obtuvo por medio de la regresión lineal como el valor de la pendiente, teniéndose valores similares entre las réplicas con coeficientes de variación pequeños.

#### Glicerina comercial

La glicerina se comportó de manera lineal al graficar el esfuerzo de cizalla en función de la velocidad de cizalla (teniéndose una ligera variación en la corrida número 3), lo cual indica que es un fluido newtoniano con el comportamiento mostrado en la Figura 6.6, en esta se presenta su modelo de ajuste y el

coeficiente de correlación.

La viscosidad de la glicerina hallada en las diferentes replicas se reporta en el Cuadro 6.12.

Cuadro 6.12 Viscosidad de la glicerina 25°C.

	Viscosidad (Pa.s)
Media	0.573
Desviación estándar	0.0107
C.V%	1.866

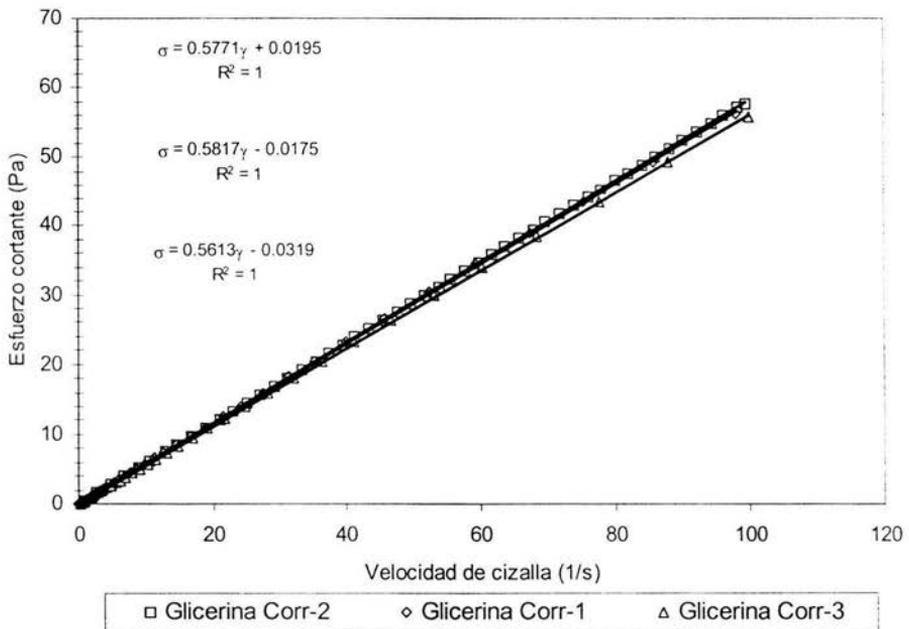


Figura 6.6 Curva de flujo de la glicerina comercial a 25°C

### Aceite (Akron)

En el Cuadro 6.13 se muestran los resultados de viscosidad obtenidos en las pruebas que se le efectuaron al aceite. En la Figura 6.7 corroboramos que el

aceite es un fluido newtoniano al observar su comportamiento al flujo, donde se observa una respuesta lineal de la velocidad de cizalla en función del esfuerzo.

Cuadro 6.13 Viscosidad del aceite 25°C.

	Viscosidad (Pa.s)
Media	0.197
Desviación estándar	0.0005
C.V.%	0.25

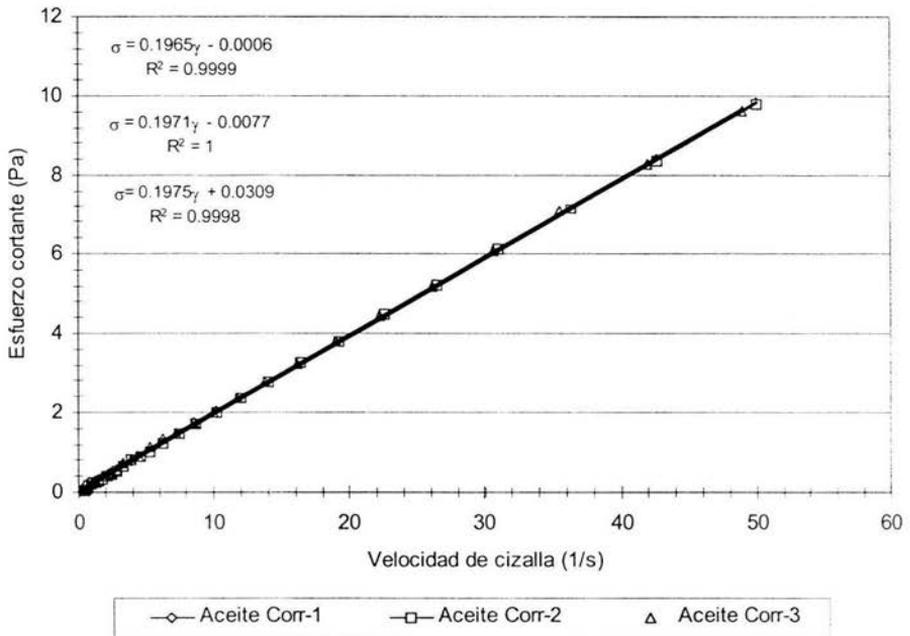


Figura 6.7 Curva de flujo del aceite a 25°C

#### 6.4.2 Comprobación de la analogía Couette-Searle.

Para delimitar el régimen laminar y turbulento empleamos el método descrito en la sección 2.5.3, se determinaron el número de la potencia y el número de Reynolds, con las ecuaciones correspondientes y se realizó el gráfico que se muestra en la

Figura 6.8. En ésta se observa que los fluidos newtonianos de alta viscosidad y la CMC se encuentran en régimen laminar, mientras que la disolución viscoelástica se encuentra dentro del régimen de transición para las velocidades manejadas, lo cual indica que las suspensiones con baja concentración de partículas se encontrarán dentro de este régimen. Comparando los resultados con los de la curva de referencia (curva obtenida en experimentaciones anteriores con agua) se observa que los resultados son muy parecidos, encontrando una pequeña diferencia. Esta diferencia se debe a la precisión del equipo en las bajas velocidades de rotación, ya que se emplearon instrumentos diferentes. Los valores obtenidos con agua muestran claramente el régimen turbulento.

Para corroborar que los resultados obtenidos con la geometría de paletas son similares a los resultados obtenidos con la geometría de cilindros concéntricos se compararon las viscosidades del aceite obtenidas por ambos métodos y se encontró que los valores obtenidos son muy cercanos, lo cual se muestra en la Figura 6.9. Con esto se comprueba que los datos que proporcione la geometría de paletas son equivalentes a los que se obtendrían en una geometría de cilindros concéntricos. La pequeña diferencia encontrada puede ser debida a los valores empleados de velocidad de rotación del aceite en los diferentes equipos empleados, ya que en la geometría de paletas se llega más fácil a régimen turbulento a velocidades de rotación menores que en la geometría de cilindros concéntricos, así como la sensibilidad de los mismos.

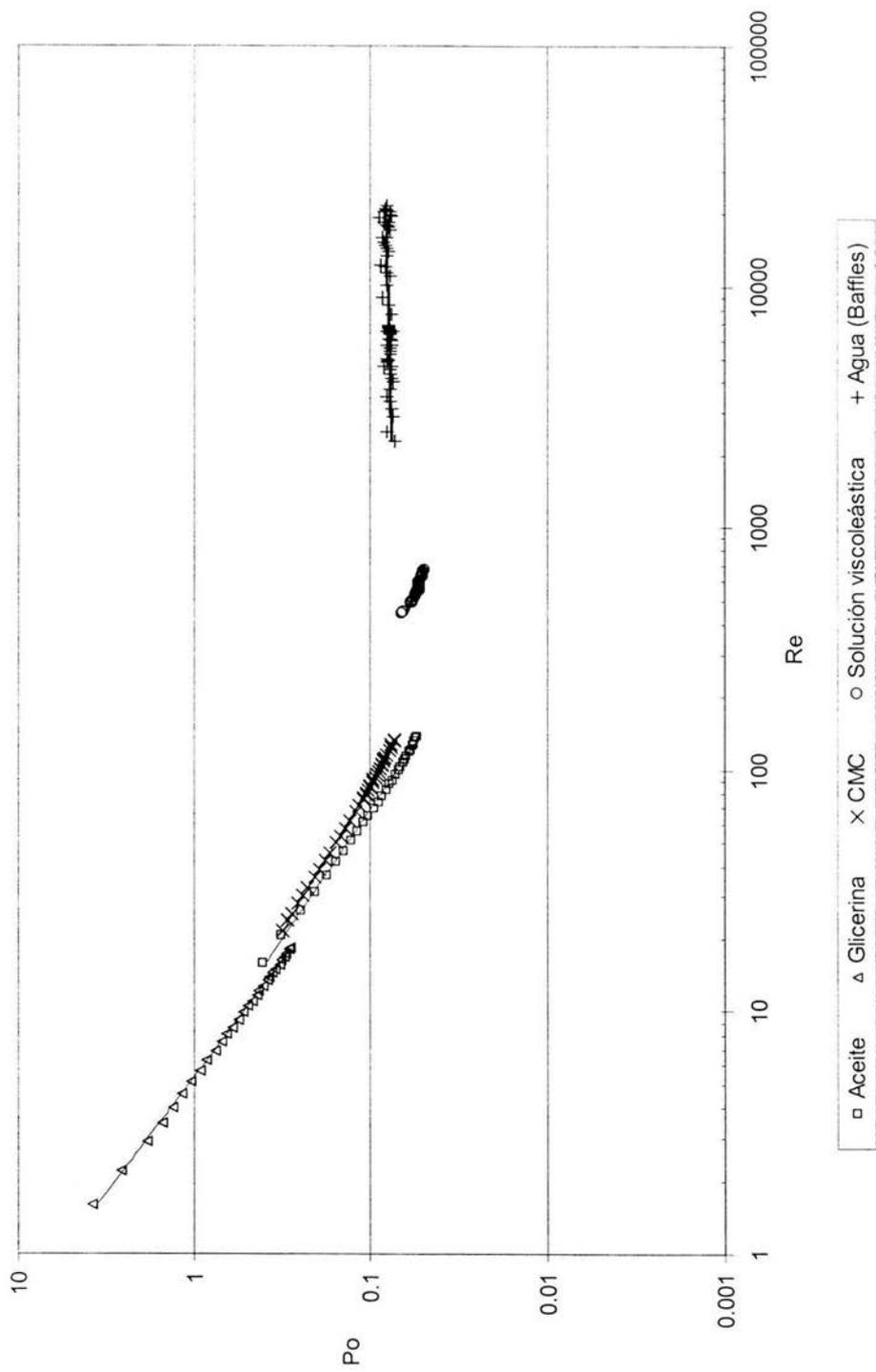


Figura 6.8 Número de potencia y número de Reynolds para los diferentes fluidos a 25°C.

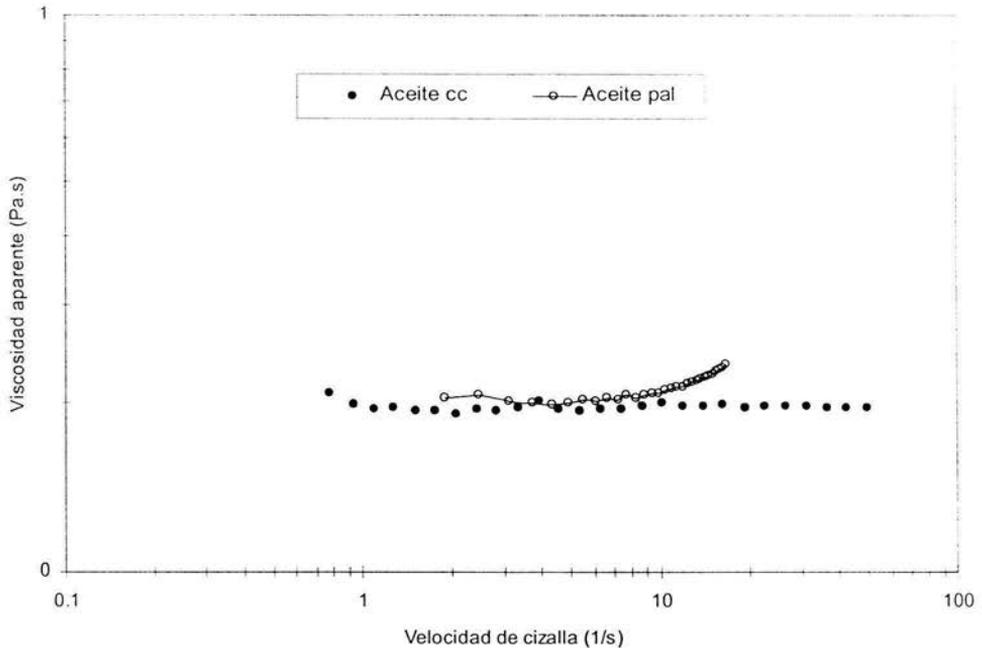


Figura 6.9 Comparación de la viscosidad obtenida en geometría de cilindros concéntricos y en paletas para el aceite a 25°C

En la Figura 6.9 se observa como al emplear la geometría de paletas se llega rápido al régimen turbulento o al de transición ya que la muestra cizallada en paletas aparentemente incrementa su viscosidad después de la velocidad de cizalla de 10 1/s, lo cual no necesariamente indica que a esa velocidad esté incrementando su viscosidad pues en la geometría de cilindros concéntricos no se muestra el mismo efecto.

### 6.5 CORRECCIÓN DE EFECTOS FINALES PARA PALETAS CON BASE EN EL MÉTODO PROPUESTO PARA CILINDROS CONCÉNTRICOS.

Se realizaron corridas experimentales a diferentes alturas de llenado con la

glicerina en la geometría de paletas, de donde se obtuvieron datos de  $\Omega$  y  $M$ . Posteriormente se graficó  $\Omega$  en función  $M$  de acuerdo a la ecuación de Margules (2.5.19), se llevó a cabo el ajuste de la velocidad angular partiendo del  $M$  obtenido en las corridas experimentales, usando el programa de ajuste de solver, del Excel de Microsoft Office 97, minimizando la diferencia entre el valor experimental con el valor de ajuste obtenido por la separación de  $h_e$ , obteniéndose un valor de 0.003 m que representa la diferencia entre los experimentales y los ajustados con  $M$ .

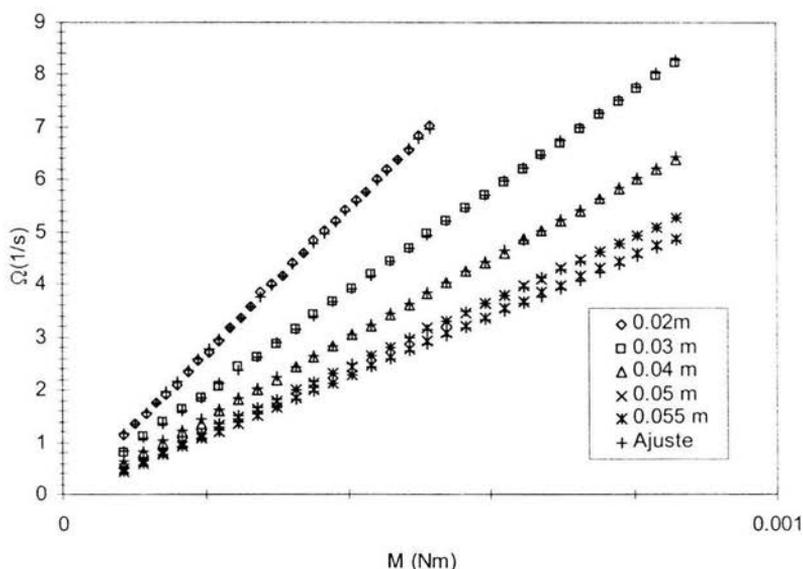


Figura 6.10 Corrección de efectos finales para la glicerina a diferentes alturas a 25°C.

Al observar la Figura 6.10 vemos que la  $\Omega$  ajustada y la experimental son muy similares. Al hacer el ajuste se obtuvo un valor de altura efectiva ( $h_e=0.003$  m), el cual es despreciable, lo que indica que al poner la paleta separada 3 cm lejos del fondo los efectos finales son despreciables.

## 6.6 COMPORTAMIENTO AL FLUJO DE LAS PARTÍCULAS MILIMÉTRICAS EN LOS DIFERENTES FLUIDOS

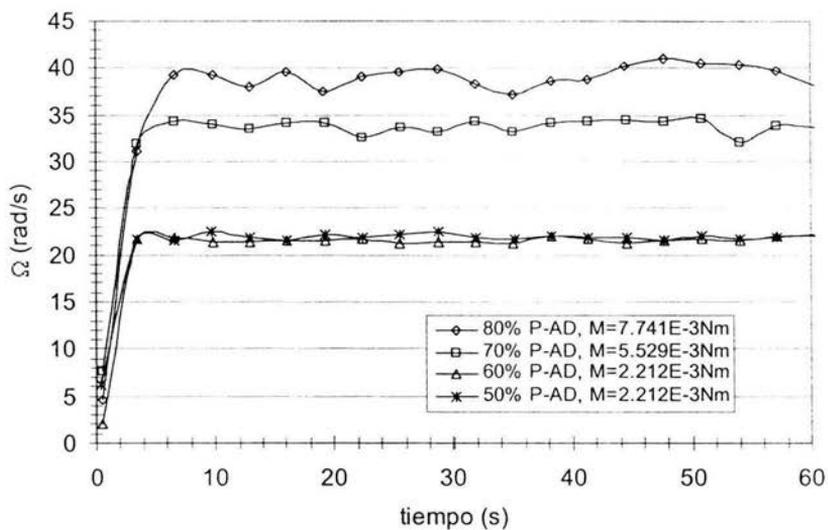
### 6.6.1 Fluido Newtoniano

#### Partículas de resina en agua

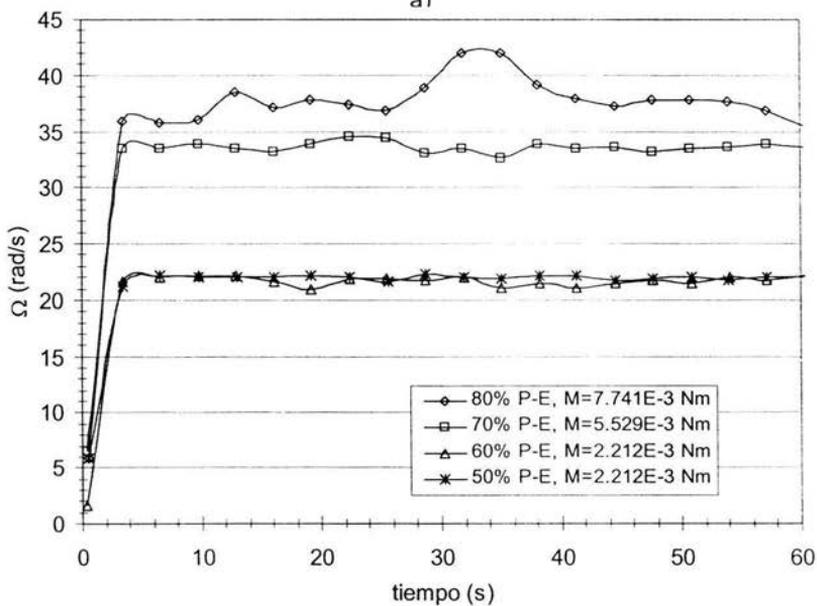
##### Pretratamiento

La variación de velocidad en función del tiempo ( $t$ ) cuando se aplica un torque constante que corresponde al primer segmento, se muestra en la Figura 6.11. En ésta se observa como todas las partículas comienzan a fluir en un tiempo menor a 5 s y se alcanza una velocidad de rotación constante independientemente de la concentración de partículas. La diferencia obtenida en la velocidad angular para las diferentes concentraciones se debe a que se les aplicó un torque diferente (Cuadro 5.3). Se emplearon diferentes torques con la finalidad de que al inicio la mayoría de las partículas fluyeran. Al comparar la respuesta de las diferentes muestras en el segmento uno, se confirma un comportamiento similar cuando se utilizó el programa denominado estacionario (P-E) o el programa denominado ascenso-descenso (P-AD), ya que se emplearon las mismas condiciones en ese segmento (Figura 6.11a y Figura 6.11b).

En el segundo segmento del pretratamiento (Figuras 6.12a y 6.12b) se observa como el valor de la tangente de delta ( $G''/G'$ ) se estabiliza después de 100 segundos para las concentraciones de 50-70 % y después de 250 s para la de 80 %, ésta muestra presentó un comportamiento completamente distinto a las otras concentraciones, dando un valor final de  $\tan \delta$  igual a 0.5, lo cual indica que al final de la medición predominó la parte sólida, a diferencia de las otras

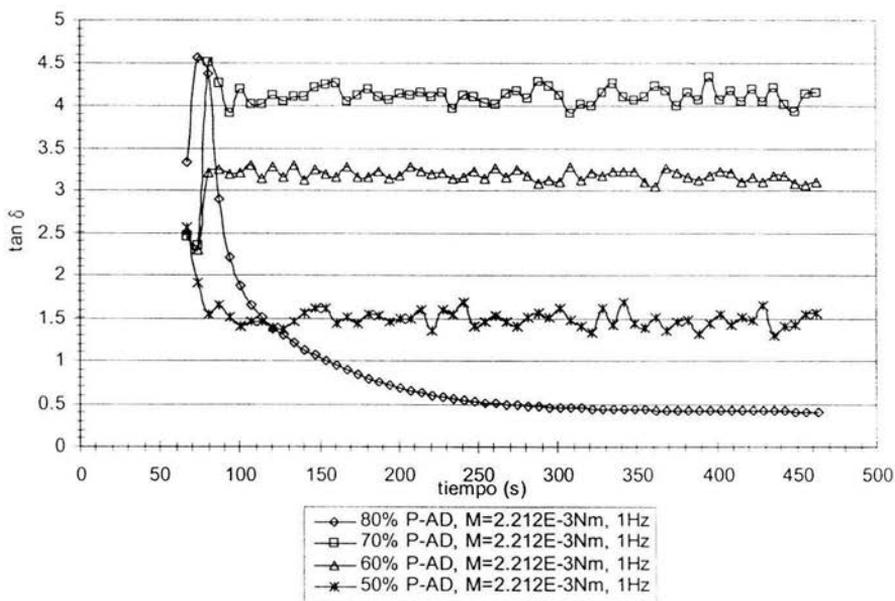


a)

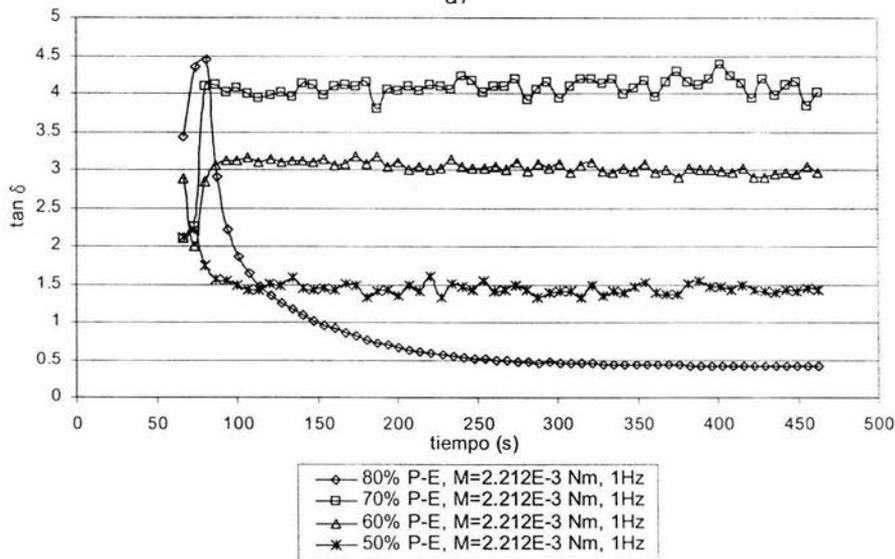


b)

Figura 6.11 Comportamiento observado de la velocidad angular para las partículas de resina en agua en el programa P-AD (a) y en el programa P-E (b), 25°C.



a)



b)

Figura 6.12 Curvas dinámicas para las partículas de resina en agua en el programa P-AD (a) y para el programa P-E (b), 25°C

concentraciones, donde el comportamiento que predominó fue el fluido ( $\tan \delta > 1$ ), y en mayor proporción para 70 %, seguido de 60 % y 50 %, respectivamente. Lo anterior se puede deber a la concentración, textura y el tamaño de las partículas, ya que al ser muy pequeñas y lisas la paleta puede moverlas con facilidad al encontrarse en agua. Este comportamiento se observó independientemente de los dos programas empleados, ya que se emplearon las mismas condiciones.

#### Respuesta al flujo

En la Figura 6.13a se puede apreciar la respuesta de la velocidad de rotación de la paleta al aplicar un programa de ascenso-descenso rápido del torque, los torques empleados para el ascenso-descenso de las pruebas fueron diferentes y se presentan en el Cuadro 5.3, por analogía a las curvas de flujo se decidió trazar el gráfico de torque aplicado en función de la velocidad de rotación de la paleta (variable de respuesta). De acuerdo a lo esperado, la respuesta de la velocidad angular ( $\Omega$ ) disminuye conforme se aumenta la concentración volumétrica de partículas, viéndose el cambio aún más pronunciado en la variación del 70 al 80 % de partículas. Este aumento tan apreciable en la curva puede deberse a que las partículas de 80 % cubren casi la totalidad de la paleta (Cuadro 6.14 y 6.15 altura de partículas) o a que se ha llegado al máximo empacamiento de las mismas, ofreciendo una mayor resistencia al flujo, para las concentraciones de 70% e inferiores las partículas sedimentadas no cubrían completamente la paleta. También se puede observar un bucle de histéresis amplio, en donde se observa una gran resistencia al flujo (curva de ascenso) y un descenso similar para todas

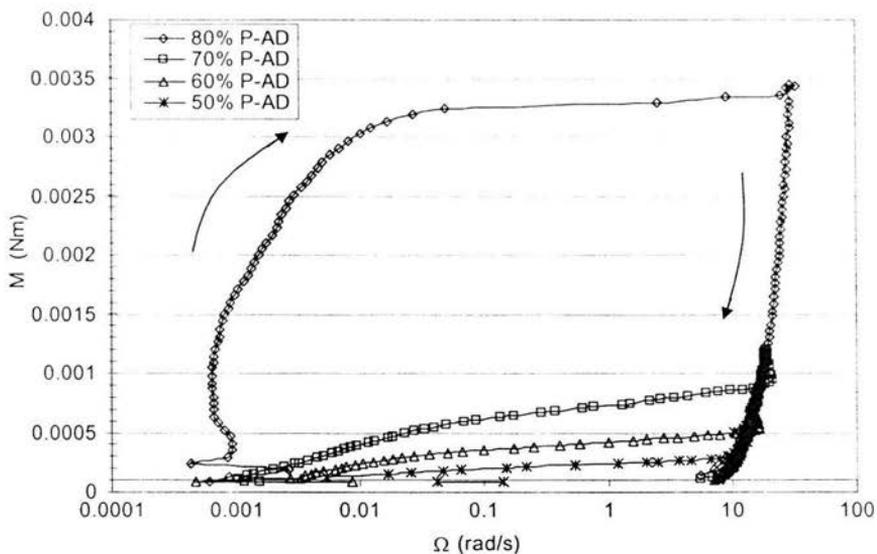


Figura 6.13a Comportamiento de la velocidad angular con respecto al torque de las partículas de resina en agua en el programa P-AD, 25°C.

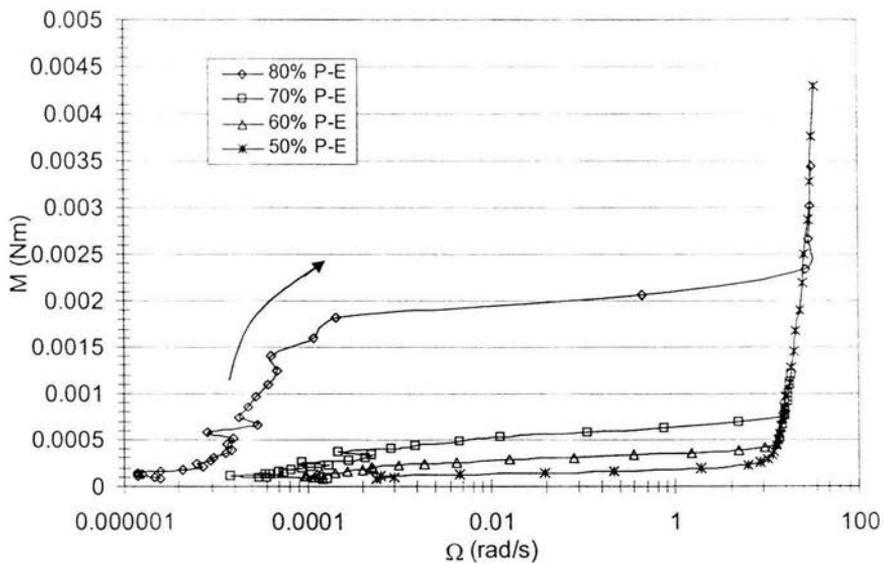


Figura 6.13b Curvas estacionarias que se obtuvieron al experimentar con las partículas de resina en agua, 25°C

ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA

las concentraciones, lo cual indica que después de rebasar el torque crítico (Mc) y al disminuir la velocidad, las suspensiones se comportan de manera parecida independientemente de la concentración de partículas.

En la Figura 6.13b se muestra el comportamiento de las partículas cuando se aplicó el programa P-E, los torques empleados para las pruebas fueron los mismos torques empleados para el segmento 3 de las pruebas P-AD (Cuadro 5.3). En este caso se observó un comportamiento similar al que presentaron las partículas en el P-AD, se observa de igual manera que a la más alta concentración, se obtiene el máximo torque crítico (Mc).

Con base en los resultados de  $\sigma$  y M obtenidos en las corridas experimentales se definieron los torques críticos que indican el punto en el que fluyen las muestras dependiendo de cada concentración, en el momento que fluye la muestra los valores de  $\sigma$  cambian drásticamente, en ese momento se tomó un valor de torque intermedio entre los torques a los que la muestra fluyó para cada concentración en cada una de las corridas (Cuadros 6.14 y 6.15), los cuales se promediaron y se obtuvo el coeficiente de variación para las respectivas concentraciones, asimismo se calcularon los esfuerzos de fluencia de cada uno con la Ec. 2.5.19.

Cuadro 6.14 Torques críticos encontrados en las suspensiones con partículas de resina en agua a las diferentes concentraciones en el programa P-AD.

Programa ascenso descenso				
Concentración	50 %	60 %	70 %	80 %
Altura de part.	4.6 cm	5.3 cm	6.2 cm	7.1 cm
Mc (Nm)-Corrida 1	3.25E-4 *	4.125E-4	7.15E-4	3.26E-3
Mc (Nm)-Corrida 2	2.34E-4	4.11E-4	7.295E-4	3.315E-3
Mc (Nm)-Corrida 3	2.3E-4	4.235E-4	7.28E-4	3.33E-3
Promedio	<b>2.63E-4</b>	<b>4.156E-4</b>	<b>7.242E-4</b>	<b>3.302E-3</b>
Esfuerzo ( $\sigma_0$ ) (Pa)	<b>1.19</b>	<b>1.88</b>	<b>3.27</b>	<b>14.93</b>
Coefficiente de variación	20.429 %	1.67 %	1.101 %	1.09 %

Cuadro 6.15 Torques críticos presentados por las muestras con partículas de resina en agua en el programa P-E

Programa estacionario				
Concentración	50 %	60 %	70 %	80 %
Altura de part.	4.6 cm	5.3 cm	6.3 cm	7.1 cm
Mc (Nm)-Corrida 1	1.81E-4	4.04E-4	6.505E-4	2.21E-3
Mc (Nm)-Corrida 2	1.81E-4	4.04E-4	6.66E-4	2.21E-3
Mc (Nm)-Corrida 3	2.14E-4	3.735E-4	6.66E-4	1.145E-3 *
Promedio	<b>1.922E-4</b>	<b>3.938E-4</b>	<b>6.608E-4</b>	<b>1.855E-3</b>
Esfuerzo ( $\sigma_0$ ) (Pa)	<b>0.87</b>	<b>1.78</b>	<b>2.99</b>	<b>8.39</b>
Coefficiente de variación	9.92 %	4.47 %	1.35 %	33.15 %

En estos cuadros podemos observar como el torque crítico promedio Mc y el esfuerzo aumentan proporcionalmente con la concentración de partículas en ambos programas y el valor para 80 % se dispara respecto a los demás dando un valor elevado. Algo más notable es que los torques del programa estacionario son más pequeños, lo cual puede deberse a la naturaleza del programa, aunque guardan la misma proporción entre los resultados. Si observamos los coeficientes de variación de las tres repeticiones que se realizaron para las diferentes concentraciones, hay dos valores en los cuales éste es muy elevado, pero si vemos los datos, en las réplicas hay dos que son iguales por lo que para efectos prácticos los datos con (\*) se eliminan ya que éstos se encuentran por fuera del promedio y provocan un aumento considerable en los valores de CV, tomando como valor de Mc el promedio de los otros dos.

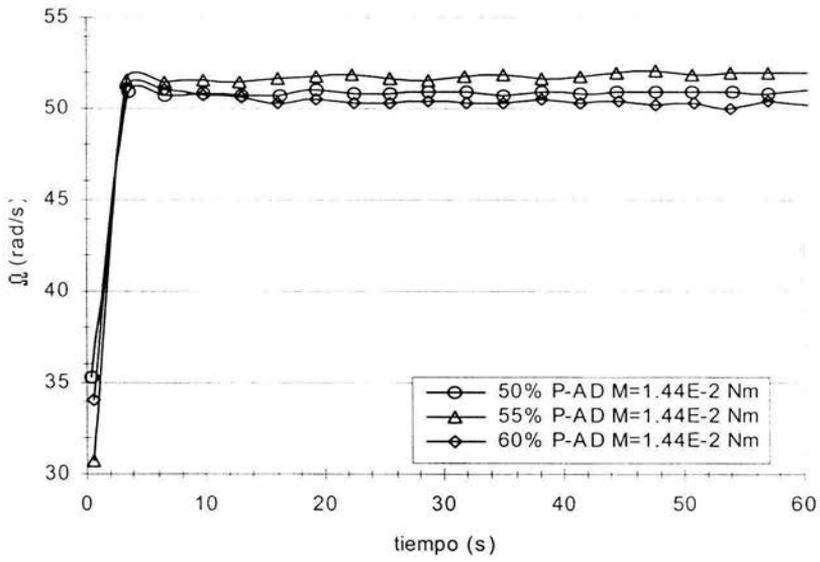
Para cuando se trabajó con agua se llegó rápidamente a flujo turbulento, por lo que no se pudieron calcular otros parámetros reológicos.

## Partículas de mostaza en agua

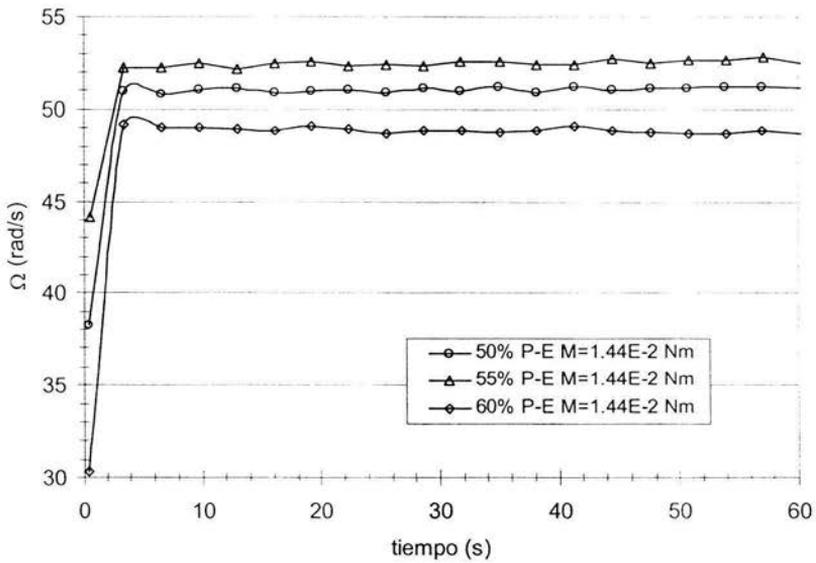
### Pretratamiento

En la Figura 6.14, se presenta la variación de la velocidad angular ( $\Omega$ ) en función del tiempo, se empleó un torque de  $1.44 \times 10^{-2}$  Nm (Cuadro 5.3), ya que con éste se aseguró el movimiento total de las partículas en el recipiente. En la Figura 6.14 a y b, se muestra el comportamiento de las partículas de mostaza en agua a diferentes concentraciones volumétricas en el programa P-AD y P-E. Se puede observar que en un tiempo menor a 5 segundos la velocidad angular llega al equilibrio y se mantiene constante, esto para las tres concentraciones volumétricas empleadas. Como podemos ver el comportamiento encontrado de las muestras en ambos programas fue similar, y las pequeñas variaciones que se encontraron se las atribuimos al cambio de concentración en cada experimentación.

En el segundo segmento (Figura 6.15) se evaluó el comportamiento de  $\tan \delta$  a las diferentes concentraciones volumétricas en función del tiempo. En esta figura se presenta el comportamiento de las muestras para los programas P-AD y P-E, en donde la  $\tan \delta$  disminuye drásticamente en función del tiempo hasta alcanzar un valor aproximado de 0.5, algo semejante a lo que sucedió con las partículas de resina a la concentración de 80%. Esto se debe a que las muestras evaluadas a una concentración volumétrica de partículas de mostaza de 50, 55, y 60 %; predomina la parte sólida, con esto se reafirma que el sistema de paletas está midiendo las partículas sedimentadas. Como muestra la Figura 6.15 el comportamiento a las tres concentraciones fue similar.



a)



b)

Figura 6.14 Comportamiento de flujo de las partículas de mostaza en agua a diferentes concentraciones volumétricas durante el primer segmento de los programas P-AD (a) y P-E (b), 25°C.

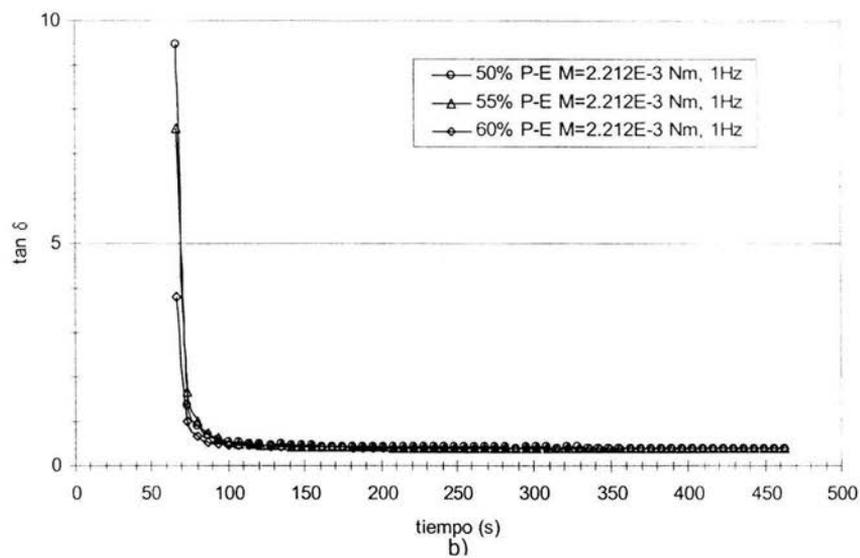
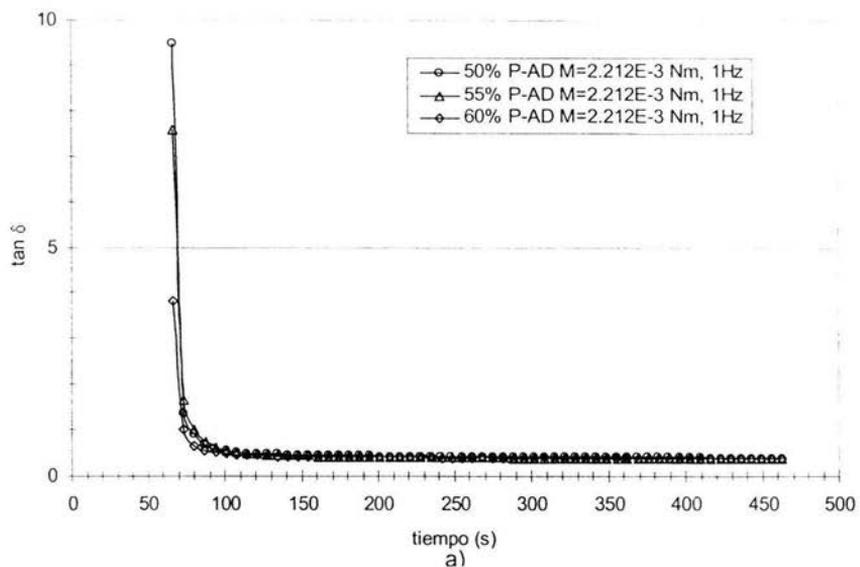


Figura 6.15 Respuesta de la  $\tan (\delta)$  en función del tiempo de las muestras de partículas de mostaza en agua, al aplicársele el segundo segmento de los programas P-AD(a) y P-E (b), a las partículas de mostaza a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C.

## Respuesta al flujo

En los dos últimos segmentos del programa P-AD, se aplicó una curva de ascenso-descenso, los torques empleados en ésta se encuentran en el Cuadro 5.3. En la Figura 6.16a se muestran las curvas representativas de las partículas de mostaza en agua a las diferentes concentraciones, confirmando que no existe diferencia considerable en cuanto a su comportamiento entre las concentraciones de 50 y 55 %, sin embargo observamos que la concentración de 60 % se comporta de manera similar pero alejada de las otras dos.

En lo que respecta al programa P-E, en el último segmento se evaluó una curva estacionaria con el mismo torque empleado para el tercer segmento de la prueba P-AD (Cuadro 5.3), el mismo, encontrándose el comportamiento que se presenta en la Figura 6.16b. Obsérvese que el comportamiento que se presentó en la curva estacionaria es semejante al encontrado en la curva de ascenso-descenso, sin embargo no se separan tanto de las concentraciones de 50 y 55 % de la de 60 %. Los torques críticos ( $M_c$ ) evaluados en la curva de ascenso-descenso y los esfuerzos de fluencia ( $\sigma_\theta$ ) calculados se resumen en el Cuadro 6.16, éste nos indica que el torque y el esfuerzo aumentaron conforme aumentó la concentración volumétrica de partículas, en la concentración de 55% se tiene un valor elevado de CV por lo que se propone eliminar el dato de la corrida 3, ya que éste aumenta en gran medida el valor del coeficiente de variación. El Cuadro 6.17 nos muestra los torques críticos ( $M_c$ ) y esfuerzos de fluencia ( $\sigma_\theta$ ), obtenidos con el programa estacionario para las partículas de mostaza en agua a las diferentes concentraciones volumétricas.

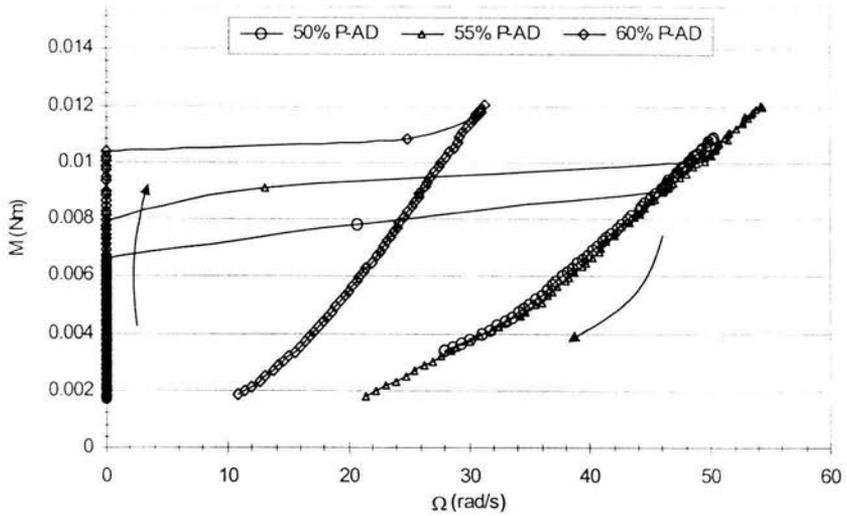


Figura 6.16a Curva del tercer y cuarto segmento del programa P-AD que nos muestra los torques críticos de las suspensiones con partículas de mostaza en agua a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C.

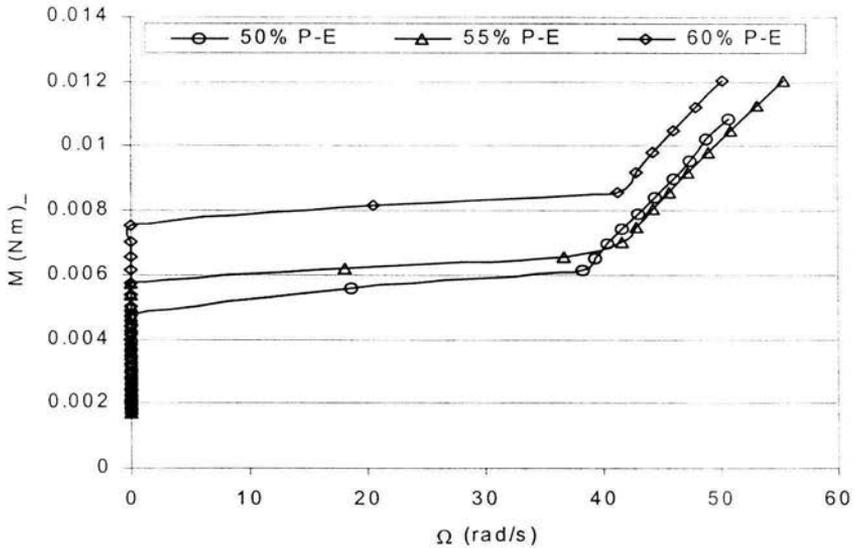


Figura 6.16b Comportamiento de la velocidad angular con respecto al torque de las partículas de mostaza en agua a diferentes concentraciones, en el tercer segmento del programa P-E, 25°C.

Cuadro 6.16. Torques críticos de partículas de mostaza en agua, evaluados en el programa P-AD.

Programa ascenso descenso			
Altura de partículas	6.4 cm	7.0 cm	7.7 cm
Concentración (v/v)	50 %	55 %	60 %
Mc(Nm) – Corrida 1	7.51E-03	9.39E-03	1.08E-02
Mc(Nm) – Corrida 2	8.42E-03	9.91E-03	1.13E-02
Mc(Nm) – Corrida 3	7.49E-03	8.02E-03 *	1.04E-02
Promedio	<b>7.81E-03</b>	<b>9.11E-03</b>	<b>1.08E-02</b>
Esfuerzo ( $\sigma_0$ ) (Pa)	<b>35.31</b>	<b>41.19</b>	<b>48.83</b>
Coefficiente de Variación	10 %	15 %	6 %

Cuadro 6.17 Torques críticos de partículas de mostaza en agua, empleando el programa P-E.

Programa estacionario			
Altura de partículas	6.5cm	7.3cm	8cm
Concentración (v/v)	50 %	55 %	60 %
Mc(Nm) – Corrida 1	5.74E-03	6.36E-03	8.32E-03
Mc(Nm) – Corrida 2	5.74E-03	6.36E-03	7.78E-03
Mc(Nm) – Corrida 3	5.30E-03	5.95E-03	8.32E-03
Promedio	<b>5.59E-03</b>	<b>6.22E-03</b>	<b>8.14E-03</b>
Esfuerzo ( $\sigma_0$ ) (Pa)	<b>25.27</b>	<b>28.12</b>	<b>36.80</b>
Coefficiente de Variación	6 %	5 %	5 %

Los torques críticos encontrados con el programa P-E, al igual que en el programa P-AD aumentan conforme aumenta la concentración volumétrica de partículas, esto a su vez se ve reflejado en el esfuerzo de fluencia. Sin embargo, la diferencia entre emplear P-E y P-AD radica en que los resultados de las repeticiones en el programa P-E tuvieron un CV menor y fueron menores a los obtenidos en el programa P-AD, gracias a que los resultados que da el programa P-E son más repetitivos. Observamos que los coeficientes de variación en algunos casos fueron mayores al 10 %, esto se puede explicar ya que, los torques críticos son puntos intermedios y al obtener un promedio pueden alejarse uno del otro, esto dependerá de donde quede situado el torque crítico. También podemos observar que los torques encontrados para las partículas de mostaza en agua son

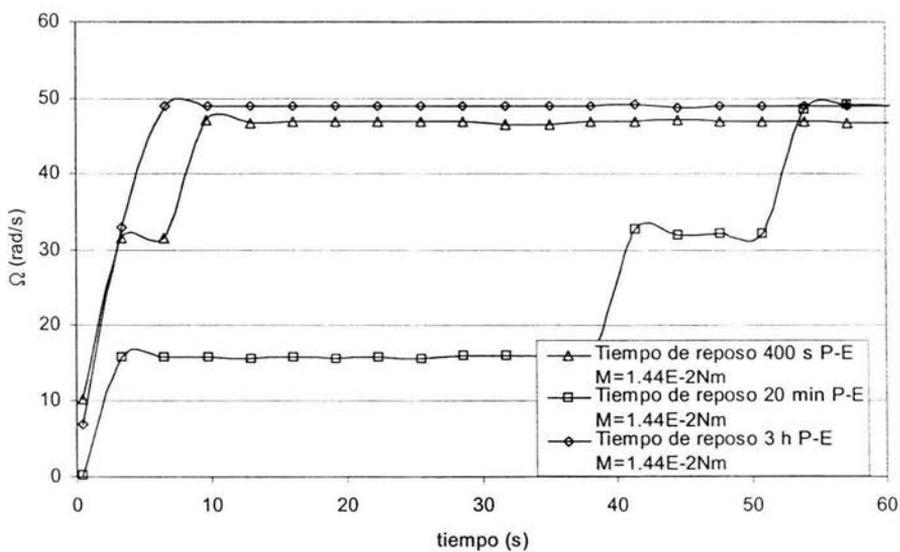
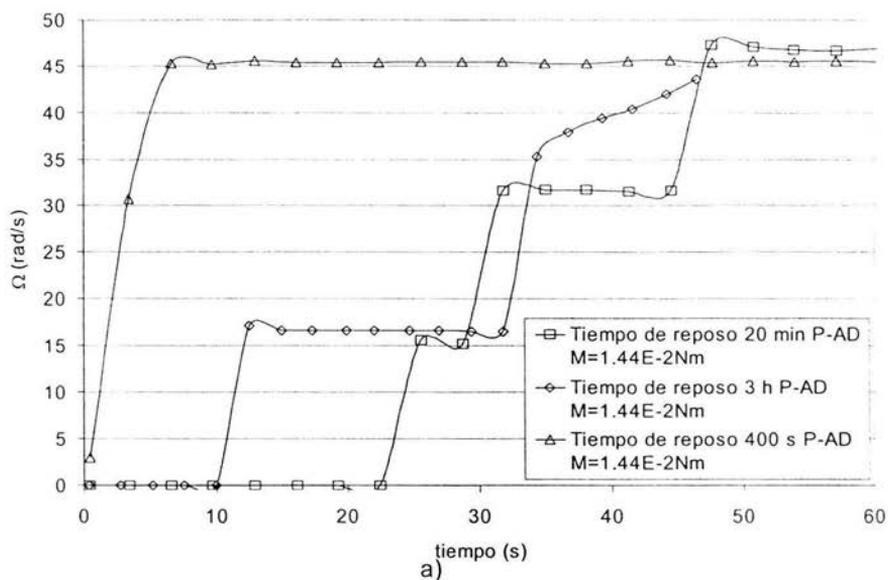
significativamente mayores que los de las partículas de resina en agua (teniéndose los mismos resultados para el caso de los torques críticos), esto se observa de manera gráfica en la Figura 6.31, lo cual se atribuye a que las partículas de mostaza tienen un mayor tamaño ocupando más espacio en el recipiente, cubriendo más la paleta y por lo tanto oponiendo mayor resistencia al flujo.

#### *Efecto del tiempo de sedimentación en las curvas de flujo con partículas de mostaza en agua*

##### Pretratamiento

En el primer segmento se observaron respuestas diferentes en las réplicas (Figura 6.17), esto pudo deberse a que el acomodo de las partículas fue diferente para cada caso ya que se empleó el mismo torque inicial (Cuadro 5.4), aunque en algunos casos las partículas tardaron más en moverse al final todas fluyeron y alcanzaron el flujo deseado.

En el segundo segmento Figura 6.18 se observó que el comportamiento de las muestras es similar para todas las réplicas y para los diferentes tiempos de sedimentación empleados ya que las tendencias son iguales para todos los casos. Se observa también que predomina el comportamiento sólido para todas las muestras teniendo un valor final de  $\tan \delta$  cercano a 0.5, variando únicamente el valor inicial el cual disminuye al aumentar el tiempo de sedimentación, lo cual se observó también para las muestras donde no se tuvo variación en el tiempo de sedimentación en la misma concentración.



b)

Figura 6.17 Curvas obtenidas en el primer segmento para las partículas de mostaza en agua en el programa P-AD (a) y para el programa P-E (b), 25°C.

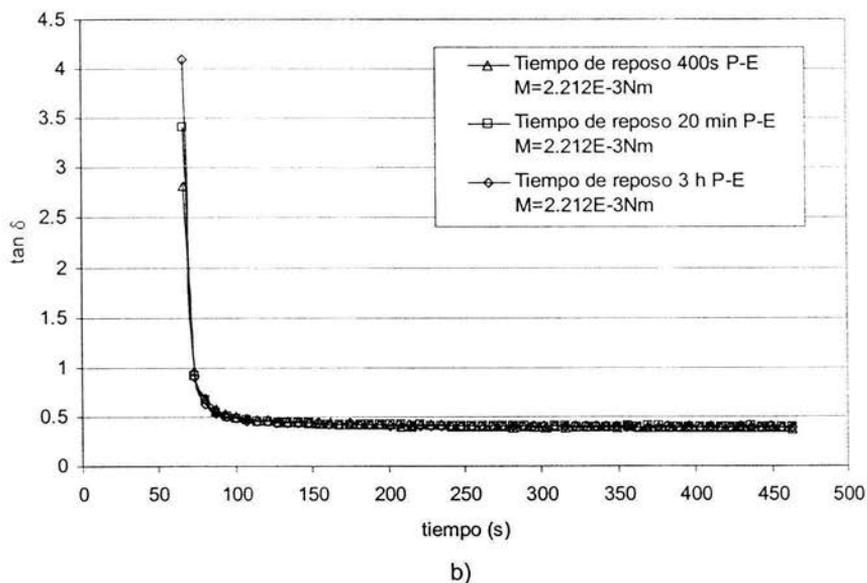
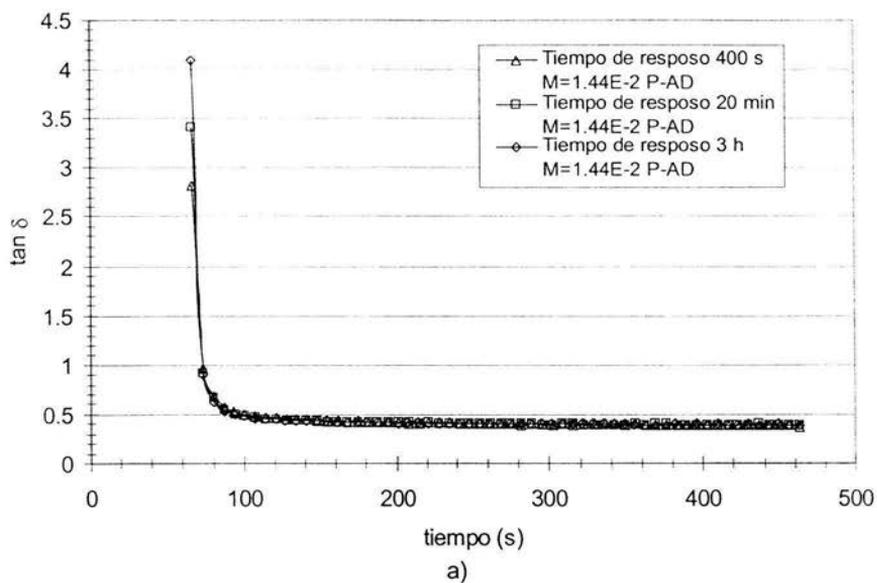


Figura 6.18 Curvas dinámicas de las partículas de resina en agua para el programa P-AD (a) y el programa P-E (b), 25°C.

## Respuesta al flujo

En la Figura 6.19a se muestra el efecto del tiempo de reposo en las partículas de mostaza. Debido a que las partículas de mostaza son elementos orgánicos, al encontrarse en el agua se tenían las condiciones propicias para la descomposición de éstas, a pesar de que fueron tratadas con benzoato de sodio (0.5 %) para evitar la proliferación de microorganismos. Sin embargo los resultados que obteníamos después de dejar las partículas varias veces por 24 h en reposo (tiempo propuesto inicialmente) fueron ilógicos ya que al momento de realizar la prueba no se apreciaba ningún Mc, siendo que para los dos tiempos de reposo anteriores sí existía, por lo que se decidió disminuir el tiempo de reposo a 3h, los resultados se observan en la Figura 6.19a, en ésta se ve claramente como al aumentar el tiempo de reposo el torque crítico es mayor a pesar de ser muy poca la diferencia entre 400 s y 20 min, siendo esta variación más apreciable en el tiempo de 3h.

Las condiciones empleadas para cada prueba se encuentran en el Cuadro 5.4, en el caso de las curvas obtenidas en las pruebas estacionarias (Figura 6.19b) se modificó la respuesta, y las muestras de 3 horas opusieron menor resistencia debido a que probablemente el benzoato de sodio no fue suficiente para evitar la descomposición de las muestras (se llegó a esta conclusión debido a que la dispersión de CMC se hacía más fluida al tacto, se percibía un olor ácido y en ocasiones las partículas flotaban) provocando respuestas diferentes a las presentadas en el P-AD.

Estas curvas permitieron verificar los resultados obtenidos con el programa P-AD, ya que como se puede ver el comportamiento es el mismo. En este gráfico la

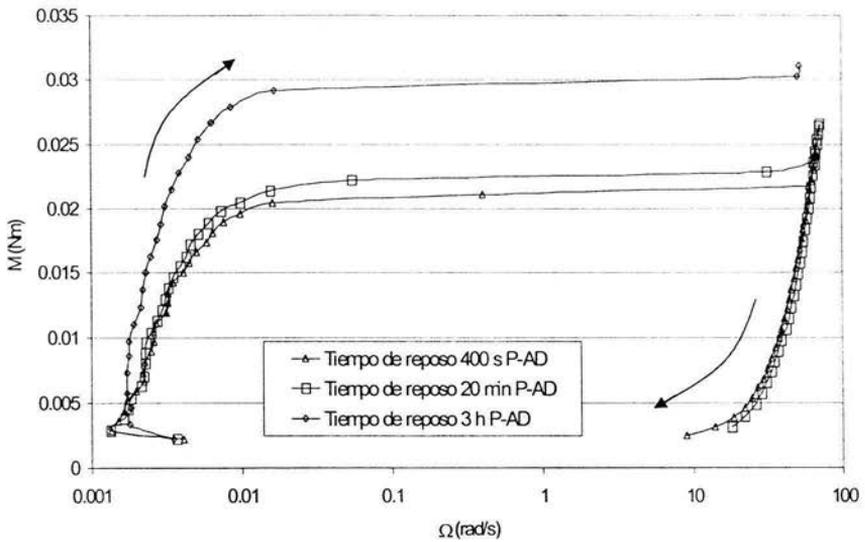


Figura 6.19a Comportamiento observado en el programa P-AD por las partículas de mostaza en agua variando el tiempo de sedimentación, 25°C.

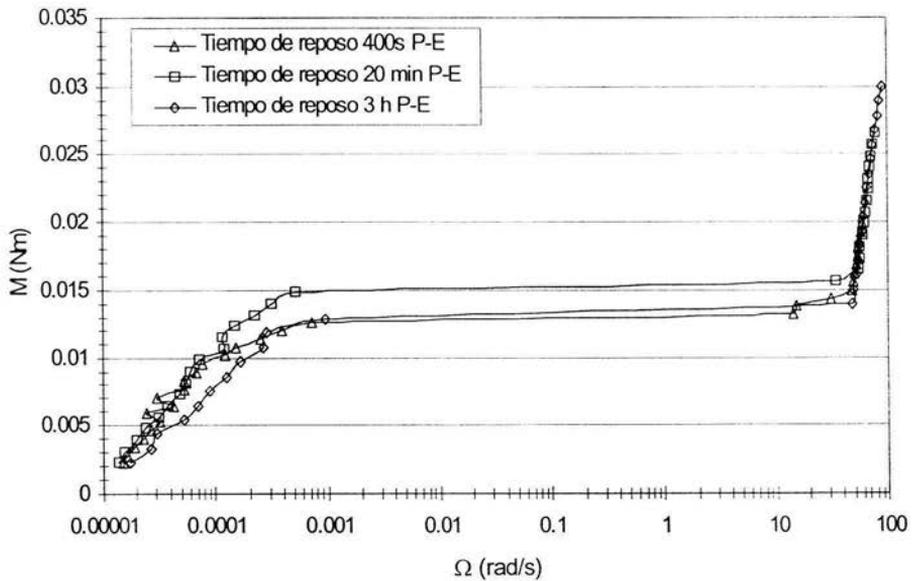


Figura 6.19b Comportamiento que presentaron las partículas de mostaza en agua variando el tiempo de sedimentación observado en el programa P-E, 25°C.

diferencia entre los torques críticos se aprecia de manera similar a las curvas de ascenso-descenso y podemos ver que efectivamente al aumentar el tiempo de reposo de las partículas aumenta el esfuerzo de fluencia de las soluciones a pesar de que éste sea relativamente pequeño y sea poca la diferencia entre 400 s y 20 minutos. Lo mismo se observa en los Cuadros 6.18 y 6.19 para los torque críticos y esfuerzos obtenidos para los diferentes tiempos de reposo.

Cuadro 6.18 Torques críticos presentados en las muestras de partículas de mostaza a los diferentes tiempos de sedimentación en el programa P-AD.

Programa de ascenso descenso			
Tiempo de sedimentación	3 h	20 min	400 s
Mc (Nm)-Corrida 1	3.75E-02	2.38E-02	2.15E-02
Mc (Nm)-Corrida 2	3.12E-02	2.33E-02	2.15E-02
Mc (Nm)-Corrida 3	2.04E-02 *	2.26E-02	2.08E-02
Promedio	<b>2.97E-02</b>	<b>2.32E-02</b>	<b>2.12E-02</b>
Esfuerzo ( $\sigma_0$ ) (Pa)	<b>134.29</b>	<b>104.89</b>	<b>95.85</b>
Coeficiente de variación	41 %	4 %	3 %

Cuadro 6.19 Torques críticos encontrados en las muestras de partículas de mostaza a los diferentes tiempos de sedimentación en el programa P-E.

Programa estacionario			
Tiempo de sedimentación	3 h	20 min	400 s
Mc (Nm)-Corrida 1	1.34E-02	1.61E-02	1.41E-02
Mc (Nm)-Corrida 2	1.34E-02	1.52E-02	1.47E-02
Mc (Nm)-Corrida 3	1.34E-02	1.52E-02	1.29E-02
Promedio	<b>1.34E-02</b>	<b>1.55E-02</b>	<b>1.39E-02</b>
Esfuerzo ( $\sigma_0$ ) (Pa)	<b>60.59</b>	<b>70.08</b>	<b>62.85</b>
Coeficiente de variación	0 %	4 %	9 %

Los resultados obtenidos para las curvas de ascenso-descenso muestran como, al aumentar el tiempo de reposo de las partículas, aumenta el Mc y el esfuerzo, aunque esta variación fue pequeña. Se tuvieron Mc y esfuerzos mayores que en el programa P-E, al igual que en las pruebas anteriores, aunque los resultados obtenidos en el programa P-E para el tiempo de 3 h fueron menores, resultando

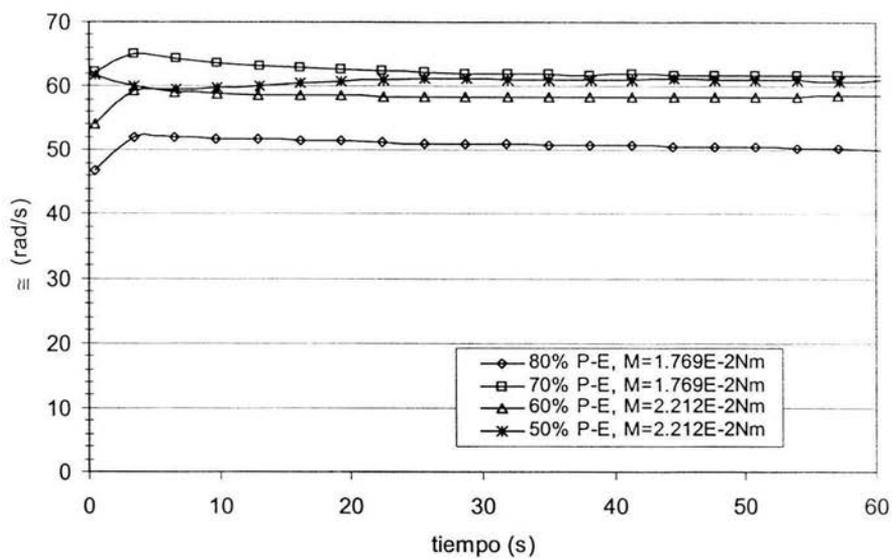
incoherentes pero coincidiendo con lo observado en el gráfico. La posible razón de este comportamiento es que son partículas orgánicas donde probablemente el benzoato no fue suficiente para inhibir el crecimiento de microorganismos, o se tenía alguna enzima que degradara la solución y dañara las suspensiones.

## 6.6.2 Fluido de la potencia

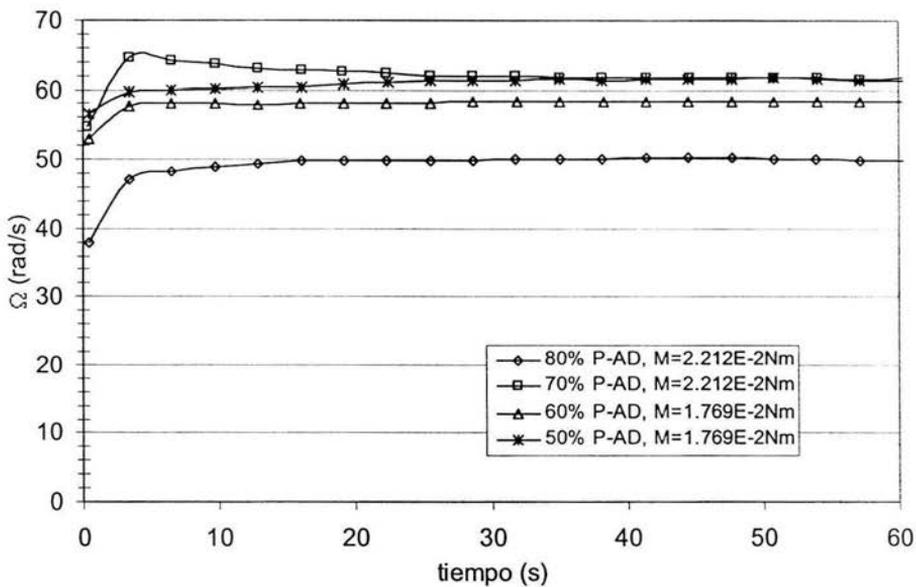
### Partículas de resina en Carboximetilcelulosa (CMC)

#### Pretratamiento

Los resultados obtenidos en el primer segmento (curva en función del tiempo) se presentan en la Figura 6.20 a y b donde observamos como todas las partículas fluyen casi de inmediato ofreciendo una menor resistencia que cuando se encuentran en agua y mostrando un comportamiento similar independiente de la concentración de partículas. En estas pruebas se aplicaron esfuerzos distintos dependiendo de la concentración, para que la mayoría de las partículas fluyeran en el mínimo esfuerzo (Cuadro 5.3), por lo cual se observan diferencias en cuanto a la velocidad angular obtenida en cada concentración. Obsérvese que la concentración más alta se encuentra por debajo de las demás a pesar de haber utilizado el mismo esfuerzo que en la concentración de 70%, esto se debe a que al ser mayor la cantidad de partículas, éstas ofrecen una mayor resistencia al flujo y por lo tanto la velocidad angular de respuesta es menor. Asimismo, la respuesta es la misma para ambos programas (P-AD y P-E). En el segundo segmento (Figura 6.21) se observa que al aumentar la concentración de partículas, disminuye el valor de  $\tan \delta$  siendo mucho menor para la concentración de 80 %

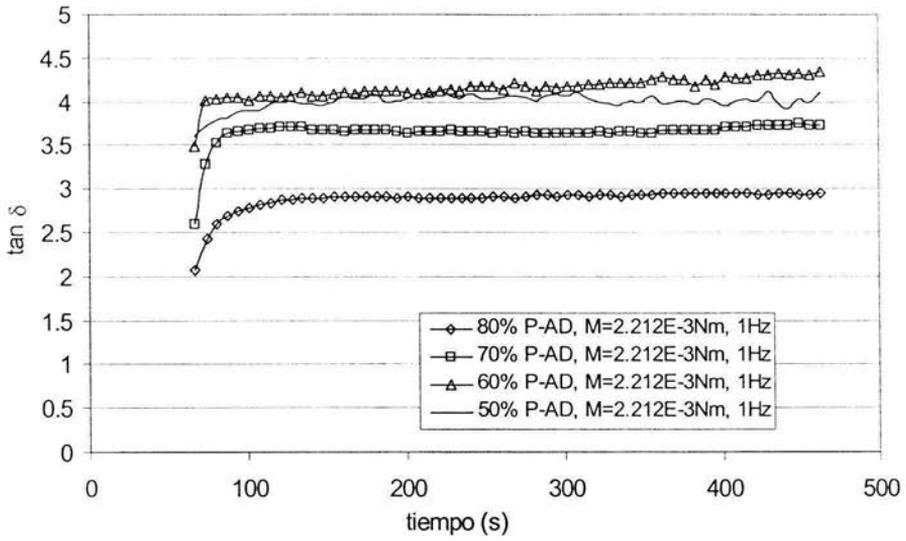


a)

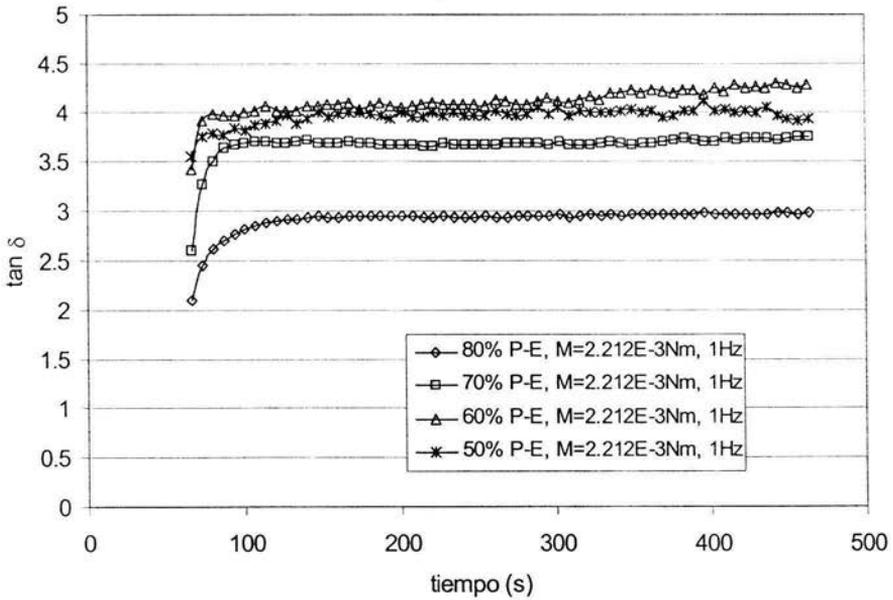


b)

Figura 6.20 Comportamiento de la velocidad angular con respecto al tiempo para las partículas de resina en CMC en el programa P-AD (a) y para el programa P-E (b), 25°C.



a)



b)

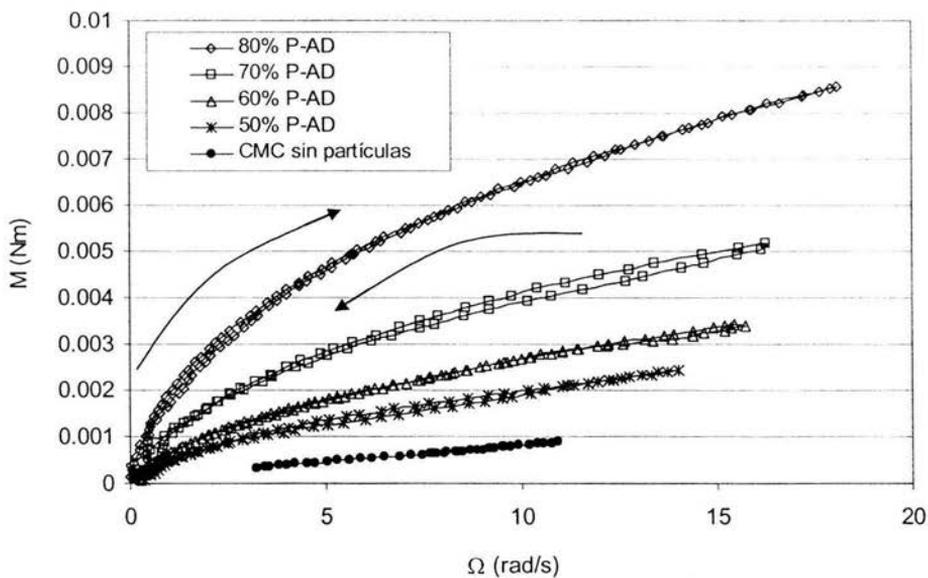
Figura 6.21 Comportamiento presentado en las pruebas dinámicas por las partículas de resina en CMC (0.3%) en el programa P-AD (a) y en el programa P-E (b), 25°C.

(estabilizándose en el valor de 3) y similar para las concentraciones de 50 y 60 % (estabilizándose en el valor de 4). En este caso, empleando la CMC como fase continua predomina la parte fluida ya que se obtuvieron valores superiores a la unidad. Además, conforme aumenta la concentración de partículas en las muestras la parte elástica contribuye en mayor proporción, provocando que el valor de  $\tan \delta$  disminuya. Igualmente, este comportamiento se presenta de manera equivalente para ambos programas como se aprecia en la Figura 6.21a y 6.21b.

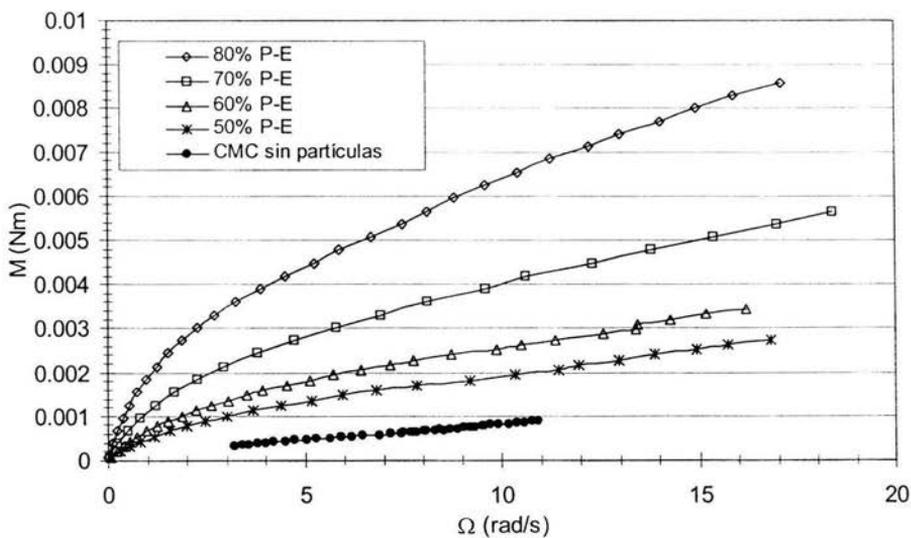
#### Respuesta al flujo

En la Figura 6.22a se muestran las curvas de ascenso-descenso (P-AD) de las partículas de resina en CMC, donde difícilmente se pudo apreciar un  $M_c$ , el cual aparentemente a simple vista no existe, sin embargo observando el Cuadro 6.20 presenta un valor de esfuerzo de fluencia pequeño. Esto se debe a que la viscosidad de la solución de CMC les ayuda a que éstas opongan menos resistencia al movimiento de la paleta y pueda ésta girar sin la necesidad de emplear un torque "elevado" y, finalmente, se observa que el torque crítico aumenta al incrementar la concentración de partículas. También se nota que a diferencia de tener las partículas en agua, con la CMC el ascenso es similar al descenso lo cual nos indica que el comportamiento de la muestra lo define el comportamiento de la fase continua, en este caso un fluido pseudoplástico.

Los resultados obtenidos en las pruebas estacionarias se pueden observar en la Figura 6.22b, los cuales corroboran que a mayor concentración de partículas, se



a)



b)

Figura 6.22 Comportamiento de la velocidad angular con respecto al torque que presentaron las partículas de resina en CMC (0.3%) al aplicarse el programa P-AD (a) y P-E (b), 25°C.

tiene un torque crítico superior a pesar de que éste no sea tan apreciable. La diferencia con respecto a tener agua o CMC como fase continua, radica en un aumento proporcional de la viscosidad de la suspensión en función de la concentración de partículas, que no se observa al emplear agua ya que en la concentración más alta el valor se dispara. Los torques críticos y esfuerzos encontrados para ambos programas (P-AD y P-E) se muestran en los Cuadros 6.20 y 6.21.

Cuadro 6.20 Torques críticos de las muestras con partículas de resina en CMC 0.3% en el programa P-AD.

Programa de ascenso descenso				
Concentración	50 %	60 %	70 %	80 %
Altura de part.	7.3 cm	7.8 cm	8.2 cm	8.5 cm
Mc (Nm)-Corrida 1	4.95E-04	5.97E-04	9.81E-04	1.58E-03
Mc (Nm)-Corrida 2	4.84E-04	6.04E-04	9.88E-04	1.58E-03
Mc (Nm)-Corrida 3	4.29E-04	6.59E-04	1.12E-03	1.84E-03
Promedio	<b>4.69E-04</b>	<b>6.20E-04</b>	<b>1.03E-03</b>	<b>1.66E-03</b>
Esfuerzo ( $\sigma_0$ ) (Pa)	<b>2.12</b>	<b>2.80</b>	<b>4.66</b>	<b>7.51</b>
Coefficiente de variación	7.53 %	5.48 %	7.605 %	9.01 %

Cuadro 6.21 Torques críticos encontrados en las muestras con partículas de resina en CMC 0.3 % en el programa P-E.

Programa estacionario				
Concentración	50 %	60 %	70 %	80 %
Altura de part.	7.9 cm	8.2 cm	8.5 cm	8.5 cm
Mc (Nm)-Corrida 1	4.90E-04	6.06E-04	1.11E-03	1.70E-03
Mc (Nm)-Corrida 2	4.90E-04	6.06E-04	1.11E-03	1.70E-03
Mc (Nm)-Corrida 3	4.90E-04	6.06E-04	1.11E-03	2.00E-03
Promedio	<b>4.90E-04</b>	<b>6.06E-04</b>	<b>1.11E-03</b>	<b>1.80E-03</b>
Esfuerzo ( $\sigma_0$ ) (Pa)	<b>2.22</b>	<b>2.74</b>	<b>5.02</b>	<b>8.14</b>
Coefficiente de variación	0	0	0	9.62 %

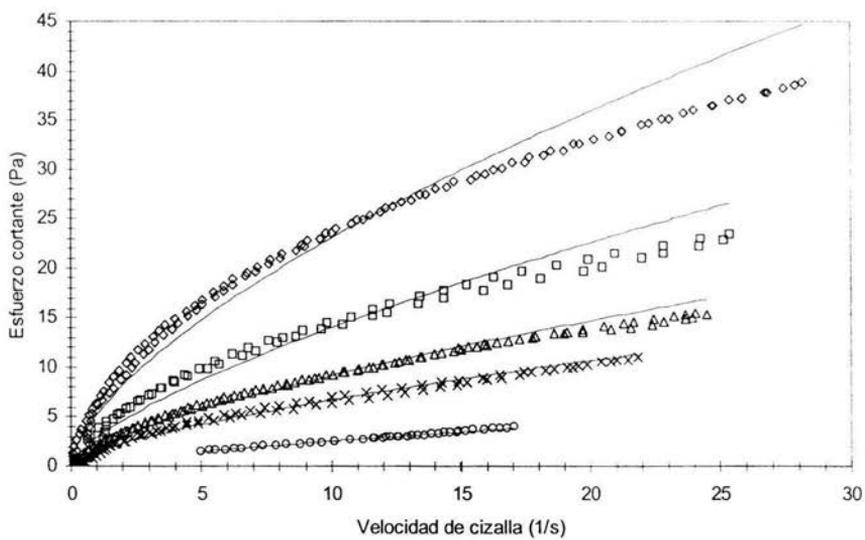
En las partículas de resina en CMC los resultados de Mc y esfuerzo son poco notables en las gráficas (Figura 6.22) pero analizando los datos de los Cuadros 6.20 y 6.21 se observa que hay presencia de un valor pequeño, evidenciando su

existencia, y es mayor conforme va aumentando la concentración de partículas. A diferencia de las pruebas con agua, los resultados de los torques críticos en las pruebas estacionarias son mayores que los obtenidos en las curvas de ascenso-descenso pero es poca la diferencia entre ambos, además de que en las pruebas estacionarias se obtuvieron datos más exactos ya que el coeficiente de variación en su mayoría fue de 0 % (Cuadro 6.21).

Debido a que en estas muestras no se llegó al régimen turbulento (Figura 6.8) nos fue posible calcular el esfuerzo de cizalla a partir del torque (con la ecuación 2.5.19) y la velocidad de cizalla a partir de la velocidad angular (con la ecuación 2.5.20), para finalmente determinar los parámetros reológicos (índice de consistencia (k) e índice de comportamiento al flujo (n)). Los resultados obtenidos se muestran en el Cuadro 6.22 y las curvas representativas en la Figura 6.23 a y b donde aparecen las curvas con un comportamiento similar al mostrado con las curvas de torque y velocidad angular.

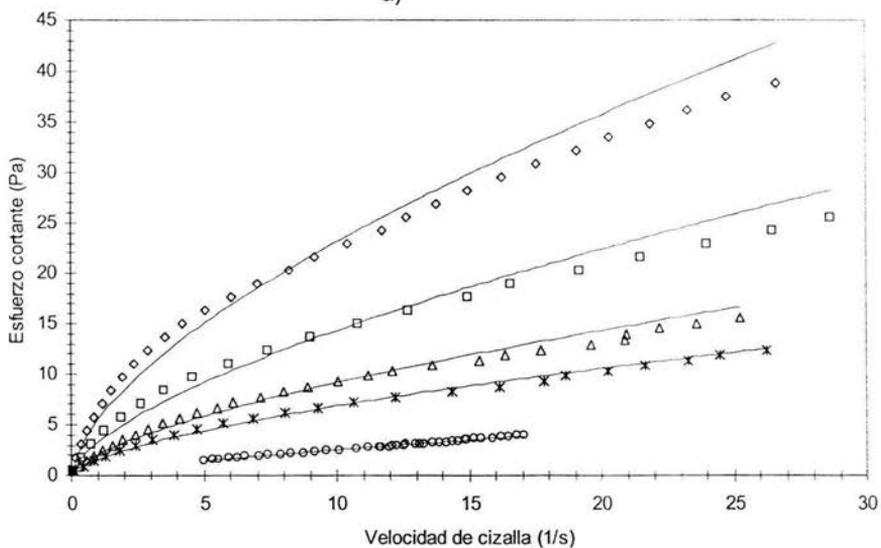
Cuadro 6.22 Parámetros reológicos determinados en las muestras con partículas de resina en CMC 0.3 % en ambos programas.

Programa ascenso-descenso					
Concentración de partículas	0%	50%	60%	70%	80%
Índice de comportamiento al flujo (n)	0.784	0.609	0.631	0.594	0.556
Índice de consistencia (k) (Pa·s <sup>n</sup> )	0.418	1.66	2.15	3.59	6.42
Esfuerzo de fluencia ( $\sigma_0$ ) (Pa)		<b>2.12</b>	<b>2.80</b>	<b>4.66</b>	<b>7.51</b>
R <sup>2</sup>	0.995	0.995	0.995	0.995	0.996
Programa estacionario					
Concentración de partículas	0%	50%	60%	70%	80%
Índice de comportamiento al flujo (n)	0.784	0.629	0.649	0.646	0.627
Índice de consistencia (k) (Pa·s <sup>n</sup> )	0.418	1.60	2.05	3.24	5.46
Esfuerzo de fluencia ( $\sigma_0$ ) (Pa)		<b>2.22</b>	<b>2.74</b>	<b>5.02</b>	<b>8.14</b>
R <sup>2</sup>	0.995	0.997	0.99	0.986	0.986



◇ CMC 80% □ CMC 70% △ CMC 60% × CMC 50% ○ CMC

a)



◇ CMC 80% □ CMC 70% △ CMC 60% × CMC 50% ○ CMC

b)

Figura 6.23 Curvas de flujo de las partículas de resina en CMC al 0.3% en el programa P-AD (a) y P-E (b), 25°C.

Como podemos observar el índice de comportamiento al flujo ( $n$ ) disminuye conforme aumenta la concentración de partículas (teniéndose una diferencia porcentual promedio con respecto a la disolución sin partículas de 826 en P-AD y 738 en P-E y un CV de 0.25 y 0.23% respectivo entre los valores de  $n$  a las diferentes concentraciones) teniendo un comportamiento similar sólo que con diferente consistencia, observándose que el índice de consistencia ( $k$ ) va aumentando conforme aumenta la concentración de partículas (con una diferencia porcentual promedio respecto a la disolución sin partículas de 23.8 en P-AD y 18.65 en P-E y un CV de 0.13 y 0.06% respectivo entre los valores de  $k$  a las diferentes concentraciones), esto independientemente del programa empleado.

Partículas de Mostaza en CMC al 0.3 %.

Pretratamiento

En la Figura 6.24 se presenta el comportamiento de  $\Omega$  de las muestras a diferentes concentraciones volumétricas en función del tiempo, en el programa P-AD y P-E. En este segmento para ambos programas se aplicaron torques diferentes los cuales se pueden ver en el Cuadro 5.3. En todos los casos se aseguró el movimiento total de las partículas en el recipiente. La Figura 6.24 nos muestra que  $\Omega$ , en el caso de las concentraciones de 55 y 60 %, llega a una velocidad constante en un tiempo menor de 10 s, sin embargo en la concentración de 65 % la  $\Omega$  llega a ésta en un tiempo menor a los 20 s, esto se debe a que la cantidad de partículas presentes a esta concentración es muy alta y le cuesta más trabajo al sistema llegar a una constante.

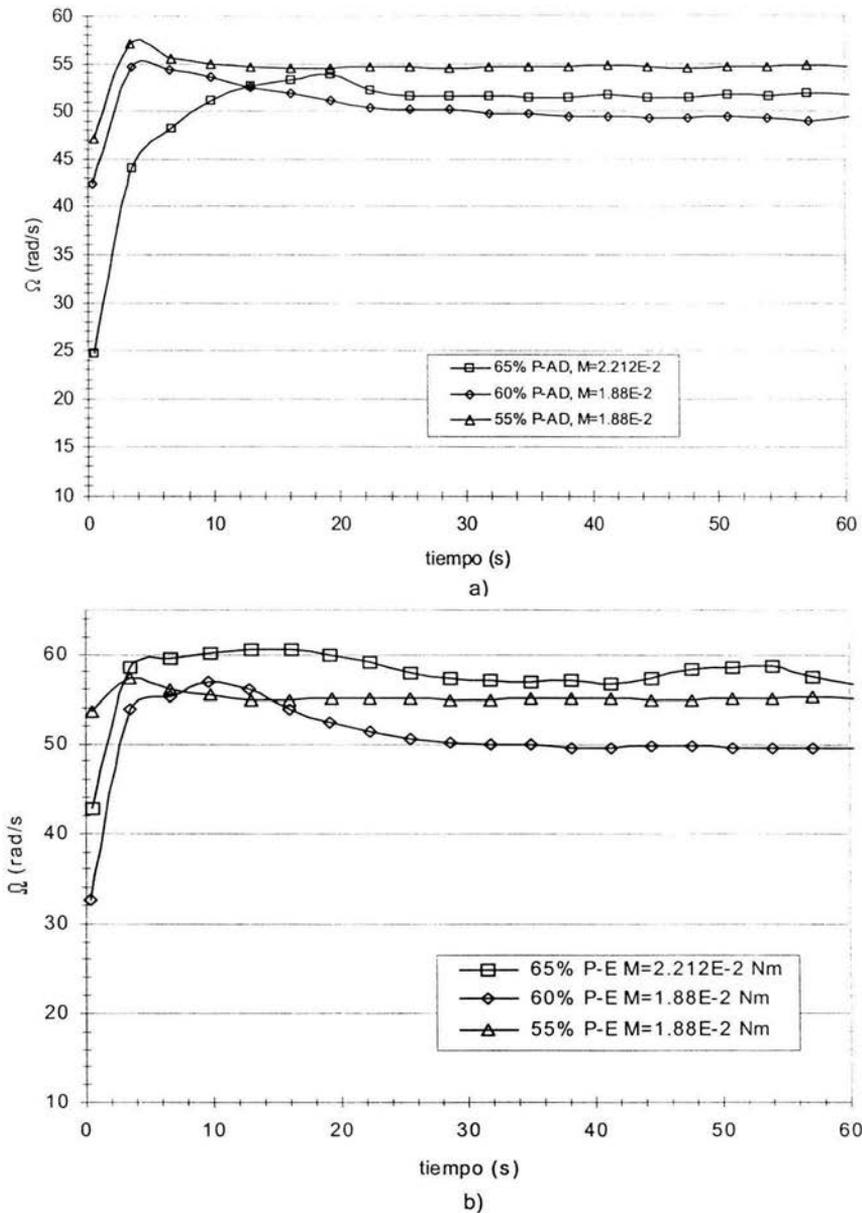


Figura 6.24 Respuesta de la  $\Omega$  en función del tiempo en los programas P-AD (a) y P-E (b), a las partículas de mostaza en CMC al 0.3%, a diferentes concentraciones volumétricas, a 25°C.

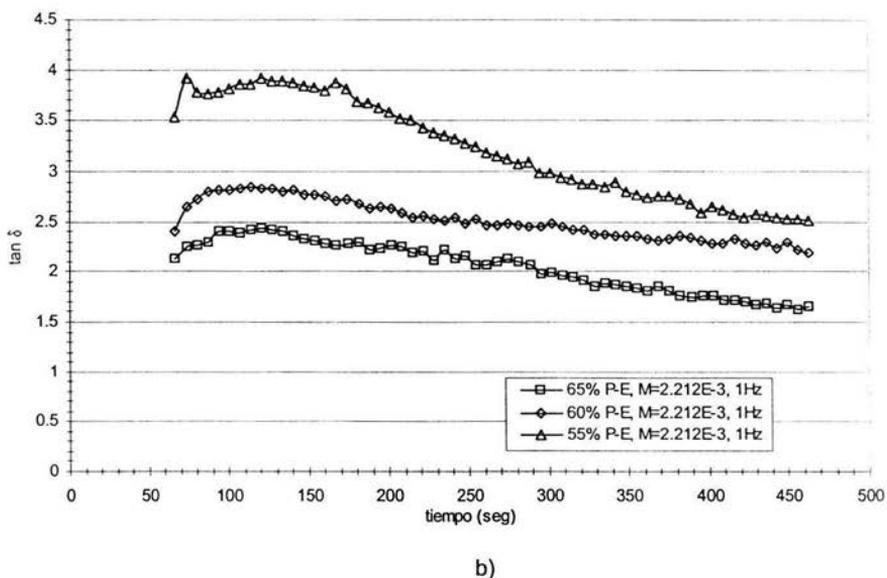
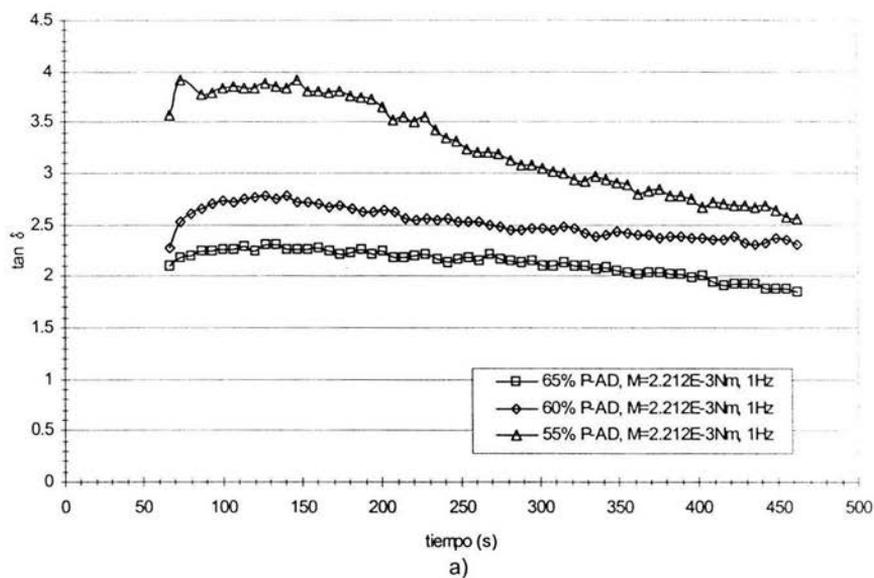


Figura 6.25 Respuesta de la  $\tan(\delta)$  en función del tiempo de aplicársele el segundo segmento de los programas P-AD (a) y P-E (b), a las partículas de mostaza en CMC al 0.3% a diferentes concentraciones volumétricas.

En la Figura 6.25 se ve el comportamiento de  $\tan \delta$ , en función del tiempo de las muestras preparadas con CMC 0.3 % a diferentes concentraciones volumétricas de partículas de mostaza, en el programa P-AD y P-E, nótese que los valores de  $\tan \delta$  son mayores a 1.5, esto quiere decir que la geometría de paletas está evaluando más la parte viscosa que la elástica, es decir que la muestra se comporta más como un fluido que como un sólido. Esto se debe a que la dispersión de CMC predomina en la suspensión, incluso se nota que por la consistencia de la CMC a esta concentración, las partículas de mostaza permanecen suspendidas por unos minutos dando como resultado que la geometría de paletas mida mayoritariamente la fase continua en lugar de sólo evaluar las partículas.

#### Respuesta al flujo

En los últimos segmentos, en el programa P-AD se efectuó una curva de ascenso y otra de descenso, los torques empleados están en el Cuadro 5.2. La Figura 6.26a muestra la curva de ascenso-descenso que describe el comportamiento en estos dos últimos segmentos de las partículas de mostaza en CMC al 0.3 %. Como se puede apreciar las tres muestras preparadas con la solución de CMC tienen resistencia al flujo y ésta va aumentando conforme se incrementa la concentración volumétrica de partículas. Como se observa claramente las tres concentraciones tienen el mismo comportamiento, sólo que a mayor concentración superior es el torque crítico.

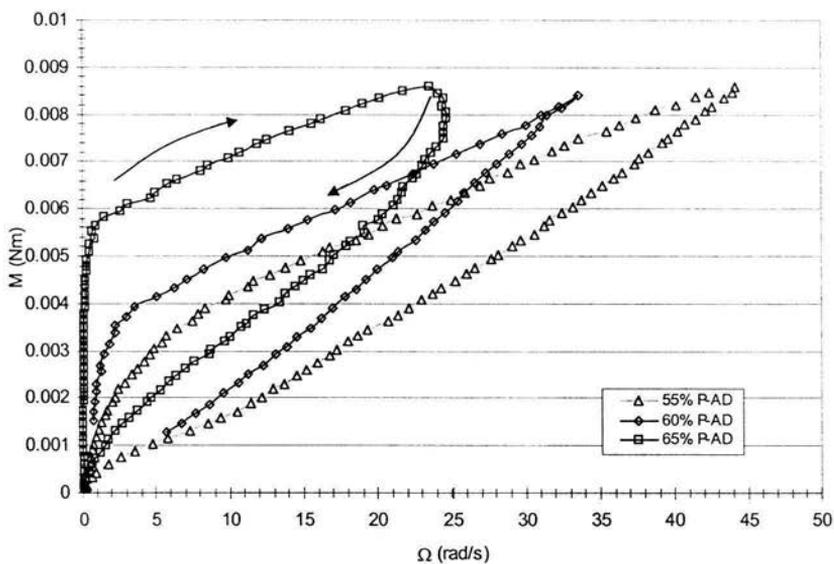


Figura 6.26a Curva del programa P-AD de las partículas de mostaza en CMC al 0.3%, efectuada con la geometría de paletas de cuatro aspas, a 25°C.

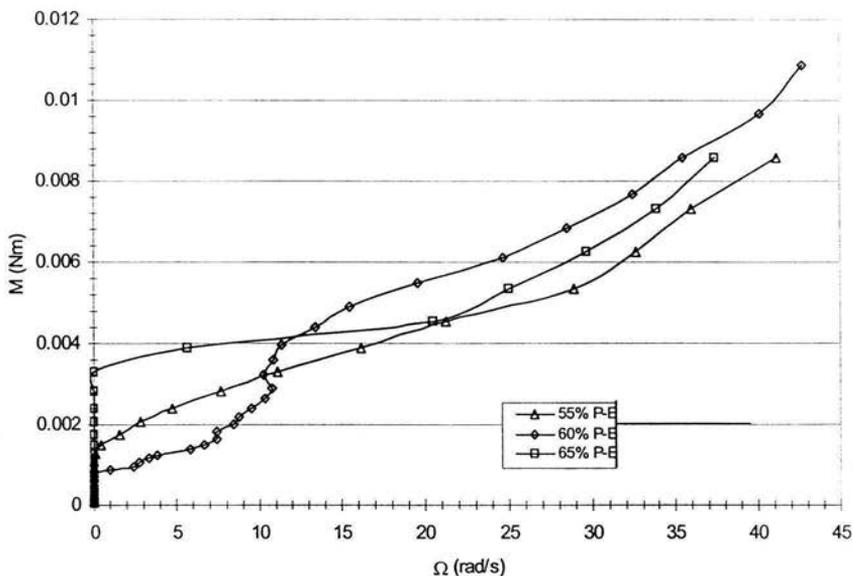


Figura 6.26b Curva del programa P-E de las partículas de mostaza en CMC al 0.3%, efectuada con la geometría de paletas de cuatro aspas, a 25°C.

En el último segmento se evaluó una curva estacionaria, con un torque igual al segmento de ascenso de la prueba P-AD, el comportamiento de las curvas estacionarias realizadas se presenta en la Figura 6.26b. Al igual que en las curvas de ascenso-descenso, en la curva estacionaria se puede observar que los torques críticos son mayores conforme aumenta la concentración volumétrica de partículas de mostaza. Los torques críticos ( $M_c$ ) encontrados y los esfuerzos ( $\sigma_\theta$ ) calculados para ambos programas se muestran en los cuadros 6.23 y 6.24.

Cuadro 6.23 Torques críticos de partículas de mostaza en CMC al 0.3 %, evaluados en el programa P-AD.

Programa ascenso-descenso			
Altura de partículas	6.8cm	7.5cm	8.4cm
Concentración	55 %	60 %	65 %
$M_c(Nm)$ – Corrida 1	1.28E-03	2.15E-03	5.71E-03
$M_c(Nm)$ – Corrida 2	9.68E-04 *	2.86E-03 *	6.02E-03
$M_c(Nm)$ – Corrida 3	1.40E-03	2.11E-03	5.31E-03
Promedio	<b>1.21E-03</b>	<b>2.37E-03</b>	<b>5.68E-03</b>
Esfuerzo ( $\sigma_\theta$ ) (Pa)	<b>5.47</b>	<b>10.72</b>	<b>25.68</b>
Coefficiente de Variación	26 %	25 %	9 %

Como se observa, para ambos programas el  $M_c$  evaluado fue mayor conforme aumentó la concentración volumétrica de partículas de mostaza.

Cuadro 6.24 Torques críticos de partículas de mostaza en CMC al 0.3%, empleando el programa P-E.

Programa estacionario			
Altura de partículas	6.7cm	7.6cm	8.4cm
Concentración (v/v)	55 %	60 %	65 %
$M_c(Nm)$ – Corrida 1	1.63E-03	2.25E-03	3.60E-03
$M_c(Nm)$ – Corrida 2	1.63E-03	2.24E-03	4.22E-03 *
$M_c(Nm)$ – Corrida 3	1.63E-03	2.24E-03	3.60E-03
Promedio	<b>1.63E-03</b>	<b>2.24E-03</b>	<b>3.80E-03</b>
Esfuerzo ( $\sigma_\theta$ ) (Pa)	<b>7.37</b>	<b>10.13</b>	<b>17.18</b>
Coefficiente de Variación	0 %	0 %	13 %

En algunos casos el coeficiente de variación fue elevado por la misma razón mencionada en el análisis de las partículas de resina en agua, por lo que se propone eliminar los torques (\*) que elevan el coeficiente de variación; también se encontraron torques críticos menores en el programa estacionario, igualmente los resultados que se obtuvieron con estas pruebas fueron más parecidos, lo que ve reflejado en los coeficientes de variación donde se tiene valores de 0%. Los esfuerzos de fluencia obtenidos con las partículas de resina son aproximadamente cuatro veces menores a los encontrados con las partículas de mostaza (2.8 Pa vs 10.7 Pa) a la concentración de 60%, lo cual indica que el tamaño de partícula es una variable importante a considerar al momento de determinar esfuerzos de fluencia. Al comparar los  $M_c$  encontrados en las muestras preparadas en agua con las preparadas con CMC al 0.3 %, se tiene que los  $M_c$  evaluados en las muestras con agua son mayores que los encontrados en las muestras preparadas con el CMC al 0.3 %. Esto se da porque las partículas de mostaza en agua al sedimentarse chocan más entre ellas provocando una mayor fricción, dando como resultado  $M_c$  críticos altos. Lo contrario ocurre en las muestras preparadas con CMC al 0.3 %, ya que a esta concentración las partículas se mantienen suspendidas por un momento cuando se les aplica un esfuerzo y la viscosidad aparente de la misma ayuda a que disminuya la fricción entre ellas.

Curvas de fluencia (Pruebas de "creep")

Partículas de mostaza en agua y en CMC (0.3 %).

Pretratamiento

En la curva correspondiente al primer segmento (Figura 6.27) se puede ver como todas las partículas fluyeron casi instantáneamente, teniendo un comportamiento similar, independientemente de la muestra ya que como se puede apreciar la velocidad angular de respuesta fue parecida.

En el segundo segmento se presentaron comportamientos diferentes en ambas fases continuas empleadas ya que para el caso de agua tenemos que el comportamiento que predominó fue el sólido (Figura 6.28), ya que como se puede apreciar el valor de  $\tan \delta$  fue menor a 0.5 al final de la prueba, ya que el agua permite que las partículas sedimenten mejor y la compactación sea mayor que empleando CMC, en este último, como se ve en la Figura 6.28 los valores de  $\tan \delta$  son altos, superiores a la unidad, por lo que el comportamiento que predomina es el comportamiento fluido, lo cual es razonable ya que este fluido permite que las partículas fluyan mejor a un menor esfuerzo midiendo la paleta mayoritariamente al fluido y no a las partículas.

#### Respuesta al flujo

En las Figuras 6.29 y 6.30 se presentan los comportamientos observados cuando las muestras no fluyeron que son las curvas que muestran una disminución de  $\Omega$ , con tendencia a cero conforme aumenta el tiempo, así como los de las muestras que fluyeron, representados por las curvas que muestran un rápido ascenso de la  $\Omega$  (en la curva para las partículas de mostaza en agua, Figura 6.29, este comportamiento se ve representado por una línea vertical ascendente), al aplicárseles un torque constante, en la misma figura se presenta el torque al cual

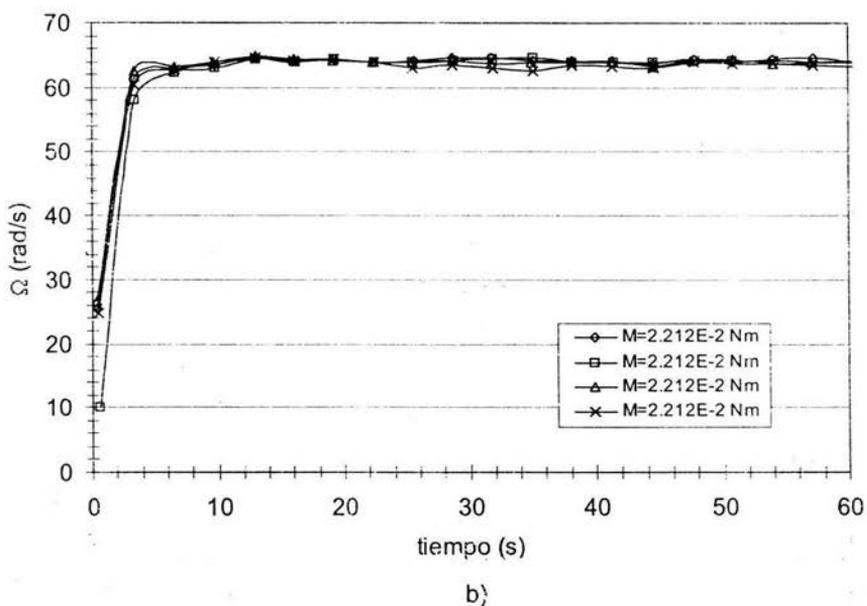
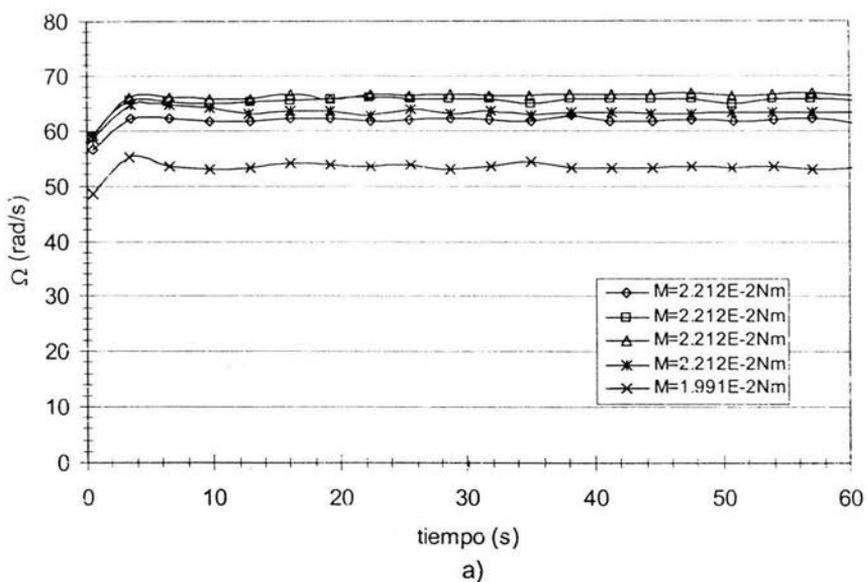
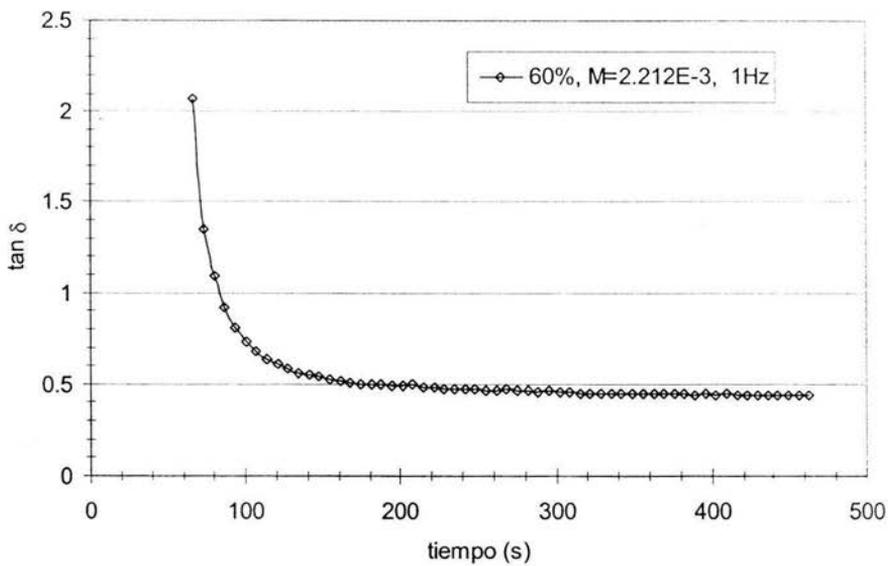
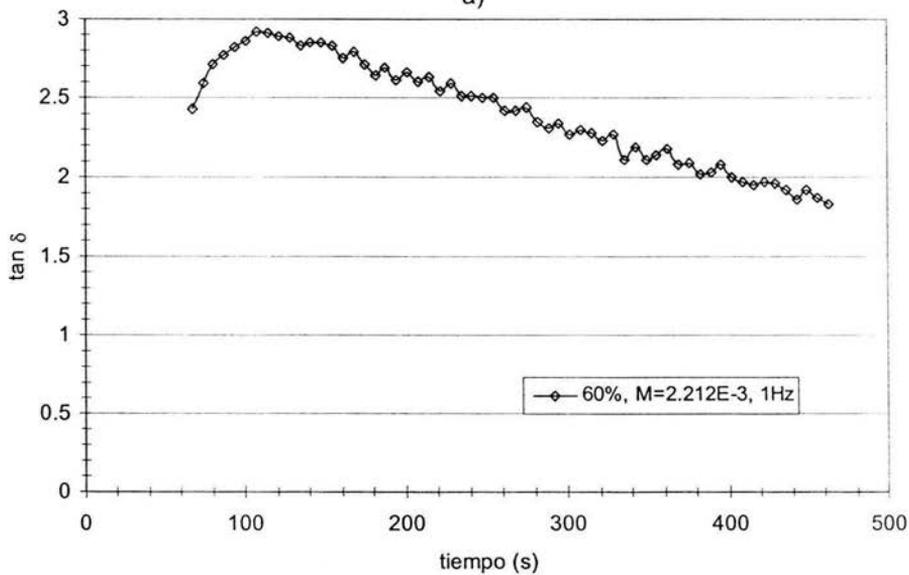


Figura 6.27 Comportamiento de la velocidad angular observado en el primer segmento para a) las partículas de mostaza en agua y b) en CMC (60% v/v) en las pruebas de fluencia, a 25°C.



a)



b)

Figura 6.28 Curvas de  $\tan(\delta)$  en función del tiempo para las partículas de mostaza a) en agua y b) en CMC (60% v/v), en las pruebas de fluencia, 25°C.

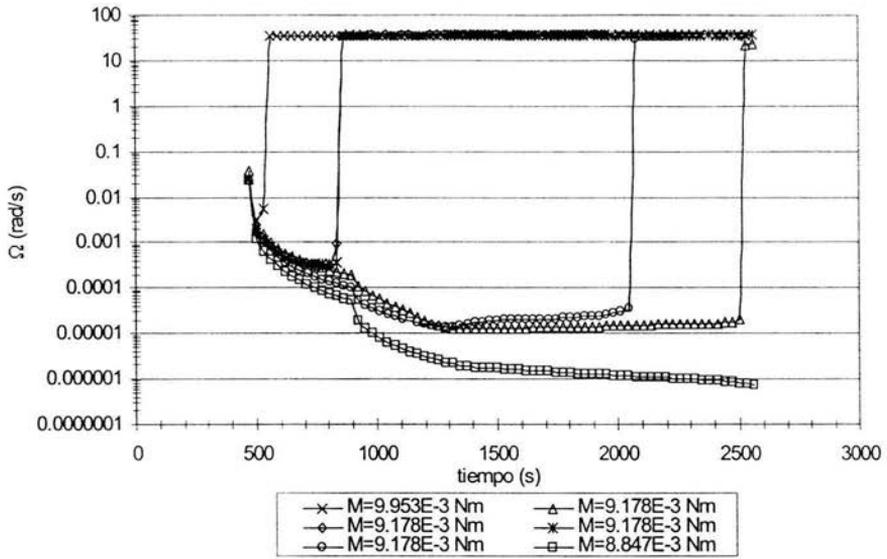


Figura 6.29 Curvas de fluencia para partículas de mostaza en agua al 60% v/v, 25°C.

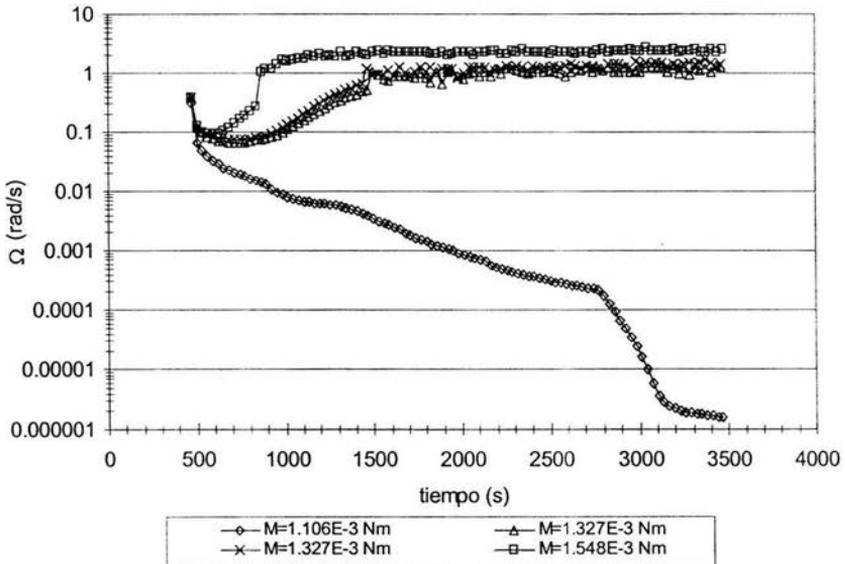


Figura 6.30 Curvas de fluencia para partículas de mostaza en CMC al 60% v/v, 25°C.

las muestras fluyeron. Se encontró que el torque mínimo al que las partículas de mostaza en agua fluyen es de  $9.178 \times 10^{-3}$  Nm, que comparado con el obtenido con las pruebas de ascenso descenso se tiene un porcentaje de variación 17.67 menor que en las pruebas P-AD y 11.37 % superior que en el P-E (Cuadro 6.25).

Cuadro 6.25 Comparación de los torques críticos de partículas de mostaza en agua y CMC al 0.3%, en las diferentes pruebas empleadas.

Suspensión	Prueba	Mc (Nm)	$\sigma_0$ (Pa)	% var.
Partículas de mostaza en agua	Ascenso-descenso	$1.08 \times 10^{-2}$	48.83	17.67
	Estacionaria	$8.14 \times 10^{-3}$	36.80	-11.31
	Fluencia	$9.178 \times 10^{-3}$	41.5	0
Partículas de mostaza en CMC	Ascenso-descenso	$2.37 \times 10^{-3}$	10.72	78.60
	Estacionaria	$2.24 \times 10^{-3}$	10.13	68.80
	Fluencia	$1.327 \times 10^{-3}$	6.0	0

En las pruebas de fluencia con CMC (Figura 6.30) se encontró que el mínimo torque en que fluía se encontraba entre  $1.106 \times 10^{-3}$  Nm y  $1.548 \times 10^{-3}$  Nm ya que a  $1.106 \times 10^{-3}$  Nm la muestra no fluyó después de 3600s como se puede ver en la Figura 6.32 y a  $1.548 \times 10^{-3}$  Nm la muestra fluía en menos de 1000 s pero se requería que fluyera en un tiempo intermedio, por lo que se probó con el torque de  $1.327 \times 10^{-3}$  Nm obteniendo un tiempo aproximado de 1500 s. De acuerdo a esto se concluye que el torque mínimo para que fluya la muestra con 60 % de partículas en CMC es de  $1.327 \times 10^{-3}$  Nm, encontrándose un valor del 78.60% inferior que en las pruebas P-AD y 68.8% inferior que en las P-E (Cuadro 6.25). Este mismo comportamiento se observa en la Figura 6.31, en la cual se incluyen todos los torques críticos encontrados para las diferentes suspensiones en función de la concentración de las partículas.

Para todas las muestras se tiene en común la concentración de 60% y en base a esta se realizó un análisis de lo obtenido. Para las partículas de mostaza en agua se ofrece una mayor resistencia al flujo y por lo tanto tienen los Mc mayores, mientras que los menores se tienen en las partículas de resina en agua.

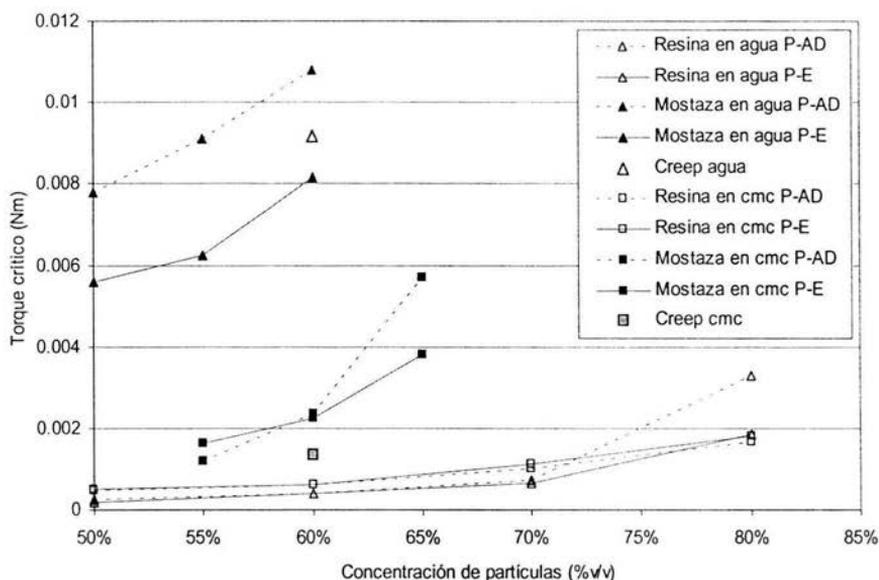


Figura 6.31 Torques críticos en función de la concentración de partículas en las diferentes suspensiones, 25°C.

Nótese (Figura 6.31) que en las primeras los torques en agua son mayores que en CMC lo cual se debe a que la viscosidad de la suspensión ayudó a que ésta fluyera sin tanto problema mientras que el agua ayudó a la fricción entre las partículas incrementando la resistencia al flujo, además de ser más densas lo cual ayuda a una mayor sedimentación; sin embargo en las segundas los torques en CMC son mayores que en agua lo cual se le atribuye a la altura de las partículas alcanzada ya que es mayor en CMC, cubriendo más la paleta, también hay que

tomar en cuenta que las partículas de resina tienen carga aniónica que puede estar interactuando con la carga de la dispersión de CMC la cual también es aniónica por lo que se repelen aumentando la consistencia, tomando en cuenta además que el tamaño de las partículas es mucho menor que las de mostaza por lo que la fase continua predomina dando un comportamiento similar pero de mayor consistencia.

### 6.6.3 Disolución viscoelástica.

El primer segmento se aplicó un barrido de esfuerzos con el fin de determinar la zona de viscoelasticidad lineal a las muestras preparadas con las diferentes concentraciones volumétricas. El comportamiento de  $G'$  a estas condiciones se muestra en la Figura 6.32a. Mientras que  $G''$  de las mismas muestras y a las mismas condiciones se ve en la Figura 6.32b.

Al comparar el comportamiento de ambos parámetros, observamos que  $G''$  es mayor que  $G'$ , lo que quiere decir que el comportamiento viscoso está predominando a esta frecuencia, pero no se delimita la zona lineal.

En el segundo segmento se aplicó un barrido de frecuencia, en la Figura 6.33 a y b se muestra el comportamiento de la  $\eta'$  y  $\eta''$ , en las muestras preparadas con la disolución viscoelástica a las diferentes concentraciones volumétricas empleadas. La Figura 6.33a muestra que el comportamiento de la  $\eta'$ , en un intervalo de frecuencia de 0.01 hasta 0.05 Hz a las concentraciones volumétricas de 10, 20, 30 y 40 %, presenta valores constantes y en proporción de menor a mayor concentración, pareciera que para 10, 20 y 30 % la suspensiones se encuentran

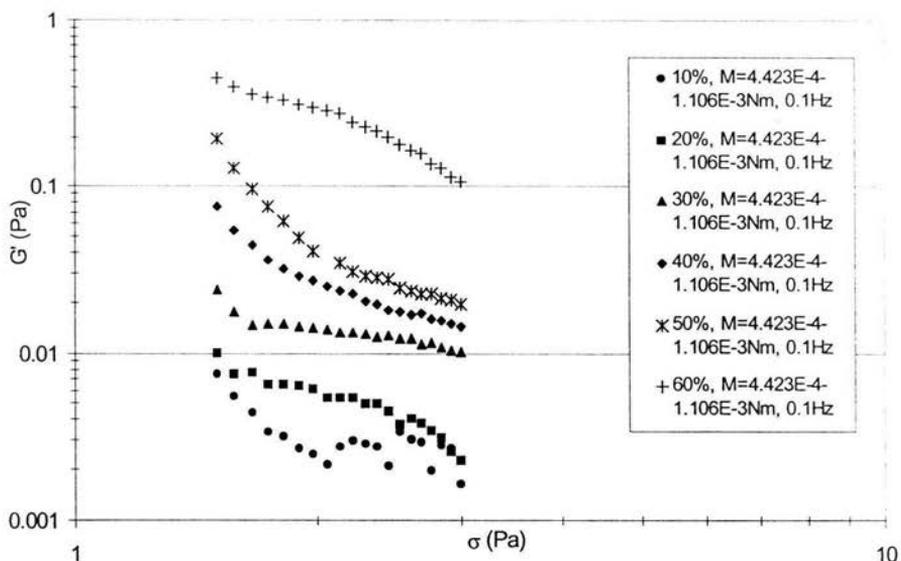


Figura 6.32a Comportamiento del módulo de almacenamiento, en las partículas de mostaza en disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C.

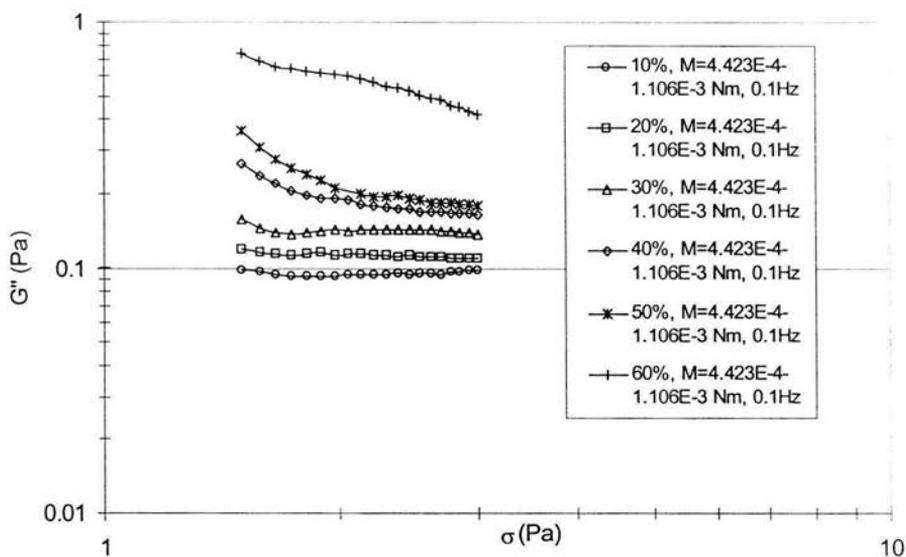


Figura 6.32b Comportamiento del módulo de pérdida encontrado en las partículas de mostaza en la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C.

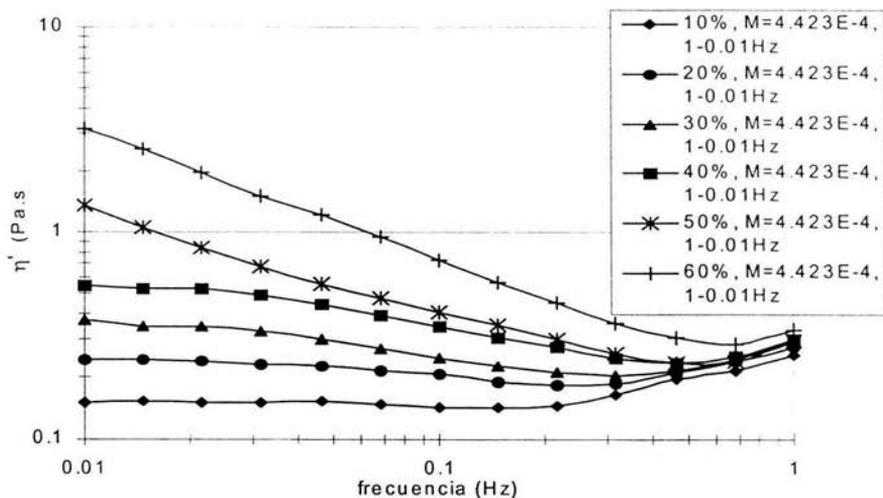


Figura 6.33a Comportamiento de la viscosidad dinámica de las suspensiones con partículas de mostaza en la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, a 25°C.

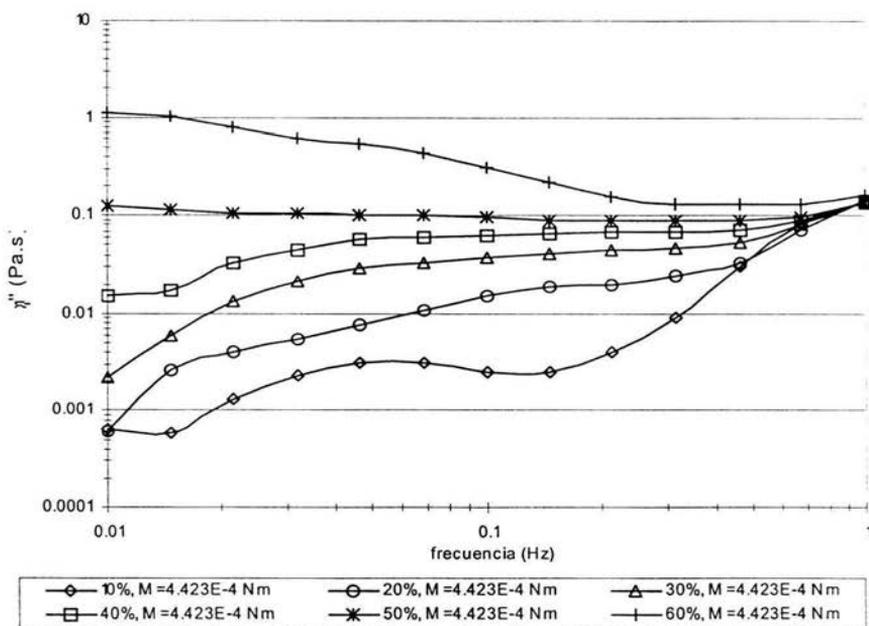


Figura 6.33b Comportamiento de la viscosidad fuera de fase de las suspensiones preparadas con la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas de partículas de mostaza, a 25°C.

en la zona lineal ya que el valor de  $\eta''$  es aproximadamente constante, pero  $\eta'$  disminuye siempre en función del esfuerzo. La Figura 6.33b nos muestra el comportamiento de  $\eta''$ , el comportamiento de ésta se encuentra por valores mucho menores a los encontrados en el comportamiento de  $\eta'$ , además de que su comportamiento es muy variable a las concentraciones volumétricas de 10, 20, 30 y 40 %.

En el tercer y cuarto segmento se aplicó una curva de ascenso-descenso del troque. La curva de ascenso-descenso se presenta en la Figura 6.34 véase que conforme aumenta la concentración volumétrica de partículas, la velocidad angular correspondiente ( $\Omega$ ), es menor, esto se ve mejor al comparar las concentraciones de 10 y 60 %, en lo que respecta a las otras concentraciones obsérvese que no hay diferencias significativas entre el comportamiento de la concentración de 10 y 20 %, así como para 30 y 40%. Al observar las curvas de ascenso-descenso vemos que no hay dependencia del tiempo de cizalla a concentraciones volumétricas menores a 50 %, sin embargo obsérvese que a la concentración de 60 % a velocidades angulares menores a 5 rad/s el descenso se desfasó, y no retorna por donde fue el ascenso, debido que se trabajó con polisacáridos que forman geles débiles y que a éstas bajas velocidades pueden recuperar su estructura.

En el quinto segmento se les efectuó una curva estacionaria a las diferentes muestras preparadas con la disolución viscoelástica En este segmento se presenta también el comportamiento de la misma sin partículas (Figura 6.35).

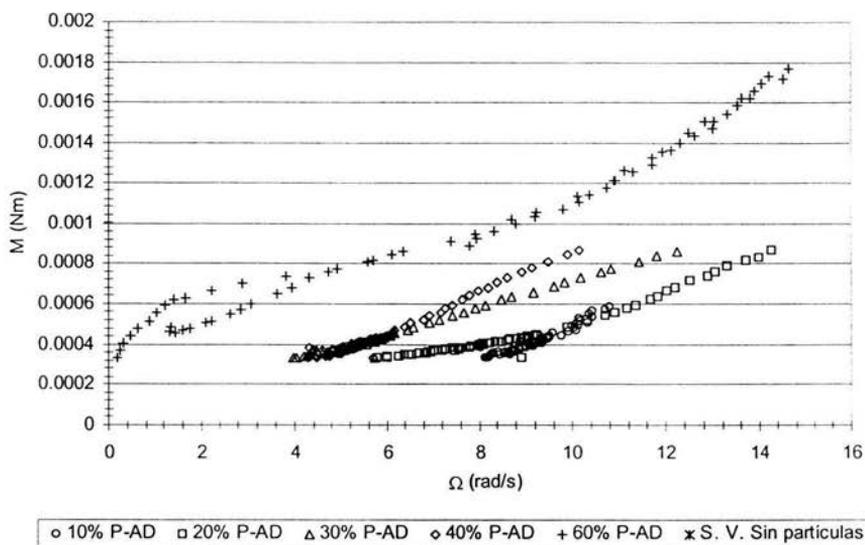


Figura 6.34 Curva de la prueba P-AD de las muestras preparadas con partículas de mostaza en la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, a 25°C.

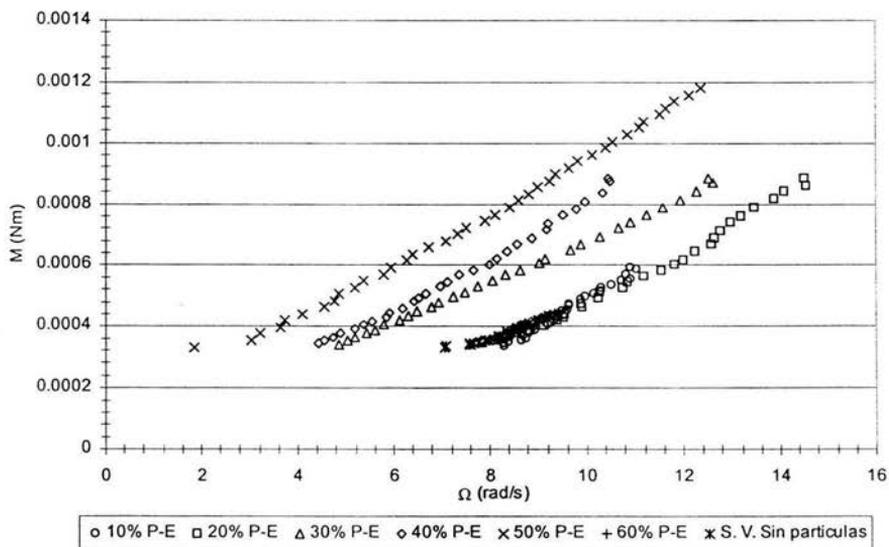


Figura 6.35 Curva de la prueba P-E de las suspensiones con partículas de mostaza en la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones volumétricas, 25°C.

La Figura 6.35 nos muestra que al igual que en la curva de ascenso–descenso, a mayor concentración volumétrica las velocidades angulares alcanzadas son menores que las obtenidas a concentraciones bajas, por la resistencia que va oponiendo el fluido al movimiento con la paleta, obsérvese también que a la concentración volumétrica de 10 y 20 %, se comportan prácticamente igual que la disolución viscoelástica sola empleada para preparar las muestras, predominando el comportamiento de la fase continua, lo cual se debe a que las partículas de mostaza se mantienen dispersas homogéneamente.

La determinación de los parámetros reológicos de las muestras con partículas sólo fue posible para las concentraciones mayores (40%, 50% y 60%) debido a que presentaron un mejor comportamiento sin estar en régimen turbulento, y a que en las concentraciones menores no hubo cambio con respecto a la disolución viscoelástica sola. Los valores de esfuerzo de cizalla se calcularon a partir de la ecuación 2.5.19 y los valores de la velocidad de cizalla mediante la ecuación 2.5.20. Los resultados obtenidos se pueden observar en la Figura 6.36 donde las muestras presentan un comportamiento newtoniano para todos los casos, con un valor de viscosidad similar, excepto para la muestra sin partículas la cual mostró un valor de pendiente menor, es decir que la muestra sin partículas posee una viscosidad menor que al agregarse partículas, no encontrándose una diferencia significativa entre 40 y 50% y aumentando levemente para 60% (Cuadro 6.26). En este cuadro se muestran los valores de viscosidad que presentaron las muestras de disolución viscoelástica con partículas a las concentraciones de 40, 50 y 60% y la disolución viscoelástica sola.

Cuadro 6.26 Datos de viscosidad para las muestras con la disolución viscoelástica a diferentes concentraciones.

Programa estacionario				
Concentración de partículas	0%	40%	50%	60%
Viscosidad (Pa.s)	0.1613	0.2581	0.2451	0.2918

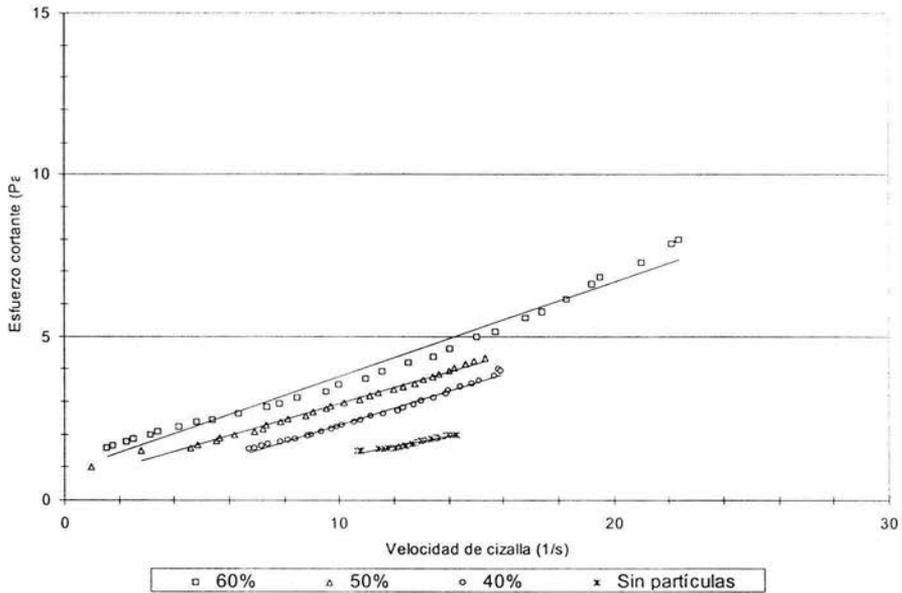


Figura 6.36 Parámetros reológicos encontrados para las muestras de solución viscoelástica con partículas

## 7. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Las pruebas iniciales para determinar las propiedades físicas y fisicoquímicas de las partículas y fluidos a estudiar permitieron definir las condiciones adecuadas para la experimentación.

Las mejores partículas fueron las semillas de mostaza previamente hidratadas, que sedimentaron bien en agua y relativamente bien en CMC 0.3% y en lo absoluto en la disolución viscoelástica. También se seleccionaron las partículas de resina de intercambio iónico, que sedimentan completamente en agua y parcialmente en la CMC 0.3% de acuerdo a lo anterior se analizaron dos partículas de diámetros distintos y en por lo menos dos fases continuas diferentes, que proporcionan una idea de comportamientos completamente diferentes, como son partículas sedimentadas y suspendidas.

Para las partículas milimétricas duras de resina y mostaza en los diferentes fluidos (agua y CMC 0.3%), en todas las pruebas realizadas, se encontró que conforme aumenta la concentración de partículas, aumenta el torque crítico de las mismas, sucediendo lo mismo para el correspondiente esfuerzo de fluencia.

Para las muestras con partículas en agua, ya sea de mostaza o resina, se obtuvieron torques críticos mayores que los obtenidos en la fase continua de CMC 0.3%. Las partículas en CMC 0.3% se ven facilitadas a fluir aparentemente por la viscosidad aparente de este fluido, por lo que el comportamiento de las muestras en este caso es muy similar al del fluido por si solo, independientemente de las partículas empleadas, aunque este efecto es más claro para las partículas de

resina, probablemente por ser más pequeñas y de menor densidad; de modo que el comportamiento de la fase continua define la suspensión.

Los torques críticos dependen en gran medida de la altura que cubren las partículas en la paleta, ya que de acuerdo al área de contacto con ésta, se va a tener mayor o menor resistencia de la paleta al movimiento, por lo que, a mayor altura de partículas se va a tener una mayor resistencia de la paleta al flujo. Aquí el tamaño de partícula es importante, ya que entre mayor sea el tamaño de partícula la altura que se tiene es mayor, lo cual da como resultado más resistencia al flujo y esto influye determinantemente en el torque crítico de las muestras.

En lo que se refiere al efecto del tiempo de reposo en las muestras de partículas de mostaza en agua a una misma concentración en el torque crítico, se obtuvo de manera general que a mayor tiempo de compactación se encontraban los torques críticos más elevados, esto debido a que el acomodo de las partículas afecta al torque crítico de manera que, conforme va pasando el tiempo de reposo de las partículas, el acomodo de éstas ocasiona una compactación, la cual afecta al torque crítico y al esfuerzo de fluencia, ya que éste provoca que la paleta tenga un mayor trabajo inicial para moverse, aquí influye la densidad de las partículas la cual entre mayor sea, la sedimentación de las partículas será más rápida, así como el acomodo que se da entre éstas.

En la curva de equilibrio variando el tiempo de sedimentación se obtuvieron resultados diferentes, teniendo un torque mayor a un tiempo menor (el torque crítico a los 20 min es mayor que para 3 h de reposo), lo cual se le atribuye a un

tiempo de reposo muy largo que ocasiona la descomposición o ablandamiento de las partículas a pesar de tener el benzoato de sodio como conservador.

Para las pruebas de fluencia en las partículas de mostaza en agua (60% v/v) el torque crítico al que fluyen las muestras es de  $9.178 \times 10^{-3} \text{ Nm}$  que corresponde a un  $\sigma_0 = 41.49 \text{ Pa}$ .

En las partículas de mostaza en CMC 0.3% se encontró que el torque mínimo al que las partículas fluyen es de  $1.327 \times 10^{-3} \text{ Nm}$ , donde a este torque le corresponde  $\sigma_0 = 5.999 \text{ Pa}$ , que es el esfuerzo inicial al cual las partículas fluyeron en un tiempo intermedio entre los 0 y 3600s.

Debido a que la disolución viscoelástica era de baja viscosidad aparente cuando fluía y a que las partículas no afectaban demasiado en su comportamiento reológico, ya que el comportamiento de la disolución predominaba, no fue posible obtener los parámetros de flujo de todas las muestras con semillas de mostaza en la disolución viscoelástica pues se llegó rápidamente a flujo turbulento.

A partir de las pruebas dinámicas en la paleta de la disolución viscoelástica con y sin partículas se encontró que el módulo de almacenamiento fue mayor al módulo de pérdida con lo cual podemos decir que predomina la parte elástica, por lo tanto se concluye que ésta es la causa por la que las partículas de mostaza se mantienen en suspensión en este fluido.

Las muestras con las concentraciones de 10-50% en la disolución viscoelástica no presentaron bucle de histéresis y la de 60% presenta uno pequeño a bajas velocidades ( $< 5 \text{ rad/s}$ ) debido que se trabajó con polisacáridos que forman geles

débiles que a bajas velocidades pueden recuperar su estructura y cambiar su comportamiento.

Las concentraciones de 10 y 20% tienen un comportamiento similar al de la disolución viscoelástica sin partículas, lo cual indica que la influencia de partículas a estas concentraciones es prácticamente nula.

A las velocidades y torques empleados durante la experimentación se encontró que el comportamiento de la disolución viscoelástica con y sin partículas a las diferentes concentraciones en el pequeño intervalo estudiado parece ser un fluido newtoniano.

Para determinar el esfuerzo de fluencia de una manera rápida se recomienda realizar una prueba de flujo de ascenso-descenso para determinar aproximadamente el esfuerzo de fluencia, posteriormente se debe realizar una prueba de flujo estacionaria y así obtener un esfuerzo más exacto que el obtenido con la prueba de ascenso-descenso.

Se recomienda también utilizar partículas sintéticas para poder plantear tiempos largos de sedimentación y así evaluar esfuerzos de fluencia más precisos para diferentes tiempos de sedimentación, así como tener un mejor control de las variables de operación de manera que se pueda tener una mayor evidencia de lo que realmente sucede en el sistema.

## 8. REFERENCIAS

BARNES, H. A. y CARNALLI, J. O., 1990, *The vane-in-cup as a novel rheometer geometry for shear thinning and thixotropic materials*, J. Rheol., 34:841-866.

CASTELL-PÉREZ, M. E., STEFFE, J. F. y MOREIRA, R. G., 1991, *Simple determination of power law flow curves using a paddle type mixer viscosimeter*, J. Texture Stud., 22:303-316.

CHEREMISINOFF, N. P., 1988, *Encyclopedia of Fluid Mechanics*, Volume 7, Rheology and Non-Newtonian Flows, Editor, USA.

CHONG, J. S., CHRISTIANSEN, E. B. y BAER, A. D., 1971, *Rheology of concentrated suspensions*, J. Appl. Polym., 15:2007-2021.

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. Rheol., 39:105-124.

CROSS, M. y KAYE, A., 1986, *Techniques for the viscosimetry of suspensions*, Polymer Eng., 26(2):121-126.

DARBY, R., 1996, *Chemical Engineering Fluid Mechanics*, Marcel Dekker, Inc., USA.

DI FELICI, R., FOSCOLO, P. U., GIBILARO, L. G. y RAPAGNA, S., 1991, *The interaction of particles with a fluid-particle pseudo-fluid*, Chem. Eng. Sci., 46:1873-1877.

FRANKEL, N. A. y ACRIVOS, A., 1967, *On the viscosity of a concentrated suspensions of solid spheres*, Chem. Eng. Sci, 46:1873-1877.

GLIKSMAN, M. G., 1969, *Gum Technology in the food industry*, Academic Press, Inc., Inglaterra

GONGORA-NIETO, M. M., VERGARA-ACALL, J. L. y MARTINEZ-PADILLA, L. P., 1996, *Flow behavior of food suspensions model with non Newtonian continuous phase in horizontal pipe*. Proceedings of 12<sup>th</sup> International Congress of Chemical and Process Engineering, Czech Society of Chemical Engineering, CHISA 96, p.p. 1-10, Praha, Czech Republic.

GUPTA, R. K., 1994, *Flow and Rheology in Polymer Composites Manufacturing*. Chapter 2, Elsevier Science, USA.

HAPPEL, J., 1957, *Viscosity of suspensions of uniform spheres*, J. Appl. Phys., 28(11):1288-1292.

JARZEBESKI, G. J., 1981, *On the effective viscosity of pseudoplastic suspension*, Rheol. Acta, 20(3):281-287.

KATAOKA, T., KITANO, T. y SHIROTA, T., 1981, *An empirical equation of relative viscosity of polymer melts filled with various inorganic fillers*, Rheol. Acta, 20:207-209.

KOICHI L., KEISHI G. y KO H., 1991, *Powder Technology Handbook*, Marcel Decker Inc., USA

KRIEGER, I. M., 1972, *Rheology of monodisperse lattices*, Adv. Colloid Interface Sci, 3:111-136.

LAPASIN, R. y PRICL, S., 1995, *Rheology of Industrial Polysaccharides: Theory and Applications*, Blackie Academic and Professional, Great Britain

MARTÍNEZ-PADILLA, L. P., CORNEJO, C., CRUZ, C., JÁQUEZ, C. C., BARBOSA, G. V., 1999, *Rheological characterization of a model food suspension containing discs using three different geometries*, Journal of Food Process Engineering, 22:55-79.

MUNSON R. B., YOUNG F. D. Y OKIISHI T. H., 1999, *Fundamentos de Mecánica de Fluidos*, Limusa Wiley, México.

NGUYEN Q. D. y BOGER D.V., 1985, *Direct Yield Stress Measurement with the Vane Method*, J. of Rheology, 29(3):335-347.

NGUYEN Q. D. y BOGER D.V., 1992, *Measuring the flow properties of yield stress fluids*, Ann. Rev. Fluid. Mech. 24:47-88

PORDESIMO, L. O., ZURITZ, C. A. y SHARMA, M. G., 1994, *Flow behavior of coarse solid-liquid food mixtures*, J. Food Eng., 21(4):495-511.

POSLINSKI, A. J., RYAN, M. E., GUPTA, R. K., SESHADRI, S.G. y FRECHETTE F. J., 1988, *Rheological behavior of filled polymeric systems I. Yield stress and shear-thinning effects*, J. Rheol., 32:703-735.

QIU, C.-G. Y RAO M. A., 1988, *Role of pulp content and particle size in yield stress of apple sauce*, J. Food Sci., 53:1165-1170.

RESNIK, R., HALLIDAY, D. y KRANE, K., 1998, *Física Vol. 1*, Compañía Editorial Continental, México

STEFFE J. F., 1992, *Rheological methods in food process engineering*. 2<sup>nd</sup> ed. Freeman Press East Lasting, M.I., USA

STREETER V. L. y WYLIE E. B., 1988, *Mecánica de fluidos*, 8va. ed., Mc-Graw Hill, México

SANDERSON, G. R. 1990, *Gellan in food gels* (Harris P., ed.), Elsevier Applied Food Science, New York.

TANNER, R. I., 2000, *Engineering rheology*. The Oxford engineering science series 14. Oxford University Pres, New York.

TORAL, M. T., 1973, *Fisicoquímica de superficies y sistemas disperses*, Ediciones URMO, España.