



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE QUÍMICA

**ANÁLISIS COMPARATIVO DE MODELOS VISCOELÁSTICOS
MECÁNICOS PARA DIFERENTES EXCIPIENTES CON PRUEBAS DE
DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE, RELAJACIÓN Y
RECUPERACIÓN**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

PRESENTA

LYSARIS VIRGINIA BRAVO LEÓN



MÉXICO, D.F.

2014



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.

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: Profesor: MANUEL VAZQUEZ ISLAS

VOCAL: Profesor: RAFAEL HERRERA NAJERA

SECRETARIO: Profesor: ANGEL ENRIQUE CHAVEZ CASTELLANOS

1er. SUPLENTE: Profesor: JUAN PABLO AGUAYO VALLEJO

2° SUPLENTE: Profesor: LETICIA VALLE ARIZMENDI

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA, FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM

ASESOR DEL TEMA: DR. ÁNGEL ENRIQUE CHÁVEZ CASTELLANOS

SUSTENTANTE: LYSARIS VIRGINIA BRAVO LEÓN

RESUMEN	1
ABSTRACT.....	2
1. INTRODUCCIÓN	3
2. OBJETIVOS.....	4
3. MARCO TEÓRICO	4
3.1. VISCOELASTICIDAD	4
3.2. MODELOS VISCOELÁSTICOS MECÁNICOS	6
3.2.1. <i>Maxwell</i>	6
3.2.2. <i>Voigt-Kelvin</i>	7
3.2.3. <i>Configuración a) (semisólido)</i>	8
3.2.4. <i>Configuración b)</i>	10
3.2.5. <i>Configuración c) (semilíquido)</i>	11
3.2.6. <i>Configuración d)</i>	12
3.3. PRUEBAS PARA MATERIALES VISCOELÁSTICOS	14
3.3.1. <i>Deformación a esfuerzo constante (creep)</i>	14
3.3.2. <i>Relajación</i>	18
3.3.3. <i>Recuperación</i>	21
3.4. EXCIPIENTES	24
3.4.1. <i>Celulosa microcristalina</i>	24
3.4.2. <i>Sorbitol</i>	25
3.4.3. <i>Etilcelulosa</i>	26
3.4.4. <i>Almidón</i>	27
3.5. TIEMPOS CARACTERÍSTICOS Y NÚMERO DE DÉBORA.....	28
3.5.1. <i>Deformación a esfuerzo constante (creep)</i>	29
3.5.2. <i>Relajación</i>	29
3.5.3. <i>Recuperación</i>	30
4. METODOLOGÍA	30
5. RESULTADOS.....	31
5.1. GRÁFICAS POR PRUEBA.....	32

5.1.1.	<i>Deformación a esfuerzo constante (creep)</i>	32
5.1.2.	<i>Relajación</i>	33
5.1.3.	<i>Recuperación</i>	36
5.2.	GRÁFICAS POR ESTRUCTURA QUÍMICA	38
5.2.1.	<i>Celulosa microcristalina</i>	38
5.2.2.	<i>Sorbitol</i>	39
5.2.3.	<i>Etilcelulosa</i>	41
5.2.4.	<i>Almidón</i>	42
5.3.	TIEMPOS CARACTERÍSTICOS	44
5.4.	GRÁFICAS CON DESVIACIÓN ESTÁNDAR.....	46
5.4.1.	<i>Celulosa Microcristalina – Creep</i>	46
5.4.2.	<i>Celulosa Microcristalina – Relajación</i>	47
5.4.3.	<i>Celulosa Microcristalina – Recuperación</i>	49
5.4.4.	<i>Sorbitol – Deformación a esfuerzo constante (Creep)</i>	49
5.4.5.	<i>Sorbitol – Relajación</i>	51
5.4.6.	<i>Sorbitol – Recuperación</i>	52
5.4.7.	<i>Etilcelulosa - Creep</i>	53
5.4.8.	<i>Etilcelulosa – Relajación</i>	54
5.4.9.	<i>Etilcelulosa – Recuperación</i>	56
5.4.10.	<i>Almidón – Creep</i>	57
5.4.11.	<i>Almidón – Relajación</i>	58
5.4.12.	<i>Almidón – Recuperación</i>	59
5.5.	CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN.....	60
5.5.1.	<i>Gráficas adimensionales</i>	63
6.	ANÁLISIS DE RESULTADOS	66
6.1.	GRÁFICAS POR PRUEBA.....	66
6.1.1.	<i>Deformación a esfuerzo constante (creep)</i>	66
6.1.2.	<i>Relajación</i>	66
6.1.3.	<i>Recuperación</i>	67
6.2.	GRÁFICAS POR ESTRUCTURA QUÍMICA	68
6.3.	TIEMPOS CARACTERÍSTICOS	69

6.4.	DESVIACIÓN ESTÁNDAR	70
6.4.1.	<i>Celulosa microcristalina – Deformación a esfuerzo constante (creep)</i> 70	
6.4.2.	<i>Celulosa microcristalina – Relajación</i>	70
6.4.3.	<i>Celulosa microcristalina – Recuperación</i>	70
6.4.4.	<i>Sorbitol – Deformación a esfuerzo constante (creep)</i>	70
6.4.5.	<i>Sorbitol – Relajación</i>	71
6.4.6.	<i>Sorbitol – Recuperación</i>	71
6.4.7.	<i>Etilcelulosa – Deformación a esfuerzo constante (creep)</i>	71
6.4.8.	<i>Etilcelulosa – Relajación</i>	71
6.4.9.	<i>Etilcelulosa – Recuperación</i>	71
6.4.10.	<i>Almidón – Deformación a esfuerzo constante (creep)</i>	72
6.4.11.	<i>Almidón – Relajación</i>	72
6.4.12.	<i>Almidón – Recuperación</i>	72
6.5.	CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN.....	73
7.	CONCLUSIONES	74
7.1	CONCLUSIONES GENERALES	74
7.2	CONCLUSIONES PARTICULARES	74
8.	BIBLIOGRAFÍA	75
	APÉNDICE A - NOMENCLATURA	76
	APÉNDICE B – EJEMPLO MEMORIA DE CÁLCULO	76
	APÉNDICE C – EJEMPLO DATOS PARA GRAFICAR	76

FIGURA 3.2.1-1 RESORTE Y AMORTIGUADOR	5
FIGURA 3.2.1-1 MAXWELL	6
FIGURA 3.2.2-1 VOIGT-KELVIN	7
FIGURA 3.2.3-1 CONFIGURACIÓN A) (SEMISÓLIDO)	8
FIGURA 3.2.4-1 CONFIGURACIÓN B)	10
FIGURA 3.2.5-1 ARREGLO C) (SEMILÍQUIDO)	11
FIGURA 3.2.6-1 CONFIGURACIÓN D)	13
FIGURA 3.4.1-1 CELULOSA MICROCRISTALINA (ROWE, SHESKEY Y QUINN, 2009)	25
FIGURA 3.4.2-1 SORBITOL (ROWE, SHESKEY Y QUINN, 2009)	26
FIGURA 3.4.3-1 ETILCELULOSA (ROWE, SHESKEY Y QUINN, 2009)	27
FIGURA 3.4.4-1 ALMIDÓN (ROWE, SHESKEY Y QUINN, 2009)	28

GRÁFICA 5.1.1-1 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN VOIGT-KELVIN Y PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP).....	32
GRÁFICA 5.1.1-2 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A) Y PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP)	32
GRÁFICA 5.1.1-3 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B) Y PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP)	33
GRÁFICA 5.1.2-1 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN MAXWELL Y PRUEBA DE RELAJACIÓN	33
GRÁFICA 5.1.2-2 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A) Y PRUEBA DE RELAJACIÓN.....	34
GRÁFICA 5.1.2-3 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B) Y PRUEBA DE RELAJACIÓN.....	34
GRÁFICA 5.1.2-4 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN C) Y PRUEBA DE RELAJACIÓN.....	35
GRÁFICA 5.1.2-5 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN D) Y PRUEBA DE RELAJACIÓN.....	35
GRÁFICA 5.1.3-1 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN VOIGT-KELVIN Y PRUEBA DE RECUPERACIÓN	36
GRÁFICA 5.1.3-2 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A) Y PRUEBA DE RECUPERACIÓN.....	36
GRÁFICA 5.1.3-3 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B) Y PRUEBA DE RECUPERACIÓN.....	37
GRÁFICA 5.2.1-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA.....	38
GRÁFICA 5.2.1-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN PARA CELULOSA MICROCRISTALINA.....	38
GRÁFICA 5.2.1-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN PARA CELULOSA MICROCRISTALINA.....	39
GRÁFICA 5.2.2-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) PARA SORBITOL.....	39

GRÁFICA 5.2.2-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN PARA SORBITOL	40
GRÁFICA 5.2.2-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN PARA SORBITOL	40
GRÁFICA 5.2.3-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) PARA ETILCELULOSA .	41
GRÁFICA 5.2.3-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN PARA ETILCELULOSA.....	41
GRÁFICA 5.2.3-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN PARA ETILCELULOSA	42
GRÁFICA 5.2.4-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) PARA ALMIDÓN	42
GRÁFICA 5.2.4-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN PARA ALMIDÓN.....	43
GRÁFICA 5.2.4-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN PARA ALMIDÓN.....	43
GRÁFICA 5.3-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE TIEMPOS CARACTERÍSTICOS PARA LA PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP).....	44
GRÁFICA 5.3-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE TIEMPOS CARACTERÍSTICOS CONTRA EXCIPIENTE PARA LA PRUEBA DE RELAJACIÓN	44
GRÁFICA 5.3-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE TIEMPOS CARACTERÍSTICOS CONTRA EXCIPIENTE PARA LA PRUEBA DE RECUPERACIÓN	45
GRÁFICA 5.4.1-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN VOIGT-KELVIN PARA CELULOSA MICROCRISTALINA	46
GRÁFICA 5.4.1-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN A) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA	46
GRÁFICA 5.4.1-3 GRÁFICA DE DESVIACION ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN B) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA	47

GRÁFICA 5.4.2-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN MAXWELL PARA CELULOSA MICROCRISTALINA.....	47
GRÁFICA 5.4.2-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN A) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA..	48
GRÁFICA 5.4.2-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA..	48
GRÁFICA 5.4.3-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA CELULOSA MICROCRISTALINA.....	49
GRÁFICA 5.4.4-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA SORBITOL	49
GRÁFICA 5.4.4-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN A) PARA SORBITOL	50
GRÁFICA 5.4.4-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN B) PARA SORBITOL	50
GRÁFICA 5.4.5-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN MAXWELL PARA SORBITOL	51
GRÁFICA 5.4.5-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN A) PARA SORBITOL	51
GRÁFICA 5.4.5-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA SORBITOL	52
GRÁFICA 5.4.6-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA SORBITOL	52
GRÁFICA 5.4.6-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA SORBITOL	53

GRÁFICA 5.4.7-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN A) PARA ETILCELULOSA	53
GRÁFICA 5.4.7-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN B) PARA ETILCELULOSA	54
GRÁFICA 5.4.8-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN MAXWELL PARA ETILCELULOSA.....	54
GRÁFICA 5.4.8-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN A) PARA ETILCELULOSA	55
GRÁFICA 5.4.8-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA ETILCELULOSA	55
GRÁFICA 5.4.9-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA ETILCELULOSA.	56
GRÁFICA 5.4.9-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA ETILCELULOSA	56
GRÁFICA 5.4.10-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA ALMIDÓN.....	57
GRÁFICA 5.4.10-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN A) PARA ALMIDÓN	57
GRÁFICA 5.4.11-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN MAXWELL PARA ALMIDÓN.....	58
GRÁFICA 5.4.11-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN A) PARA ALMIDÓN	58
GRÁFICA 5.4.11-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA ALMIDÓN	59
GRÁFICA 5.4.12-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA ALMIDÓN..	59

GRÁFICA 5.5-1 CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN	60
GRÁFICA 5.5-2 CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A).....	61
GRÁFICA 5.5-3 CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B).....	62
GRÁFICA 5.5.1-1 CURVA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN.....	63
GRÁFICA 5.5.1-2 CURVA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A)	64
GRÁFICA 5.5.1-3 CURVA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B)	65

RESUMEN

Se realizó un análisis comparativo de modelos viscoelásticos mecánicos de tres elementos para los excipientes celulosa microcristalina, sorbitol, etilcelulosa y almidón con pruebas de deformación a esfuerzo constante (creep), relajación y recuperación.

Se desarrollaron las ecuaciones referentes a las configuraciones propuestas de dos o tres elementos (elementos elásticos y viscosos). Con las constantes elásticas y viscosas de los excipientes a temperatura ambiente encontradas en la literatura, se obtuvieron diferentes valores con respecto del tiempo para poder realizar gráficas de la deformación o esfuerzo contra tiempo.

Se realizó el análisis de cada gráfica de acuerdo a las pruebas y estructura química. De acuerdo a este análisis, los resultados indican que la configuración de las constantes elásticas y viscosas afectan directamente al comportamiento del excipiente en estudio y la estructura de dicho excipiente influye para la caracterización del material.

Para trabajos futuros, se pueden utilizar valores a diferentes temperaturas y obtener curvas que puedan mostrar el cambio de la deformación y la temperatura a través del tiempo.

ABSTRACT

It was done an analysis of three-element mechanical viscoelastic models for excipients microcrystalline cellulose, sorbitol, ethyl cellulose and starch with creep, relaxation and recovery tests.

It was developed the equations regarding the three-element proposed configurations (elastic and viscose elements). With the viscose and elastic constants of excipients at ambient temperature found in the bibliography, it was obtained different values according to time in order to do graphs of strain or stress against time.

It was realized the analysis of each graph according to the tests and chemical structure. Regarding this analysis, the results indicate that the configuration of viscose and elastic constants affects directly to the excipient behaviour and the excipient structure influences the material characterization.

For further research, it can be used values at different temperatures in order to obtain graphs, which can exhibit the change of strain and temperature against time.

1. INTRODUCCIÓN

En este capítulo se da una explicación resumida del contenido del presente trabajo. Se explica a lo largo de los capítulos que conforman esta tesis: los fundamentos de la viscoelasticidad, los modelos mecánicos, los excipientes utilizados, las pruebas que se realizan a materiales viscoelásticos, las gráficas obtenidas y el análisis de las mismas.

En el segundo capítulo se presentan los objetivos que se plantearon cumplir al final de este trabajo, los cuales se enfocan en el análisis y en la comparación de los resultados, es decir, de las gráficas que se obtienen del comportamiento de cada excipiente con las diferentes pruebas.

El tercer capítulo engloba el trabajo de búsqueda de la literatura relacionada con el tema, en otras palabras, una introducción a la viscoelasticidad, el desarrollo de los modelos viscoelásticos mecánicos de dos y tres elementos, las pruebas de deformación a esfuerzo constante (creep), relajación y recuperación; y los diferentes excipientes: celulosa microcristalina, sorbitol, etilcelulosa y almidón. Asimismo, el desarrollo de las ecuaciones fundamentales para cada arreglo y las ecuaciones al realizar las diferentes pruebas descritas anteriormente.

Para conocer a grandes rasgos lo que se lleva a cabo en este trabajo, se resume la metodología que se utiliza en el capítulo cuarto. Se explica la elaboración de las diferentes gráficas y la obtención de los datos para obtener estos resultados.

En el capítulo quinto se pueden observar todas las gráficas como resultado del uso de los datos encontrados en la literatura y las ecuaciones del tercer capítulo. Se divide este capítulo en varias secciones: las gráficas por arreglos, por excipiente, tiempos característicos, con desviación estándar y las curvas de deformación-recuperación.

El análisis de los resultados se muestra en el capítulo sexto, donde está separado de igual forma que el capítulo quinto. Así también, se trata de comparar varias gráficas y los excipientes.

Las conclusiones generales y particulares del trabajo se encuentran en el capítulo séptimo, en donde se describen diferentes puntos obtenidos de acuerdo a los resultados y su análisis en los capítulos quinto y sexto, respectivamente.

2. OBJETIVOS

Obtener el comportamiento mediante gráficas de la celulosa microcristalina, sorbitol, etilcelulosa y almidón con diferentes modelos viscoelásticos mecánicos con datos experimentales realizados a temperatura ambiente y encontrados en la bibliografía.

Comparar los diferentes arreglos viscoelásticos de dos o tres elementos y observar la diferencia entre tener elementos en serie o paralelo.

Analizar el comportamiento que tiene la celulosa microcristalina, sobitol, etilcelulosa y almidón con las pruebas de deformación a esfuerzo constante, relajación y recuperación para materiales viscoelásticos.

Obtener las conclusiones de acuerdo a la interpretación de las gráficas de los excipientes celulosa microcristalina, sorbitol, etilcelulosa y almidón en el presente trabajo.

3. MARCO TEÓRICO

3.1. VISCOELASTICIDAD

En general, la viscoelasticidad es una combinación de propiedades de líquidos y sólidos. Por lo anterior, los materiales viscoelásticos tienen dos componentes: elástico y viscoso (Malkin, 1994).

La viscoelasticidad explica los materiales que exhiben tanto características elásticas como viscosas cuando están bajo una determinada deformación. Por lo tanto, el comportamiento viscoelástico es generalmente definido en términos de dos tipos de materiales ideales: el sólido elástico y el líquido viscoso. Un sólido elástico tiene una forma la cual bajo una aplicación de un esfuerzo se deforma en una nueva configuración de equilibrio. Cuando el esfuerzo es removido, el sólido

elástico se revierte instantáneamente a su forma original. Por otro lado, los líquidos viscosos no tienen una forma definida y bajo aplicación de una carga externa quedan deformados (Robinson, 2009).

Para poder representar estas características elásticas y viscosas que exhiben los materiales viscoelásticos se utilizan los elementos básicos: resorte y amortiguador. Para el caso de los modelos lineales, se utilizan resortes lineales y amortiguadores lineales (Findley, Lay y Onaran, 1976). Se muestran en las siguientes figuras la representación de estos elementos respectivamente (véase Apéndice A para la nomenclatura):

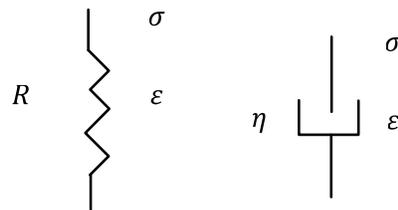


FIGURA 3.2.1-1 RESORTE Y AMORTIGUADOR

La ecuación para un resorte lineal, o la ley de Hooke, es la siguiente:

$$\sigma = R\varepsilon \quad (3.1-1)$$

donde σ es el esfuerzo (fuerza por área), ε es la deformación y R es la constante elástica o el módulo de Young. El elemento elástico muestra elasticidad y recuperación instantánea.

Por otro lado, el elemento viscoso se puede visualizar como un pistón moviendo a un cilindro donde hay un lubricante viscoso (Morehead, 1992). El amortiguador obedece la siguiente ecuación:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\sigma}{\eta} \quad (3.1-2)$$

Donde $\dot{\varepsilon}$ es la rapidez de deformación y η es el coeficiente de viscosidad. Esta ecuación describe cómo el amortiguador será deformado continuamente a una

rapidez constante cuando se aplique un esfuerzo constante (Findley, Lay y Onaran, 1976).

3.2. MODELOS VISCOELÁSTICOS MECÁNICOS

Para poder representar o analizar qué tan viscoelásticos son los materiales, en este caso, los excipientes, se utilizan diferentes modelos mecánicos, los cuales dependen de la cantidad y el arreglo de módulos elásticos y módulos viscosos, es decir, si se acomodan en serie o paralelo.

Para este trabajo, se utilizaron modelos viscoelásticos que contienen dos elementos o tres elementos. A continuación, se explica la estructura que tienen cada uno de estos modelos y el desarrollo de las ecuaciones que se obtienen con ésta.

3.2.1. Maxwell

El modelo de Maxwell consiste en un elemento elástico y un elemento viscoso en serie. Este modelo es suficiente para representar la relajación de la tensión (Robinson, 2009). A continuación, se muestra la configuración:

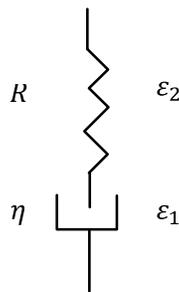


FIGURA 3.2.1-1 MAXWELL

De acuerdo a la figura anterior, se tiene una relación entre el esfuerzo y la deformación, obteniendo las siguientes ecuaciones:

$$\sigma = R\epsilon_2 \quad (3.2.1-1)$$

$$\sigma = \eta\dot{\epsilon}_1 \quad (3.2.1-2)$$

Como se tienen los elementos en serie, se suman todas las deformaciones presentes, es decir, se obtiene lo siguiente:

$$\varepsilon = \varepsilon_1 + \varepsilon_2 \quad (3.2.1-3)$$

Derivando con respecto al tiempo las ecuaciones 3.2.1-1 y 3.2.1-3:

$$\dot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_1 + \dot{\varepsilon}_2 \quad (3.2.1-4)$$

$$\dot{\sigma} = R\dot{\varepsilon}_2 \quad (3.2.1-5)$$

Sustituyendo las ecuaciones 3.2.1-2 y 3.2.1-5 en 3.2.1-4, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}}{R} + \frac{\sigma}{\eta} \quad (3.2.1-6)$$

La ecuación 3.2.1-6 representa el comportamiento del modelo Maxwell, en donde el material tiene una rapidez de deformación lineal con respecto al esfuerzo aplicado.

3.2.2. Voigt-Kelvin

El modelo de Voigt-Kelvin consiste en un elemento elástico y un elemento viscoso en paralelo. Este modelo es suficiente para representar el comportamiento de movimiento de un material viscoelástico, pero falla para representar la relajación de la tensión (Robinson, 2009). Se puede representar de la siguiente forma:

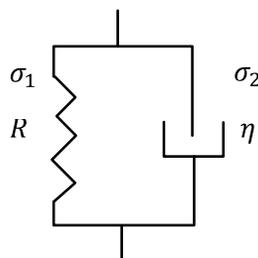


FIGURA 3.2.2-1 VOIGT-KELVIN

Según la figura mostrada anteriormente, se obtienen las siguientes ecuaciones que describen la relación entre la deformación y el esfuerzo para este modelo:

$$\sigma_1 = R\varepsilon \quad (3.2.2-1)$$

$$\sigma_2 = \eta\dot{\varepsilon} \quad (3.2.2-2)$$

Como se tienen los elementos en paralelo, se suman los esfuerzos de cada elemento como se muestra:

$$\sigma = \sigma_1 + \sigma_2 \quad (3.2.2-3)$$

Sustituyendo las ecuaciones 3.2.2-1 y 3.2.2-2 en 3.2.2-3 se obtiene:

$$\sigma = R\varepsilon + \eta\dot{\varepsilon} \quad (3.2.2-4)$$

Despejando la rapidez de deformación con respecto al tiempo, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\dot{\varepsilon} + \frac{R}{\eta}\varepsilon = \frac{\sigma}{\eta} \quad (3.2.2-5)$$

La ecuación 3.2.2-5 muestra el modelo Voigt-Kelvin, la cual indica un comportamiento lineal del esfuerzo respecto a la deformación y a su rapidez.

3.2.3. Configuración a) (semisólido)

El arreglo de semisólido, denominado configuración a) en este trabajo, contiene un elemento elástico y viscoso en serie y éstos a su vez en paralelo con un elemento elástico. A continuación, se exhibe la figura de esta configuración:

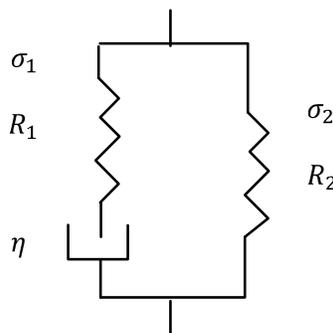


FIGURA 3.2.3-1 CONFIGURACIÓN A) (SEMISÓLIDO)

Se pueden obtener las siguientes ecuaciones:

$$\dot{\varepsilon} = \frac{\dot{\sigma}_1}{R_1} + \frac{\sigma_1}{\eta} \quad (3.2.3-1)$$

$$\sigma_2 = R_2 \varepsilon \quad (3.2.3-2)$$

donde la ecuación 3.2.3-1 se obtuvo como la ecuación 3.2.1-6 al ser un resorte y un amortiguador en serie.

Derivando las ecuaciones 3.2.2-3 y 3.2.3-2:

$$\dot{\sigma} = \dot{\sigma}_1 + \dot{\sigma}_2 \quad (3.2.3-3)$$

$$\dot{\sigma}_2 = R_2 \dot{\varepsilon} \quad (3.2.3-4)$$

Sustituyendo la ecuación 3.2.3-4 en 3.2.3-3 y despejando $\dot{\sigma}_1$ se obtiene:

$$\dot{\sigma}_1 = \dot{\sigma} - R_2 \dot{\varepsilon} \quad (3.2.3-5)$$

Despejando la ecuación 3.2.3-1:

$$\sigma_1 = \eta \dot{\varepsilon} - \eta \frac{\dot{\sigma}_1}{R_1} \quad (3.2.3-6)$$

Sustituyendo 3.2.3-6 y 3.2.3-2 en la ecuación 3.2.2-3 se obtiene:

$$\sigma = \eta \dot{\varepsilon} - \eta \frac{\dot{\sigma}_1}{R_1} + R_2 \varepsilon \quad (3.2.3-7)$$

Sustituyendo 3.2.3-5 en la ecuación 3.2.3-7:

$$\sigma = \eta \dot{\varepsilon} - \frac{\eta}{R_1} (\dot{\sigma} - R_2 \dot{\varepsilon}) + R_2 \varepsilon \quad (3.2.3-8)$$

Ordenando los términos, se obtiene la siguiente ecuación:

$$R_1 \sigma + \eta \dot{\sigma} = (R_1 + R_2) \eta \dot{\varepsilon} + R_1 R_2 \varepsilon \quad (3.2.3-9)$$

La ecuación 3.2.3-9 representa la configuración a) o a un material semisólido, el cual se caracteriza por ser un material viscoelástico más elástico que viscoso.

3.2.4. Configuración b)

El arreglo b) consta de un resorte y un amortiguador en paralelo junto con otro resorte en serie. Esta configuración se puede observar en la siguiente figura:

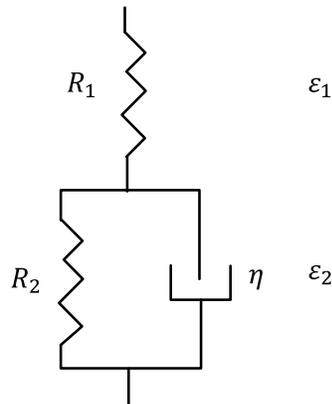


FIGURA 3.2.4-1 CONFIGURACIÓN B)

De acuerdo a la figura mostrada, se obtienen las siguientes ecuaciones:

$$\varepsilon_1 = \frac{\sigma}{R_1} \quad (3.2.4-1)$$

$$\dot{\varepsilon}_2 + \frac{R_2}{\eta} \varepsilon_2 = \frac{\sigma}{\eta} \quad (3.2.4-2)$$

donde la ecuación 3.2.4-2 se obtuvo de acuerdo a la ecuación 3.2.2-5.

Derivando la ecuación 3.2.4-1:

$$\dot{\varepsilon}_1 = \frac{\dot{\sigma}}{R_1} \quad (3.2.4-3)$$

Sustituyendo la ecuación 3.2.4-3 en 3.2.1-4 y despejando, se obtiene:

$$\dot{\varepsilon}_2 = \dot{\varepsilon} - \frac{\dot{\sigma}}{R_1} \quad (3.2.4-4)$$

Despejando la ecuación 3.2.4-2:

$$\varepsilon_2 = \frac{\sigma}{R_2} - \frac{\eta}{R_2} \dot{\varepsilon}_2 \quad (3.2.4-5)$$

Sustituyendo las ecuaciones 3.2.4-1 y 3.2.4-5 en 3.2.1-3:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{R_1} + \frac{\sigma}{R_2} - \frac{\eta}{R_2} \dot{\varepsilon}_2 \quad (3.2.4-6)$$

Sustituyendo la ecuación 3.2.4-4 en 3.2.4-6:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{R_1} + \frac{\sigma}{R_2} - \frac{\eta}{R_2} \left(\dot{\varepsilon} - \frac{\dot{\sigma}}{R_1} \right) \quad (3.2.4-7)$$

Arreglando se obtiene la siguiente ecuación:

$$R_2 \varepsilon + \eta \dot{\varepsilon} = \left(1 + \frac{R_2}{R_1} \right) \sigma + \frac{\eta}{R_1} \dot{\sigma} \quad (3.2.4-8)$$

La ecuación 3.2.4-8 indica el modelo constitutivo para la configuración b), la cual es una forma alterna a la configuración a), debido a que tiene un elemento elástico configurado de diferente forma.

3.2.5. Configuración c) (semilíquido)

La configuración c) está formado por dos amortiguadores y un resorte, los cuales están ordenados de la siguiente forma:

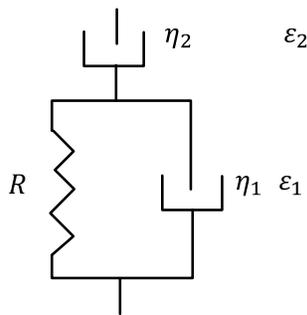


FIGURA 3.2.5-1 ARREGLO C) (SEMILÍQUIDO)

De acuerdo a la figura anterior, se obtienen las siguientes ecuaciones:

$$\dot{\varepsilon}_1 + \frac{R}{\eta_1} \varepsilon_1 = \frac{\sigma}{\eta_1} \quad (3.2.5-1)$$

$$\dot{\varepsilon}_2 = \frac{\sigma}{\eta_2} \quad (3.2.5-2)$$

Se derivan las ecuaciones 3.2.1-4, 3.2.5-1 y 3.2.5-2:

$$\ddot{\varepsilon} = \dot{\varepsilon}_1 + \dot{\varepsilon}_2 \quad (3.2.5-3)$$

$$\dot{\varepsilon}_1 + \frac{R}{\eta_1} \varepsilon_1 = \frac{\dot{\sigma}}{\eta_1} \quad (3.2.5-4)$$

$$\dot{\varepsilon}_2 = \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2} \quad (3.2.5-5)$$

Sustituyendo la ecuación 3.2.5-2 en 3.2.1-4 y ordenando:

$$\dot{\varepsilon}_1 = \dot{\varepsilon} - \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2} \quad (3.2.5-6)$$

Despejando la ecuación 3.2.5-3 y sustituyendo la ecuación 3.2.5-5:

$$\dot{\varepsilon}_1 = \dot{\varepsilon} - \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2} \quad (3.2.5-7)$$

Sustituyendo la ecuación 3.2.5-7 en 3.2.5-4:

$$\dot{\varepsilon} - \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2} + \frac{R}{\eta_1} \varepsilon_1 = \frac{\dot{\sigma}}{\eta_1} \quad (3.2.5-8)$$

Sustituyendo 3.2.5-6 en 3.2.5-8 se tiene:

$$\dot{\varepsilon} - \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2} + \frac{R}{\eta_1} \left(\dot{\varepsilon} - \frac{\dot{\sigma}}{\eta_2} \right) = \frac{\dot{\sigma}}{\eta_1} \quad (3.2.5-9)$$

Ordenando los términos, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\eta_1 \ddot{\varepsilon} + R \dot{\varepsilon} = \frac{R}{\eta_2} \dot{\sigma} + \left(1 + \frac{\eta_1}{\eta_2} \right) \dot{\sigma} \quad (3.2.5-10)$$

La ecuación 3.2.5-10 muestra el modelo para un semilíquido, el cual es un material viscoelástico que tiene más características viscosas que elásticas.

3.2.6. Configuración d)

En la configuración d) se tiene un amortiguador y un resorte en serie junto con otro amortiguador en paralelo. Esta configuración es homóloga al semilíquido por tener los mismos elementos, sin embargo, el orden (en serie o paralelo) es diferente. A continuación, se muestra la figura de este arreglo:

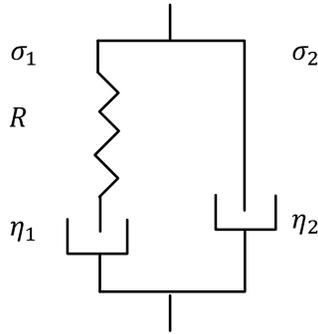


FIGURA 3.2.6-1 CONFIGURACIÓN D)

A continuación, se enumeran las ecuaciones obtenidas:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{\sigma}_1}{R} + \frac{\dot{\sigma}_1}{\eta_1} \quad (3.2.6-1)$$

$$\sigma_2 = \eta_2 \dot{\epsilon} \quad (3.2.6-2)$$

Derivando la ecuación 3.2.6-2:

$$\dot{\sigma}_2 = \eta_2 \ddot{\epsilon} \quad (3.2.6-3)$$

Despejando la ecuación 3.2.6-1:

$$\sigma_1 = \eta_1 \dot{\epsilon} - \eta_1 \frac{\dot{\sigma}_1}{R} \quad (3.2.6-4)$$

Sustituyendo las ecuaciones 3.2.6-2 y 3.2.6-4 en 3.2.2-3:

$$\sigma = \eta_1 \dot{\epsilon} - \eta_1 \frac{\dot{\sigma}_1}{R} + \eta_2 \dot{\epsilon} \quad (3.2.6-5)$$

Sustituyendo la ecuación 3.2.6-3 en 3.2.3-3:

$$\dot{\sigma}_1 = \dot{\sigma} - \eta_2 \ddot{\epsilon} \quad (3.2.6-6)$$

Sustituyendo la ecuación 3.2.6-6 en 3.2.6-5:

$$\sigma = \eta_1 \dot{\epsilon} - \frac{\eta_1}{R} (\dot{\sigma} - \eta_2 \ddot{\epsilon}) + \eta_2 \dot{\epsilon} \quad (3.2.6-7)$$

Ordenando los términos se llega a la siguiente ecuación:

$$\eta_1 \ddot{\epsilon} + \left(1 + \frac{\eta_1}{\eta_2}\right) R \dot{\epsilon} = \frac{R}{\eta_2} \sigma + \frac{\eta_1}{\eta_2} \dot{\sigma} \quad (3.2.6-8)$$

La ecuación 3.2.6-8 muestra la ecuación constitutiva para la configuración d), en donde hay una segunda derivada de la deformación con respecto al tiempo.

3.3. PRUEBAS PARA MATERIALES VISCOELÁSTICOS

Se tienen diferentes pruebas para materiales viscoelásticos, las cuales son: deformación a esfuerzo constante (creep), relajación y recuperación. Estas pruebas ayudan a que se pueda ver mejor el comportamiento de los materiales y predecir qué tan viscoelástico, viscoso o elástico es el material.

A continuación, se explican cada una de estas pruebas y se describen las ecuaciones para cada configuración estudiada.

3.3.1. Deformación a esfuerzo constante (creep)

La deformación de un material viscoelástico a esfuerzo constante, o llamada “creep” en inglés, explica el comportamiento del material en estudio aplicando un esfuerzo constante, observando cómo y qué tanto se deforma a través del tiempo. Para representarlo en una ecuación, se tendría lo siguiente:

$$\dot{\sigma} = 0 \quad (3.3.1-1)$$

Para los arreglos de dos y tres elementos descritos en este trabajo, se obtienen las siguientes ecuaciones de acuerdo a esta prueba:

- Maxwell

De las ecuaciones 3.2.1-6 y 3.3.1-1 se obtiene:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\sigma}{\eta} \quad (3.3.1-2)$$

Integrando la ecuación 3.3.1-2:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{\eta} t + c \quad (3.3.1-3)$$

Teniendo como condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon = \varepsilon_0$, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{\eta} t + \varepsilon_0 \quad (3.3.1-4)$$

Observando la ecuación, se puede confirmar que la deformación que se tiene a esfuerzo constante es lineal con respecto al tiempo.

- Voigt-Kelvin

De las ecuaciones 3.2.2-5 y 3.3.1-1 se obtiene:

$$\dot{\varepsilon} + \frac{R}{\eta} \varepsilon = \frac{\sigma}{\eta} \quad (3.3.1-5)$$

Obteniendo el factor integrante para la ecuación 3.3.1-5:

$$\mu = e^{\frac{R}{\eta} t} \quad (3.3.1-6)$$

Utilizando el factor integrante con la ecuación 3.3.1-5:

$$e^{\frac{R}{\eta} t} \varepsilon = \int e^{\frac{R}{\eta} t} \frac{\sigma}{\eta} dt + c = \frac{\sigma}{R} e^{\frac{R}{\eta} t} + c \quad (3.3.1-7)$$

Arreglando la ecuación 3.3.1-8:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{R} + c e^{-\frac{R}{\eta} t} \quad (3.3.1-8)$$

Utilizando las condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon=0$, se obtiene la siguiente ecuación:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{R} \left[1 - e^{-\frac{R}{\eta} t} \right] \quad (3.3.1-9)$$

La ecuación 3.3.1-9 representa el comportamiento de la deformación a esfuerzo constante para el arreglo de Voigt-Kelvin, la cual aumenta exponencialmente respecto al tiempo. Cuando el tiempo es cero, la deformación es cero.

- Configuración a) (semisólido)

De las ecuaciones 3.2.3-9 y 3.3.1-1 se obtiene:

$$R_1\sigma = (R_1 + R_2)\eta\dot{\varepsilon} + R_1R_2\varepsilon \quad (3.3.1-10)$$

Obteniendo el factor integrante de la ecuación 3.3.1-10:

$$\mu = e^{At} \quad (3.3.1-11)$$

$$A = \frac{R_1R_2}{\eta(R_1+R_2)} \quad (3.3.1-12)$$

Utilizando el factor integrante en la ecuación 3.3.1-10:

$$e^{At}\varepsilon = \int e^{At} \frac{A}{R_2} \sigma dt + c = \frac{\sigma}{R_2} e^{At} + c \quad (3.3.1-13)$$

Arreglando los términos, se obtiene:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{R_2} + ce^{-At} \quad (3.3.1-14)$$

Utilizando las condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon=0$, se obtiene:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{R_2} \left[1 - e^{\frac{R_1R_2}{\eta(R_1+R_2)}t} \right] \quad (3.3.1-15)$$

La ecuación 3.3.1-15 muestra un comportamiento exponencial con respecto al tiempo, es decir, la deformación de la configuración a) va aumentando de acuerdo a las constantes elásticas y viscosas. Cuando el tiempo es cero, la deformación es cero.

- Configuración b)

De las ecuaciones 3.2.4-8 y 3.3.1-1 se obtiene:

$$R_2\varepsilon + \eta\dot{\varepsilon} = \left(1 + \frac{R_2}{R_1} \right) \sigma \quad (3.3.1-16)$$

Obteniendo el factor integrante de la ecuación 3.3.1-16:

$$\mu = e^{\frac{R_2}{\eta}t} \quad (3.3.1-17)$$

Utilizando el factor integrante en la ecuación 3.3.1-17:

$$e^{\frac{R_2 t}{\eta}} \varepsilon = \int e^{\frac{R_2 t}{\eta}} \frac{\sigma}{\eta} \left(1 + \frac{R_2}{R_1}\right) dt + c \quad (3.3.1-18)$$

Arreglando los términos, se obtiene:

$$\varepsilon = \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}\right) \sigma + c e^{-\frac{R_2 t}{\eta}} \quad (3.3.1-19)$$

Utilizando las condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon=0$, se obtiene:

$$\varepsilon = \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2}\right) \sigma \left[1 - e^{-\frac{R_2 t}{\eta}}\right] \quad (3.3.1-20)$$

La ecuación 3.3.1-20 indica el comportamiento de la deformación en la configuración b) a esfuerzo constante, en donde ésta aumenta exponencialmente. Cuando el tiempo es cero, la deformación es cero.

- Configuración c) (semilíquido)

De las ecuaciones 3.2.5-10 y 3.3.1-1 se obtiene:

$$\eta_1 \ddot{\varepsilon} + R \dot{\varepsilon} = \frac{R}{\eta_2} \sigma \quad (3.3.1-21)$$

Integrando por coeficientes indeterminados, se obtiene:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{\eta_2} t + c \quad (3.3.1.22)$$

Utilizando las condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon = \varepsilon_0$:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{\eta_2} t + \varepsilon_0 \quad (3.3.1-23)$$

La ecuación 3.3.1-23 muestra un comportamiento lineal en donde la pendiente es el esfuerzo entre la constante del segundo elemento viscoso.

- Configuración d)

De las ecuaciones 3.3.1-1 y 3.2.6-8 se obtiene:

$$\eta_1 \ddot{\varepsilon} + \left(1 + \frac{\eta_1}{\eta_2}\right) R \dot{\varepsilon} = \frac{R}{\eta_2} \sigma \quad (3.3.1-24)$$

Integrando por coeficientes indeterminados, se obtiene:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{\eta_1 + \eta_2} t + c \quad (3.3.1-25)$$

Utilizando las condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon = \varepsilon_0$ en la ecuación 3.3.1-24:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{\eta_1 + \eta_2} t + \varepsilon_0 \quad (3.3.1-26)$$

La ecuación 3.3.1-26 muestra la deformación con un comportamiento lineal respecto al tiempo, en donde las dos constantes viscosas influyen en la pendiente de la curva.

3.3.2. Relajación

La prueba de relajación explica el cambio de esfuerzos con el cambio transitorio de esfuerzos al tener una deformación constante. Lo anterior, se puede representar con la siguiente ecuación:

$$\dot{\varepsilon} = 0 \quad (3.3.2-1)$$

Las siguientes ecuaciones describen la relajación para cada arreglo estudiado:

- Maxwell

De las ecuaciones 3.3.2-1 y 3.2.1-6 se obtiene:

$$0 = \frac{\dot{\sigma}}{R} + \frac{\sigma}{\eta} \quad (3.3.2-2)$$

Arreglando términos e integrando la ecuación 3.2.2-2:

$$\sigma = c e^{-\frac{R}{\eta} t} \quad (3.3.2-3)$$

Utilizando las condiciones iniciales $t=0$, $\sigma = \sigma_0$:

$$\sigma = \sigma_0 e^{-\frac{R}{\eta}t} \quad (3.3.2-4)$$

La ecuación 3.3.2-4 indica el comportamiento de un material de acuerdo al modelo Maxwell, en donde el esfuerzo disminuye exponencialmente. Cuando el tiempo tiende a infinito, el esfuerzo es igual al esfuerzo inicial.

- Voigt-Kelvin

De las ecuaciones 3.3.2-1 y 3.2.2-5 se obtiene:

$$\frac{R}{\eta} \varepsilon = \frac{\sigma}{\eta} \quad (3.3.2-5)$$

Arreglando la ecuación 3.3.2-5 se obtiene la ecuación 3.1-1.

- Configuración a) (semisólido)

De las ecuaciones 3.3.2-1 y 3.2.3-9 se obtiene:

$$R_1 \sigma + \eta \dot{\sigma} = R_1 R_2 \varepsilon \quad (3.3.2-6)$$

Obteniendo el factor integrante de la ecuación 3.3.2-6:

$$\mu = e^{\frac{R_1}{\eta}t} \quad (3.3.2-7)$$

Empleando el factor integrante en la ecuación 3.3.2-8:

$$e^{\frac{R_1}{\eta}t} \sigma = \int e^{\frac{R_1}{\eta}t} \frac{R_1 R_2}{\eta} \varepsilon dt + c = R_2 \varepsilon_0 e^{\frac{R_1}{\eta}t} + c \quad (3.3.2-8)$$

Arreglando la ecuación 3.3.2-8 se obtiene:

$$\sigma = c e^{-\frac{R_1}{\eta}t} + R_2 \varepsilon_0 \quad (3.3.2-9)$$

De acuerdo a las ecuaciones obtenidas del arreglo se obtiene como condición inicial $t=0$, $\sigma_0 = \varepsilon_0(R_1 + R_2)$ se obtiene la siguiente ecuación:

$$\sigma = \varepsilon_0 \left(R_2 + R_1 e^{-\frac{R_1}{\eta}t} \right) \quad (3.3.2-10)$$

La ecuación 3.3.2-10 muestra el modelo de semisólido para la prueba de relajación. Cuando el tiempo tiende a infinito, el modelo se comporta como la ley de Hooke.

- Configuración b)

De las ecuaciones 3.3.2-1 y 3.2.4-8 se obtiene:

$$R_2 \varepsilon = \left(1 + \frac{R_2}{R_1}\right) \sigma + \frac{\eta}{R_1} \dot{\sigma} \quad (3.3.2-11)$$

Obteniendo el factor integrante de la ecuación 3.3.2-11:

$$\mu = e^{\frac{R_1+R_2}{\eta}t} \quad (3.3.2-12)$$

Resolviendo la ecuación 3.3.2-11 con la ecuación 3.3.2-12:

$$e^{\frac{R_1+R_2}{\eta}t} \sigma = \int e^{\frac{R_1+R_2}{\eta}t} \frac{R_1 R_2}{\eta} \varepsilon_0 dt + c \quad (3.3.2-13)$$

Resolviendo la ecuación 3.3.2-13:

$$\sigma = c e^{-\frac{R_1+R_2}{\eta}t} + \frac{R_1 R_2}{R_1+R_2} \varepsilon_0 \quad (3.3.2-14)$$

Aplicando las condiciones iniciales $t=0$, $\sigma_0 = \varepsilon_0 R_1$:

$$\sigma = \frac{R_1 \varepsilon_0}{R_1+R_2} \left[R_2 + R_1 e^{-\frac{R_1+R_2}{\eta}t} \right] \quad (3.3.2-15)$$

La ecuación 3.3.2-15 muestra el comportamiento para la configuración b) en la prueba de relajación. Se puede ver que las constantes elásticas afectan directamente al esfuerzo obtenido.

- Configuración c) (semilíquido)

De las ecuaciones 3.3.2-1 y 3.2.5-10 se obtiene:

$$0 = \frac{R}{\eta_2} \sigma + \left(1 + \frac{\eta_1}{\eta_2}\right) \dot{\sigma} \quad (3.3.2-16)$$

Integrando la ecuación 3.3.2-16:

$$\ln\left(\frac{\sigma}{c}\right) = -\frac{R}{\eta_1 + \eta_2} t \quad (3.3.2-17)$$

Utilizando las condiciones iniciales $t=0$, $\sigma = \sigma_0$:

$$\sigma = \sigma_0 e^{-\frac{R}{\eta_1 + \eta_2} t} \quad (3.3.2-18)$$

La ecuación 3.3.2-18 obtenida para un semilíquido en la prueba de relajación indica que cuando el tiempo es cero, el esfuerzo es igual al esfuerzo inicial.

- Configuración d)

De las ecuaciones 3.3.2-1 y 3.2.6-8:

$$0 = \frac{R}{\eta_2} \sigma + \frac{\eta_1}{\eta_2} \dot{\sigma} \quad (3.3.2-19)$$

Integrando la ecuación 3.3.2-19:

$$\sigma = ce^{-\frac{R}{\eta_1} t} \quad (3.3.2-20)$$

Empleando las condiciones iniciales $t=0$, $\sigma = \sigma_0$:

$$\sigma = \sigma_0 e^{-\frac{R}{\eta_1} t} \quad (3.3.2-21)$$

La ecuación 3.3.2-21 representa el modelo para la configuración d) en la prueba de relajación. Cuando el tiempo es cero, el esfuerzo es igual al esfuerzo inicial.

3.3.3. Recuperación

Esta prueba se puede observar cuando se le está aplicando un esfuerzo constante a un material viscoelástico y a determinado tiempo se deja de ejercer dicho esfuerzo, por lo que el material empieza a recuperarse y se puede ver el cambio en la deformación.

Para representar lo anterior, se puede utilizar la siguiente ecuación:

$$\sigma = 0 \quad (3.3.3-1)$$

A continuación, se describen las ecuaciones para cada arreglo:

- Maxwell

De las ecuaciones 3.3.3-1 y 3.2.1-6 se obtiene:

$$\dot{\varepsilon} = 0 \quad (3.3.3-2)$$

Integrando la ecuación 3.3.3-2 se obtiene:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \quad (3.3.3-3)$$

- Voigt-Kelvin

De las ecuaciones 3.3.3-1 y 3.2.2-5 se obtiene:

$$\dot{\varepsilon} + \frac{R}{\eta} \varepsilon = 0 \quad (3.3.3-4)$$

Integrando la ecuación 3.3.3-4:

$$\ln\left(\frac{\varepsilon}{c}\right) = -\frac{R}{\eta} t \quad (3.3.3-5)$$

Aplicando las condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon = \varepsilon_0$, se obtiene:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 e^{-\frac{R}{\eta} t} \quad (3.3.3-6)$$

La ecuación 3.3.3-6 muestra el comportamiento de un material con el modelo Voigt-Kelvin cuando se recupera. Cuando el tiempo es cero, la deformación es la deformación inicial y cuando tiende a infinito, la deformación es cero.

- Configuración a)

De las ecuaciones 3.3.3-1 y 3.2.3-9 se obtiene:

$$0 = (R_1 + R_2)\eta\dot{\varepsilon} + R_1R_2\varepsilon \quad (3.3.3-7)$$

Integrando la ecuación 3.3.3-7:

$$\ln\left(\frac{\varepsilon}{c}\right) = -\frac{R_1 R_2}{\eta(R_1 + R_2)} t \quad (3.3.3-8)$$

Utilizando las condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon = \varepsilon_0$, se obtiene:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 e^{-\frac{R_1 R_2}{\eta(R_1 + R_2)} t} \quad (3.3.3-9)$$

La ecuación 3.3.3-9 indica el comportamiento de recuperación para un semisólido, en donde la deformación es la deformación inicial cuando el tiempo es cero. En contraste, la deformación es cero cuando el tiempo tiende a infinito.

- Configuración b)

De las ecuaciones 3.3.3-1 y 3.24-8 se obtiene:

$$R_2 \varepsilon + \eta \dot{\varepsilon} = 0 \quad (3.3.3-10)$$

Integrando la ecuación 3.3.3-10:

$$\ln\left(\frac{\varepsilon}{c}\right) = -\frac{R_2}{\eta} t \quad (3.3.3-11)$$

Empleando las condiciones iniciales $t=0$, $\varepsilon = \varepsilon_0$, se obtiene:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 e^{-\frac{R_2}{\eta} t} \quad (3.3.3-12)$$

La ecuación 3.3.3-12 representa la relajación de la configuración b), en donde la deformación es la deformación inicial si el tiempo es cero. Sin embargo, cuando el tiempo tiende a infinito, la deformación es cero.

- Configuración c) (semilíquido)

De las ecuaciones 3.3.3-1 y 3.2.5-10 se obtiene:

$$\eta_1 \ddot{\varepsilon} + R \dot{\varepsilon} = 0 \quad (3.3.3-13)$$

Integrando se tiene:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \quad (3.3.3-14)$$

donde ε_0 es una constante.

- Configuración d)

De las ecuaciones 3.3.3-1 y 3.2-6-8 se obtiene:

$$\eta_1 \ddot{\varepsilon} + \left(1 + \frac{\eta_1}{\eta_2}\right) R \dot{\varepsilon} = 0 \quad (3.3.3-15)$$

Integrando por coeficientes indeterminados, se obtiene:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 \quad (3.3.3-16)$$

donde ε_0 es una constante.

3.4. EXCIPIENTES

De acuerdo a la literatura, los excipientes son “sustancias que ayudan en la formulación farmacéutica dando las características deseadas de estabilidad, peso, volumen, viscosidad y velocidad de desintegración, etc. Actúan incluso como diluyentes, aglutinantes, lubricantes y agentes de corrección de color y de sabor. Los excipientes son inertes, no deben tener actividad farmacológica propia y no deben inhibir o aumentar la actividad del principio activo” (Sharapin, 2000). Así también, Sharapin señala que cada excipiente se puede diferenciar por sus características fisicoquímicas y tecnológicas.

A continuación, se describen los excipientes utilizados en el presente trabajo, los cuales son: celulosa microcristalina, sorbitol, etilcelulosa y almidón.

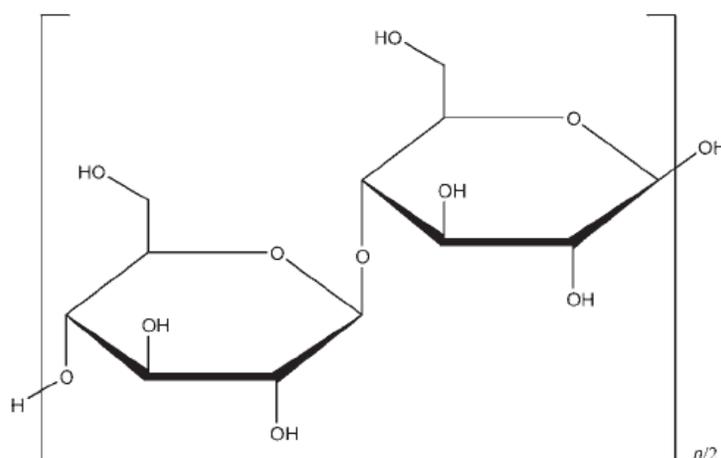
3.4.1. Celulosa microcristalina

La celulosa microcristalina es celulosa purificada, parcialmente despolimerizada, la cual es un polvo blanco cristalino, sin olor, sin sabor, compuesto por partículas

porosas. Comercialmente, se puede encontrar en diferentes tamaños de partículas y grados de humedad. Es usada en farmacéuticos, principalmente como diluyente en tabletas orales y cápsulas donde se usa en procesos de granulación húmeda y en compresión directa. Así también, la celulosa microcristalina tiene propiedades como desintegrante y lubricante, lo cual es muy útil para la elaboración de tabletas. Así también, se utiliza en cosméticos y productos alimenticios (Rowe, Sheskey y Quinn, 2009).

Su uso depende de la concentración que se tenga de la misma. Por ejemplo, para tabletas, adsorbente y cápsulas se requiere una concentración de 20 a 90% peso y como antiadherente se necesita de un 5 a 20% peso.

La fórmula empírica de la celulosa microcristalina es $(C_6H_{10}O_5)_n$ y su peso molecular es de 36000 cuando n es igual a 200. A continuación, se muestra la estructura molecular que tiene este excipiente.



**FIGURA 3.4.1-1CELULOSA MICROCRISTALINA
(ROWE, SHESKEY Y QUINN, 2009)**

3.4.2. Sorbitol

El sorbitol, químicamente llamado D-glucitol, es un alcohol hexahídrico relacionado con la manosa y es isométrico del manitol. Este excipiente es un polvo inodoro, blanco o casi sin color, cristalino e higroscópico. Se han encontrado cuatro formas polimorfos cristalinas y una amorfa de sorbitol con diferentes propiedades físicas.

Puede estar granulado, como hojuela o *pellets*. Tiene de un 50 a 60% de sacarosa. Es utilizado como diluyente en tabletas preparadas con granulación húmeda o compresión directa. Es particularmente usado en tabletas masticables por su sabor dulce y sensación de frescura. En cápsulas, es usado como plastificador para gelatinas. En preparaciones líquidas es usado como transportador de formulaciones sin azúcar y como estabilizador para fármacos, vitaminas y antiácidos. En jarabes es efectivo para prevenir la cristalización alrededor de la tapa de botellas. Así también es utilizado en preparaciones inyectables y tópicas y como un laxante (Rowe, Sheskey y Quinn, 2009).

Su uso también depende de la concentración que se tenga del mismo. Por ejemplo, para concentraciones entre 3 y 15% se utiliza como humectante, de 20 a 35% se utiliza para soluciones orales, de 20 a 60% en pastas de dientes y del 25 al 90% para tabletas.

Su fórmula empírica es $C_6H_{14}O_6$ con peso molecular de 182,17. Se puede observar la estructura del sorbitol en la siguiente figura:

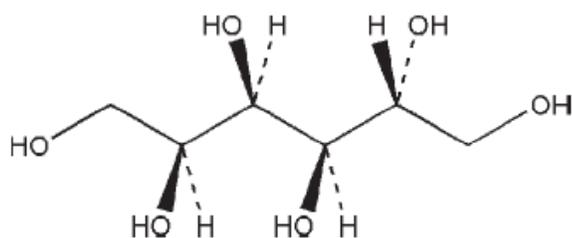


FIGURA 3.4.2-1 SORBITOL (ROWE, SHESKEY Y QUINN, 2009)

3.4.3. Etilcelulosa

La etilcelulosa (o etiléter de celulosa) es un polvo blanco sin sabor. La etilcelulosa es usada en farmacéuticos orales y tópicos. El principal uso de la etilcelulosa en formulaciones orales es como un agente de cobertura hidrofóbica para tabletas y granulados. Disuelta en un disolvente orgánico o una mezcla de disolventes, puede ser usada por sí solo para producir películas insolubles en agua. Con alta viscosidad, se utiliza para microencapsulación. También ha sido usada como agente para deliberar agentes terapéuticos con aplicaciones orales (Rowe, Sheskey y Quinn, 2009).

La etilcelulosa es parcialmente etoxilada. Con substitución completa de etoxilo es $C_{12}H_{23}O_6(C_{12}H_{22}O_5)_n C_{12}H_{23}O_5$ donde n puede variar y resultar en diferentes pesos moleculares. La etilcelulosa es un polímero de cadena larga de unidades de β -anhidroglucosa junto con uniones acetal.

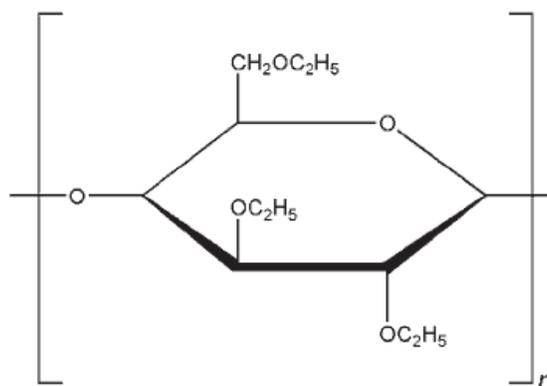


FIGURA 3.4.3-1 ETILCELULOSA (ROWE, SHESKEY Y QUINN, 2009)

3.4.4. Almidón

El almidón es un polvo fino blanco, sin sabor e inodoro. El tamaño y forma de los gránulos que conforman al almidón dependen del origen del almidón, es decir, si es de maíz, papa, tapioca, chícharo, entre otros. El almidón es un excipiente muy versátil usado principalmente en formulaciones orales de dosis sólida, donde se utiliza como aglutinante, diluyente y desintegrante. Como diluyente, el almidón se utiliza en la preparación de colorantes, fármacos, extractos de hierbas o procesos de mezclado en operaciones de manufactura. También es usado en cápsulas de llenado seco para ajustar el volumen y mejorar el flujo del polvo, especialmente usando almidón seco. En tabletas, la pasta de almidón es usada de 3 a 20% en concentración como unión para granulaciones húmedas. Sin embargo, el almidón que no es pregelatinado no se comprime bien. Así también, si se le adiciona algún otro excipiente, se ha visto mejora en las propiedades de compactación en tabletas (Rowe, Sheskey y Quinn, 2009).

El almidón consiste en una amilosa lineal y amilopectina, los dos polisacáridos basados en alfa-(D)-glucosa. Los dos polímeros están organizados en una

estructura semicristalina. La fórmula empírica del almidón es $(C_6H_{10}O_5)_n$ donde n va de 300 a 1000.

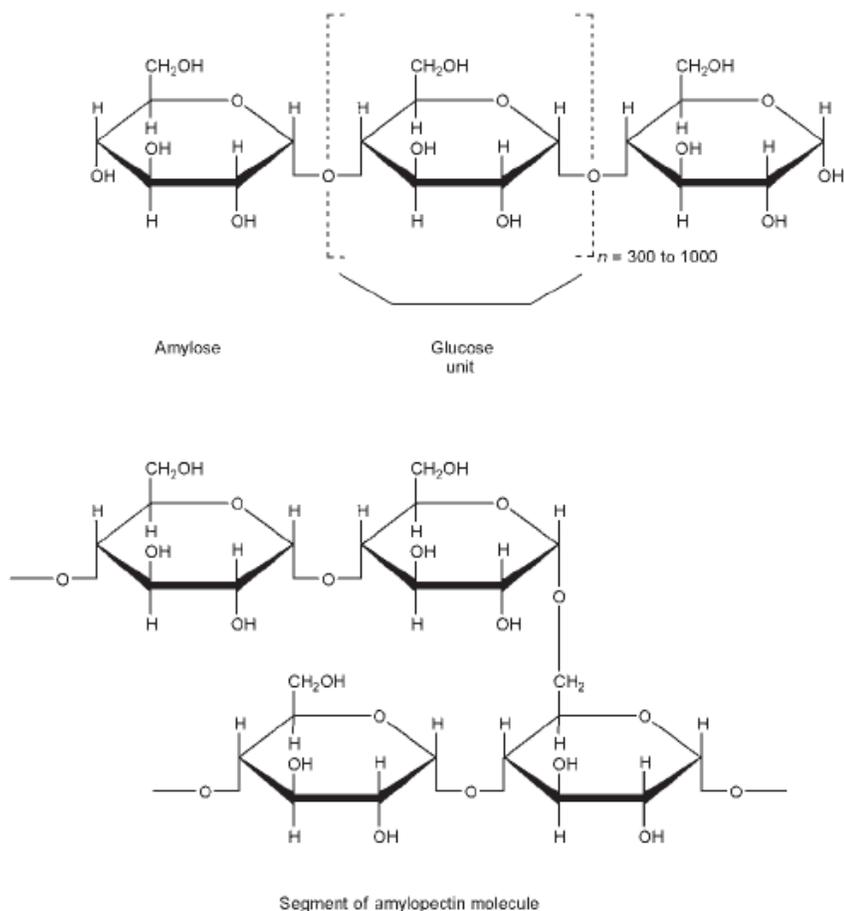


FIGURA 3.4.4-1 ALMIDÓN (ROWE, SHESKEY Y QUINN, 2009)

3.5. TIEMPOS CARACTERÍSTICOS Y NÚMERO DE DÉBORA

El número de Débora (De) es una medida de qué tan líquido, sólido o líquido-sólido es el material en estudio (Hatzikiriakos, Migler, 2005). Para obtener el número de Deborah se tiene la siguiente ecuación:

$$De = \frac{\text{Tiempo característico}}{\text{Tiempo de observación}} \quad (3.5-1)$$

en donde el tiempo característico corresponde al tiempo de las diferentes pruebas de deformación a esfuerzo constante (creep), relajación y recuperación y el tiempo de observación es el tiempo en que se puede ver cada prueba.

En caso de obtener un $De \gg 1$, el material en estudio actúa como un sólido, es decir, el tiempo característico es mucho mayor al tiempo de observación (por ejemplo: una montaña). En contraste, si $De \ll 1$, el material actúa como un líquido, en donde el tiempo de observación es mucho mayor al tiempo característico. Sin embargo, si el número de Débora es igual a 1 significa que el material presenta un comportamiento líquido-sólido.

De las ecuaciones obtenidas en el punto 3.3. PRUEBAS PARA MATERIALES VISCOELÁSTICOS se pueden obtener los diferentes tiempos característicos. A continuación se muestran las ecuaciones de los tiempos característicos:

3.5.1. Deformación a esfuerzo constante (creep)

- Voigt Kelvin

$$t = \frac{\eta}{R} \quad (3.5.1-1)$$

- Configuración a)

$$t = \frac{\eta(R_1 + R_2)}{R_1 R_2} \quad (3.5.1-2)$$

- Configuración b)

$$t = \frac{\eta}{R_2} \quad (3.5.1-3)$$

3.5.2. Relajación

- Configuración a)

$$t = \frac{\eta}{R_1} \quad (3.5.2-1)$$

- Configuración b)

$$t = \frac{\eta}{R_1 + R_2} \quad (3.5.2-2)$$

- Configuración c)

$$t = \frac{\eta_1 + \eta_2}{R} \quad (3.5.2-3)$$

- Configuración d)

$$t = \frac{\eta_1}{R} \quad (3.5.2-4)$$

3.5.3. Recuperación

- Voigt-Kelvin

$$t = \frac{\eta}{R} \quad (3.5.3-1)$$

- Configuración a)

$$t = \frac{\eta(R_1+R_2)}{R_1R_2} \quad (3.5.3-2)$$

- Configuración b)

$$t = \frac{\eta}{R_2} \quad (3.5.3-3)$$

4. METODOLOGÍA

Se hace una investigación sobre diferentes artículos referentes al comportamiento de materiales de interés farmacéutico con propiedades viscoelásticas. Asimismo, para tener un mejor panorama del tema, se investiga sobre la viscoelasticidad, la cual caracteriza a muchos de los compuestos farmacéuticos o polímeros utilizados hoy en día, los modelos viscoelásticos mecánicos y las pruebas que se realizan a materiales viscoelásticos explicados en el capítulo tercero.

Al final, se escoge el artículo “Viscoelastic characterization of compacted pharmaceutical excipient materials by analysis of frequency-dependent mechanical relaxation processes” y se toma como ejemplo para obtener los datos de los módulos elásticos y viscosos para cada arreglo y las condiciones iniciales.

$$\sigma_0 = 0.0003 \text{ GPa} \quad \varepsilon_0 = 0.0003$$

- Celulosa microcristalina

$$R = R_1 = 2.3 \text{ GPa} (\pm 0.09) \quad R_2 = 8.7 \text{ GPa} (\pm 0.6)$$

$$\eta = \eta_1 = \eta_2 = 0.17 \text{ MPas} (\pm 0.02)$$

- Sorbitol

$$R = R_1 = 6.52 \text{ GPa} (\pm 0.27) \quad R_2 = 21.6 \text{ GPa} (\pm 2.4)$$

$$\eta = \eta_1 = \eta_2 = 0.54 \text{ MPas } (\pm 0.03)$$

- Etilcelulosa

$$R = R_1 = 1.16 \text{ GPa } (\pm 0.05) \quad R_2 = 5.4 \text{ GPa } (\pm 1.0)$$

$$\eta = \eta_1 = \eta_2 = 0.13 \text{ MPas } (\pm 0.02)$$

- Almidón

$$R = R_1 = 1.27 \text{ GPa } (\pm 0.02) \quad R_2 = 3.2 \text{ GPa } (\pm 0.1)$$

$$\eta = \eta_1 = \eta_2 = 0.12 \text{ MPas } (\pm 0.00)$$

Con estos datos, se obtienen gráficas con desviación estándar, gráficas comparando los diferentes excipientes, gráficas comparando los diferentes arreglos y los tiempos característicos de cada excipiente dependiendo de la prueba. Así también, se obtienen las gráficas adimensionales de las antes mencionadas y una curva de deformación-recuperación para representar las pruebas estudiadas (véase Apéndice B – Ejemplo memoria de cálculo y Apéndice C – Ejemplo Tablas para graficar).

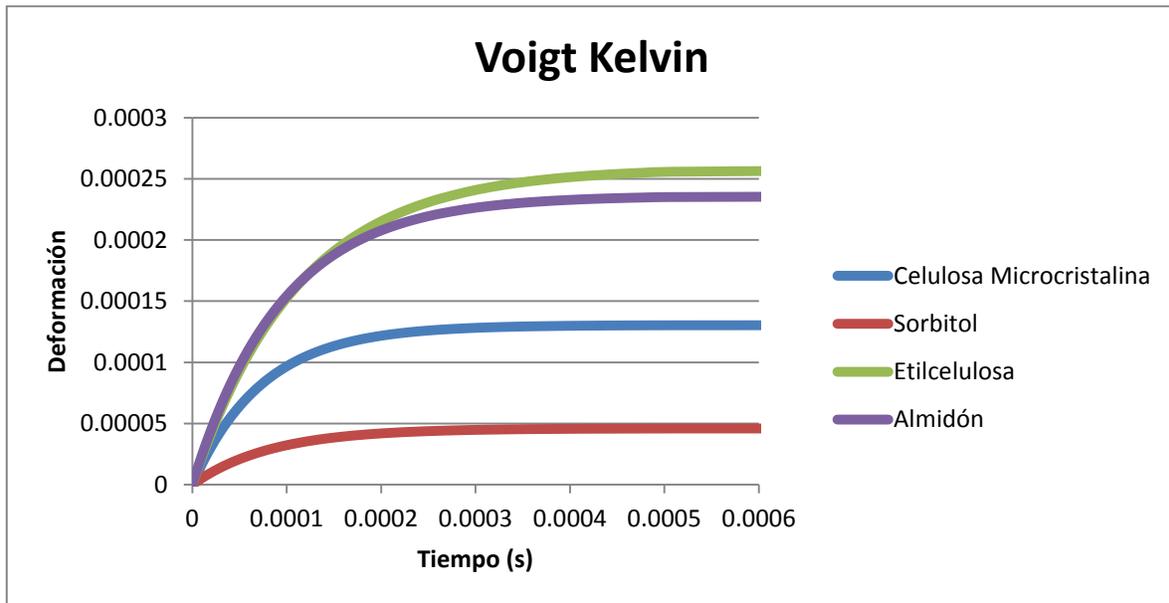
Con el comportamiento que se obtiene en las gráficas, se realizó un análisis comparativo como objetivo principal de este trabajo y las conclusiones derivadas de este análisis.

5. RESULTADOS

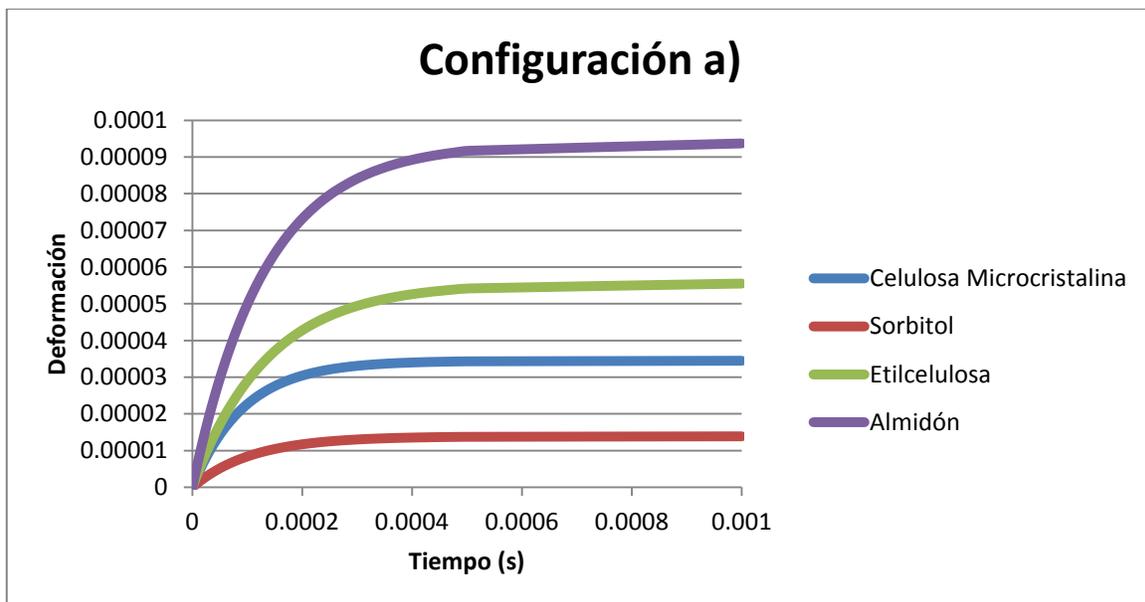
De acuerdo a la metodología utilizada y al marco teórico, se obtuvieron diferentes comportamientos representados en gráficas para un mejor análisis de los resultados. Se ha separado este capítulo en cinco partes: gráficas por estructura mecánica (configuraciones), gráficas por estructura química (excipientes), tiempos característicos, gráficas con desviación estándar y curvas de deformación-recuperación. En cada parte se muestran diferentes gráficas cuyo análisis se encuentra descrito en el capítulo sexto de este trabajo.

5.1. GRÁFICAS POR PRUEBA

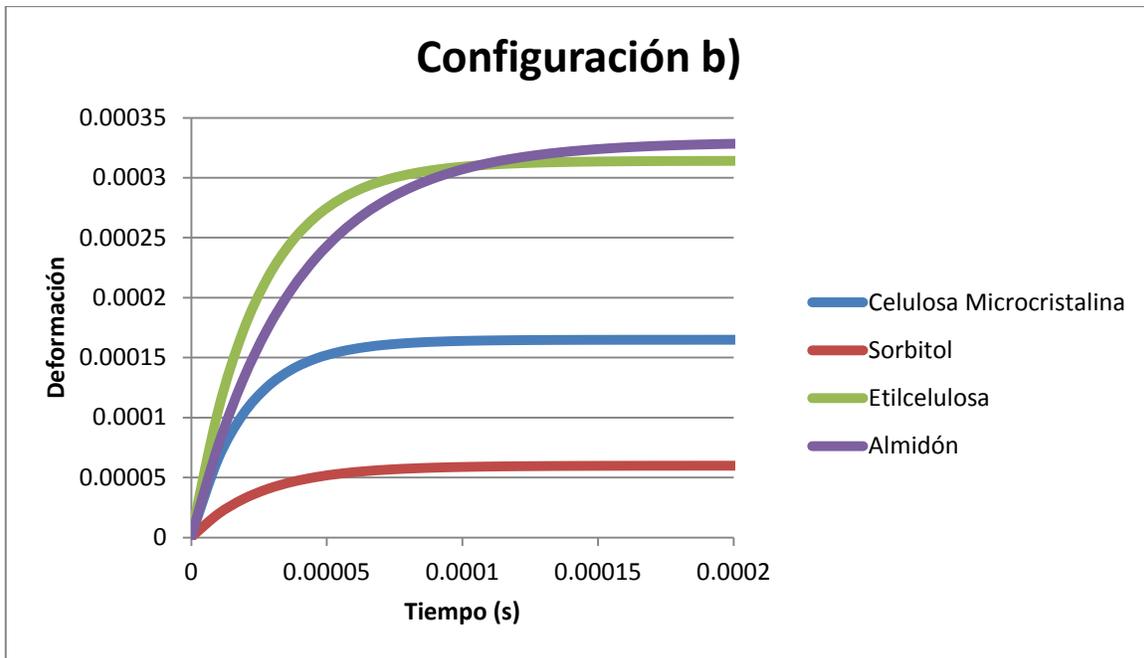
5.1.1. Deformación a esfuerzo constante (creep)



GRÁFICA 5.1.1-1 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN VOIGT-KELVIN Y PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP)

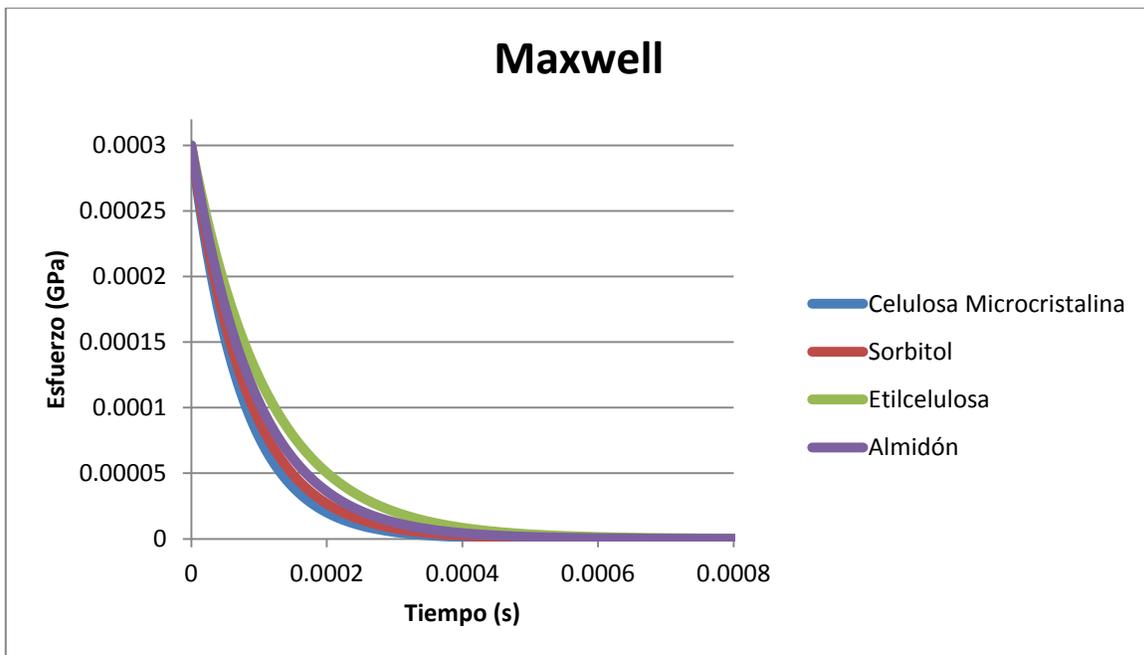


GRÁFICA 5.1.1-2 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A) Y PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP)

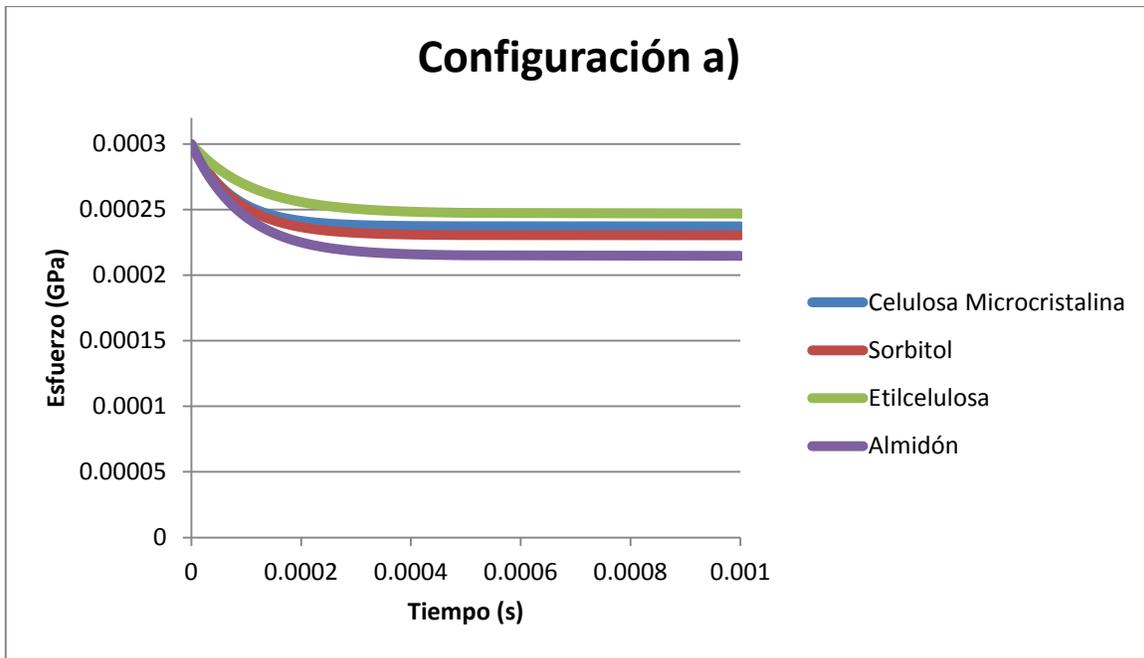


GRÁFICA 5.1.1-3 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B) Y PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP)

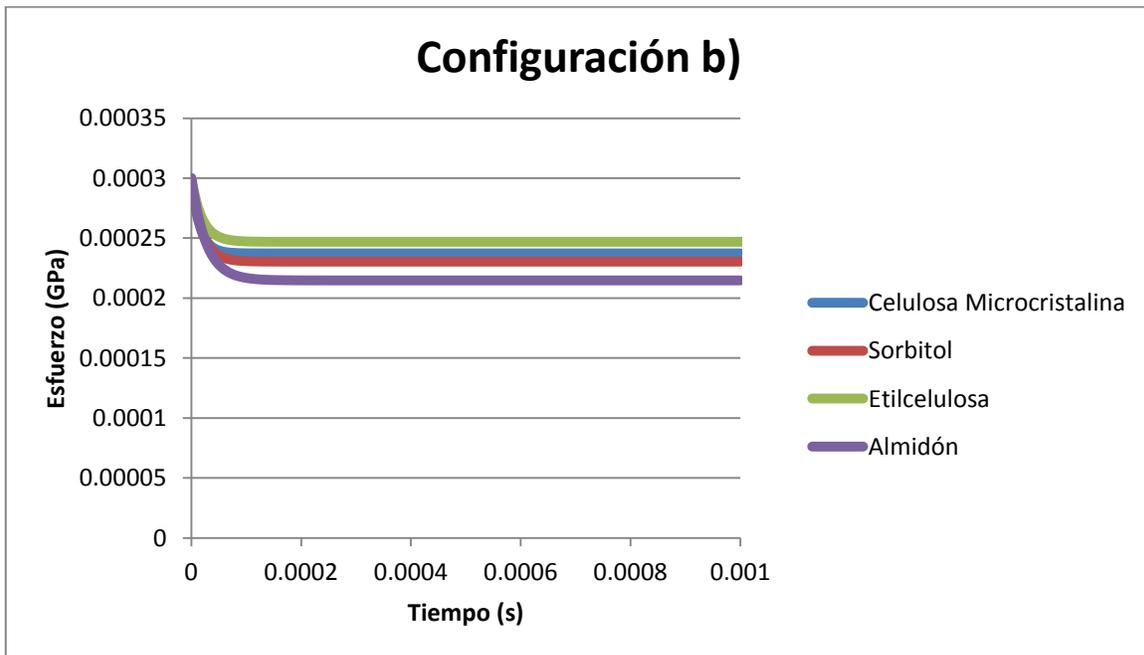
5.1.2. Relajación



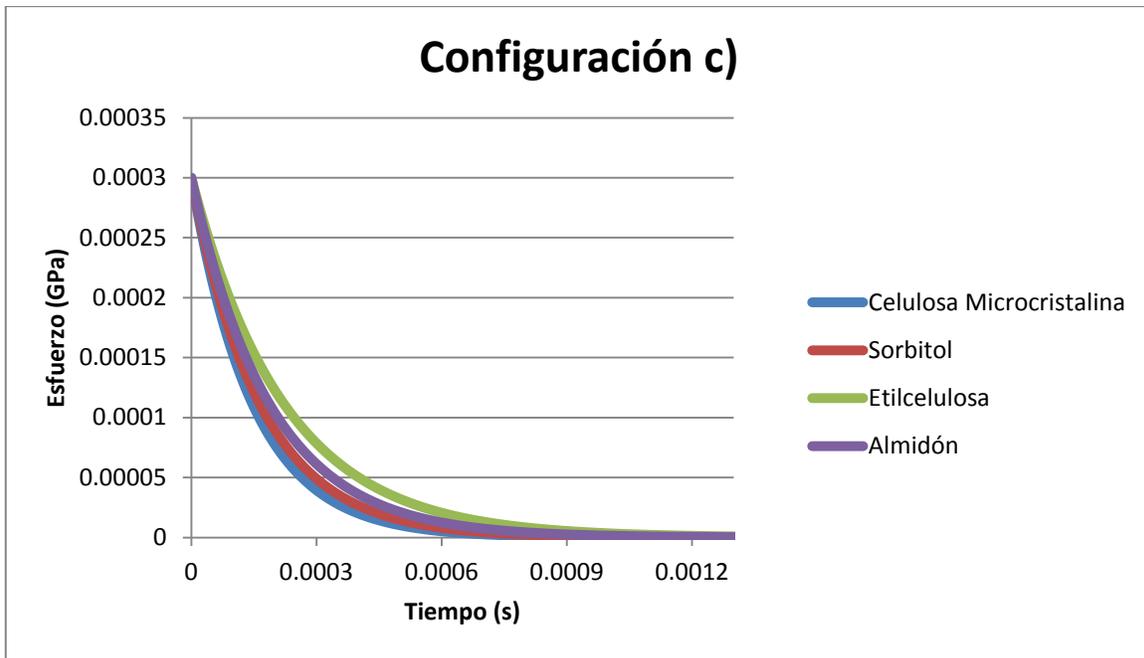
GRÁFICA 5.1.2-1 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN MAXWELL Y PRUEBA DE RELAJACIÓN



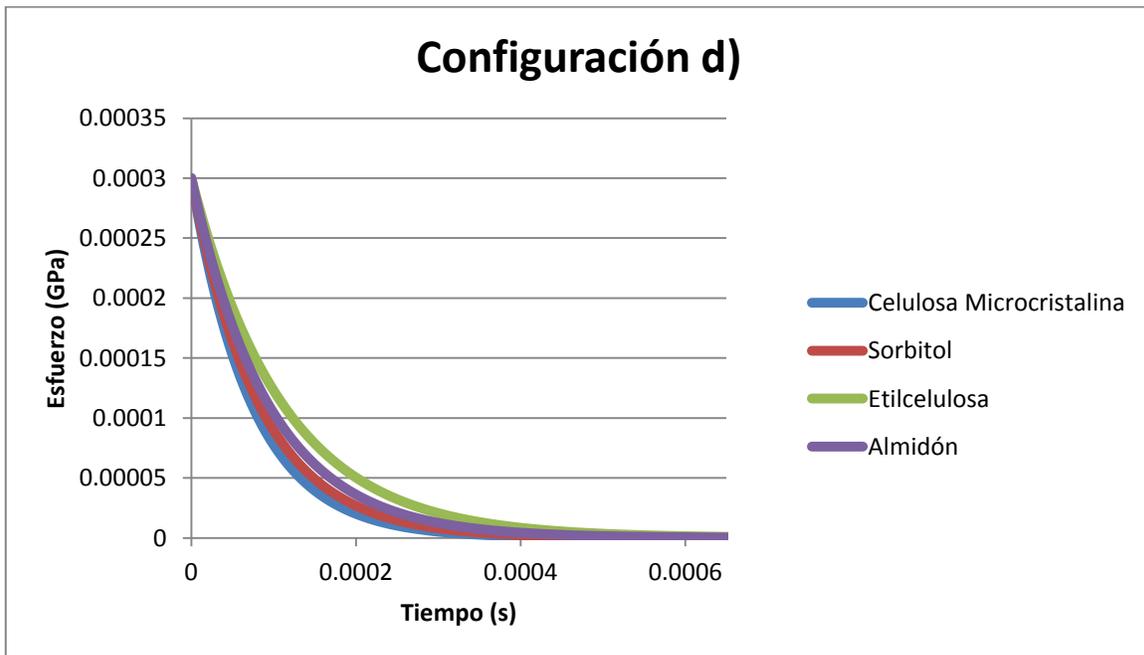
GRÁFICA 5.1.2-2 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A) Y PRUEBA DE RELAJACIÓN



GRÁFICA 5.1.2-3 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B) Y PRUEBA DE RELAJACIÓN

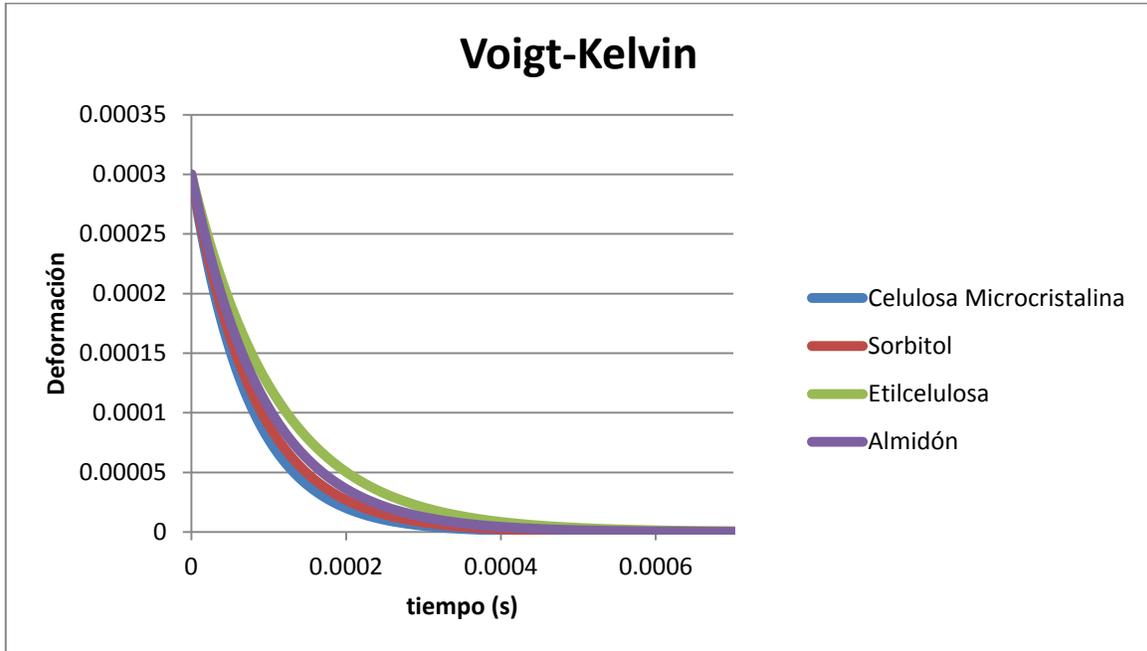


GRÁFICA 5.1.2-4 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN C) Y PRUEBA DE RELAJACIÓN

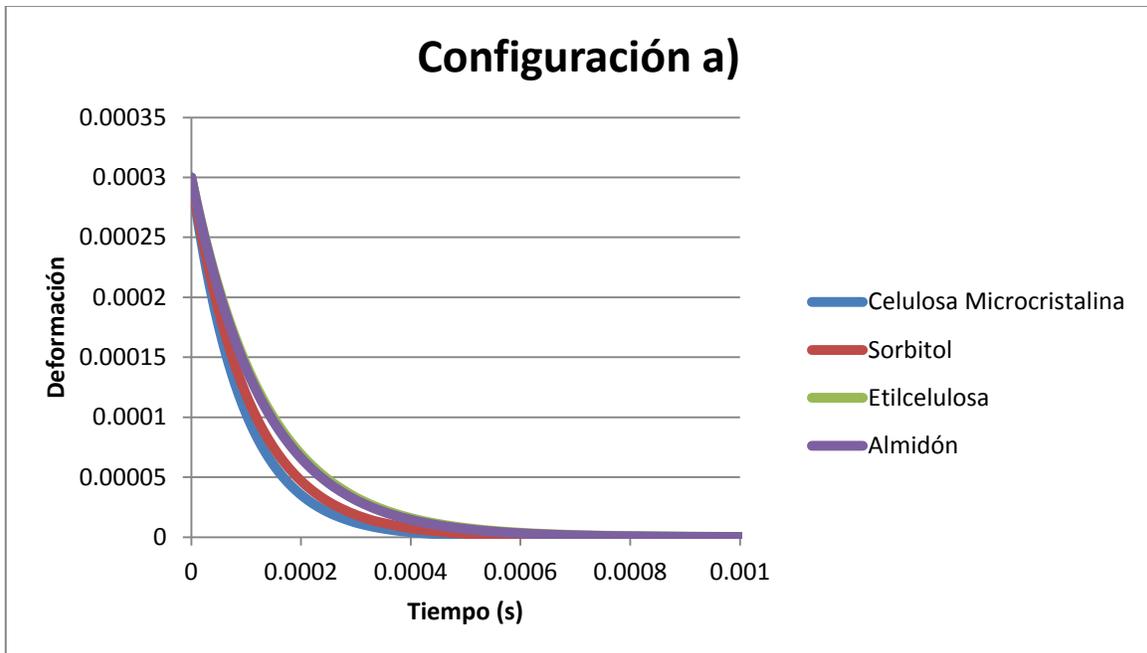


GRÁFICA 5.1.2-5 GRÁFICA DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN D) Y PRUEBA DE RELAJACIÓN

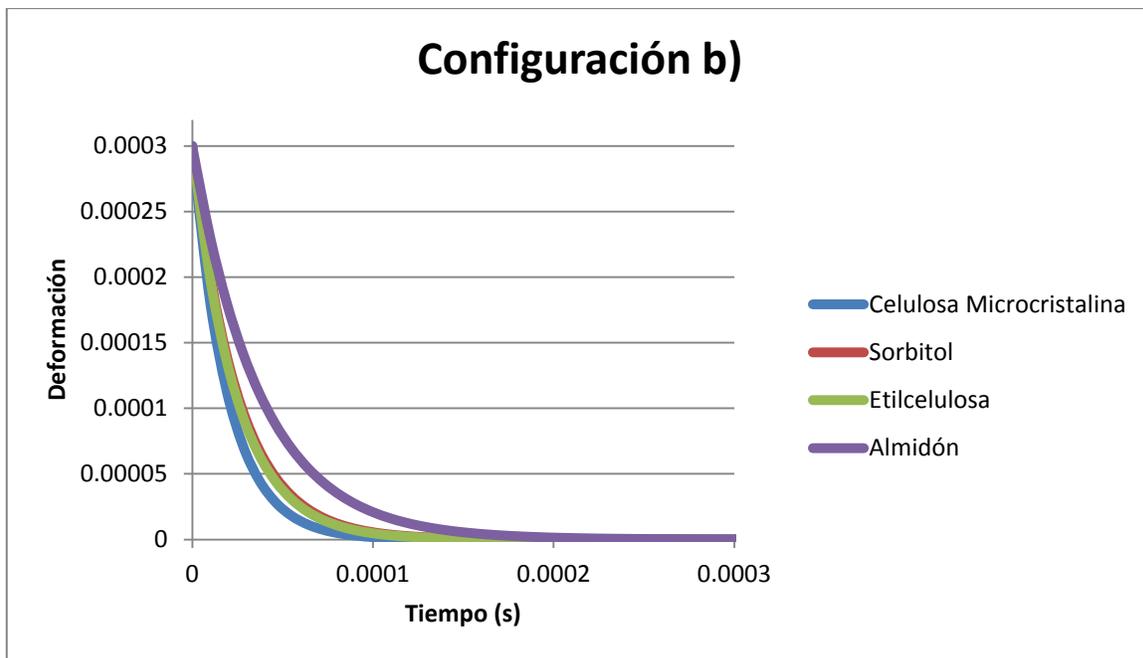
5.1.3. Recuperación



GRÁFICA 5.1.3-1 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN VOIGT-KELVIN Y PRUEBA DE RECUPERACIÓN



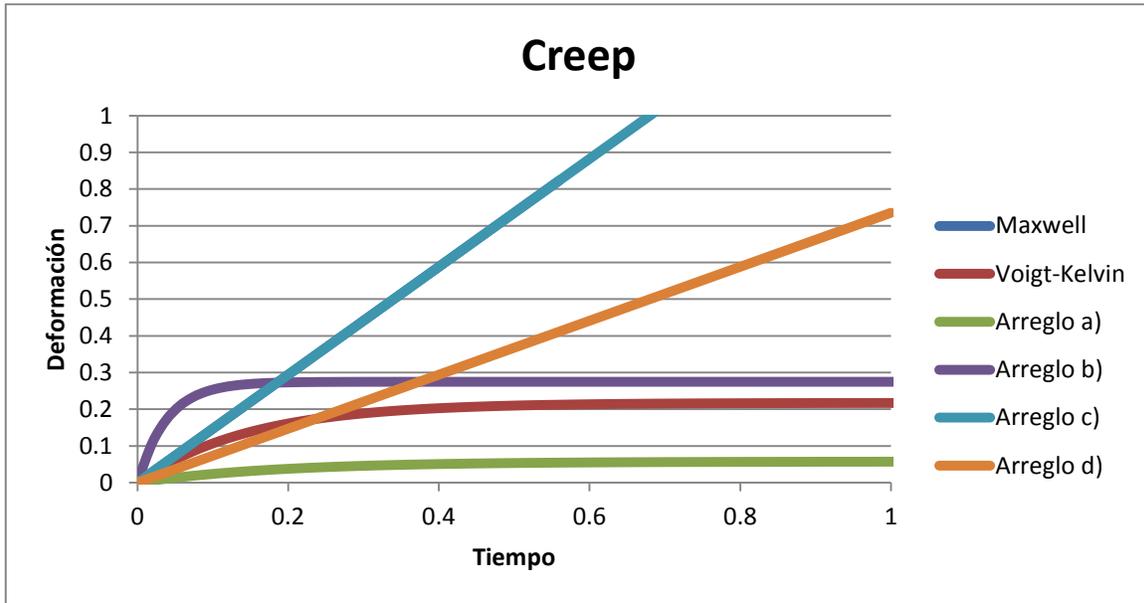
GRÁFICA 5.1.3-2 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A) Y PRUEBA DE RECUPERACIÓN



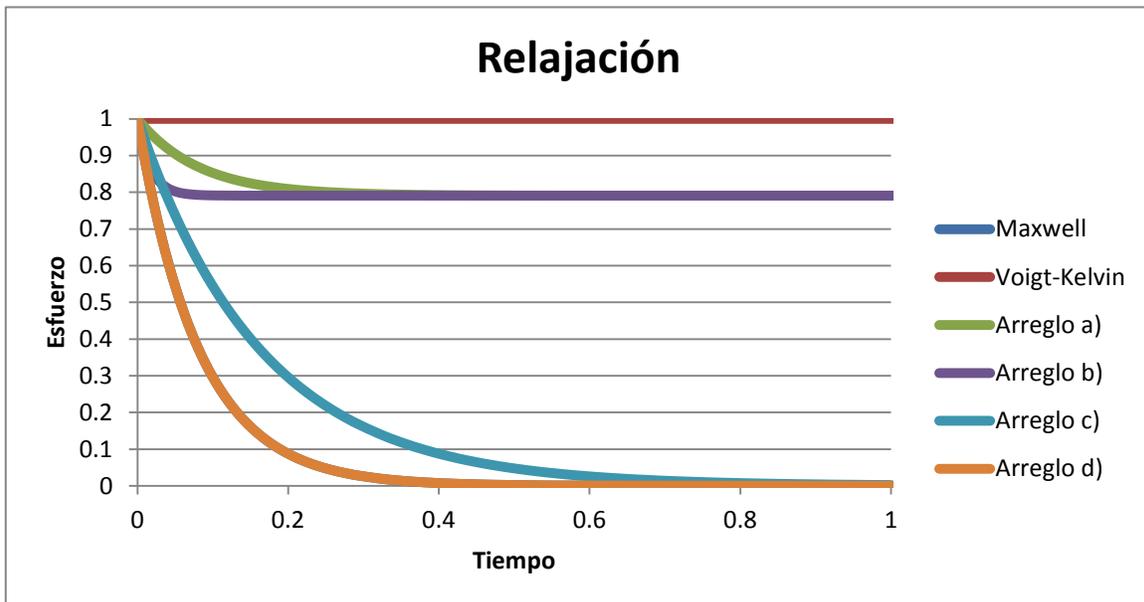
GRÁFICA 5.1.3-3 GRÁFICA DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B) Y PRUEBA DE RECUPERACIÓN

5.2. GRÁFICAS POR ESTRUCTURA QUÍMICA

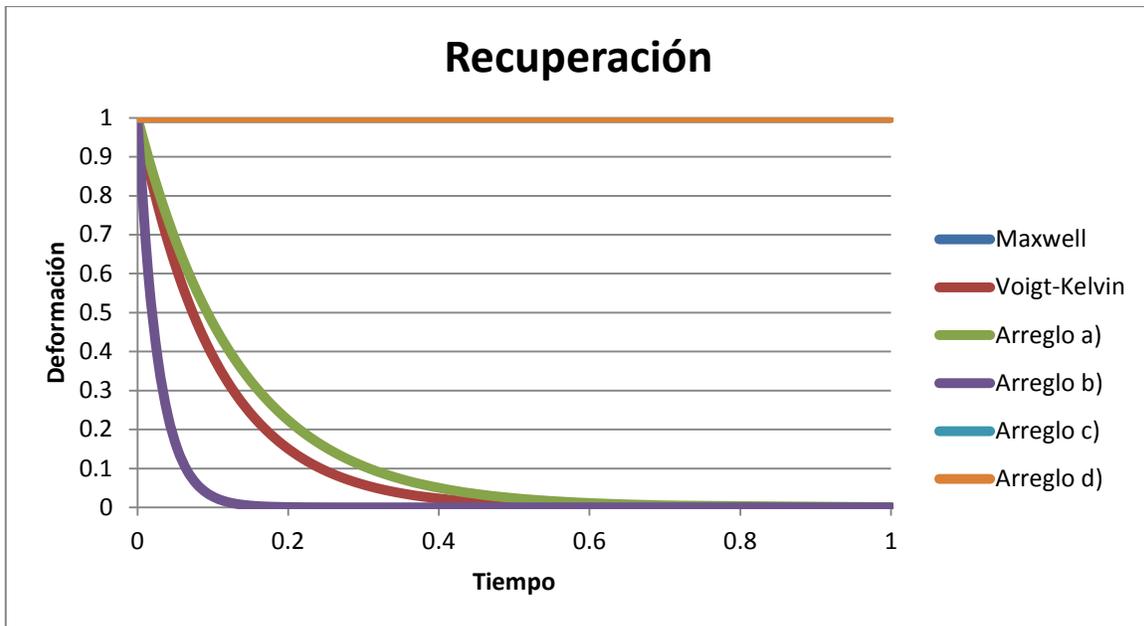
5.2.1. Celulosa microcristalina



GRÁFICA 5.2.1-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

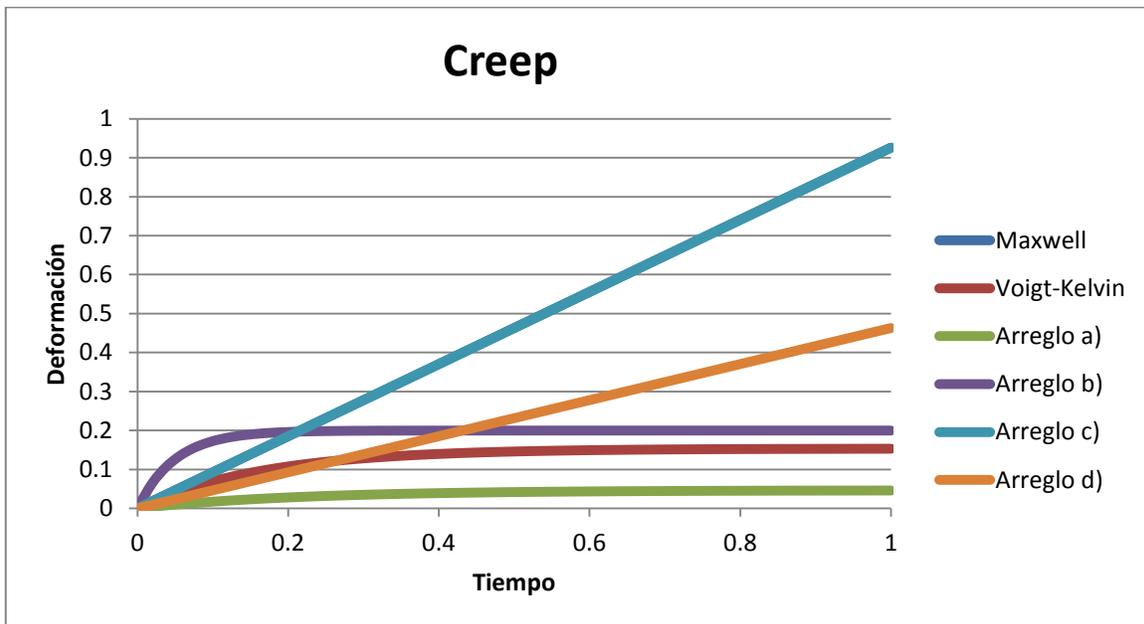


GRÁFICA 5.2.1-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

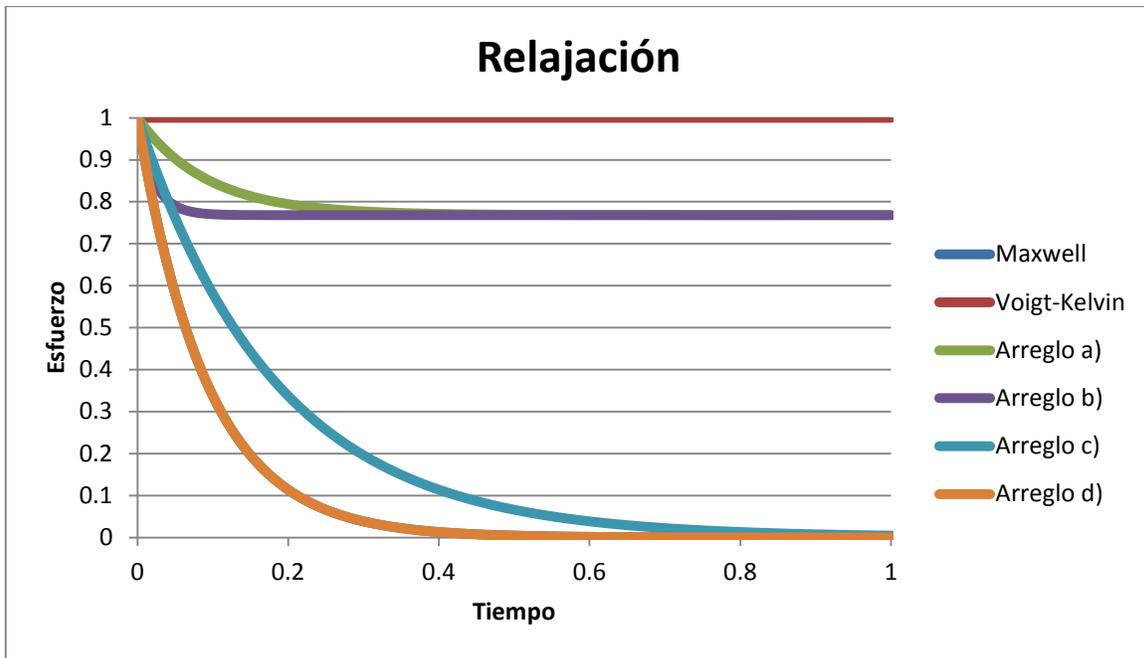


GRÁFICA 5.2.1-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

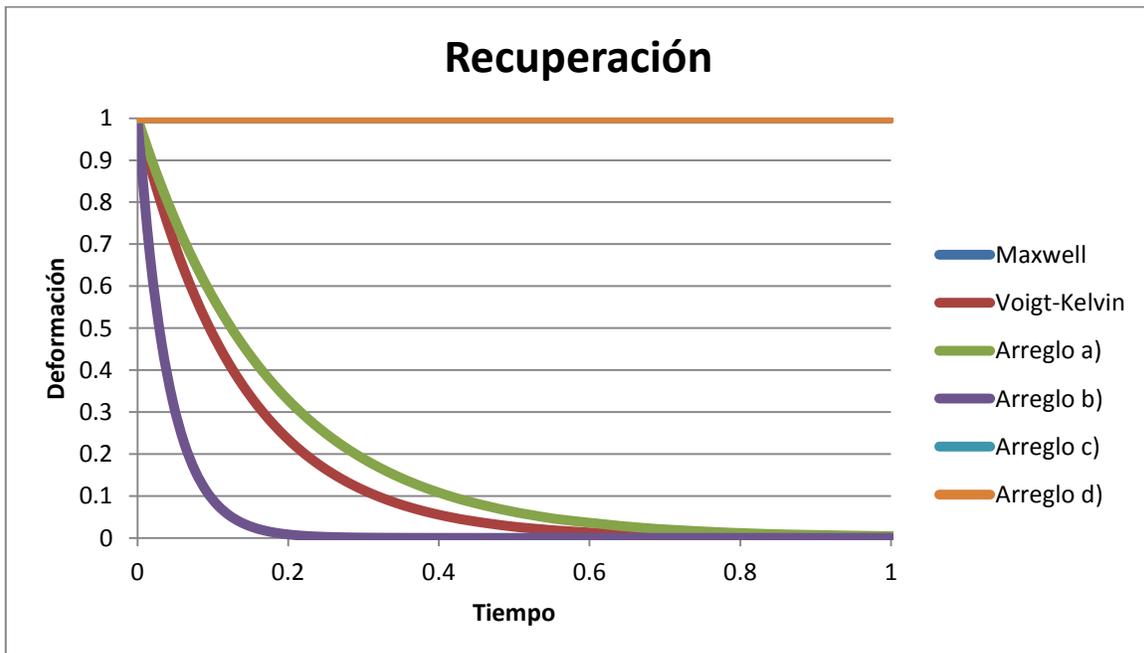
5.2.2. Sorbitol



GRÁFICA 5.2.2-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) PARA SORBITOL

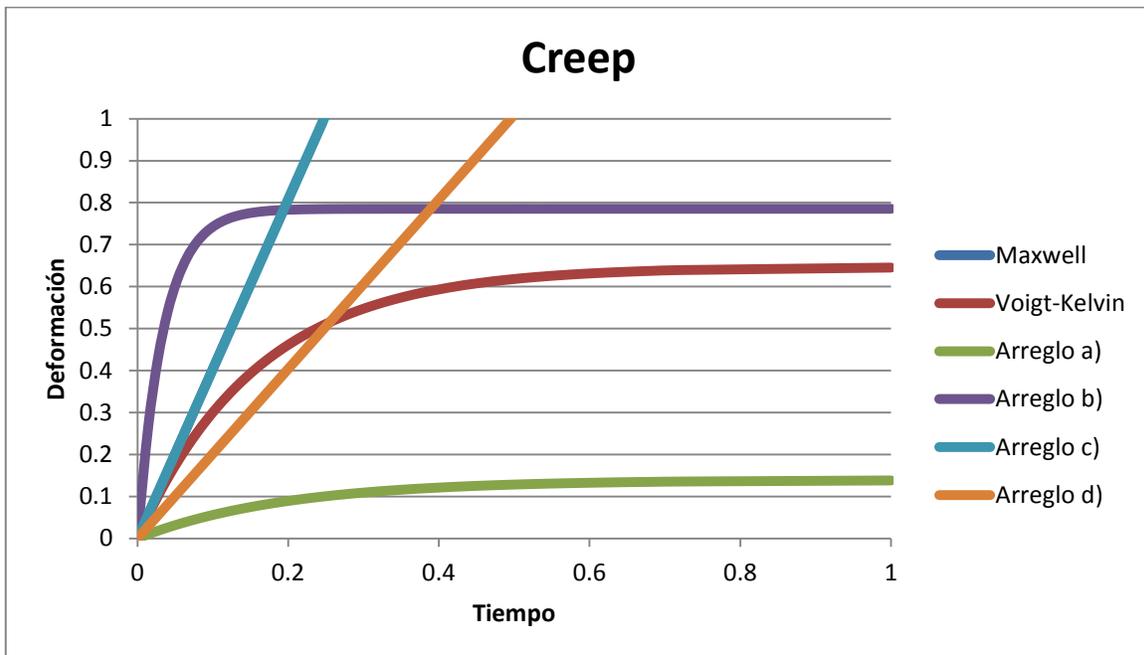


GRÁFICA 5.2.2-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN PARA SORBITOL

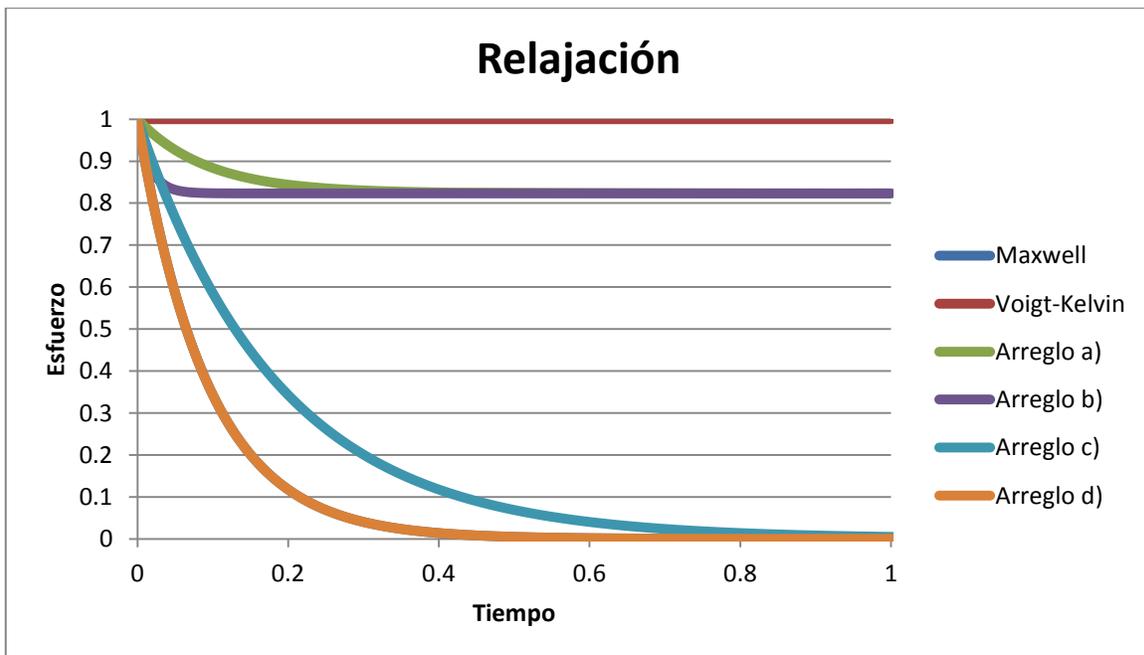


GRÁFICA 5.2.2-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN PARA SORBITOL

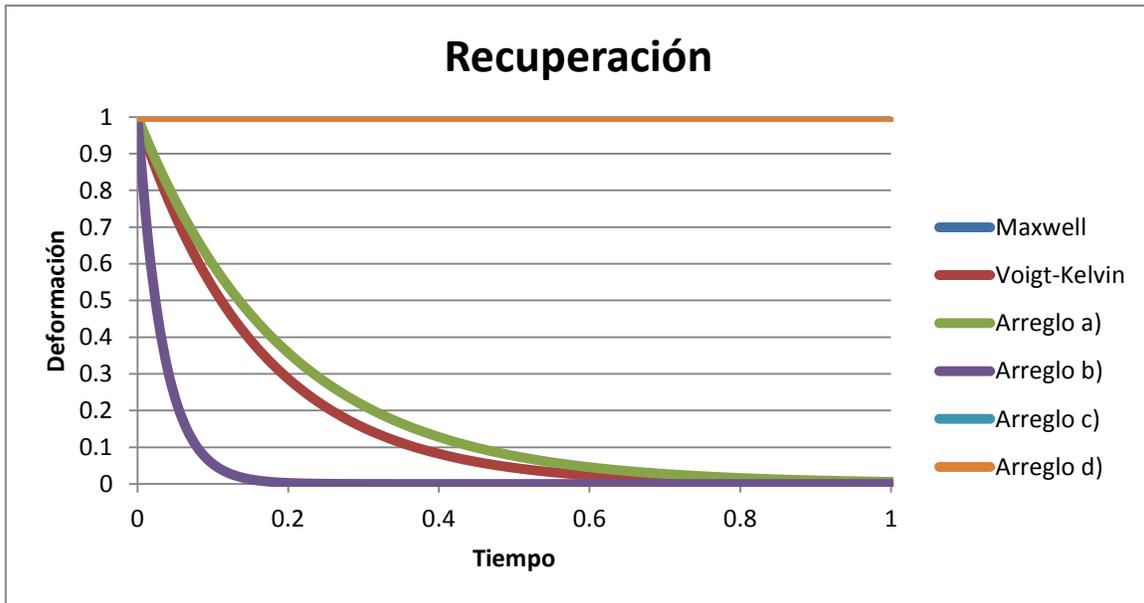
5.2.3. Etilcelulosa



GRÁFICA 5.2.3-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) PARA ETILCELULOSA

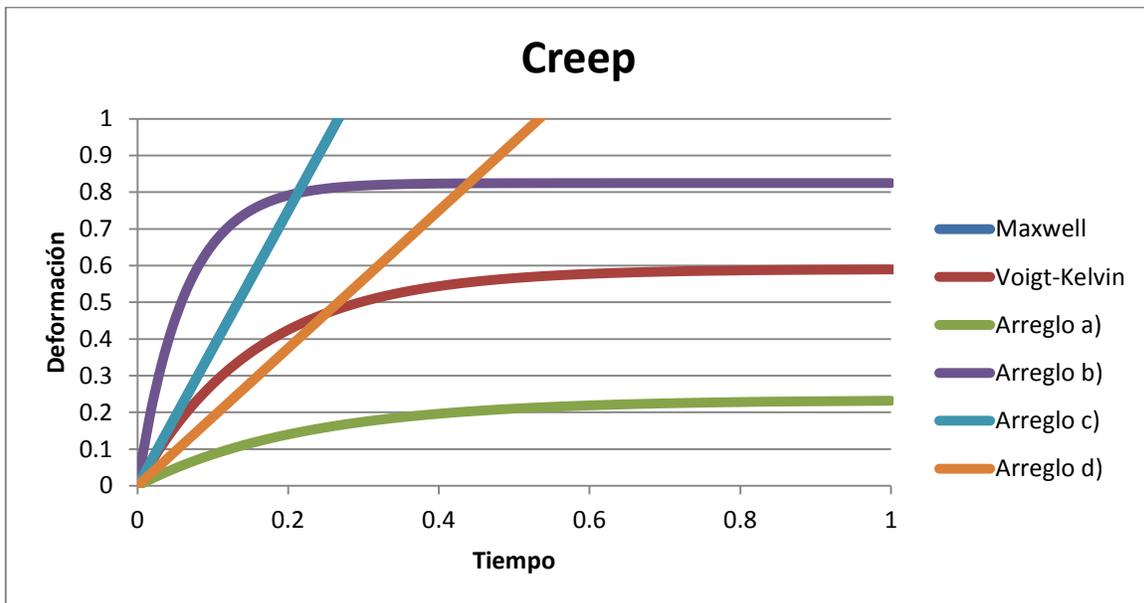


GRÁFICA 5.2.3-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN PARA ETILCELULOSA

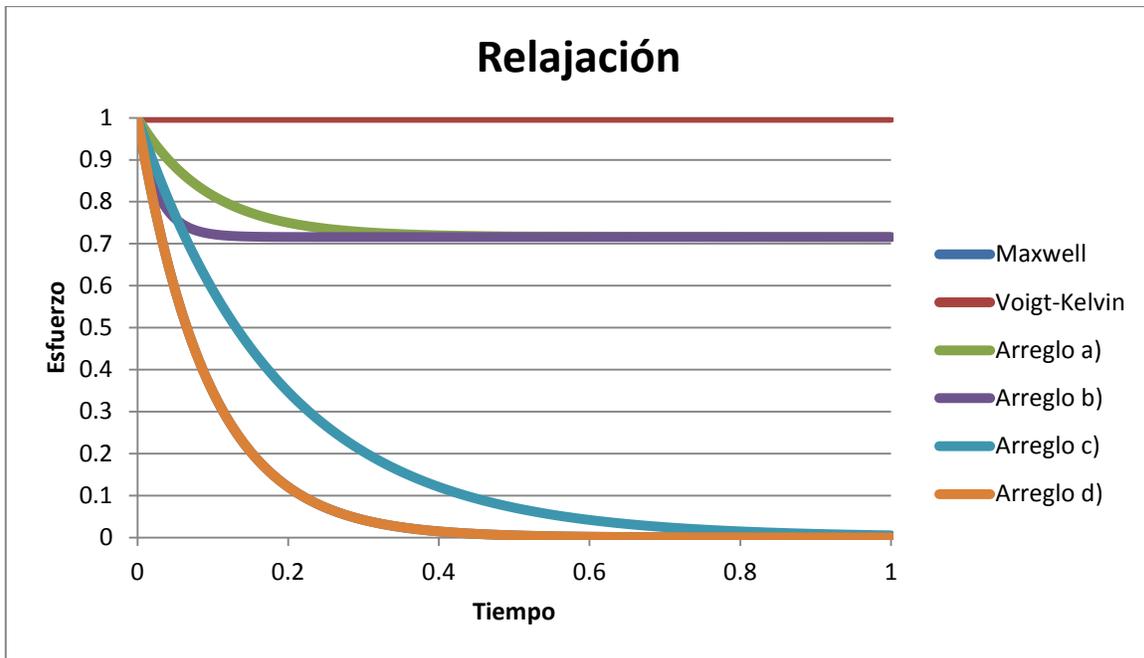


GRÁFICA 5.2.3-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN PARA ETILCELULOSA

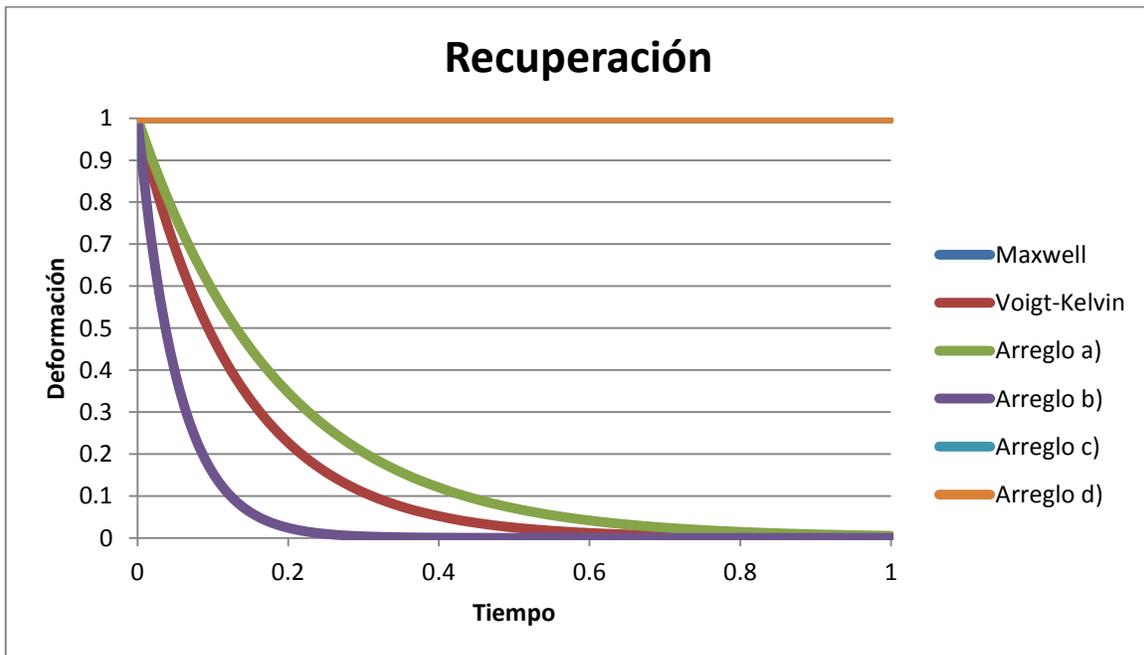
5.2.4. Almidón



GRÁFICA 5.2.4-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) PARA ALMIDÓN

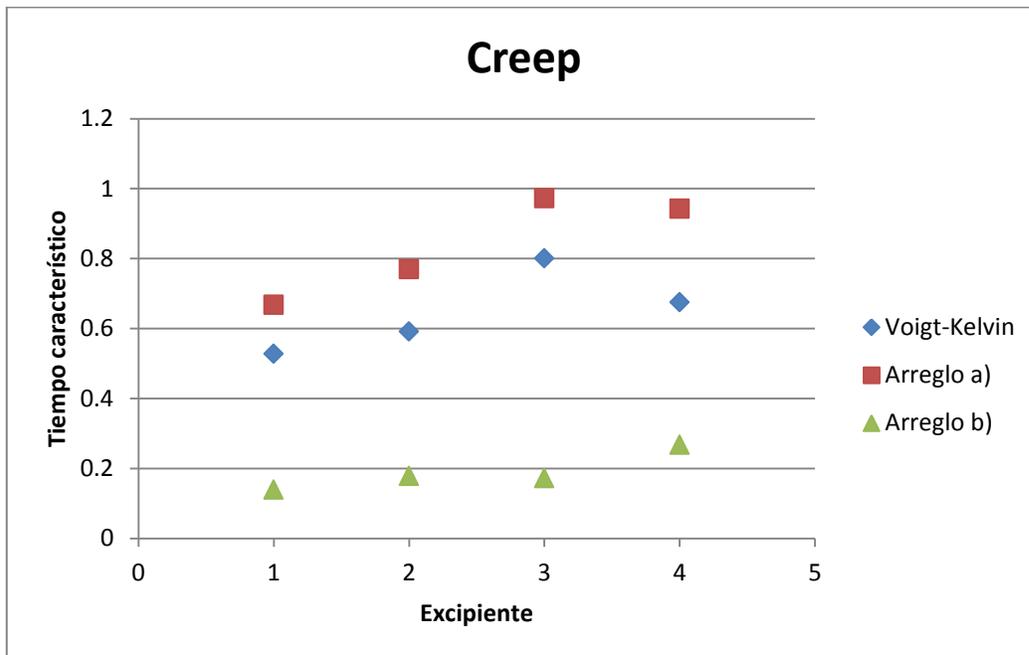


GRÁFICA 5.2.4-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN PARA ALMIDÓN

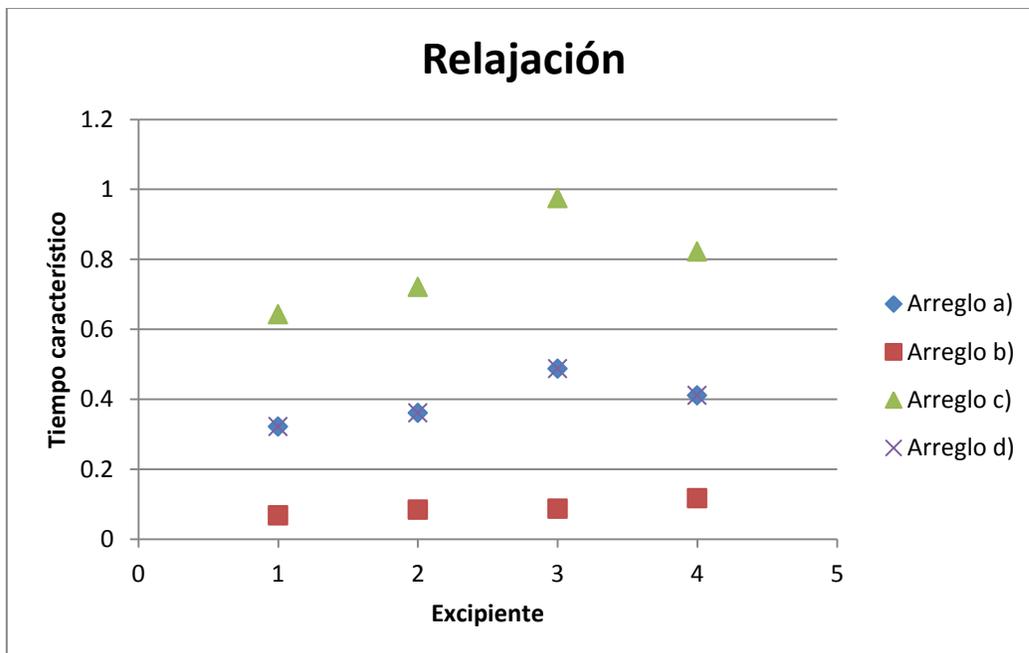


GRÁFICA 5.2.4-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN PARA ALMIDÓN

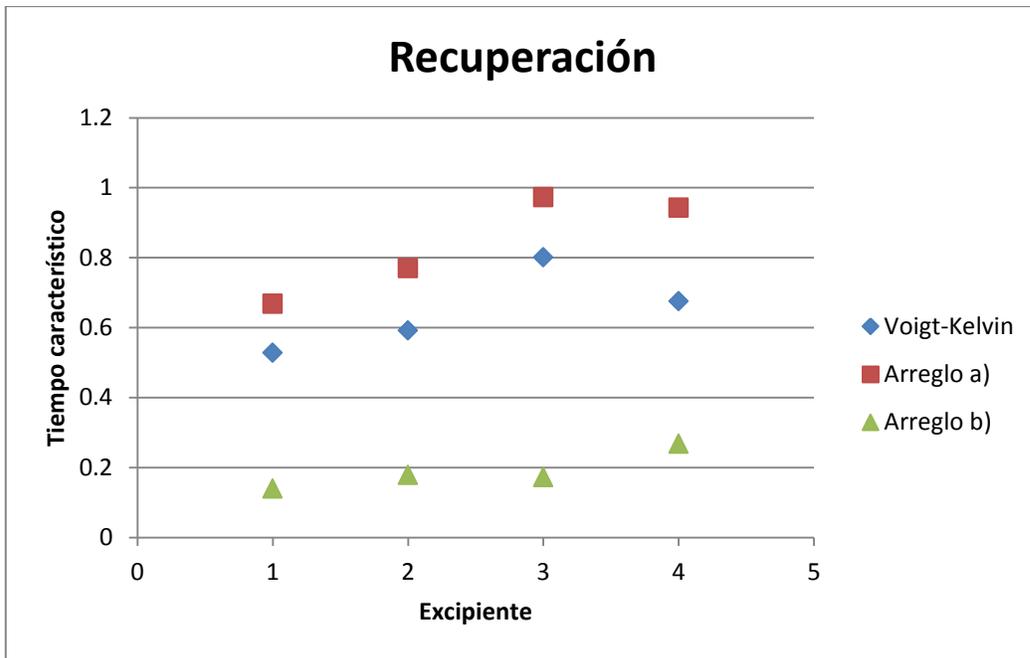
5.3. TIEMPOS CARACTERÍSTICOS



GRÁFICA 5.3-1 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE TIEMPOS CARACTERÍSTICOS PARA LA PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP)



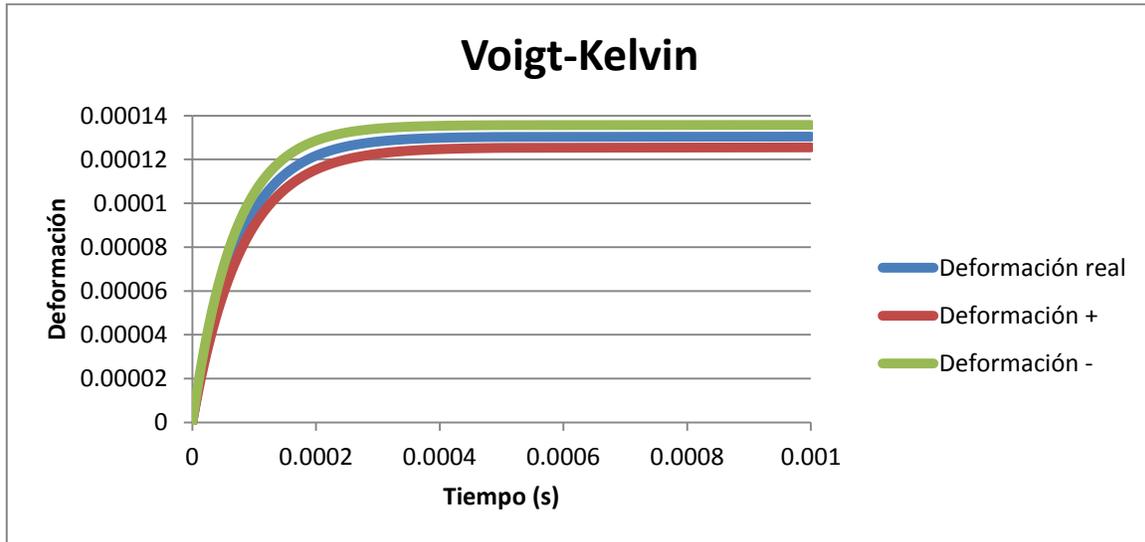
GRÁFICA 5.3-2 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE TIEMPOS CARACTERÍSTICOS CONTRA EXCIPIENTE PARA LA PRUEBA DE RELAJACIÓN



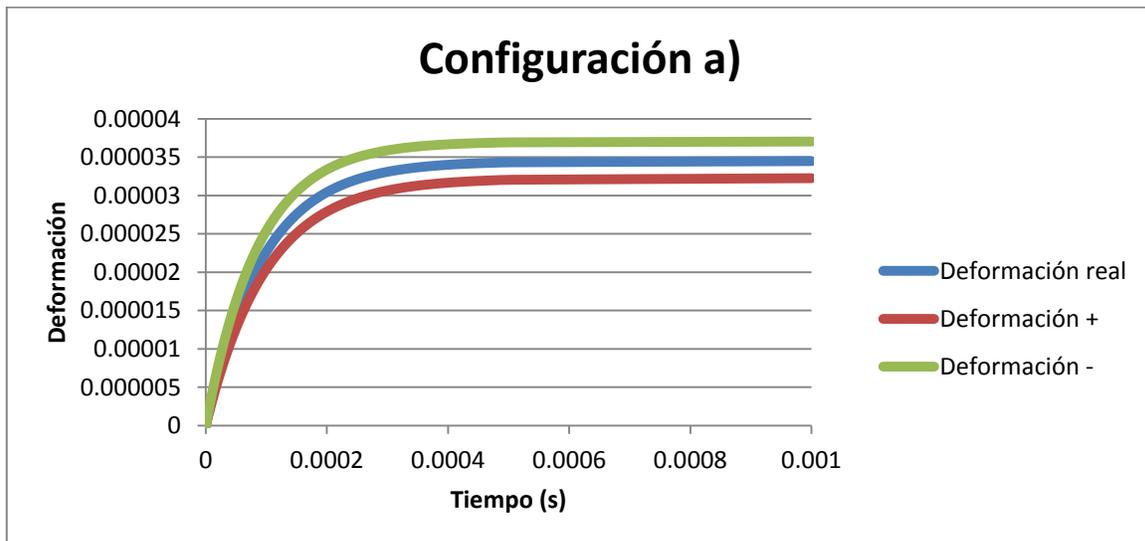
GRÁFICA 5.3-3 GRÁFICA ADIMENSIONAL DE TIEMPOS CARACTERÍSTICOS CONTRA EXCIPIENTE PARA LA PRUEBA DE RECUPERACIÓN

5.4. GRÁFICAS CON DESVIACIÓN ESTÁNDAR

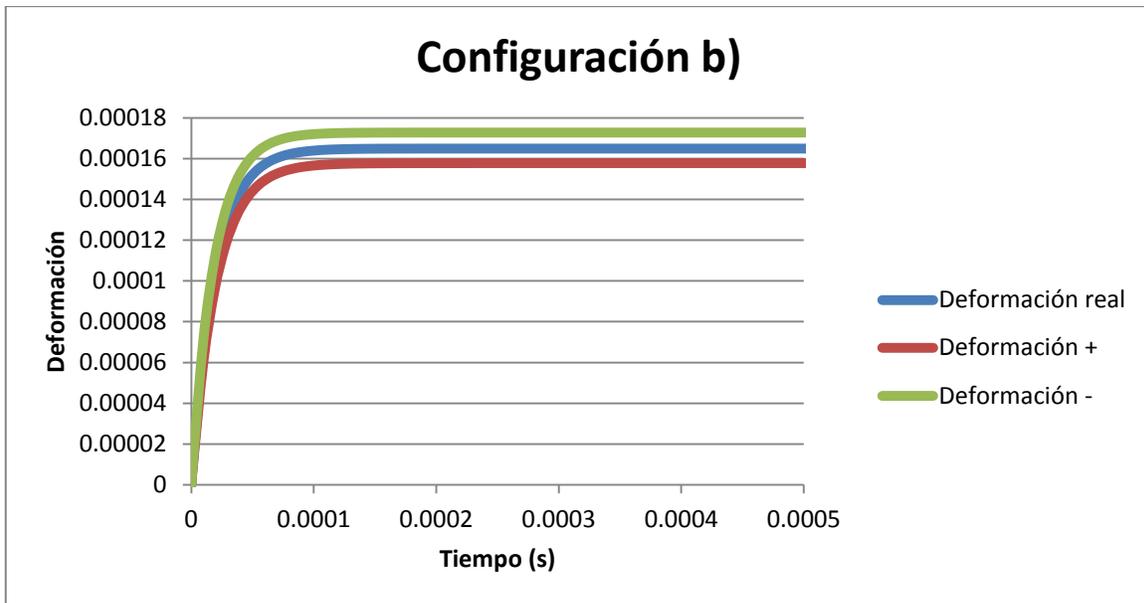
5.4.1. Celulosa Microcristalina – Creep



GRÁFICA 5.4.1-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN VOIGT-KELVIN PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

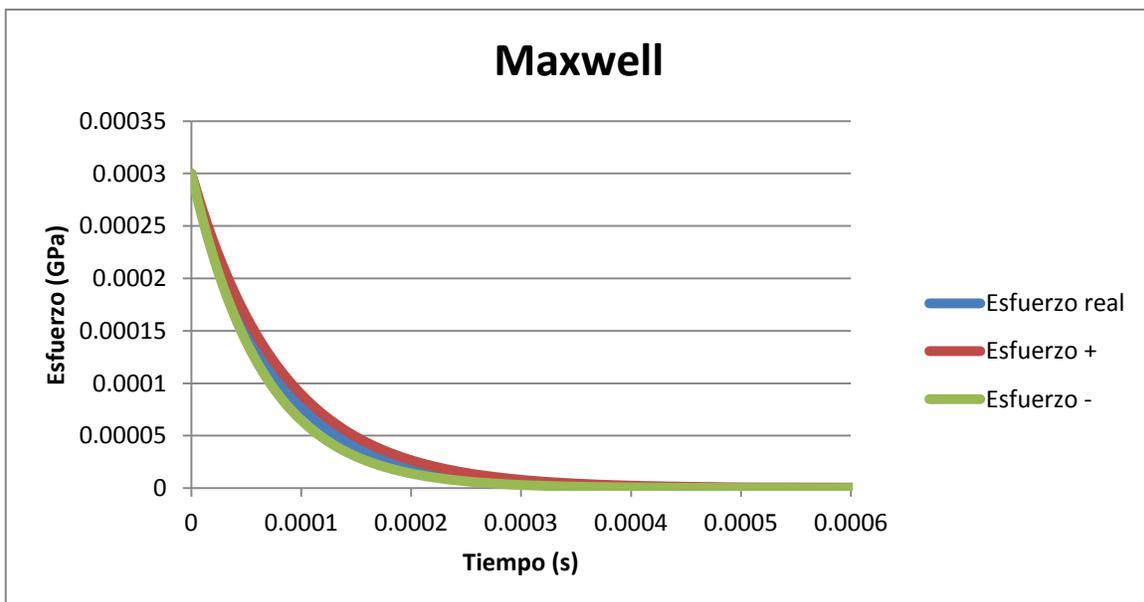


GRÁFICA 5.4.1-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN A) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

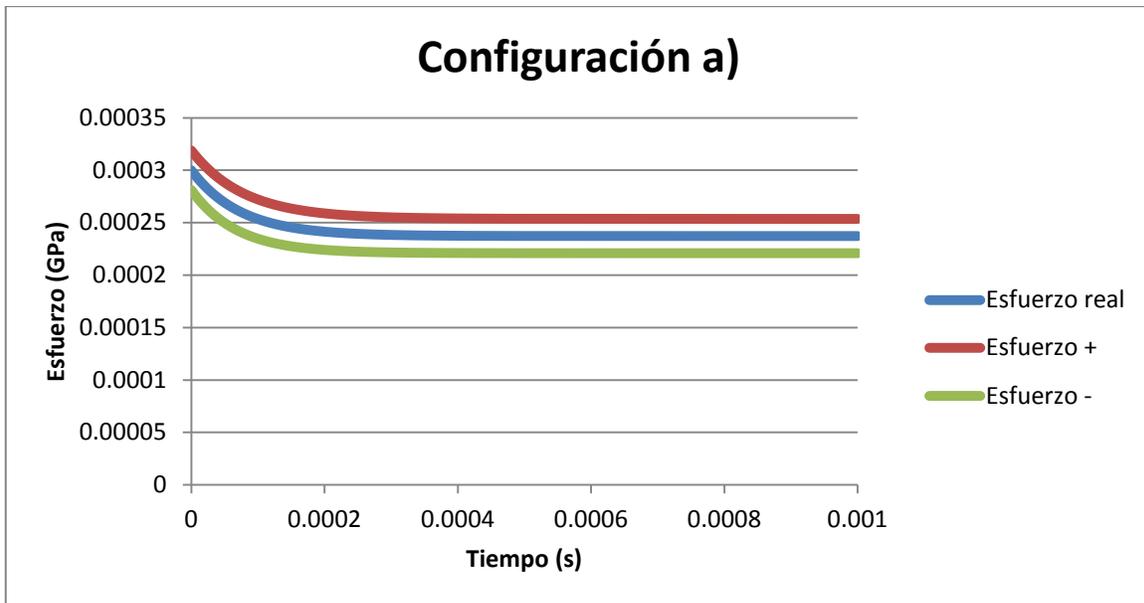


GRÁFICA 5.4.1-3 GRÁFICA DE DESVIACION ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN B) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

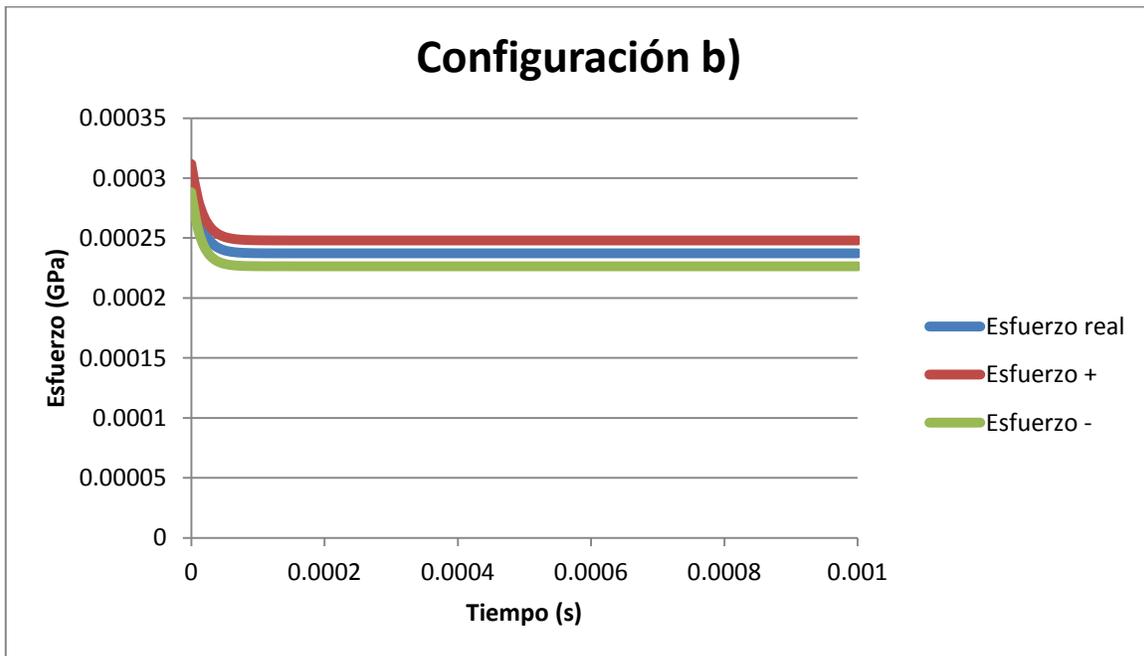
5.4.2. Celulosa Microcristalina – Relajación



GRÁFICA 5.4.2-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN MAXWELL PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

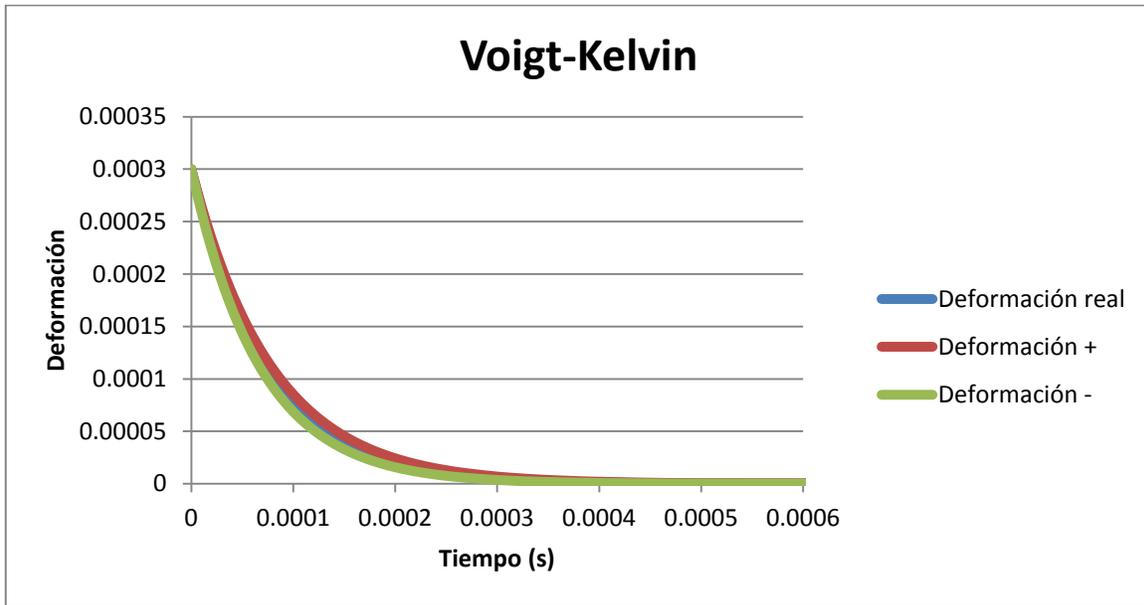


GRÁFICA 5.4.2-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN A) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA



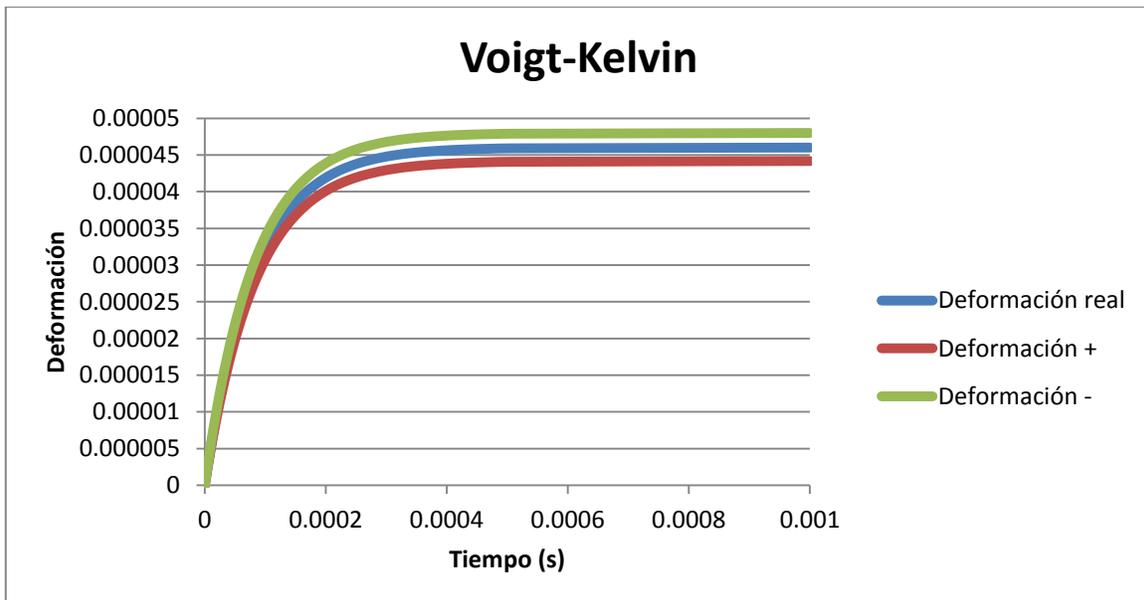
GRÁFICA 5.4.2-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

5.4.3. Celulosa Microcristalina – Recuperación

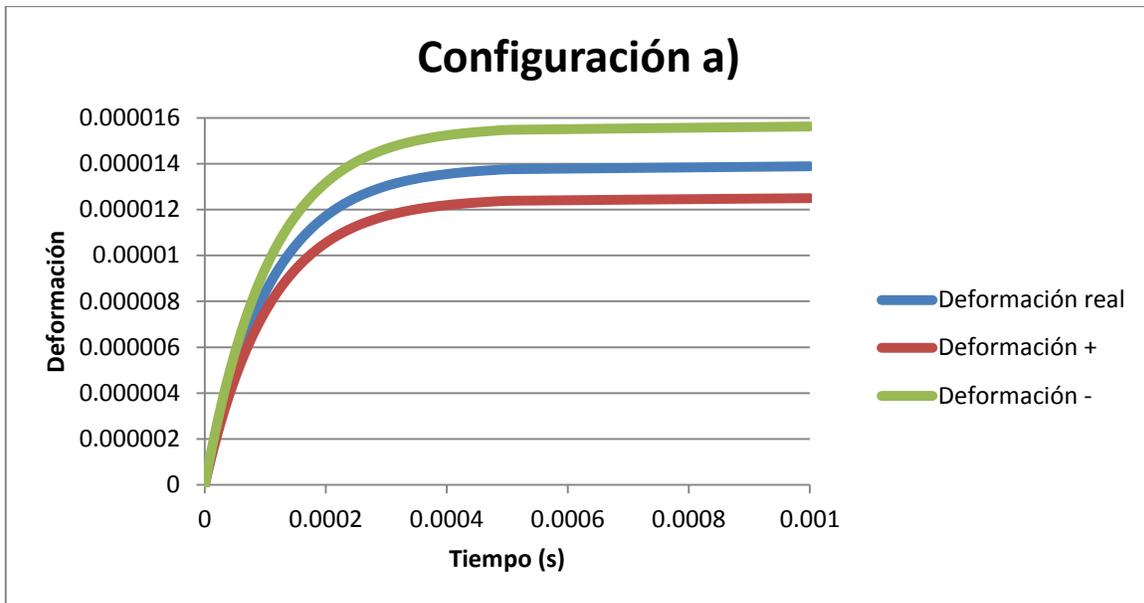


GRÁFICA 5.4.3-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA CELULOSA MICROCRISTALINA

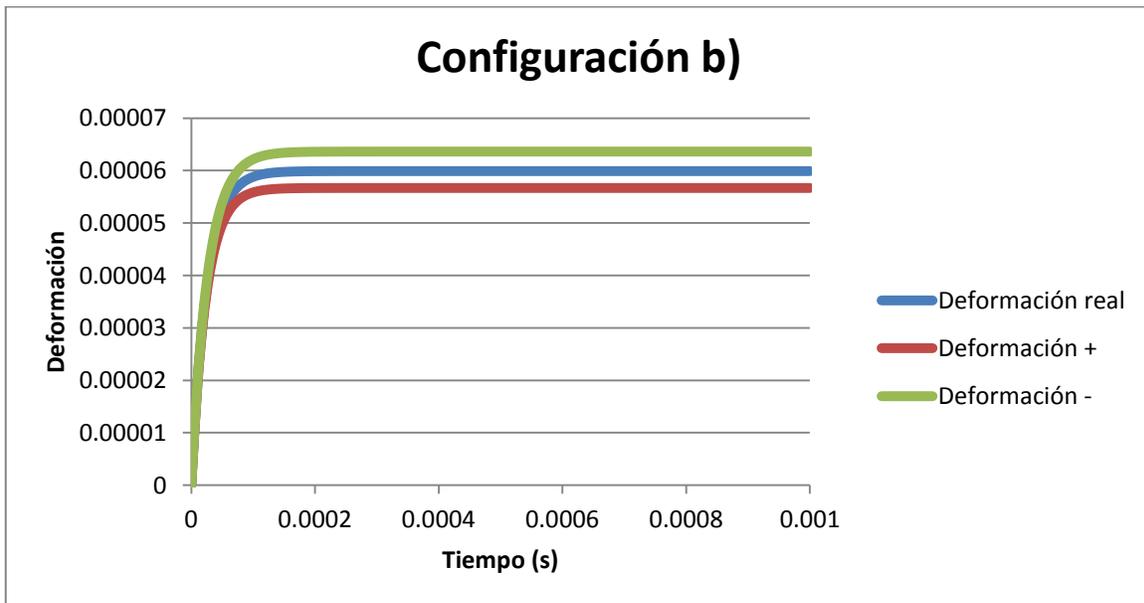
5.4.4. Sorbitol – Deformación a esfuerzo constante (Creep)



GRÁFICA 5.4.4-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA SORBITOL

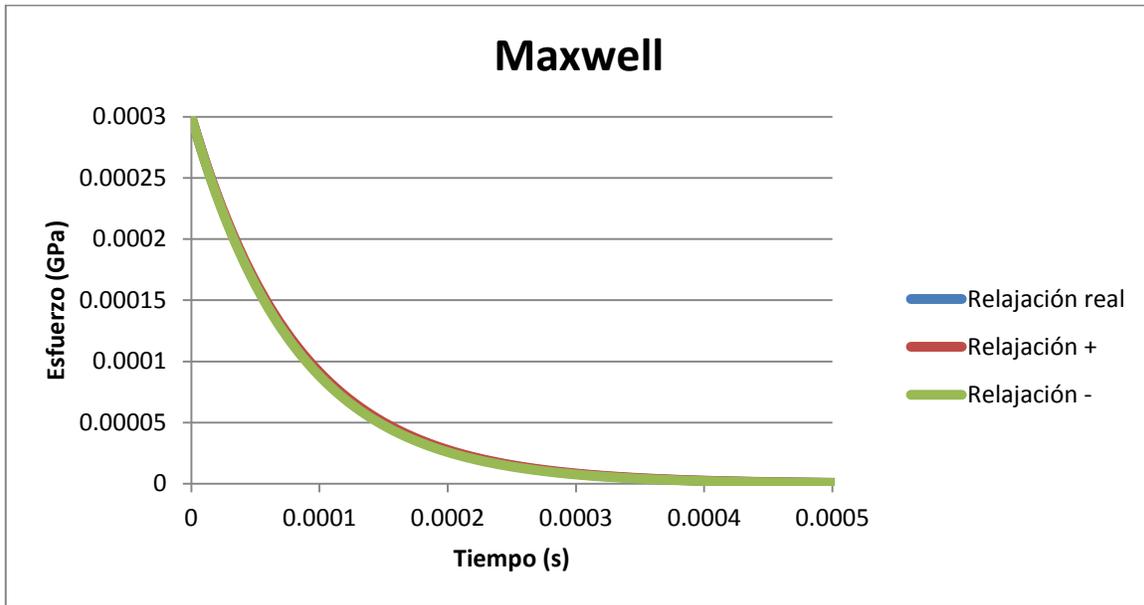


GRÁFICA 5.4.4-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN A) PARA SORBITOL

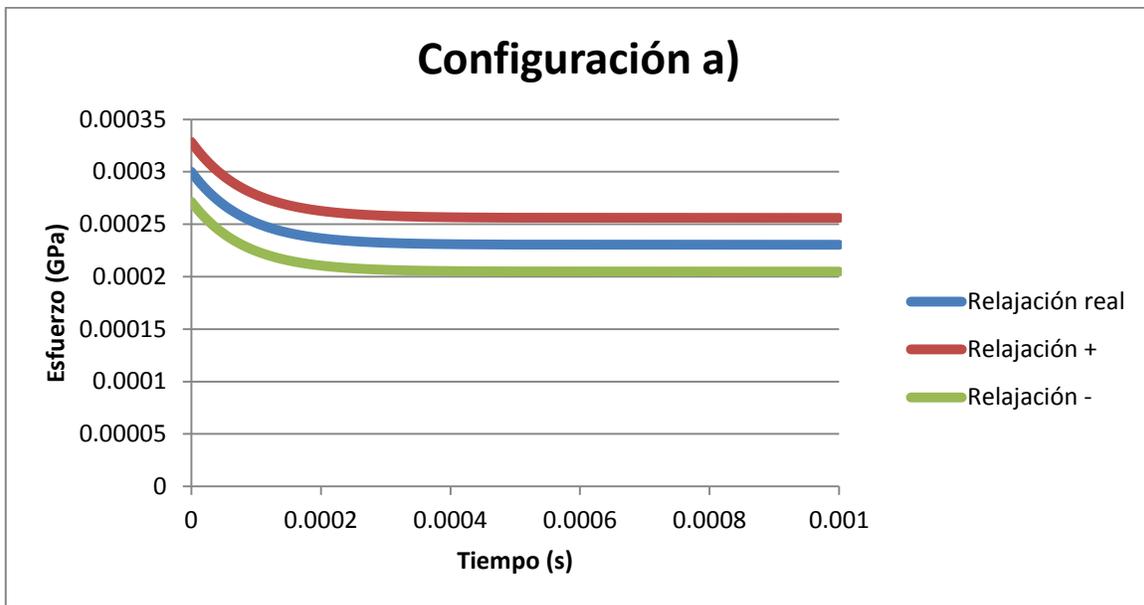


GRÁFICA 5.4.4-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN B) PARA SORBITOL

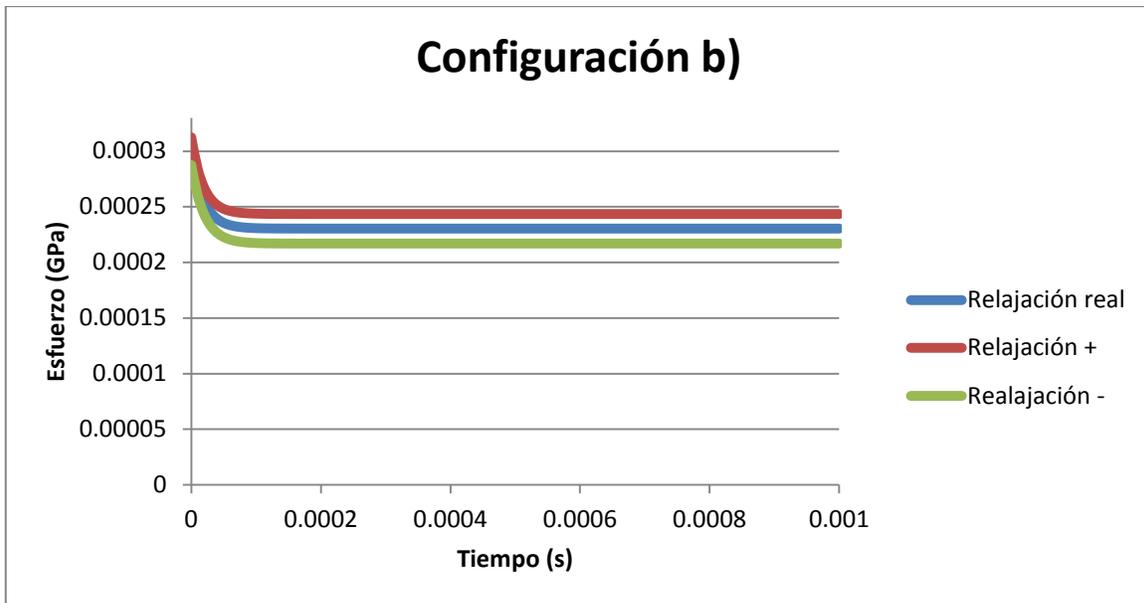
5.4.5. Sorbitol – Relajación



GRÁFICA 5.4.5-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN MAXWELL PARA SORBITOL

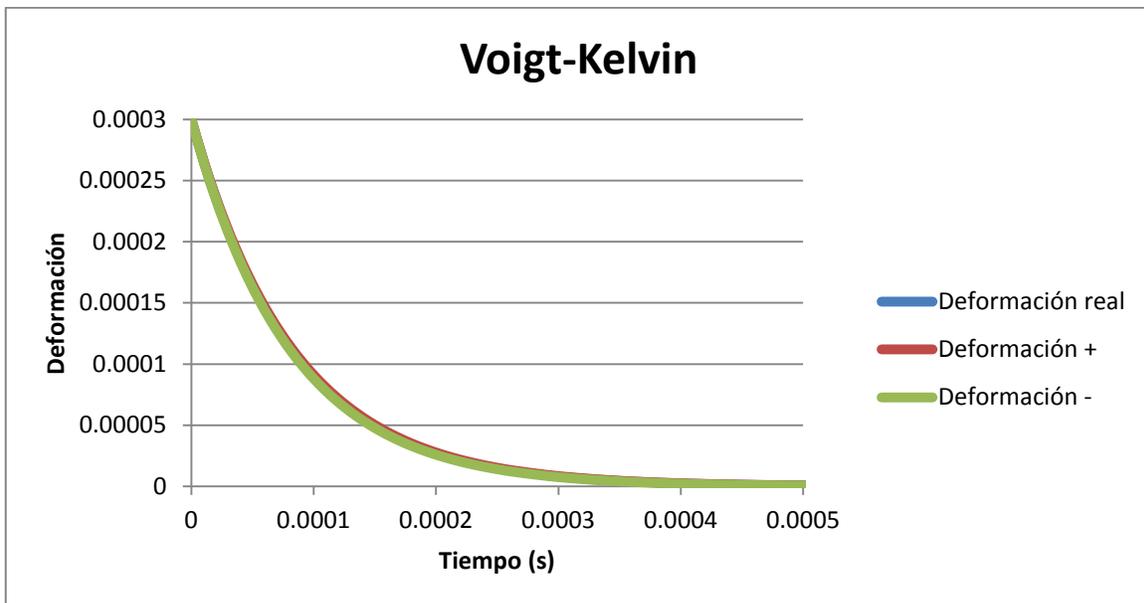


GRÁFICA 5.4.5-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN A) PARA SORBITOL

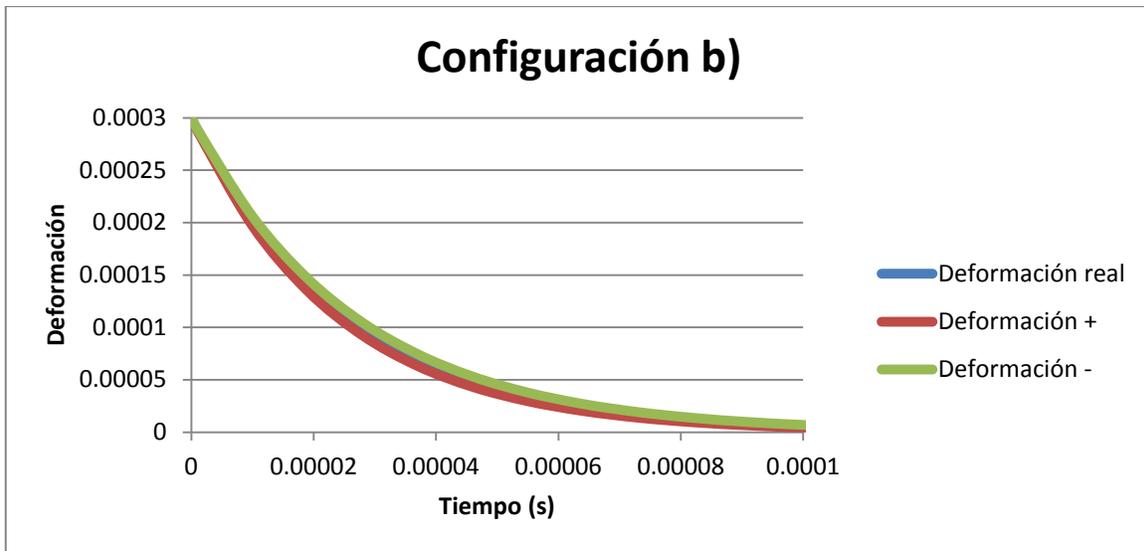


GRÁFICA 5.4.5-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA SORBITOL

5.4.6. Sorbitol – Recuperación

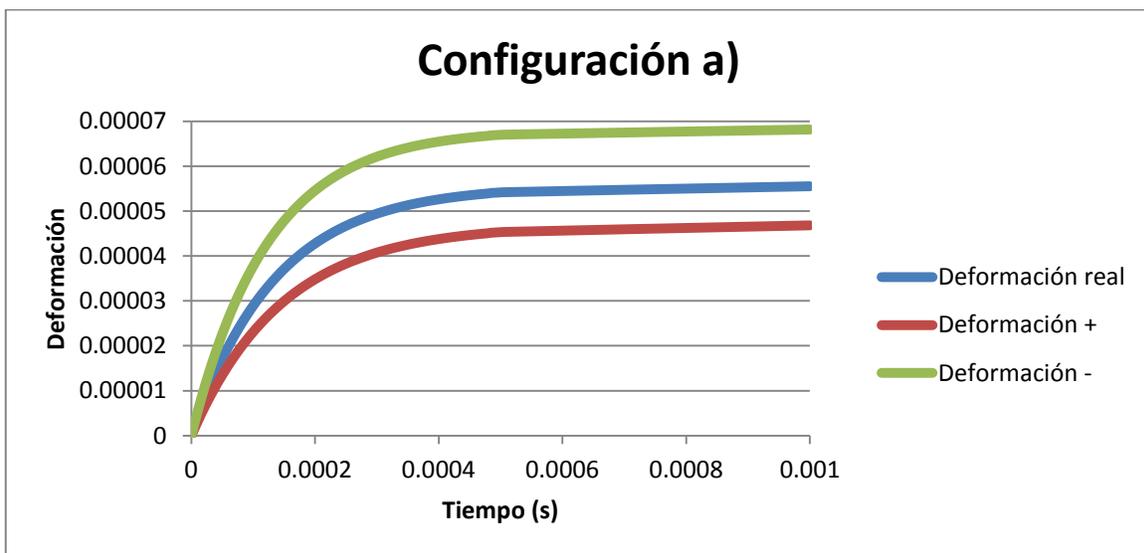


GRÁFICA 5.4.6-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA SORBITOL

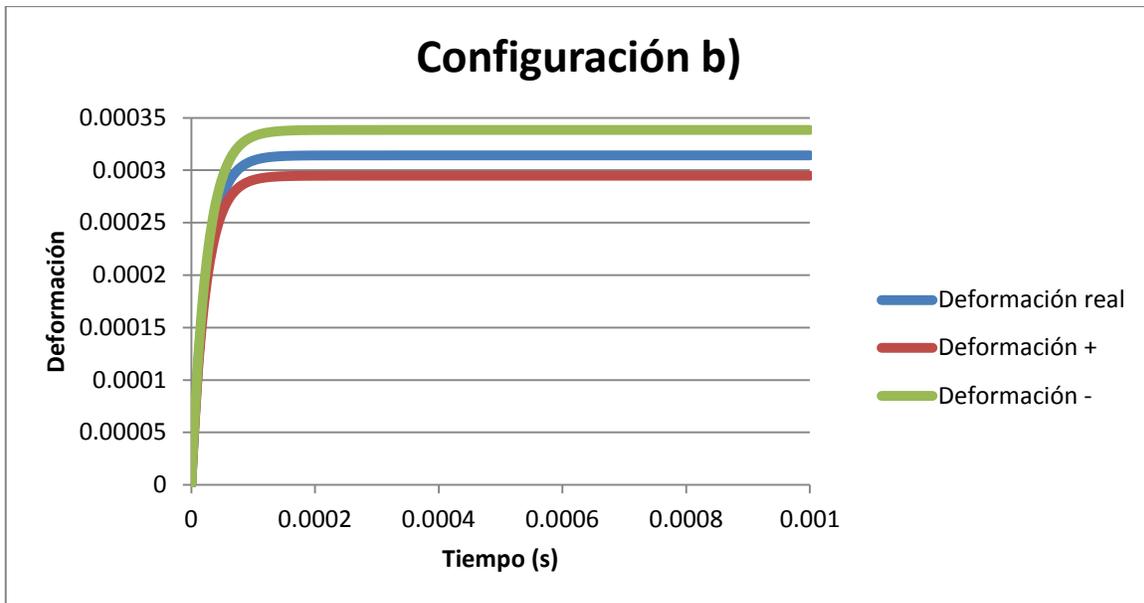


GRÁFICA 5.4.6-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA SORBITOL

5.4.7. Etilcelulosa - Creep

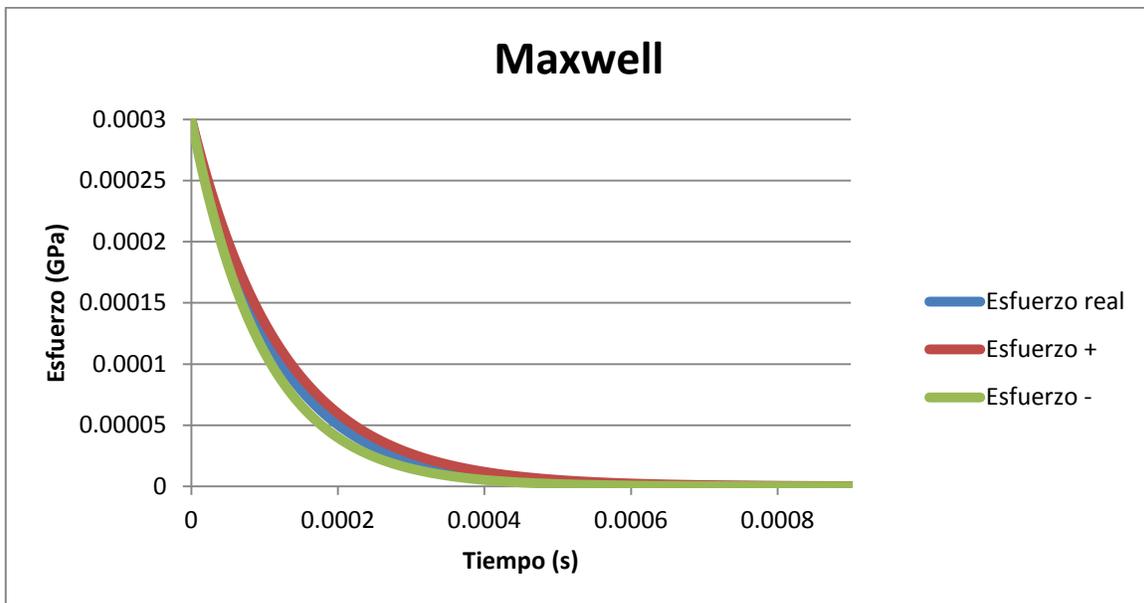


GRÁFICA 5.4.7-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN A) PARA ETILCELULOSA

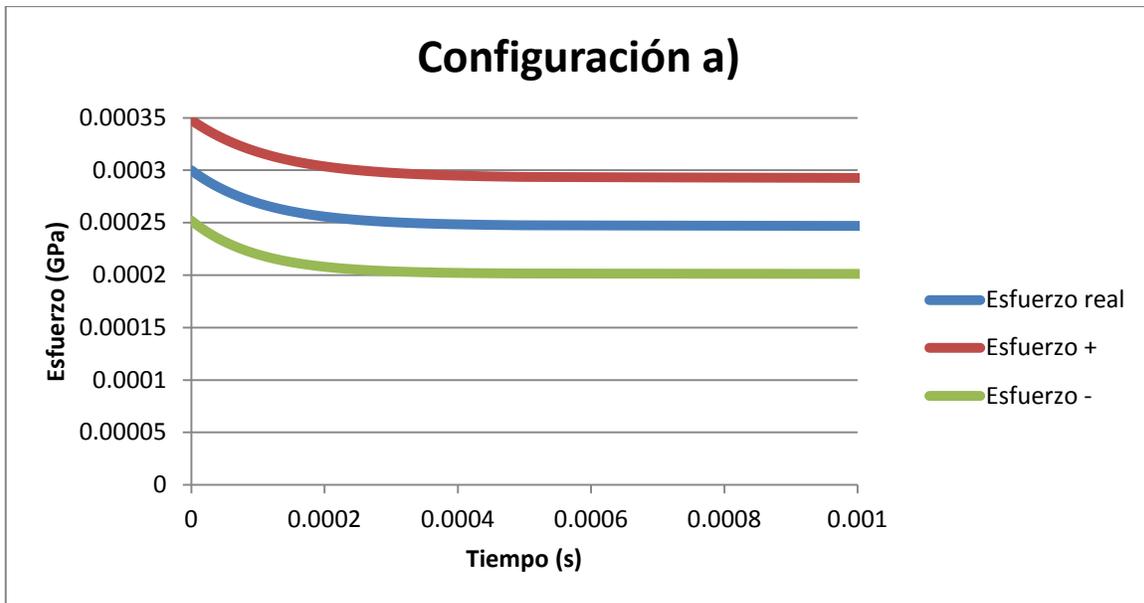


GRÁFICA 5.4.7-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN B) PARA ETILCELULOSA

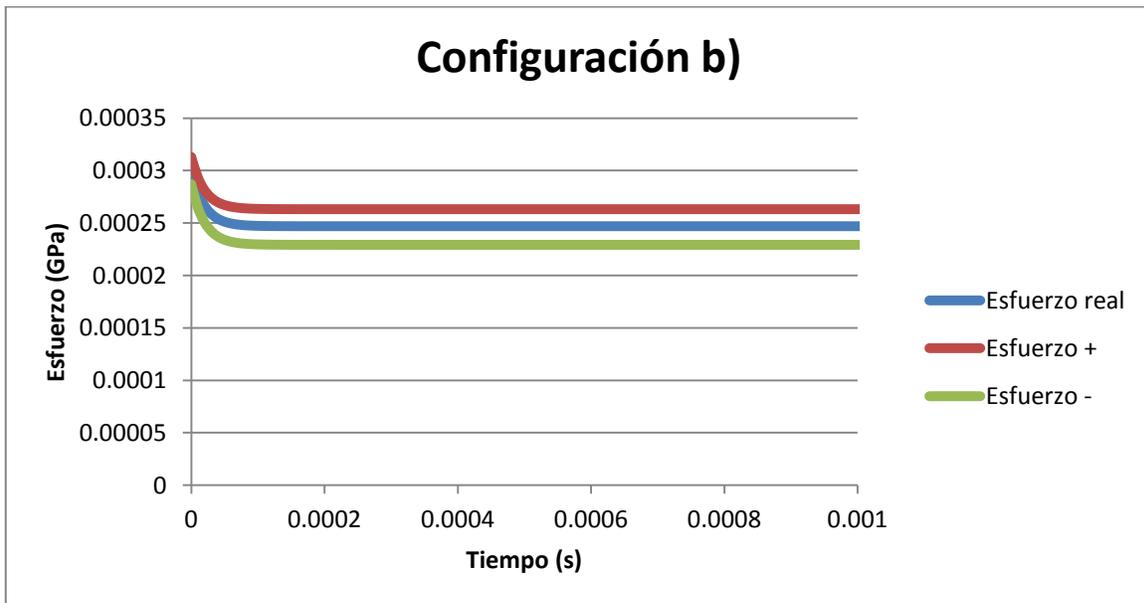
5.4.8. Etilcelulosa – Relajación



GRÁFICA 5.4.8-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN MAXWELL PARA ETILCELULOSA

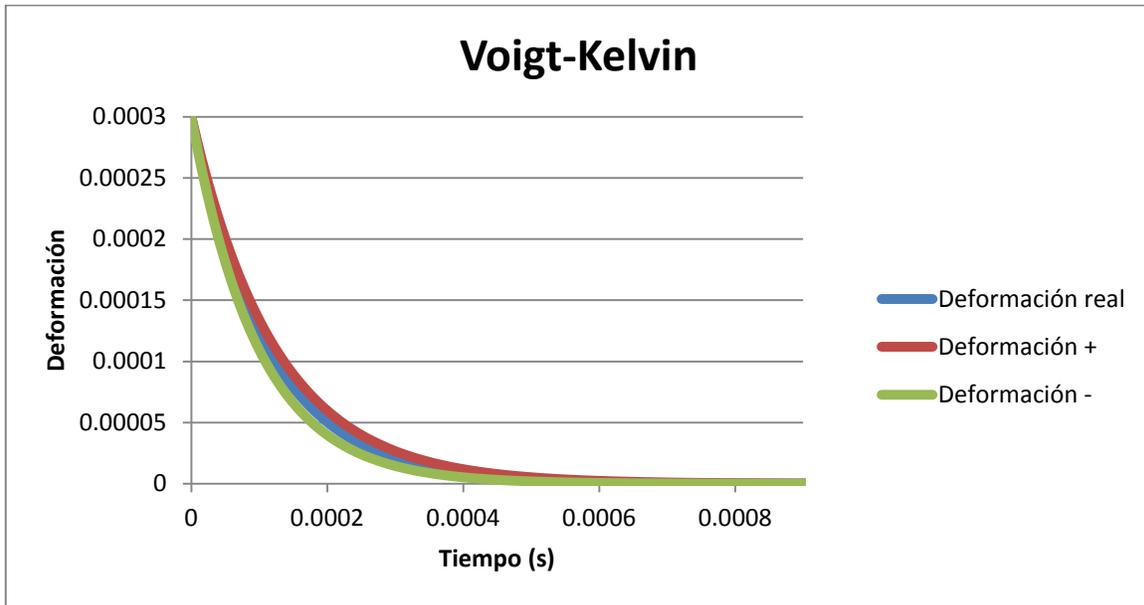


GRÁFICA 5.4.8-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN A) PARA ETILCELULOSA

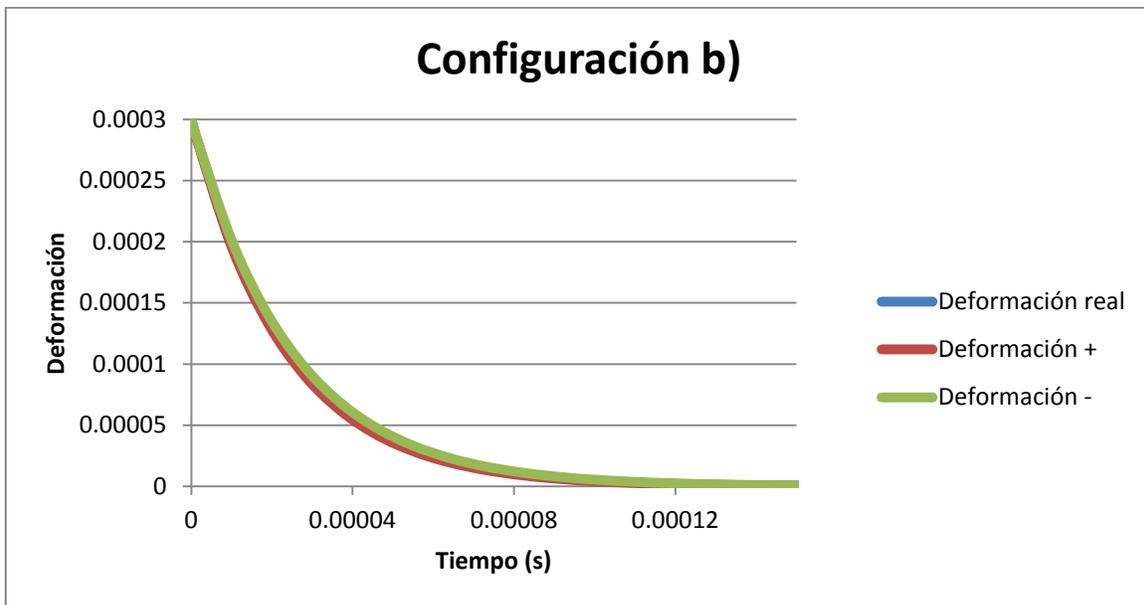


GRÁFICA 5.4.8-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA ETILCELULOSA

5.4.9. Etilcelulosa – Recuperación

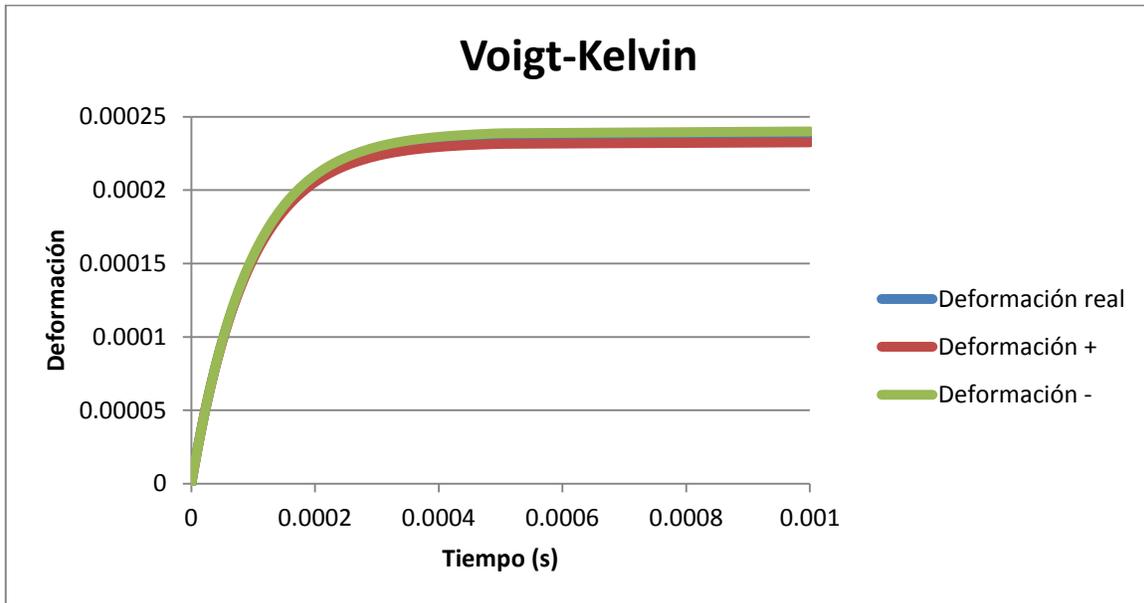


GRÁFICA 5.4.9-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA ETILCELULOSA

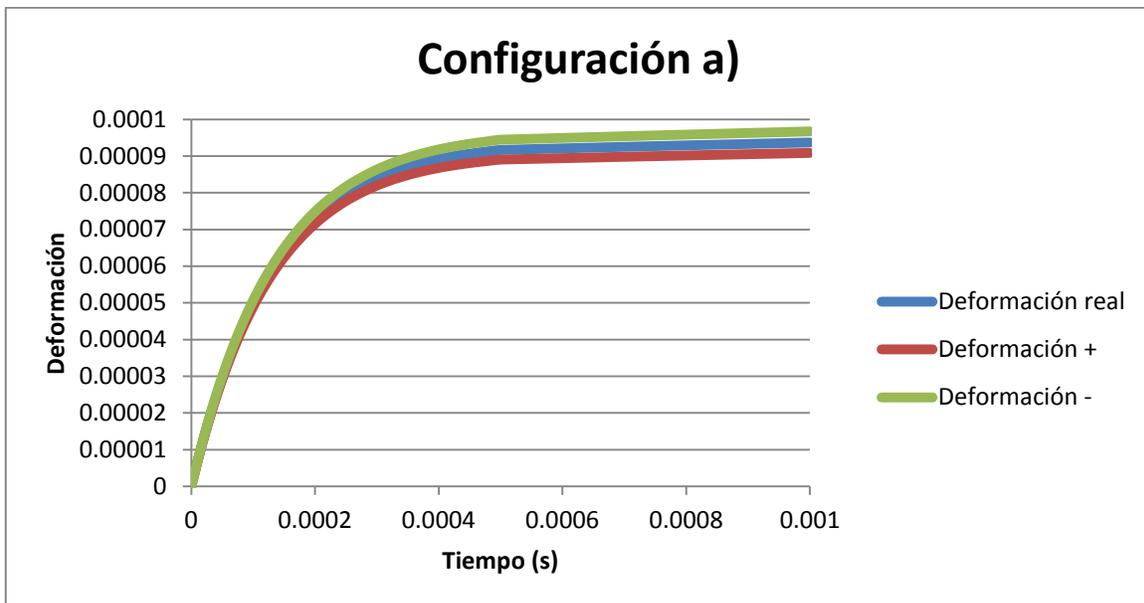


GRÁFICA 5.4.9-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA ETILCELULOSA

5.4.10. Almidón - Creep

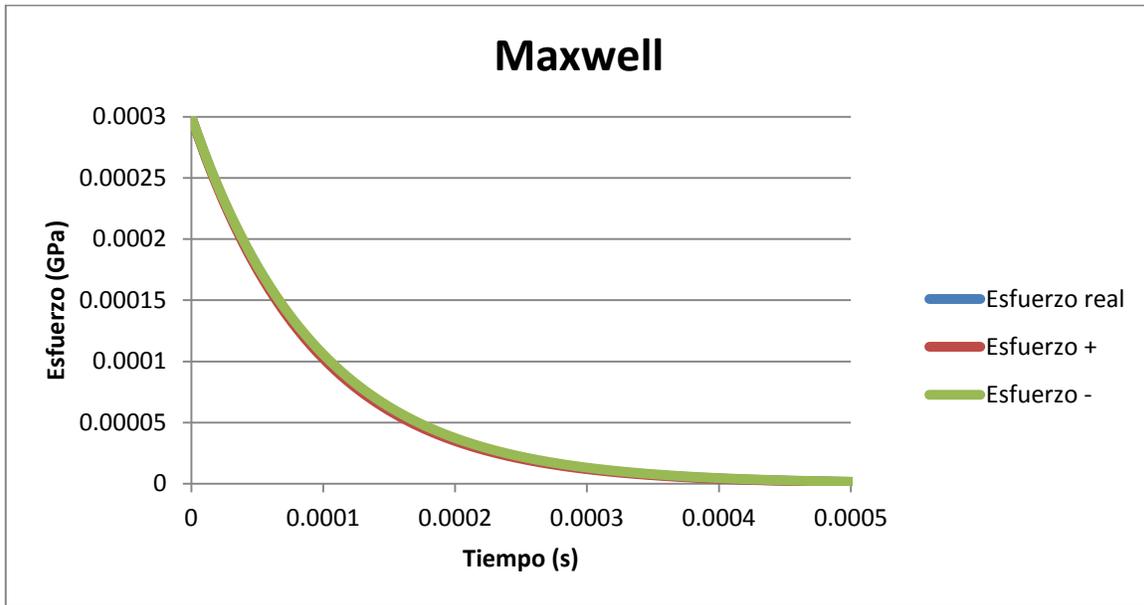


GRÁFICA 5.4.10-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA ALMIDÓN

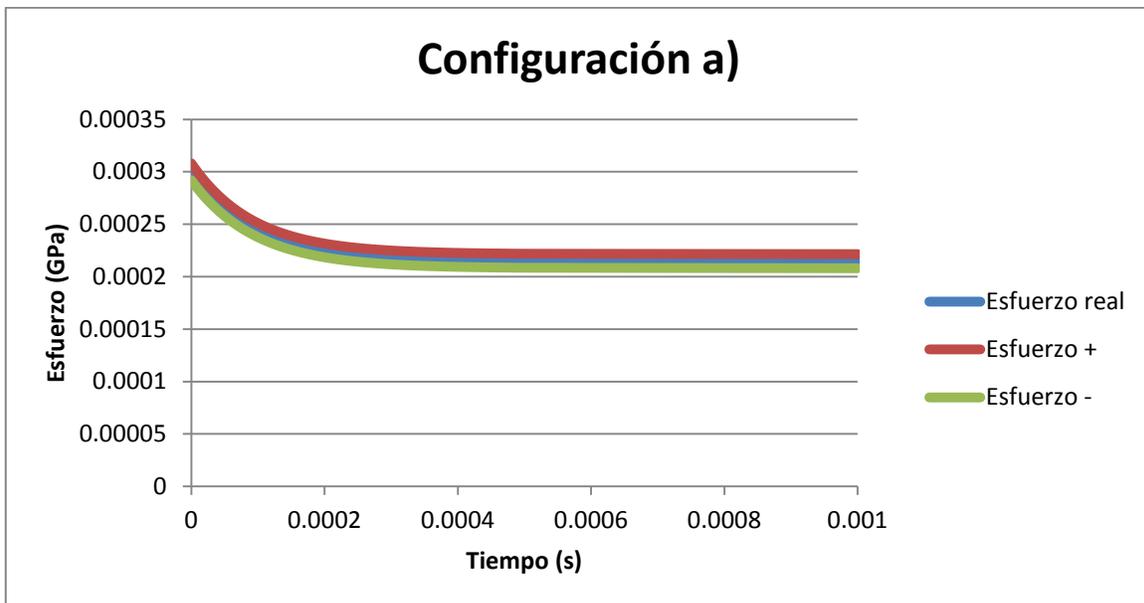


GRÁFICA 5.4.10-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE DEFORMACIÓN A ESFUERZO CONSTANTE (CREEP) Y CONFIGURACIÓN A) PARA ALMIDÓN

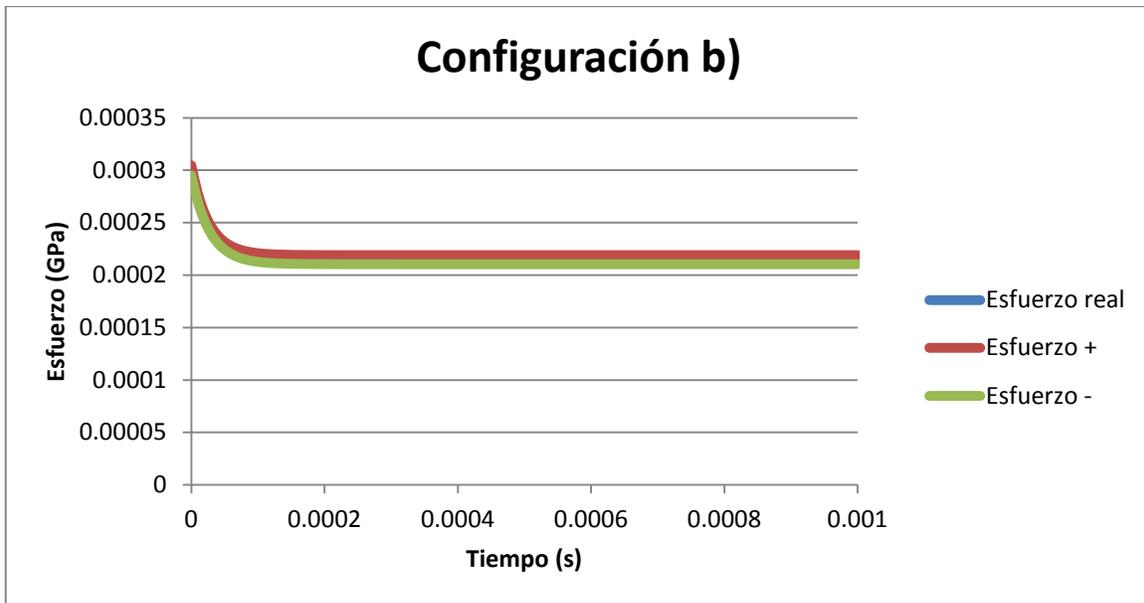
5.4.11. Almidón - Relajación



GRÁFICA 5.4.11-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN MAXWELL PARA ALMIDÓN

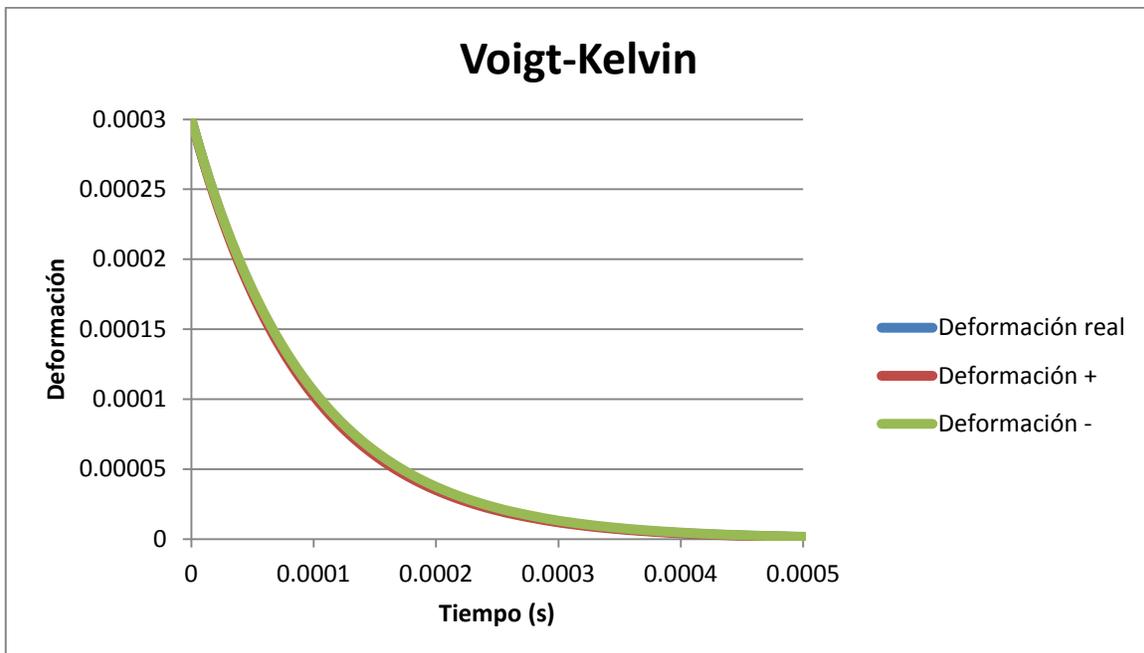


GRÁFICA 5.4.11-2 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN A) PARA ALMIDÓN



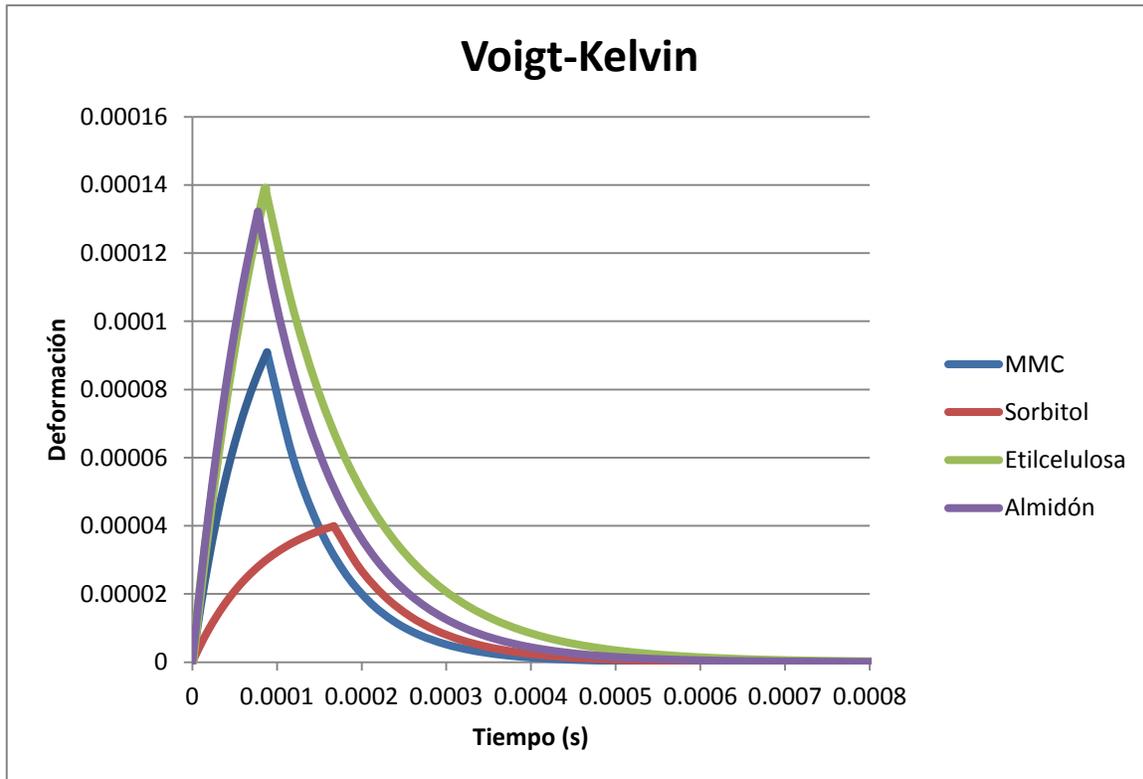
GRÁFICA 5.4.11-3 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR ESFUERZO CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RELAJACIÓN Y CONFIGURACIÓN B) PARA ALMIDÓN

5.4.12. Almidón – Recuperación

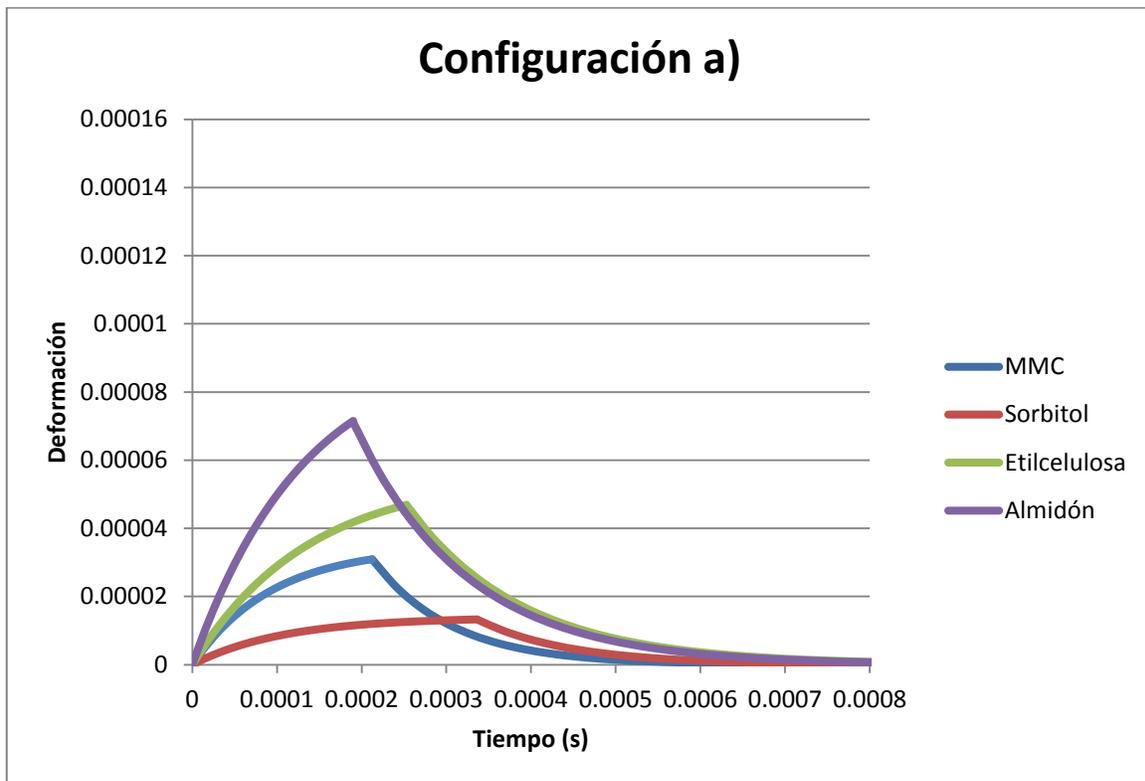


GRÁFICA 5.4.12-1 GRÁFICA DE DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEFORMACIÓN CONTRA TIEMPO CON PRUEBA DE RECUPERACIÓN Y CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN PARA ALMIDÓN

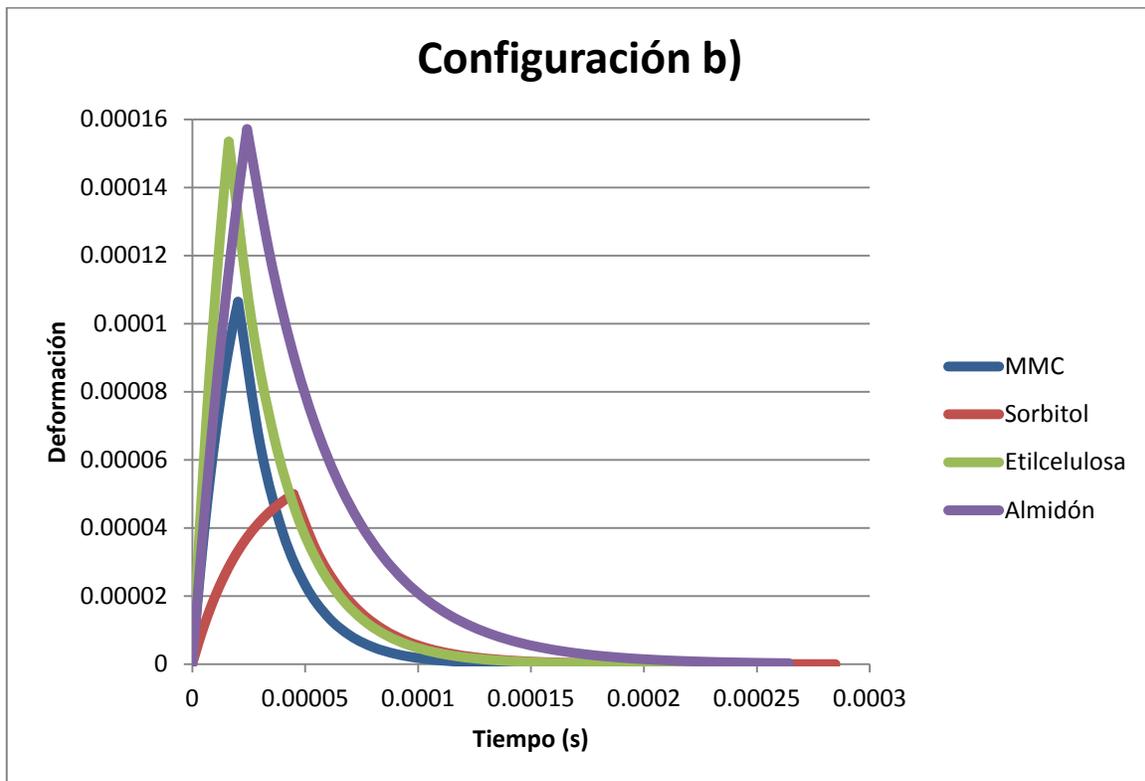
5.5. CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN



GRÁFICA 5.5-1 CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN

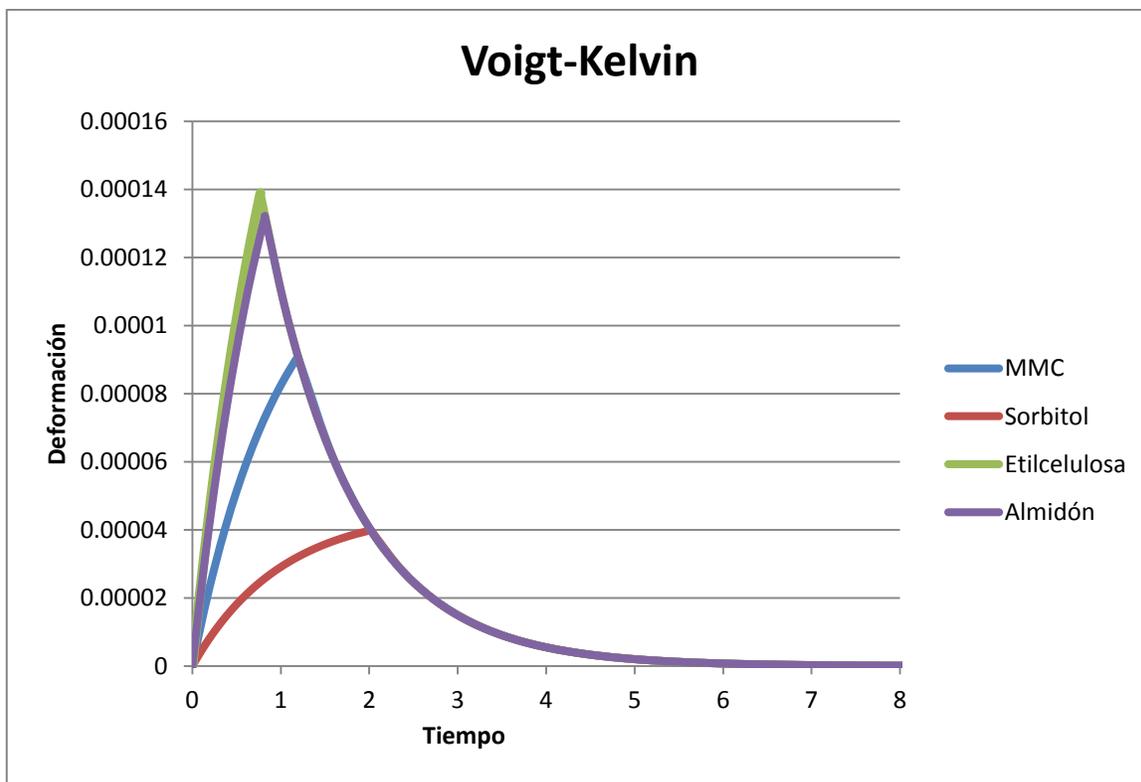


GRÁFICA 5.5-2 CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A)

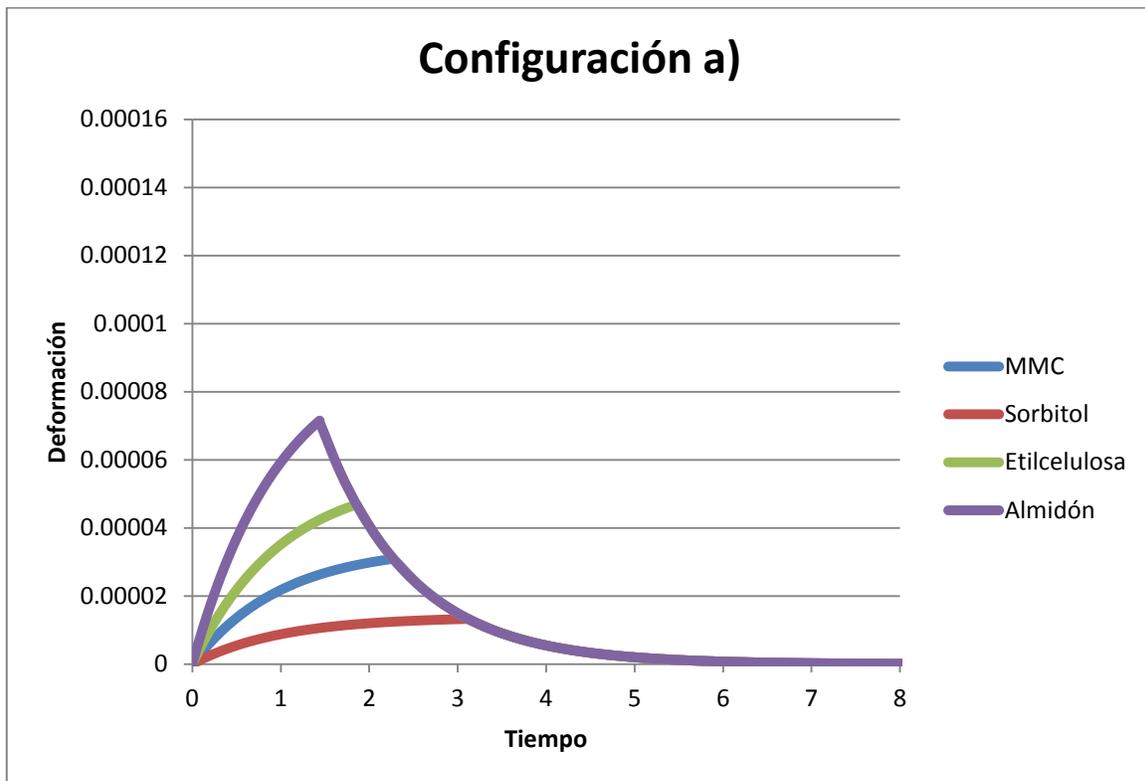


GRÁFICA 5.5-3 CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B)

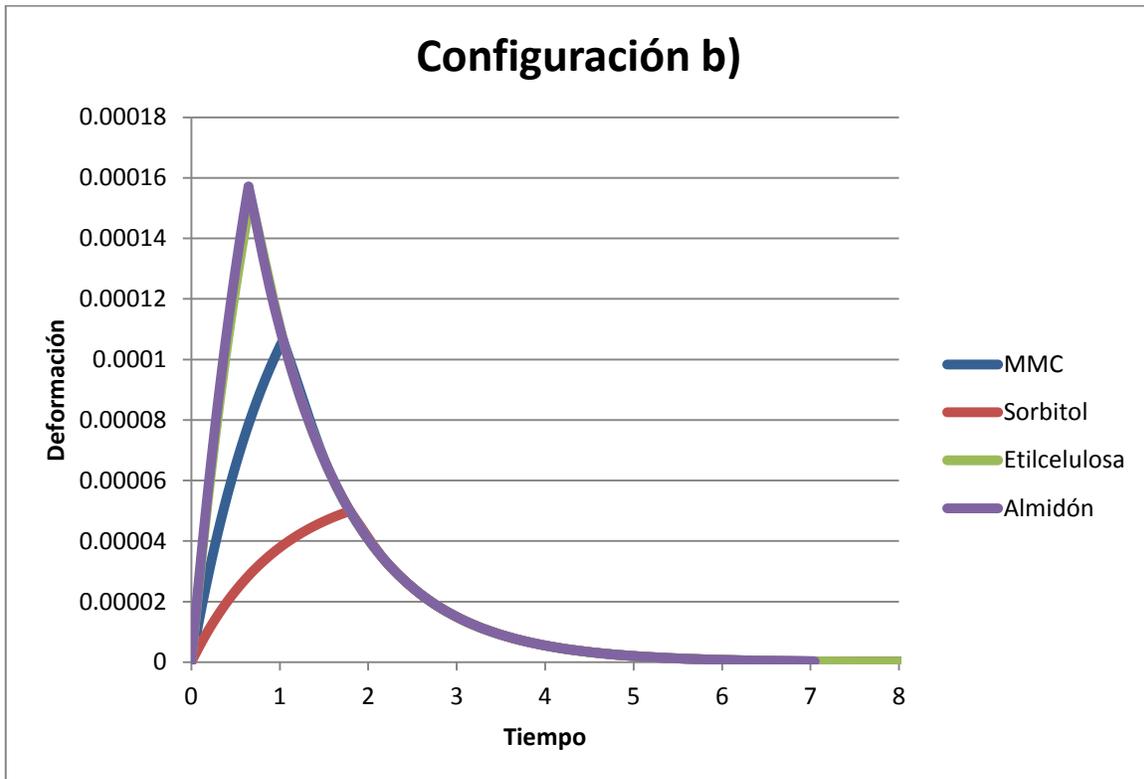
5.5.1. Gráficas adimensionales



GRÁFICA 5.5.1-1 CURVA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN VOIGT KELVIN



GRÁFICA 5.5.1-2 CURVA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN A)



GRÁFICA 5.5.1-3 CURVA ADIMENSIONAL DE DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN CONTRA TIEMPO CON CONFIGURACIÓN B)

6. ANÁLISIS DE RESULTADOS

6.1. GRÁFICAS POR PRUEBA

6.1.1. Deformación a esfuerzo constante (creep)

Para la prueba de deformación a esfuerzo constante (creep), se obtuvieron tres gráficas para tres diferentes arreglos: Voigt-Kelvin, Arreglo a) y Arreglo b).

Para la gráfica 5.1.1-1 Voigt-Kelvin se puede observar que la etilcelulosa es el excipiente que más se deforma en comparación con los otros tres, por el contrario, el sorbitol es el que menos se deforma, siendo éste deformado aproximadamente un 20% de lo que se deforma la etilcelulosa.

En la gráfica 5.1.1-2 del arreglo a) el almidón muestra una mayor deformación al tener un esfuerzo constante a comparación de los otros tres excipientes en estudio. Así también, el tiempo que tarda en deformarse es mayor que los otros tres.

En la gráfica 5.1.1-3 del arreglo b) se tiene el mismo comportamiento del sorbitol y la celulosa microcristalina a excepción del almidón y de la etilcelulosa, en donde el almidón tiene una mayor deformación pero tarda más tiempo que la etilcelulosa en deformarse. Este comportamiento puede ser debido a que el elemento elástico R1 del almidón es mayor y el elemento elástico R2 es menor que el de la etilcelulosa. Sin embargo, esto no sucede con los demás valores de elementos elásticos, ya que o son mayores o menores estos valores comparando los otros excipientes.

Resumiendo, en las tres gráficas se puede observar que el sorbitol es el excipiente que se deforma menos, lo cual puede ser debido a la estructura que éste tiene. En contraste, la celulosa microcristalina, la etilcelulosa y el almidón son polímeros, lo cual puede ayudar a que se acomoden mejor las moléculas de estos excipientes y se deformen más fácilmente al estar sometidos a un esfuerzo constante.

6.1.2. Relajación

Se obtuvieron gráficas para la mayoría de los arreglos, excepto Voigt-Kelvin debido a que la gráfica es constante.

Se puede observar que en las gráficas 5.1.2-1 Maxwell, 5.1.2-4 Arreglo c) y 5.1.2-5 Arreglo d) mientras el tiempo aumenta, el esfuerzo tiende a cero cuando la deformación es constante. Lo anterior, indica que para estos arreglos los excipientes se relajan completamente. Por el contrario, las gráficas 5.1.2-2 Arreglo a) y 5.1.2-3 Arreglo b) tienden a un valor mayor a cero, lo cual nos dice que quedan deformados. Este comportamiento puede ser debido a cómo los módulos elásticos afectan al arreglo, es decir, para el arreglo a) y b) se tienen los dos módulos elásticos afectando la exponencial. Sin embargo, en el caso del arreglo c) y d), los módulos elásticos sólo afectan al tiempo (dentro de la exponencial).

Respecto a cada excipiente, se puede ver que para todos los arreglos la etilcelulosa es el excipiente que se relaja un poco más que los demás. Lo anterior, en consecuencia de la configuración de los módulos elásticos y viscosos.

6.1.3. Recuperación

Al momento de eliminar el esfuerzo aplicado a los materiales, se puede observar la recuperación de éstos. En el punto 5.1.3 no se muestran las gráficas de Maxwell, arreglo c) y d) debido a que no presentan una recuperación, es decir, para los arreglos mencionados se quedan deformados totalmente.

Referente a las gráficas del Voigt-Kelvin, Arreglo a) y b) se observa una recuperación total de los excipientes al aumentar el tiempo. Asimismo, esta recuperación varía según el excipiente en estudio, sin embargo, para los tres arreglos la celulosa microcristalina es el excipiente que se recupera más rápido que los demás.

6.2. GRÁFICAS POR ESTRUCTURA QUÍMICA

Las gráficas del punto 5.1 muestran la relación que hay entre excipientes para cada arreglo, sin embargo, no es suficiente para poder comparar entre los diferentes arreglos que se propusieron. Por consiguiente, las gráficas obtenidas en este punto ayudan a ver cómo cada arreglo se comporta diferente según la prueba y el excipiente.

Para la prueba de deformación a esfuerzo constante (creep) representada en la gráfica 5.2.1-1, la comparación de arreglos ayuda en gran medida a percatarse de que los arreglos de Maxwell, arreglo c) y arreglo d) son configuraciones con un comportamiento lineal. Lo anterior se puede confirmar por el comportamiento que tienen y éste se ve afectado por las constantes elásticas. No obstante, los demás arreglos tienen un comportamiento exponencial, el cual representa a un material viscoelástico al ser deformado por un esfuerzo constante.

Respecto a la relajación, el único arreglo que se comporta como una línea constante es Voigt-Kelvin, lo cual puede ser porque el material no se relaja. Por otro lado, el arreglo a) y el arreglo b) que muestra la gráfica 5.2.1-2 son arreglos en donde el material se relaja pero no totalmente, ya que llegan a un punto de esfuerzo con el paso del tiempo. Asimismo, se tienen los arreglos c) y d), los cuales sí se relajan completamente al llegar a un esfuerzo nulo.

La diferencia de tiempo en que llegan a un punto, ya sea entre el arreglo c) y d) o el arreglo a) y b), tiene que ver con el arreglo de las constantes elásticas y viscosas, es decir, si están en paralelo o en serie van a tener una mayor o menor relajación en cierto tiempo, pero al final terminan en el mismo punto.

La recuperación es una prueba que ayuda a saber si el material regresará a su forma original o no; en la gráfica 5.2.1-3 se puede constatar que los materiales con arreglos Maxwell, arreglo c) y d) no tienen una recuperación debido a que la deformación se mantiene constante con el paso del tiempo.

En resumen, los diferentes arreglos mostrados en las gráficas del punto 5.3 tienen el mismo comportamiento sin importar el excipiente, sin embargo, la magnitud

para cada curva varía según el material, por ejemplo, comparando las gráficas 5.2.1-1, 5.2.2-1, 5.2.3-1 y 5.3.4-1 de la prueba de deformación a esfuerzo constante (creep) para celulosa microcristalina, sorbitol, etilcelulosa y almidón se puede observar que para el arreglo b) el valor constante al que llega a deformarse la celulosa microcristalina es casi 30%, en contraste, el sorbitol tiende a un valor de 20%, la etilcelulosa a 80% y el almidón a 82%. Por lo anterior, el almidón y la etilcelulosa tienden a deformarse mucho más que el sorbitol y la celulosa microcristalina.

6.3. TIEMPOS CARACTERÍSTICOS

Los tiempos característicos obtenidos para las tres pruebas muestran el tiempo en que se realiza cada prueba, los cuales también varían en la estructura química, es decir, del excipiente que se está utilizando para el estudio.

Para las pruebas de deformación a esfuerzo constante (creep) y recuperación se obtuvieron los mismos tiempos característicos para cada excipiente mostrados en las gráficas 5.3-1 y 5.3-3, ya que las dos pruebas muestran el cambio en la deformación del material. Referente al arreglo a), se obtuvo el mayor tiempo característico para todos los excipientes comparado con los arreglos Voigt-Kelvin y el arreglo b). Entre los excipientes, la etilcelulosa es la que tiene características viscoelásticas mayores cuando se utiliza el arreglo a), sin embargo, cuando se utiliza el arreglo b) disminuye considerablemente. Lo anterior es debido a que en el arreglo b) domina sólo un módulo elástico, pero en el arreglo a) los dos módulos elásticos están afectando el tiempo característico del material.

Para la prueba de relajación mostrada en la gráfica 5.3-2, se obtuvo el mismo tiempo característico en el arreglo a) como en el arreglo d), lo cual se debe a que en el arreglo a) sólo está afectando el comportamiento un módulo elástico y en el arreglo d) sólo un módulo viscoso. En esta prueba, el arreglo c) tiene el mayor tiempo característico para cada excipiente, en donde los módulos viscosos de este arreglo intervienen enormemente en un mayor tiempo que los demás arreglos.

6.4. DESVIACIÓN ESTÁNDAR

Se obtuvieron gráficas para cada prueba y excipiente respecto a la desviación estándar de los valores obtenidos experimentalmente según el artículo consultado (Welch, Mousavi, Lundberg y Stromme, 2005), en donde se puede observar qué tanto podría variar la deformación o el esfuerzo de cada material.

6.4.1. Celulosa microcristalina – Deformación a esfuerzo constante (creep)

Para las gráficas de la celulosa microcristalina en la prueba de deformación a esfuerzo constante (creep) no se muestran las gráficas en este trabajo de las configuraciones de Maxwell, c) y d) debido a que su comportamiento es lineal. Sin embargo, los intervalos representados para las configuraciones Voigt-Kelvin, a) y b) (véase gráficas 5.4.1-1, 5.4.1-2, 5.4.1-3) están un poco amplios, los cuales no afectan a las gráficas obtenidas anteriormente.

6.4.2. Celulosa microcristalina – Relajación

Las gráficas 5.4.2-1, 5.4.2-2, 5.4.2-3, muestran la prueba de relajación con desviación estándar para la prueba de relajación de la celulosa microcristalina. Se puede observar un pequeño intervalo para las configuraciones a) y b), el cual no afecta realmente el comportamiento de las demás gráficas.

6.4.3. Celulosa microcristalina – Recuperación

Los valores representados en la gráfica de la recuperación de la celulosa microcristalina (véase gráfica 5.4.3-1) realmente no tiene gran diferencia respecto a los valores reales utilizados, por lo que la región en donde se deforma es pequeña.

6.4.4. Sorbitol – Deformación a esfuerzo constante (creep)

Respecto a las gráficas del sorbitol con la prueba de deformación a esfuerzo constante (creep) (véase gráficas 5.4.4-1, 5.4.4-2 y 5.4.4-3) sí tienen un rango amplio de valores que se podrían utilizar para obtener las gráficas en el capítulo quinto. Un ejemplo es el arreglo a) (gráfica 5.4.4-3) en donde el valor máximo de deformación es casi 0.000016, sin embargo el menor es 0.000012 aproximadamente.

6.4.5. Sorbitol – Relajación

Los valores para la gráfica 5.4.5-1 muestra la prueba de relajación de la configuración Maxwell prácticamente son los mismos, por lo que no se tiene un intervalo de valores para este material. Por el contrario, la configuración a) y configuración b) (véase gráficas 5.4.5-2 y 5.4.5-3) sí muestran un intervalo visible de diferentes puntos de relajación.

6.4.6. Sorbitol – Recuperación

La gráfica de la prueba de recuperación para el sorbitol (véase gráfica 5.4.6-1) no muestra un intervalo de valores, en contraste, la gráfica 5.4.6-2 que representa a la configuración b) sí tiene un intervalo que se puede observar en la diferencia de líneas.

6.4.7. Etilcelulosa – Deformación a esfuerzo constante (creep)

Se puede observar que de las gráficas de los diferentes arreglos para la etilcelulosa en la prueba de deformación a esfuerzo constante (creep), el arreglo a) es el que tiene un mayor intervalo de deformación. La gráfica 5.4.7-2 en donde se muestra el arreglo b) se puede ver cómo no hay un intervalo a tiempos muy cortos, pero cuando aumenta el tiempo cada curva de deformación toma diferentes valores, lo cual genera un amplio intervalo a utilizar.

6.4.8. Etilcelulosa – Relajación

A diferencia del sorbitol, la relajación de la etilcelulosa sí tiene un rango de valores para el arreglo Maxwell, c) y d), así como para el a) y b); lo cual se explica que este excipiente tiene un mayor rango de relajación en cualquier arreglo que el sorbitol, por ejemplo.

6.4.9. Etilcelulosa – Recuperación

Para la recuperación de la etilcelulosa sólo el arreglo b) (véase gráfica 5.4.9-2) tiene un intervalo mínimo de deformación a comparación de la configuración Voigt-Kelvin, mostrados en las gráficas 5.4.9-1, que sí tienen un intervalo de valores para la recuperación de la etilcelulosa

6.4.10. Almidón – Deformación a esfuerzo constante (creep)

A comparación con otros excipientes, para la prueba de deformación a esfuerzo constante (creep) el almidón muestra un rango mínimo de valores. Esto sucede para los arreglos de Voigt-Kelvin y configuración a) (véase gráficas 5.4.10-1 y 5.4.10-2).

6.4.11. Almidón – Relajación

Para la relajación del almidón no se tiene un intervalo de valores para la configuración Maxwell, sin embargo, para las configuraciones a) y b) se tiene un rango pequeño donde se muestran diferentes valores de esfuerzo.

6.4.12. Almidón – Recuperación

Para la gráfica mostrada de recuperación del almidón se puede ver que no hay un intervalo visible de puntos.

6.5. CURVA DEFORMACIÓN-RECUPERACIÓN

Se realizaron las curvas de deformación-recuperación para representar el momento en que se aplica un esfuerzo constante a un material y posteriormente se elimina dicho esfuerzo para ver cómo el mismo material se recupera. La prueba de relajación no puede ser incluida en esta gráfica debido a que en esa prueba se mide el cambio en el esfuerzo.

Las gráficas adimensionales de deformación-recuperación (véase gráficas 5.5-1, 5.5-2 y 5.5-3) muestran el comportamiento de los cuatro excipientes con diferentes configuraciones. Al tener las configuraciones Maxwell, c) y d) un comportamiento lineal en la deformación a esfuerzo constante, no se muestran en estas gráficas.

Se utilizó el número de Débora (De) explicado en el capítulo tercero para saber el comportamiento de los excipientes utilizados. Se escogió la gráfica de la configuración a), obteniendo como De los siguientes resultados:

$$De_{MMC} = 0.125$$

$$De_{Sorbitol} = 0.143$$

$$De_{Etilcelulosa} = 0.182$$

$$De_{Almidón} = 0.176$$

De los valores obtenidos, se puede deducir que los cuatro excipientes tienen un comportamiento más líquido que sólido. Sin embargo, de los cuatro podemos observar que la etilcelulosa es el excipiente más líquido-sólido de los cuatro y el sorbitol el menos.

7. CONCLUSIONES

7.1 CONCLUSIONES GENERALES

El arreglo de las constantes elásticas y viscosas afectan directamente al comportamiento del material.

La estructura que tiene el material es una parte fundamental para que se pueda caracterizar o no un material como viscoelástico, ya que ésta puede afectar o ayudar al momento de la deformación o la recuperación del material.

Las diferentes pruebas ayudan a ver cómo el material se comporta y si realmente es o no un material viscoelástico, ya que según la literatura, los materiales viscoelásticos para la prueba de deformación a esfuerzo constante (creep) tienen un comportamiento exponencial.

Hay números adimensionales, como el número de Débora, que ayudan a interpretar mejor los valores obtenidos y tener un resultado más global para poder comparar entre los diversos materiales.

Al obtener la desviación estándar de todas las pruebas y excipientes se puede deducir que los modelos aplican entre el intervalo que se muestra en las gráficas.

Al ser los valores obtenidos del artículo (Welch, Mousavi, Lundberg, Stromme, 2005) a una misma temperatura, no se sabe si la temperatura afecta al comportamiento del material. Este tema podría tomarse como un trabajo futuro para determinar una curva en donde se muestre el cambio de la deformación con respecto al tiempo y la temperatura.

7.2 CONCLUSIONES PARTICULARES

De acuerdo a las curvas de deformación-recuperación, el excipiente que se es mayormente deformable para la configuración de semisólido es el almidón. En contraste, para la configuración b) y Voigt-Kelvin, el almidón y la etilcelulosa se deforman casi con la misma magnitud. Asimismo, el sorbitol es el excipiente que es menos deformable de los cuatro excipientes en estudio, de acuerdo a las configuraciones de semisólido, b) y Voigt-Kelvin.

8. BIBLIOGRAFÍA

Alkonis, J., MacKnight, W., *Introduction to Polymer Viscoelasticity*, John Wiley and sons, 2a Edición, EUA, 1983.

Findley, N., Lai, J., Onaran, K., *Creep and Relaxation of Nonlinear Viscoelastic Materials*, North Holland Publishing Company, 1976.

Hatzikiriakos, S., Migler, K., *Polymer Processing Instabilities – Control and Understanding*, Marcel Dekker, New York, 2005.

Jalin, S., *Mechanical properties of powders for compaction and tableting: an overview*, PSTT Vol. 2, Enero, 1999.

Malkin, A., *Rheology Fundamentals*, ChemTec Publishing, Canada, 1994.

Morehead, W., *Viscoelastic Behavior of Pharmaceutical Materials during Compaction*, Drug Development and Industrial Pharmacy, 1992, p. 659-679.

Robinson, B., *Characterization of the Viscoelastic Behavior of Pharmaceutical Powders*, Master Thesis of Science in Materials Engineering, Drexel University, USA, 2009.

Rowe, R., Sheskey, P., Quinn, M., *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, 6ª Ed., Pharmaceutical Press, Estados Unidos, 2009.

Sharapin, N., *Fundamentos de Tecnología de productos fitoterapéuticos*, CYTED, Colombia, 2000.

Welch, K., Mousavi, S., Lundberg, B., Stromme, M., *Viscoelastic characterization of compacted pharmaceutical excipient materials by analysis of frequency-dependent mechanical relaxation processes*, European Physical Journal, 18, 105-112, 2005.

Zhao, J., *Compaction of Pharmaceutical Powders on a High-speed rotary press*, Thesis, The University of British Columbia, USA, 2003.

APÉNDICE A - NOMENCLATURA

Se indica la nomenclatura utilizada en el presente trabajo, así como las unidades utilizadas para la obtención de las gráficas.

$R, R_1, R_2 = \text{Constantes elásticas (GPa)}$

$\eta, \eta_1, \eta_2 = \text{Constantes viscosas (GPas)}$

$\sigma = \text{Esfuerzo (GPa)}$

$\dot{\sigma} = \frac{d\sigma}{dt} = \text{Derivada del esfuerzo respecto al tiempo } \left(\frac{\text{GPa}}{\text{s}}\right)$

$\varepsilon = \text{Deformación}$

$\dot{\varepsilon} = \frac{d\varepsilon}{dt} = \text{Derivada de la deformación respecto al tiempo } \left(\frac{1}{\text{s}}\right)$

$\ddot{\varepsilon} = \frac{d}{dt} \left(\frac{d\varepsilon}{dt}\right) = \text{Segunda derivada de la deformación respecto al tiempo } \left(\frac{1}{\text{s}^2}\right)$

APÉNDICE B – EJEMPLO MEMORIA DE CÁLCULO

Se muestra la forma en que se obtuvieron los diferentes valores para cada prueba. Un ejemplo es la prueba de deformación a esfuerzo constante de un semisólido para la celulosa microcristalina:

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{R_2} \left[1 - e^{-\frac{R_1 R_2}{\eta(R_1 + R_2)} t} \right]$$

De acuerdo a los datos en el punto 4. Metodología, suponiendo que $t=0.0001$ s:

$$\varepsilon = \frac{0.0003 \text{ GPa}}{8.7 \text{ GPa}} \left[1 - e^{-\frac{2.3*8.7}{0.00017*(2.3+8.7)}(0.0001)} \right] = 2.27e - 05$$

APÉNDICE C – EJEMPLO DATOS PARA GRAFICAR

Se toma de ejemplo la gráfica 5.1.1-2 Gráfica de deformación contra tiempo con configuración a) y prueba de deformación a esfuerzo constante (creep).

Tiempo (s)	Deformación (ϵ)			
	MMC	Sorbitol	Etilcelulosa	Almidón
0	0	0	0	0
0.000001	3.67E-07	1.28E-07	4.07E-07	7.08E-07
0.00001	3.50E-06	1.23E-06	3.93E-06	6.84E-06
0.000019	6.34E-06	2.24E-06	7.24E-06	1.26E-05
0.000028	8.93E-06	3.18E-06	1.03E-05	1.79E-05
0.000037	1.13E-05	4.03E-06	1.32E-05	2.29E-05
0.000046	1.34E-05	4.82E-06	1.59E-05	2.76E-05
0.000055	1.53E-05	5.55E-06	1.85E-05	3.19E-05
0.000064	1.71E-05	6.22E-06	2.08E-05	3.60E-05
0.000073	1.87E-05	6.83E-06	2.31E-05	3.98E-05
0.000082	2.01E-05	7.40E-06	2.51E-05	4.34E-05
0.000091	2.15E-05	7.92E-06	2.71E-05	4.67E-05
0.0001	2.27E-05	8.40E-06	2.89E-05	4.98E-05
0.000109	2.37E-05	8.83E-06	3.06E-05	5.27E-05
0.000118	2.47E-05	9.24E-06	3.22E-05	5.54E-05
0.000127	2.56E-05	9.61E-06	3.37E-05	5.79E-05
0.000136	2.64E-05	9.95E-06	3.51E-05	6.03E-05
0.000145	2.72E-05	1.03E-05	3.64E-05	6.25E-05
0.000154	2.78E-05	1.06E-05	3.76E-05	6.46E-05
0.000163	2.85E-05	1.08E-05	3.88E-05	6.65E-05
0.000172	2.90E-05	1.11E-05	3.99E-05	6.83E-05
0.000181	2.95E-05	1.13E-05	4.09E-05	7.00E-05
0.00019	3.00E-05	1.15E-05	4.18E-05	7.15E-05
0.000199	3.04E-05	1.17E-05	4.27E-05	7.30E-05
0.000208	3.08E-05	1.19E-05	4.35E-05	7.44E-05
0.000217	3.11E-05	1.20E-05	4.43E-05	7.56E-05
0.000226	3.14E-05	1.22E-05	4.50E-05	7.68E-05
0.000235	3.17E-05	1.23E-05	4.57E-05	7.79E-05
0.000244	3.19E-05	1.24E-05	4.63E-05	7.90E-05
0.000253	3.22E-05	1.26E-05	4.69E-05	8.00E-05
0.000262	3.24E-05	1.27E-05	4.74E-05	8.09E-05
0.000289	3.29E-05	1.29E-05	4.89E-05	8.33E-05
0.000316	3.33E-05	1.31E-05	5.01E-05	8.52E-05
0.000343	3.36E-05	1.33E-05	5.11E-05	8.68E-05
0.00037	3.38E-05	1.34E-05	5.19E-05	8.81E-05
0.000397	3.40E-05	1.35E-05	5.25E-05	8.91E-05
0.000424	3.41E-05	1.36E-05	5.31E-05	9.00E-05
0.000451	3.42E-05	1.37E-05	5.35E-05	9.07E-05
0.000478	3.43E-05	1.37E-05	5.39E-05	9.12E-05
0.000505	3.43E-05	1.38E-05	5.42E-05	9.17E-05
0.001	3.45E-05	1.39E-05	5.55E-05	9.37E-05

Para la prueba de relajación con la configuración a):

Tiempo (s)	Esfuerzo (GPa)			
	MMC	Sorbitol	Etilcelulosa	Almidón
0	0.0003	0.0003	0.0003	0.0003
1.00E-06	2.99E-04	2.99E-04	3.00E-04	2.99E-04
1.00E-05	2.92E-04	2.92E-04	2.95E-04	2.91E-04
1.90E-05	2.86E-04	2.86E-04	2.92E-04	2.84E-04
2.80E-05	2.80E-04	2.80E-04	2.88E-04	2.78E-04
3.70E-05	2.75E-04	2.75E-04	2.85E-04	2.72E-04
4.60E-05	2.71E-04	2.70E-04	2.82E-04	2.67E-04
5.50E-05	2.67E-04	2.66E-04	2.79E-04	2.62E-04
6.40E-05	2.64E-04	2.63E-04	2.77E-04	2.58E-04
7.30E-05	2.61E-04	2.59E-04	2.75E-04	2.54E-04
8.20E-05	2.58E-04	2.56E-04	2.72E-04	2.51E-04
9.10E-05	2.56E-04	2.54E-04	2.71E-04	2.47E-04
1.00E-04	2.53E-04	2.51E-04	2.69E-04	2.44E-04
1.09E-04	2.52E-04	2.49E-04	2.67E-04	2.42E-04
1.18E-04	2.50E-04	2.47E-04	2.65E-04	2.39E-04
1.27E-04	2.49E-04	2.45E-04	2.64E-04	2.37E-04
1.36E-04	2.47E-04	2.44E-04	2.63E-04	2.35E-04
1.45E-04	2.46E-04	2.43E-04	2.61E-04	2.33E-04
1.54E-04	2.45E-04	2.41E-04	2.60E-04	2.31E-04
1.63E-04	2.44E-04	2.40E-04	2.59E-04	2.30E-04
1.72E-04	2.43E-04	2.39E-04	2.58E-04	2.29E-04
1.81E-04	2.43E-04	2.38E-04	2.58E-04	2.27E-04
1.90E-04	2.42E-04	2.37E-04	2.57E-04	2.26E-04
1.99E-04	2.42E-04	2.37E-04	2.56E-04	2.25E-04
2.08E-04	2.41E-04	2.36E-04	2.55E-04	2.24E-04
2.17E-04	2.41E-04	2.36E-04	2.55E-04	2.23E-04
2.26E-04	2.40E-04	2.35E-04	2.54E-04	2.23E-04
2.35E-04	2.40E-04	2.35E-04	2.53E-04	2.22E-04
2.44E-04	2.40E-04	2.34E-04	2.53E-04	2.21E-04
2.53E-04	2.39E-04	2.34E-04	2.53E-04	2.21E-04
2.62E-04	2.39E-04	2.33E-04	2.52E-04	2.20E-04
2.89E-04	2.39E-04	2.33E-04	2.51E-04	2.19E-04
3.16E-04	2.38E-04	2.32E-04	2.50E-04	2.18E-04
3.43E-04	2.38E-04	2.32E-04	2.49E-04	2.17E-04
3.70E-04	2.38E-04	2.31E-04	2.49E-04	2.16E-04
3.97E-04	2.38E-04	2.31E-04	2.48E-04	2.16E-04
4.24E-04	2.37E-04	2.31E-04	2.48E-04	2.16E-04
4.51E-04	2.37E-04	2.31E-04	2.48E-04	2.15E-04
4.78E-04	2.37E-04	2.31E-04	2.48E-04	2.15E-04
5.05E-04	2.37E-04	2.31E-04	2.48E-04	2.15E-04
1.00E-03	2.37E-04	2.30E-04	2.47E-04	2.15E-04