

REOMETRÍA

(Rheometry)

Nilza Quintero

Magister Scientiarum en Ingeniería Agroindustrial. Profesor Agregado adscrito al Programa de Ciencias del Agro y del Mar Vicerrectorado de Planificación y Desarrollo Social UNELLEZ. Barinas. Venezuela. nilzaquintero@gmail.com

Revisión Bibliográfica

Recibido: 29-03-2020

Aceptado: 15-04-2020

RESUMEN

Las mediciones de las propiedades reológicas son esenciales en el procesamiento de una gran variedad de materiales, incluidos productos químicos industriales, productos farmacéuticos, productos derivados del petróleo, tintas, pinturas, recubrimientos, adhesivos, alimentos, lodos minerales y polímeros. El comportamiento reológico de un producto puede ser determinado, definiendo y cuantificando relacionando variables tales como: viscosidad, esfuerzo cortante, tasa de cizalladura, temperatura, tiempo y en algunos casos, concentración. La técnica instrumental es necesaria para el análisis rutinario de calidad y para estudios fundamentales en investigación y desarrollo. Experimentalmente, los métodos por reometría más comunes utilizados en la industria son los rotacionales y de flujo mediante el uso reómetros y viscosímetros.

Palabras clave: *reometría, reómetros, viscosímetros*

SUMMARY

Measurements of rheological properties are essential in the processing of a wide variety of materials, including industrial chemicals, pharmaceuticals, petroleum products, inks, paints, coatings, adhesives, food, mineral mud, and polymers. The rheological behavior of a product can be determined, defining and quantifying relating variables such as: viscosity, shear stress, shear rate, temperature, time and in some cases, concentration. Instrumental technique is necessary for routine quality analysis and for fundamental research and development studies. Experimentally, the most common rheometry methods used in the industry are rotational and flow methods using rheometers and viscometers.

Keywords: *Rheometry, rheometers, viscometers.*

INTRODUCCIÓN

Cuando se aplica un esfuerzo a un líquido o un gas se deforma de manera irreversible y presenta cierta resistencia a fluir, la cual se denomina viscosidad. En cambio, cuando se aplica un esfuerzo a un sólido ideal, éste se deforma reversiblemente. Es decir, una vez que se libera al material del esfuerzo el sólido regresa a su forma original y se considera que es elástico. Según Schramm (2015), el estudio de las deformaciones de la materia es más simple para sistemas modelo como los fluidos que tienen viscosidad constante o sólidos perfectamente elásticos. Sin embargo, muchos líquidos y sólidos no presentan comportamiento cercano al ideal, sino que poseen una combinación de propiedades viscosas y elásticas, por lo tanto, es la reología la ciencia que se encarga de estudiar este tipo de materiales, los cuales son llamados fluidos complejos y la relación que se tiene con los esfuerzos sobre el material.

La reometría es una parte de la Reología que se encarga de evaluar experimentalmente algunas de estas propiedades, describe tanto los métodos de medida como los instrumentos que permiten obtener datos reológicos de un material, determina las relaciones cuantitativas, cualitativas entre la deformación y la tensión mecánica y sus derivadas. Una aplicación típica de la reometría sería la medida de la viscosidad.

Este documento pretende recoger, mediante una revisión bibliográfica los aspectos más relevantes sobre la Reometría, los tipos de reómetros y viscosímetros más utilizados y algunos ejemplos en la industria de alimentos

REVISION BIBLIOGRÁFICA

La Reometría utiliza una gran diversidad de reómetros para la caracterización de materiales. Se han utilizado numerosos tipos de reómetros para medir la viscosidad y la tensión de producción de los materiales que es la tensión a la cual el material empieza a fluir. (Tanner, 1985; Ferguson y Kemblowski, 1991; Macosko, 1994).

Un reómetro se refiere a un dispositivo que pueda medir la viscosidad y la tensión de producción de un material (esfuerzo umbral) a diferentes velocidades de cizalla, mientras que el viscosímetro puede medir solamente la viscosidad a una velocidad de cizalla fija.

Algunas de las propiedades más importantes que se pueden medir incluyen la viscoelasticidad, el flujo de cedencia, la tixotropía, la viscosidad extensional, la tensión de fluencia y el comportamiento durante la relajación de la tensión, así como parámetros pertinentes del proceso como el hinchamiento de extrusión y las fracturas de fundido.

Dependiendo del tipo de flujo generado, los reómetros se pueden dividir cinemáticamente en cortantes y extensionales (Macosko, 1994), siendo los primeros los que más frecuentemente se utilizan en el laboratorio para caracterizar un material. A su vez, los reómetros cortantes se pueden dividir en:

- Reómetros que utilizan flujos por arrastre. En este tipo de reómetro el flujo cortante es generado entre dos superficies sólidas, una fija y la otra móvil.
- Reómetros que utilizan flujos por diferencias de presión. En estos el flujo cortante es generado por una diferencia de presión sobre un canal cerrado. Para generar el flujo cortante, por arrastre o presión, los reómetros utilizan celdas o geometrías de flujo. Las geometrías pueden ser placas paralelas, cilindros concéntricos o también llamada geometría de Couette, cono y placa, tubo capilar o geometría circular o de Poiseuille, geometría plana de Poiseuille, etc. A partir de esta clasificación los reómetros más utilizados se describen a continuación

Reómetro capilar

El principio de un reómetro de tubo capilar se basa en la Ecuación de Hagen-Poiseuille la cuál es válida para los líquidos newtonianos. Fundamentalmente, con un viscosímetro capilar, se necesita medir la caída de presión y el caudal independientemente para medir la viscosidad. Puesto que la viscosidad de un líquido newtoniano no varía con la velocidad de deformación, es suficiente tener una medida a cualquier velocidad del flujo.

En este tipo de reómetro, el líquido es forzado a través de un tubo capilar cilíndrico con una superficie interna lisa. Los parámetros del flujo tienen que ser elegidos de una manera tal que el flujo pueda considerarse estacionario, isoterma y laminar. Conociendo las dimensiones del tubo capilar (diámetro y longitud interna), se puede determinar la dependencia funcional entre el caudal volumétrico y la caída de presión debido a la fricción. Los viscosímetros y reómetros capilares posiblemente sean los más utilizados (Wisniewski et al., 2005) Figura.1.



Figura 1.-Reómetro capilar tipo pistón. Fuente: Galiana ,1988.

Reómetros rotacionales

El funcionamiento de un reómetro rotacional se basa en la resistencia a la torsión que ofrece un líquido al giro de un husillo de características conocidas, sumergido en dicho líquido. El cilindro o disco (husillo) giratorio, está acoplado con un muelle al árbol motor que gira a velocidades determinadas. El ángulo de desviación del eje se mide electrónicamente dando la medida de torsión.

Los cálculos realizados dentro de los reómetros se realizan a partir de las medidas de la fuerza de torsión, de la velocidad del eje y de sus características y ofrecen una lectura directa de la viscosidad en centipoises o Pas. Para cualquier líquido de viscosidad determinada, la resistencia al avance aumenta proporcionalmente a la velocidad de rotación del husillo o al tamaño del mismo.

Los reómetros rotatorios son convenientes para las medidas de viscosidad altas, y permiten los ajustes de la velocidad de cizalla de manera sencilla. Con frecuencia se emplean dos geometrías en estos tipos de reómetros: placa-placa y cono-placa. Figura 2.



Figura 2. Reómetro rotacional. Fuente: Royer *et al.*, 2002.

Magnetoreómetro

Similar al viscosímetro de caída de esfera o cilindro,

$$F = 3\pi\eta rU_1 \quad (\text{Ecuación 1})$$

Siendo, F, la fuerza en la esfera (N), de, el diámetro de la esfera (m), U₁, la velocidad terminal del líquido (m/s) y μ , la viscosidad del líquido (Pa·s). La fuerza aquí puede ser la gravedad (peso) para los viscosímetros de caída de cuerpos, aunque también puede ser una fuerza magnética como en este caso. El magnetoreómetro presenta buenos resultados tanto para medidas de baja como alta viscosidad (Mattischek y Sobczak, 1994). Comúnmente, esta técnica se limita a los fluidos de poca viscosidad.

Reómetro magnético de esfera levitada

Según Royer *et al.* (2002), este equipo hace situar una esfera en una posición fija en el interior del líquido de prueba por obra de un campo magnético dentro de un recipiente preparado para alta presión. Moviéndolo verticalmente el tubo cilíndrico en el que se encuentra la esfera, se genera un flujo de cizalla. La fuerza magnética que se necesita para mantener la posición de la esfera se relaciona con la viscosidad del líquido de prueba. La técnica requiere calibraciones especiales para medidas de viscosidad exactas. Ecuación 2:

$$\mu = \frac{K(I - I_0)}{U_p} \quad (\text{Ecuación 2})$$

Donde, I e I_0 , son intensidades del campo magnético, K , constante especificada por la geometría del reómetro y la esfera y U_p es la velocidad del fluido en la pared del tubo.

Reómetro de extrusión de plato deslizante

El reómetro de alta presión de extrusión con plato deslizante es un reómetro capilar de extrusión, pero con pequeñas modificaciones, es conveniente para las medidas de gran viscosidad tales como algunos polímeros fundidos (Royer et. al, 2001; Lan y Tseng, 2002). Este reómetro se utiliza para la medida de grandes viscosidades con control en la velocidad de cizalla y puede tener acceso a materiales con comportamientos no newtonianos. Sin embargo, no es conveniente para los sistemas que demuestran viscosidad baja.

Reómetro extensional o elongacional

El estrechamiento y posterior rotura de filamentos como consecuencia de una extensión ofrece una valiosa información acerca de las propiedades físicas del material. Este análisis ofrece una determinación rápida de los siguientes parámetros: viscosidad, tensión superficial, elasticidad y límite de fluidez

VISCOSIMETROS Los viscosímetros se pueden dividir en tres categorías:

- **Viscosímetros para obtener viscosidades absolutas:** Se basan en la resistencia que ofrece el fluido al movimiento cuando una superficie sólida se mueve en su seno. Como ejemplo de estos viscosímetros se tienen los de caída de la esfera, de Codatte-Ratsahek, de Stormer, etc
- **Viscosímetros para obtener viscosidades cinemáticas:** determinan viscosidades cinemáticas se basan en el tiempo que requiere un determinado volumen de fluido en pasar libremente a través de un orificio normalizado, por ejemplo, los viscosímetros de Saybolt, Saybolt Furol, Engler, capilar, etc.
- **Viscosímetros para obtener viscosidades extensionales:** establece la viscosidad extensional por medio de la información que otorga efectuar un esfuerzo de tracción en el material.

También se propone otra clasificación:

- **Flujos de Poiseuille**, donde las paredes son estacionarias y el flujo es causado por la aplicación de una presión externa al fluido. Éste es el caso de los viscosímetros capilares, donde el líquido es forzado a atravesar un tubo muy estrecho y la viscosidad del líquido se determina a partir del caudal medido, la diferencia de presión aplicada y las dimensiones del tubo.

- **Flujos de Couette**, donde no existe diferencia de presión, sino que una de las paredes del sistema se mueve de manera que produce el flujo. De hecho, el fluido es arrastrado con la pared debido a la acción de las fuerzas viscosas (flujo de arrastre), que son función de la velocidad. El principio de medida se basa en la determinación simultánea de la velocidad de rotación del elemento rotatorio y el momento resultante de esta rotación.

Descripción de equipos

Viscosímetros rotacionales

Los viscosímetros rotacionales constan básicamente de dos partes que se encuentran separadas por el fluido a estudiar. Dichas partes pueden ser dos cilindros, dos superficies paralelas, una superficie y un cono de pequeño ángulo, un rotor en el interior de un cilindro.

El movimiento de una de estas partes provoca la aparición de un gradiente de velocidades a lo largo del fluido. Para determinar la viscosidad del fluido se mide el esfuerzo necesario para producir una determinada velocidad angular. Este tipo de viscosímetros son mucho más versátiles que los otros y pueden ser utilizados para fluidos no Newtonianos; sin embargo, su principal inconveniente es el precio. Los tipos de viscosímetros rotacionales más empleados:

- Viscosímetros de cilindros concéntricos, viscosímetros de placas paralelas y viscosímetros de cono-placa.

Viscosímetros capilares

El viscosímetro capilar es quizá el instrumento para la determinación de viscosidad más empleado, y también el más antiguo. En este tipo de viscosímetros un fluido es obligado a pasar a través de un tubo observándose una distribución de velocidades en el tubo de tipo parabólico, de forma que la porción del fluido que está en contacto con las paredes del capilar tiene una velocidad nula y la porción del fluido que se encuentra en el centro del tubo tiene una velocidad máxima.

En este tipo de viscosímetros la viscosidad se mide a partir del flujo medio y la presión aplicada. La ecuación básica es la ecuación de Hagen-Poiseuille (Ecuación 3), donde η es la viscosidad del fluido, ΔP es la caída de presión a lo largo del capilar, r es el radio del capilar, L la longitud del capilar y V el volumen de fluido que ha circulado en un tiempo t :

$$\eta = \frac{\Pi r^4 \Delta P t}{8 \nu L} \quad (\text{Ecuación 3})$$

Los viscosímetros capilares son útiles para la medida de viscosidades de un gran número de fluidos, desde disoluciones de polímeros hasta polímeros fundidos. Los perfiles de velocidades de cizalla producidos en el capilar dependen en gran medida del viscosímetro empleado.

Viscosímetros de cuerpo móvil

Los viscosímetros más conocidos son los de caída de esferas (Fig. 6), los cuales se basan en la Ley de Stokes, que relaciona la viscosidad de un fluido con la velocidad de caída. Si una esfera cae en el interior de un fluido libremente se acelera hasta que la fuerza de la gravedad se iguala a la fuerza de rozamiento que ejerce el fluido sobre ella. La ecuación de Stokes (Ecuación 4) muestra la viscosidad del fluido en función de la velocidad límite de la esfera:

$$\mu = \frac{2r^2(\rho_s - \rho_l) g}{9 U_{\max}} \quad (\text{Ecuación 4})$$

siendo, ρ_s , la densidad de la esfera (kg/m³), ρ_l , la densidad del líquido (kg/m³), r , radio de la esfera (m), U_{\max} , velocidad límite alcanzada por la esfera (m/s). Esta ecuación es válida siempre y cuando la esfera caiga en régimen laminar con fuerzas viscosas dominantes y el diámetro de ésta sea pequeño comparado con el diámetro del tubo.

En este equipo se obtiene la viscosidad de un fluido midiendo la velocidad límite de caída de una esfera en el seno del mismo. Figura 3. Esta velocidad se medirá entre los dos aforos del equipo. La densidad de la esfera se deberá determinar con mucha exactitud, por cualquier método conocido. Se harán mediciones con distintas esferas y luego se compararán los resultados.



Figura 3. Viscosímetro de caída de bola. Fuente: Wisniewshi, 2005.

Viscosímetro Saybolt

Este equipo consiste en un recipiente (Figura 4), destinado a contener el fluido cuya viscosidad se quiere determinar y donde en su parte inferior dispone un orificio de diámetro normalizado. Este recipiente se halla a su vez dentro de otro que le sirve de baño termostático para poder determinar viscosidades a distintas temperaturas. Está dotado de un sistema de calentamiento integrado.

El viscosímetro Saybolt Universal sirve para líquidos que tengan entre 32 y 900 segundos de tiempo de vaciado (fuera de esos extremos se observan viscosidades erróneas). Antes de comenzar a trabajar con este equipo debe ser limpiado totalmente con el solvente adecuado y luego secado con una corriente de aire. Además, el orificio debe permanecer libre de obstrucciones. Se deberán realizar mediciones a tres temperaturas diferentes. Para cada temperatura de trabajo, se determinará la densidad del fluido empleado con el objetivo de obtener viscosidades absolutas.



Figura 4. Viscosímetro Saybolt. Fuente: Lan, 2002.

CONCLUSIONES

El comportamiento del flujo y la deformación son parámetros esenciales en la caracterización del material.

La reometría es el conjunto de técnicas desarrolladas para llevar a cabo mediciones de parámetros reológicos.

El reómetro es capaz de generar diferentes velocidades de cizalla con el fin de generar un reograma, en cambio, el viscosímetro siempre trabaja con igual velocidad de cizalla. Los viscosímetros y reómetros son herramientas idóneas para ver si su muestra fluye adecuadamente.

Por medio de un reómetro se puede obtener propiedades, como: medición de viscosidad, de visco-elasticidad, de elasticidad y límite de fluidez

Wisniewski, R., Siegoczynski, R. M., Rostocki, J. (2005). Viscosity measurements of some castor oil-based mixtures under high-pressure conditions. *High Pressure Research*, 25 (1), 63-70.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Ferguson J, Kemblowski Z. (1991) *Applied Fluid Rheology*, Elsevier, London, pp. 47
- Galiana Mingot, Tomás. 1988. *Pequeño Larousse de Ciencias y Técnicas*, Editorial Científico-Técnica. Pág. 892.
- Lan, H. Y., Tseng, H. C. (2002). Study of the rheological behavior of PP/supercritical CO₂ mixture. *J. of Polymer Research*, 9, 157-162.
- Tanner RI. (1985) *Engineering Rheology*, Clarendon. Oxford, 15, pp. 355-370.
- Macosko, C. (1994). *Rheology: Principles, measurements and applications* En cap. 1 a 3, VCH Publishers, Inc., New York.
- Mattischek, H. P., Sobczak, R. (1994). A new cell for measurement of viscosity under high pressure. *Meas. Sci. Technol.*, 5, 782-785.
- Royer, J. R., Gay, Y. J., Adam, M., DeSimone, J. M., Khan, S. A. (2002). Polymer melt rheology with high-pressure CO₂ using a novel magnetically levitated sphere rheometer. *Polymer*, 43, 2375-2383
- Royer, J. R., DeSimone, J. M., Khan, S. A. (2001). High-pressure rheology and viscoelastic scaling predictions of polymer melts containing liquid and supercritical carbon dioxide. *J. of Polymer Science: Part B: Polymer Physics*, 39, 3055-3066
- Schramm, L.L. 2005. *Emulsions, Foams and Suspensions: Fundamentals and Applications*. WILEY-VCH Verlag GnbH & Co. KGaA, Germany.