

Vniver4dad Nacional AvFn9ma de Mexico

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN INGENIERÍA

FACULTAD DE INGENIERÍA

DESARROLLO Y CONSTRUCCIÓN DE UN REÓMETRO DE ORIFICIO PARA DETERMINAR PROPIEDADES EXTENSIONALES

T E S I S QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE: DOCTOR EN INGENIERÍA

MECÁNICA - DISEÑO MECÁNICO

PRESENTA:

FRANCISCO JAVIER NARANJO CHÁVEZ

DIRECTOR:

DR. GABRIEL ASCANIO GASCA

CO-DIRECTOR:

DR. RICARDO CHICUREL UZIEL





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:	DR. RICARDO CHICUREL UZIEL
Secretario:	DR. FRANCISCO JAVIER SOLORIO ORDAZ
Vocal:	DR. GABRIEL ASCANIO GASCA
1er. Suplente:	DR. EDMUNDO BRITO DE LA FUENTE
2do. Suplente:	DR. ADRIÁN ESPINOSA BAUTISTA

Lugar donde se realizó la tesis:

CENTRO DE CIENCIAS APLICADAS Y DESARROLLO TECNOLÓGICO, UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO, CIUDAD UNIVERSITARIA, MEXICO D. F., MEXICO.

TUTOR DE TESIS:
DR. GABRIEL ASCANIO GASCA
FIRMA

A mis Padres

Ma. Luisa Chávez Jiménez, Francisco Javier Naranjo Flores

A mis hermanos Christian Iván y Evelin Hayde Naranjo Chávez

> A mi abuelo Alfredo Naranjo Olguín Que está conmigo aunque su cuerpo no esté

> > **A mi otra mitad e inspiración** Nadia Paula Sánchez Camargo

A mis amigos Jesús Alejandro Torres Torres Héctor Alfonso Cordourier Maruri

AGRADECIMIENTOS

"Honor a quien honor merece", es un dicho muy popular. Por tanto escribo estas palabras para dar gracias a quienes de alguna forma colaboraron en el desarrollo de esta tesis. Al **Dr**. **Gabriel Ascanio** le agradezco su confianza y apoyo en mi camino hacia la investigación, sin él no estaría aquí; así mismo le agradezco por lo más importante que me brindó: su amistad. El **Dr. Ricardo Chicurel** me brindo el honor de ser su pupilo, transmitiéndome su sabiduría; pero principalmente me dio el honor de dejarme ser su amigo. Por eso, a él le doy mi inmensa gratitud. **El Dr. Edmundo Brito** me dio la oportunidad de conocer el ámbito internacional y empresarial. A él le doy gracias por esa oportunidad y principalmente por su amistad.

El apoyo emocional y social es importante para lograr metas y objetivos. La familia es la base de un desarrollo personal y por ello quiero expresar mi agradecimiento a mi familia. A mis padres, **Luisa y Javier**, que me han dado mucho y me dieron los valores necesarios para estar donde ahora; a mis hermanos, **Christian y Evelin**, que me han apoyado y me dieron motivos para seguir hasta aquí y más allá. Finalmente, quiero dar el mayor agradecimiento a **Nadia** por estar en todo momento conmigo durante este periodo de mi vida y darme lo mejor que recibí.

La amistad es un apoyo que muchas veces no se agradece como se debe. En un pequeño esfuerzo por hacerlo, hago constar mi gratitud hacia todos mis compañeros y amigos de la UNAM: Héctor, Alejandro, Vicente, Israel, Ricardo, Gabriela, Jazmín, Servando, Micho, Estefania, Jonathan, Igmar, Gabriel A., Dulce, Claudia A., Paty, Rafa, Benjas, Alvaro y todos aquellos que conocí en esta época. Mis amigos internacionales, José María y familia y Egon y familia, les doy gracias por recibirme y darme su amistad.

La humildad es un valor que me han inculcado bien, por tanto agradezco el apoyo técnico brindado por el taller del CCADET en el desarrollo de este proyectoy el aopoyo indispensable del Dr. Luis Medina.

Finalmente, hago constar mi agradecimiento a la Coordinación de Estudios de Posgrado de la UNAM por su apoyo y confianza para realizar y concluir mi doctorado.

Como un cuento...

Aquel pequeño tigre que nació de las cenizas del jaguar ahora es grande y pelea por todo. La jungla es inmensa y parece interminable, dura y negra. Después de la experiencia plasmada en el las líneas que circundan su pelaje, el tigre mira a lo lejos y entre lo espeso de la niebla emerge lo ha estado buscando durante años; lo huele y sigue sigilosamente. Al enfrentarse con el destino pelea y defiende los ideales de la vida con el fin de conseguir el éxito. Éxito de la vida que se avecina, justo como la fiera que siempre ha sido. La presa se ha resistido más de lo pensado, sin embargo, la valentía y el coraje han hecho del tigre un incesante cazador de triunfos sediento de nuevo retos. En el cenit de la montaña, la presa por fin es sosegada. El tigre la lleva al altar para ser venerada y posteriormente tragada. Los hermanos de sangre, el águila y el ave de mil voces risueñas están allí. Pero ahora hay alguien más importante en la veneración, la pequeña tigresa que siempre ha estado con el tigre, sin ella no se hubiera consumado la etapa de crecimiento espiritual. Juntos fueron uno y ahora se ve en la fusión de la visión del futuro. Ya en el acto de la veneración, el cielo se ha puesto negro y místico, los dioses se han manifestado. Los relámpagos se hacen observar uno tras otro, como esperando el momento oportuno para abalanzarse sin remordimiento. Se ha formado un remolino sobre el altar de la pirámide, perecer ser un ojo del aquél que se fue, durante esta etapa, pero todo lo ve. La visión del tigre se empieza a nublar mientras una luz en medio del remolino aparece sutilmente. Con pocas energías el tigre muestra la presa, la cual es iluminada. La luz es cegadora y después del vislumbró el tigre cae exhausto. El tigre ha comido la presa por fin cayendo en un somnoliento estado. No hay ruido alguno en la jungla, todos esperando... ... se hace eterno el caer de la arena del reloj. Repentinamente, el tigre se para con gran dificultad para finalmente mostrar su pecho y después de tomar aliento sacar un estruendoso rugido que hasta calla la canción de los grillos. Se despejan las nubes y se escucha una voz profunda que dice:

Ha llegado la hora de ser alguien, de ser humilde, de ser valioso y valiente. No desperdicies la sabiduría, la experiencia y la virtud. Se uno con los espíritus, baila en el río de la vida, fortalece el alma con el cuerpo, derrama sangre por los tuyos. Vuelve al estado original, ve y corre por el futuro y el destino, que son los que tú forjaras de hoy en adelante. AHORA ERES LO QUE SIEMPRE QUISISTE SER, DA LO MEJOR DE TI.

Contenido

Resume	en	XVII
Abstrac	et	XIX
Nomen	clatura	XX
1 Int	troducción	i
1.1	Reometría extensional	2
1.2	Extensión simple	1
1.3	Compresión lubricada	12
1.4	Estiramiento de hojas (extensión multiaxial)	14
1.5	Hilado de fibra	14
1.6	Burbuja colapsada	1(
1.7	Flujos de estancamiento	17
1.8	Flujos de entrada	19
1.9	Objetivo General	20
1.10	Objetivos Específicos	20
2 Me	etodología	22
2.1	Principio de operación	2
2.1	.1 Análisis de Binding	2
2.1	.2 Perfil parabólico	3.
2.2	Descripción de equipo	39

	2.3	Fluidos	45
3	Res	ultados	_ 51
	3.1	Calibración	51
	3.2	Caracterización con fluidos newtonianos	52
	3.3	Caracterización con fluidos no newtonianos	56
Са	onclus	iones y recomendaciones	63
	Recon	nendaciones	67
Aţ	oéndic	es	69
	Apéno	lice A. Análisis de Cogswell	69
	Apéno	lice B. Cálculos para longitud de vórtice y ángulo de entrada	72
	Apéno	lice C. Cálculo de diámetro de tornillo y selección del motor	73
	Apéno	lice D. Especificaciones de equipo electrónico	75
Aı	1exos		_ 79
	Anexo	1. A New Orifice Rheometer for the Measurement of Rheological Extensional	
	Prope	rties	79
	Anexo	2. Nuevo reómetro de orificio con perfil parabólico	_103
	Anexo	3. Flujo extensional a través de contracciones de perfil parabólico.	_111
Re	feren	cias	_ 119

Figuras

Figura 1. Efecto Weissenberg
Figura 2. Efecto Barus
Figura 3. Tensores de velocidad de deformación extensional7
Figura 4. Extensión Uniaxial (MIT, 2006)
Figura 5. Extensión en vegetales (MIT, 2006)10
Figura 7. Reómetro de compresión lubricada de Chatraei <i>et al</i> (1981)13
Figura 8. Flujo de Fano (IMT, 2006)16
Figura 9. Burbuja colapsada de un fluido de alta viscosidad (IMT, 2006) 17
Figura 10. Aparato desarrollado para generar flujo de estancamiento (Fuller et al 1987). 19
Figura 11. Esquema de flujo a través de una contracción axisimétrica
Figura 12. Experimento de visualización de flujo a través de orificio (Zirnsak et al, 1998)
Figura 13. Contracción abrupta para generar flujos extensionales27
Figura 14. Contracción con perfil parabólico
Figura 15. Perfil parabólico
Figura 16. Contracción con perfil parabólico del reómetro de orificio. a) Modelo sólido b)
Diseño de detalle (fabricación)
Figura 17. Esquema del nuevo reómetro de orificio con perfil parabólico
Figura 18. Componentes principales del reómetro de orificio
Figura 19. Arreglo general del reómetro de orifcio43
Figura 20. Reómetro de orificio44
Figura 21. Reograma de los fluidos newtonianos estudiados47
Figura 22. Reograma de los fluidos no newtonianos estudiados

Figura 23. Curva de calibración52
Figura 24. Presión de entrada como función del flujo volumétrico para fluidos newtonianos
Figura 25. Viscosidad extensional aparente en función de la velocidad de deformación
elongacional de los fluidos newtonianos55
Figura 26. Razón de Trouton de fluidos newtonianos56
Figura 27. Presión de entrada como función del flujo volumétrico de fluidos no
newtonianos
Figura 28. Viscosidad extensional en función de la velocidad de deformación elongacional
de los fluidos no newtonianos
Figura 29. Razón de Trouton de los fluidos no newtonianos

Tablas

Tabla 1. Resultados de Tremblay con el análisis de Binding	34
Tabla 2. Propiedades de fluido newtonianos.	46
Tabla 3. Propiedades reológicas de fluidos no newtonianos	48
Tabla 4. Resultados de los fluidos newtonianos	54
Tabla 5. Índices de comportamiento para fluidos no newtonianos	57
Tabla B1. Datos de longitud y ángulo para diferentes razones de contracción y flujo	72

Resumen

En la industria en general, desde los inicios del siglo XX, se han desarrollado una gran cantidad de fluidos con un comportamiento de flujo irregular. En 1920 el estudio de tales materiales provocó la introducción de un nuevo concepto en la ciencia, "Reología". Esta palabra viene del griego "rheos" que significa fluir. Entonces, reología está definida, de forma muy general, como la ciencia que estudia la deformación y el flujo de la materia. La reología es diferente a la hidrodinámica porque a la primera le interesa, más particularmente, las características de flujos de fluidos no newtonianos. Muchos libros y artículos mencionan la importancia de tal ciencia, (Carreau *et al* 1997, Macosko, 1994; Sato, 1995; Petrie, 2006a y 2006b).

La reología extensional es una las de ramas de la nueva ciencia mencionada en el párrafo anterior. A pesar de que Federick Trouton inició los estudios de la reología extensional en 1906, no es sino hasta al final de los años 70 y toda la década de los años 80 cuando esta rama tiene un auge relevante. A partir de ese momento muchos investigadores han desarrollado métodos, análisis e instrumentos para conocer las propiedades extensionales de los fluidos.

La viscosidad extensional es una propiedad que recientemente se estudia para muchos fluidos en la industria. A pesar de los adelantos de la ciencia, muchos de los instrumentos desarrollados, hasta hoy, no permiten determinar esta propiedad con precisión. El presente trabajo muestra un instrumento capaz de medir la viscosidad extensional aparente de los fluidos mediante el método de flujos de entrada. Se eligió este método porque es el que posee menor dificultad para generar y medir flujos extensionales.

El instrumento fue desarrollado bajo el método de un flujo que pasa a través de una contracción, la cual está diseñada con base en una parábola de revolución con apertura hacia el eje x. La geometría fue diseñada conforme a trabajos previos, (Tremblay, 1989; Ascanio *et al*, 2002; Mongruel y Cloitre, 2001 y Zatloukal *et al*, 2002), y se desarrolló con el fin de evitar vórtices en la vecindad de la contracción evitando consumo de energía para mantener recirculando el flujo en esta zona.

A pesar de los problemas de alineación y manufactura, en especial del perfil de la contracción, se pudo fabricar y ensamblar el reómetro realizándose pruebas de funcionamiento, calibración y aplicación. Cabe mencionar que la manufactura del perfil fue realizada por medio de máquinas de control numérico.

Con la medición de caída de presión y flujo que pasa a través de la contracción, la viscosidad extensional aparente del fluido se calcula mediante el análisis realizado por Binding en 1989, el cual, a diferencia del análisis de Cogswell (1972), contempla los efectos inerciales del flujo, Por lo tanto, el presente trabajo asume que la caída de presión tiene tres componentes principales, los efectos cortantes, los efectos extensionales y los efectos inerciales. Los trabajos realizados por otros investigadores, Ascanio *et al* (2002) y Della Valle *et al* (2000) entre otros, sólo contemplaron los primeros dos efectos, lo que hace que el presente desarrollo sea más preciso en la medición de la viscosidad extensional.

Abstract

From the early twentieth century, a lot of fluids exhibiting complex flow behavior have been developed. In 1920, the study of such fluids allowed the introduction of a new concept in science: Rheology. This word comes from the Greek rheos, which means flow. Then, rheology is defined, very broadly, as the science that studies the deformation and flow of matter. Rheology is different from hydrodynamics, because the first deals, more particularly with the characteristics of non-Newtonian fluid flow. Extensional rheology is a new branch of that science. Although Frederick Trouton began the study of extensional rheology in 1906, it was at the end of the 70s and the entire decade of the 80s it gained considerable attention. From that time, many researchers have developed methods, analyses and instruments in order to find out the extensional properties of fluids.

The extensional viscosity is a material property recently studied for many fluids in industry. Despite the advances of science, many of the developed instruments, to date, do not determine accurately this property. The present thesis describes de development of an instrument capable of measuring the apparent extensional viscosity of fluids by means of the method of pressure entrance flow. This method was chosen because it is the one that presents less difficulty to generate and measure extensional flows combined with shear effects.

The instrument was developed on the basis of the flow passing through a profiled contraction. The geometry was designed according to previous works (Tremblay, 1989; Ascanio et al, 2002; Mongruel and Cloitre, 2001 and Zatloukal et al, 2002), and with the

aim of avoiding the formation of vortices in the vicinity of the contraction, so that less energy is required to keep the fluid flowing through it.

Despite the problems of alignment and manufacturing, especially the one related to the profiled contraction, it was possible to calibrate and characterize the rheometer. It is noteworthy that the manufacture of the profile was made in a CNC machine.

From the measurement of the pressure drop and flow, the apparent extensional viscosity of the fluids investigated was calculated using Binding's analysis (1989), which considers not only the shear and extensional effects, but also the changes of kinetic energy. The prototype was calibrated with Newtonian fluids in terms of the dimensionless Euler number as a function of the Reynolds number and then characterized with fluids exhibiting different rheological behaviors.

Nomenclatura

Letra	Definición
a	Abcisa del vértice de la parábola
Α	Área
	Pendiente de las curvas presión de entrada vs Flujo
b	volumétrico
С	Factor de arreglo de extremos
d	Distancia entre boquillas
d_T	Diámetro del tornillo ACME
D	Tensor de deformación
D_c	Diámetro del cilindro
$D_{ heta heta}$	Componente de deformación en dirección angular
D_{rr}	Componente de deformación en dirección radial
D_{rz}	Componente de deformación en dirección de corte rz
D_{zz}	Componente de deformación en dirección del flujo
Ė	Energía total
F	Fuerza
ſ	Coeficiente de fricción
h	Ordena del vértice de la parábola
Н	Ancho del canal en flujo de estancamiento
k	Índice de consistencia en corte
l	Índice de consistencia extensional
L	Longitud que recorre la tuerca ACME
L_c	Longitud del cilindro
L_s	Brazo de palanca
L_v	Longitud de vortice
M	Índice de comportemiente reelégice en corte
n n	Distancia del vártice al foco de la parábola
Р Р	Presión
P_0	Presión de entrada
P_A	Presión en el punto A
P_B	Presión en el punto B
P_{Lv}	Presión al inicio de la zona de recirculación
Q	Flujo volumétrico
R	Radio
R_0	Radio de la contracción
R_1	Radio del canal
R_b	Radio de la entrada de la boquilla
r	Coordenada radial
t A	Indice de comportamiento reológico extensional
t_{av}	uempo de avance del piston

Tr	Relación de Trouton
V	Velocidad lineal
\mathcal{V}_r	Velocidad en dirección radial
v_x	Velocidad en dirección x
v_y	Velocidad en dirección y
v_z	Velocidad en dirección z
x	Coordenada x
x_0	Punto de estancamiento
У	Coordenada en dirección y
Z.	Coordenada en dirección z, dirección principal del flujo
α	Inverso de la razón de contracción
$\beta_{\underline{\beta}}$	Angulo de rosca del tornillo ACME
γ	Velocidad de deformación de corte
${\dot \gamma}_{app}$	Velocidad de deformación de corte aparente
ΔP_E	Caída de presión debido a efectos extensionales
ΔP_K	Caída de presión debido a efectos inerciales
ΔP_S	Caída de presión debido a efectos cortantes
$\Delta P_{(Lv,0)}$	Caída de presión en la zona de circulación
Ė	Velocidad de deformación extensional
$\left \dot{\mathcal{E}} \right _{\max}$	Velocidad de deformación extensional máxima
η	Viscosidad de corte
η_E	Viscosidad extensional
η_{ENT}	Viscosidad de entrada de corte
ρ	Densidad
θ	Ángulo de entrada, coordenada angular
σ	Tensor de esfuerzo
$\sigma_{\!E}$	Esfuerzo extensional
$ au_{rr}$	Componente de esfuerzo en dirección radial
$ au_{rz}$	Componente de esfuerzo en dirección cortante rz
$ au_{zz}$	Componente de esfuerzo en dirección de flujo
ω	Velocidad angular

ſ

1 Introducción

Para entender un poco la reología extensional es necesario tener algunos conceptos presentes, como lo son: fluido inelástico, fluido viscoelástico, extensión uniaxial, extensión biaxial. En este trabajo sólo se proporcionan los conceptos sobre extensión, los cuales son de mayor pertinencia por la naturaleza del tema de investigación.

Desde el punto de vista de la mecánica de fluidos es importante sólo considerar dos estados, fluido y sólido. La diferencia entre los dos es perfectamente obvia. La distinción técnica es la forma de reaccionar de cada uno ante la aplicación de un esfuerzo cortante o tangencial. Un sólido puede resistir un esfuerzo cortante por una deflexión estática, un fluido no puede. Cualquier esfuerzo cortante aplicado a un fluido, no importa que tan pequeño, resultara en movimiento de ese fluido. El fluido se deforma y mueve continuamente en tanto el esfuerzo cortante sea aplicado. Algunas sustancias aparentemente sólidas, como el asfalto, resisten esfuerzos cortantes en periodos muy cortos pero se deforman lentamente y exhiben un comportamiento de fluido en periodos muy largos de tiempo. A partir del siguiente párrafo se describirán los diferentes tipos de fluidos con el fin de tener una base para la explicación del caso de extensión de los mismos.

Primeramente, un fluido con una viscosidad constante en todo el rango de la velocidad de cizalla es llamado newtoniano, como lo son el alcohol, agua y muchos aceites. Por otro lado, la viscosidad de suspensiones cambia conforme se varía la velocidad de cizalla; este tipo de comportamiento es llamado no newtoniano.

Una de las características de algunos fluidos no newtonianos es el "corte adelgazante". Conforme se aumenta la velocidad de corte la viscosidad disminuye, entonces se dice que es un fluido pseudoplástico. Cuando sucede lo contrario, es decir, la viscosidad aumenta conforme se incrementa la velocidad de corte, se dice que el fluido es dilatante o de "corte espesante".

Otros tipos de comportamiento reológico de los fluidos, son la tixotropía y la reopexía, las cuales son efectos dependientes del tiempo (Carreau *et al*, 1997; Macosko, 1994). La tixotropía se presenta cuando la viscosidad decrece conforme pasa el tiempo, estando la muestra sujeta a una velocidad de corte constante. El yogurt es un ejemplo claro de una sustancia con comportamiento tixotrópico. La reopexía es el caso donde la viscosidad incrementa conforme pasa el tiempo estando la muestra sometida a un estado de velocidad de corte constante.

La viscoelasticidad es un término usado para describir la propiedad reológica de materiales, los cuales tienen la capacidad de presentar tanto comportamiento viscoso como elástico. Desde un punto de vista de energía, el fenómeno viscoso es un proceso de disipación de energía, mientras la elasticidad implica la habilidad de recuperar la energía mecánica cuando el material es deformado. Algunos fenómenos característicos de los materiales viscoelásticos se describen a continuación:

 Sí un rodillo con eje vertical es sumergido en un líquido elástico y repentinamente se hace girar a una cierta velocidad, el fluido experimenta esfuerzos normales y empieza a subir por rodillo. Este fenómeno es llamado efecto Weissenberg (1955) (Figura 1).



Figura 1. Efecto Weissenberg.

 Otro fenómeno es el llamado efecto Barus (Figura 2). Tal efecto sucede cuando un fluido elástico sale de una tubería. El diámetro del flujo crece considerablemente al salir. Este fenómeno aumenta conforme el flujo incrementa.



Figura 2. Efecto Barus

"Hilabilidad" es también un efecto que se presenta en los fluidos viscoelásticos. Tal efecto es la habilidad de un líquido para hacer fibras o hilos muy largos (Fano, 1908; Petrie, 2006a y 2006b; Sato, 1995; Macosko, 1994)

1.1 Reometría extensional

Una vez explicado a grandes rasgos los diferentes tipos de fluidos se explicará un poco sobre la extensión de los fluidos y los antecedentes del mismo fenómeno. El comienzo del estudio de los flujos y deformaciones extensionales se remonta a 1906 con las investigaciones de Frederick Thomas Trouton, quien intentó obtener la viscosidad de un fluido supuestamente newtoniano de alta viscosidad y encontró que dicho fluido tenía un comportamiento no newtoniano en cierto rango de deformación. Él usó una analogía con la mecánica de sólidos, con el módulo cortante y el módulo de Young, para la viscosidad. La viscosidad en corte es la definición típica de Newton y la viscosidad extensional, la cual llamó coeficiente de tracción viscosa, es la viscosidad en tensión o estiramiento.

Trouton expuso cuatro experimentos, principalmente con brea, alquitrán y cera para zapatos:

- Experimentos de tracción (estiramiento de un cilindro uniforme).
- Compresión axial de cilindros.
- Flujo de una corriente descendente bajo su propio peso (hilado gravitacional).
- Pandeo de una viga horizontal en *cantiliver*.

Trouton desarrolló una teoría de la cual obtuvo la razón de 3 entre la viscosidad extensional y la viscosidad de corte, ahora llamada la razón de Trouton,

$$\eta_E = 3\eta, \tag{1}$$

donde η_E es la viscosidad extensional y η la viscosidad de cizalla. La relación de Trouton sólo se aplica en fluidos newtonianos a muy bajas tasas de deformación. Para fluidos reológicamente complejos, tales como polímeros fundidos y líquidos viscoelásticos, la relación de Trouton puede ser mucho más grande que 3 (Della Valle *et al*, 2000; Macosko, 1994; Ascanio *et al*, 2002).

El segundo antecedente en flujo extensional se encuentra en el trabajo de Giulio Fano (1908), quien trabajó sobre la habilidad de formación de hilos de líquidos. El nombre de Fano está asociado al experimento que él ideó: el flujo de Fano. Tal flujo es el producido por salidas de tubo en forma de sifón. Fano investigó la "hilabilidad" en materiales biológicos de moléculas muy grandes en solución y notó que la filtración reduce la hilabilidad. Además, reportó la recuperación elástica cuando un hilo de líquido es cortado.

Algunas de las sustancias estudiadas por Fano fueron saliva, albumen, solución de sopas e infusión de hojas de cactus. Una de sus conclusiones más importantes es que no existe conexión obvia entre la viscosidad, la tensión superficial y la habilidad de formar hilos en los líquidos. Aun con el nivel cualitativo de este experimento, no podemos contestar enteramente la pregunta de por qué un líquido forma hilos y otros no. Lo que nos lleva la pregunta: ¿Es un líquido "hilable" en el sentido que éste forma hilos muy largos cuando son drenados? Las ideas de separar el comportamiento viscoso y elástico de los materiales y luego conectarlos en la observación de un fenómeno, tal como la formación de hilos,

atomización y flujo inestable, son temas que se estudian en nuestros días (Sato, 1995; Petrie, 2006a, 2006b).

Una vez revisado un poco los inicios de la reometría extensional, se presenta un análisis general del la viscosidad y deformación extensional en fluidos tomando como referencia la Figura 3 para definir los tensores de deformación. Entonces, se considera un flujo en estado estacionario sometido a extensión uniaxial; el tensor de la velocidad de deformación (D), según la nomenclatura mundial (Dealy, 1984 y 1994), es

$$2D = \begin{bmatrix} 2\varepsilon & 0 & 0\\ 0 & -\varepsilon & 0\\ 0 & 0 & -\varepsilon \end{bmatrix},$$
 (2)

donde ε es la velocidad de deformación axial y $\varepsilon/2$ la transversal. Ahora, el tensor de esfuerzo total en extensión uniaxial es

$$\sigma = \begin{bmatrix} -p + 2\eta\varepsilon & 0 & 0\\ 0 & -p - \eta\varepsilon & 0\\ 0 & 0 & -p - \eta\varepsilon \end{bmatrix},$$
(3)

donde η es la viscosidad de corte. Si se desprecian los efectos de tensión superficial, las condiciones de frontera en las secciones transversales son igual a cero, es decir que $\sigma_{22}=\sigma_{33}=0$. Por lo tanto, la componente principal del esfuerzo es

$$\sigma_{11} = 3\eta \varepsilon \tag{4}$$

Se define la viscosidad extensional como la diferencia de los dos primeros esfuerzos normales sobre la velocidad de deformación extensional,

$$\eta_E = \frac{\sigma_{11} - \sigma_{22}}{\hat{\varepsilon}} \tag{5}$$

Por lo tanto se obtiene

$$\eta_E = 3\eta \tag{6}$$



Figura 3. Tensores de velocidad de deformación extensional

El resultado anterior demuestra la importancia del tensor de la ley de Newton de la viscosidad y la analogía que hay entre la razón de Trouton para fluidos newtonianos viscosos, $\eta \ge 10^3 Pa$, y la razón entre el módulo de Young y el módulo cortante para sólidos incompresibles y isotrópicos, (Macosko, 1994; Petrie, 2006a y 2006b; Ascanio *et al*, 2002; Della Valle *et al*, 2000 y Lubansky *et al*, 2007). La Figura 4 muestra un experimento simple de extensión uniaxial, la cual muestra la separación de dos platos con una película de un líquido viscoelástico, el cual es un fluido Boger-propileno con número de Deborah, De=43.4. La separación la inicial entre los platos es de 0.1mm y la final es de 5mm.



Figura 4. Extensión Uniaxial (MIT, 2006)

Para el caso general de extensión de un fluido se consideran dos casos: extensión biaxial

$$D = \begin{bmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -2\varepsilon \end{bmatrix}$$
(7)

y extensión plana.

$$D = \begin{bmatrix} \dot{\varepsilon} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -\dot{\varepsilon} \end{bmatrix}$$
(8)

Los tensores de velocidad de deformación se presentan de forma esquemática en la Figura 3. La viscosidad extensional en el caso equibiaxial está definida como,

$$\eta_E = \frac{\sigma_{11} - \sigma_{22}}{\varepsilon} \tag{9}$$

y para un fluido newtoniano

$$\eta_E = 6\eta \tag{10}$$

La extensión plana es a veces referida como corte puro, pero debe ser claramente entendido que es totalmente diferente al flujo en corte simple, siendo un fluido irrotacional.

Un punto particular es que la extensión plana tiene dos viscosidades extensionales (Meissner, 1985). La primera viscosidad extensional se escribe como

$$\eta_{E1} = \frac{\sigma_{11} - \sigma_{33}}{\varepsilon} \tag{11}$$

Esta ecuación se refiere al esfuerzo de tensión requerido para estirar el material en la dirección del flujo. La segunda viscosidad extensional es la viscosidad transversal, la cual se define como

$$\eta_{E2} = \frac{\sigma_{22} - \sigma_{33}}{\varepsilon} \tag{12}$$

y se refiere al esfuerzo de tensión requerido para impedir la deformación en la dirección neutral o segunda dirección. Las relaciones teóricas para un fluido newtoniano, con la viscosidad de corte, son

$$\eta_{E1} = 4\eta \qquad \eta_{E2} = 2\eta \tag{13}$$

De forma más general se toma el tensor de velocidad de deformación como (Macosko, 1993; Petrie, 2006)

$$D = \begin{bmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & m\varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & -(1+m)\varepsilon \end{bmatrix} \quad \text{donde} \begin{cases} m = 1, & \text{extension equibiaxial} \\ m = 0 & \text{extension plana} \\ m = -0.5 & \text{extension uniaxial} \end{cases}$$
(14)

Hoy en día, la reometría extensional es un área de investigación muy activa, porque ha sido reconocido que los flujos extensionales exhiben muchas variaciones sensitivas en la estructura y son altamente relevantes en muchos procesos industriales o en alimentos (Figura 5). Las deformaciones extensionales también juegan un papel significante en muchos procesos de operación; por ejemplo, hilado de fibras sintéticas, termoformados, moldeo por soplado, fabricación de películas delgadas y producción de espumas, entre muchas otras.



Figura 5. Extensión en vegetales (MIT, 2006)

Los flujos en regiones convergentes o divergentes en procesos de fundición, extrusión o moldeado pueden tener grandes componentes extensionales. Entonces, una función para el modelado de estos flujos es necesaria. La importancia de la medición extensional es conocida, pero hay poca información disponible por la dificultad de generar flujos puramente extensionales, especialmente para fluidos de baja viscosidad, $\eta \leq 10^3 Pa \cdot s$ (Macosko, 1994; Petrie, 2006a y 2006b; Ascanio *et al*, 2002; Della Valle *et al*, 2000 y Lubasky *et al*, 2007). El problema básico es que un flujo bajo límites estacionarios conlleva esfuerzos cortantes, pero sin tales límites es difícil el control de la deformación en fluidos de baja viscosidad. La tensión superficial, la gravedad, la inercia repercuten en el cambio de la deformación. A continuación se explican a grandes rasgos los principales experimentos, hasta hoy, para mediciones extensionales.

1.2 Extensión simple

La forma más simple para generar una extensión uniaxial es sujetar una muestra cilíndrica del fluido de cada extremo y jalarla (Figura 6); éste fue el experimento de Trouton. Pero como se dijo anteriormente, la desventaja principal de este experimento es que se necesitan muestras de fluido de muy alta viscosidad ($\eta \ge 10^3 Pa \cdot s$).

Uno de los principales problemas en este experimento es el anclaje de los extremos del cilindro a estirar. Trouton solamente hizo los extremos más grandes para poder anclarlos. Un gran número de métodos para anclar los extremos han sido desarrollados. Connelly *et al* (1979) usaron una gota de epóxico para espesar los extremos de muestras de polímetros. Otros, como Cogswell (1968) y Dealy y Rhi-Sausi (1976) han usado agua congelada, pero los gradientes de temperatura repercuten en los resultados. El mejor método utilizado hasta hoy es colocar un lazo en cada extremo de la muestra con la ayuda de una pinza metálica (Meissner, 1985; Frank y Meissner, 1984).

Un método alterno para jalar muestras es el uso de anclajes rotatorios (Meissner, 1969). La muestra es mantenida entre dos pares de engranes o cilindros. Las desventajas de anclajes rotatorios, con respecto a los de traslación, son la dificultad de mantener una velocidad constante; las muestras son mucho más grandes, lo que repercute en dificultad de fabricación de las mismas y el deslizamiento de las muestras en la superficie de los

anclajes. Otro método utilizado es el de los baños flotantes (Vinogradov *et al*, 1970; Franck y Meissner, 1984, Munstedt, 1979).



Figura 6. Experimento con reómetro de filamento en IMT (2006).

1.3 Compresión lubricada

En sólidos, si se revierte la dirección de esfuerzo de corte, se obtiene la misma función material. Para la extensión uniaxial en fluidos no sucede lo mismo. Los esfuerzos normales necesarios para generar la compresión uniaxial (o extensión equibiaxial) no es el negativo de la extensión. Si la muestra es muy larga y delgada, ésta se pandeará; así que la razón de L/R, donde R es el radio de la muestra y L es la longitud, debe ser lo más pequeño posible. Pero el corte en los extremos de la muestra contribuirá significativamente al esfuerzo total. Así que un camino para eliminar tal corte es aplicar lubricantes de baja viscosidad a los extremos de las muestras. Esta propuesta ha sido exitosamente usada para obtener datos de viscosidad biaxial (Chatraei *et al*, 1981) (Figura 7).





Figura 7. Reómetro de compresión lubricada de Chatraei et al (1981).

Chatraei *et al* realizaron experimentos bajo un rango alrededor al 10^2 Pa en esfuerzo a una velocidad de deformación de 0.003-1.0 s⁻¹.

Algunos inventores han desarrollado reómetros con esta técnica; como son James David F. (1995), quien desarrolló un reómetro para determinar elasticidad de algunos fluidos muy viscosos, US5456105 (A). Reinheimer *et al* (2005) inventaron un reómetro para muestras inmersas en un fluido newtoniano, US2005132782 (A1) y DE10350554 (A1). Más recientemente Kim *et al* (2008) desarrollaron un reómetro mixto, extensional y de corte, para fluidos de mediana viscosidad, WO2008091120 (A1) y KR20080070266 (A). Estos últimos inventores, miden la viscosidad extensional de la misma manera que Chatraei *et al* (1981)
1.4 Estiramiento de hojas (extensión multiaxial)

Este método, como los descritos en 1.2 y 1.3, también es para fluidos de alta viscosidad. La ventaja de él es que se puede crear una gran cantidad de estados de esfuerzos. Uno de los dispositivos para hojas de líquidos altamente viscosos ha sido desarrollado por Meissner y colaboradores (1982). El máximo valor de esfuerzo es de 2.5 Pa en pruebas biaxiales y multiaxiales y con tasas de deformación (\mathcal{E}) menores a 0.1 s⁻¹.

Los métodos de medición de propiedades extensionales descritos a continuación, permiten realizar experimentos con líquidos con viscosidades menores a $1x10^3$ Pa·s, aunque la interpretación es más problemática. La gravedad, la tensión superficial, el arrastre del aire y las paredes trabajan en contra del flujo extensional deseado. Los índices extensionales obtenidos de estos experimentos dan datos importantes del flujo extensional, pero no dan una función material extensional.

1.5 Hilado de fibra

El más conocido de los métodos de generación de flujo extensional puro es el hilado de fibra. Se evita el problema de sujetar y tensar la muestra, puesto que ésta es continuamente extruida desde un tubo y estirada por una rueda rotatoria o succionada en vacío. La fuerza sobre el tubo y el diámetro de la fibra son medidas como una función de la distancia a lo largo de la fibra (Jones *et al*, 1987; Agarwal y Gupta, 2002). La velocidad de extensión puede ser determinada desde la medición del diámetro de la fibra y el flujo volumétrico.

El mayor problema de este experimento es que no es fácil mantener la velocidad de deformación constante a lo largo de la fibra. El esfuerzo se obtiene como la suma de todos los esfuerzos a lo largo de la fibra. Por esta razón, el equipo de hilado de fibra no es en

realidad un reómetro verdadero, pero proporciona un valor de viscosidad extensional uniaxial aparente. Las fibras también pueden generarse desde una boquilla como lo usaron Sridhar y Gupta (1988) y Bulters y Meijer (1990). El reómetro conocido como "*Dual windup extensional rheometer*" ha sido desarrollado con este método para medir la viscosidad y elasticidad del hule. Dicho reómetro fue patentado en diferentes partes del mundo con los siguientes códigos: WO0028321 (A1), JP2002529736 (T), EP1129349 (A1 y B2), DE69812441 (T2), Au1315799 (A) US2001049972 (A1) y US6578413 (B2). Finalmente, con una mejora significativa en el 2004, se tienen las patentes: US2004020287 (A1) y US6691569 (B1). Todas las patentes anteriores son propiedad de Goodyear Tires y se basan en hacer estirar el fluido mediante dos rodillos. Uno de los más recientes reómetros basados en este método fue desarrollado para la medición de fundición de polímeros o elastómeros en el 2006 por Garritano y Berting (FR2874089 (A1 y B1)). Este reómetro utiliza un par de rodillos, uno fijo y otro rotatorio, para hacer el estiramiento del fluido.

Una variación de este método es la salida de tubo en sifón, el cual es el hilado en fibra en reversa (Figura 8). Una boquilla es sumergida en el fluido a prueba, se aplica vacío y el fluido es succionado hacia fuera del recipiente. La boquilla es levantada lentamente mientras el fluido sigue fluyendo hacia la boquilla. Este método también es llamado flujo de Fano, quien fue el primero en reportar esta técnica en 1908. Los cálculos se hacen de forma similar a los del hilado de fibra, sólo que el efecto de la gravedad se toma como positivo.



Figura 8. Flujo de Fano (IMT, 2006)

1.6 Burbuja colapsada

Otro método para la medición de la viscosidad extensional es el colapso de burbuja (Figura 9). Este método consiste en inflar una pequeña burbuja que se encuentra en el extremo de un tubo capilar sumergido en el fluido a probar. Existe un equilibrio entre la presión alrededor de la burbuja y la tensión superficial. Entonces, la presión dentro de la burbuja desciende, provocando que el radio se haga menor conforme pasa el tiempo. El radio de la burbuja depende del esfuerzo extensional y la velocidad de deformación (Johnson y Middleman *et al*, 1977). El estudio nos proporciona un valor de viscosidad extensional uniaxial aparente en función de la diferencia de presión y la variación del radio de la burbuja en función del tiempo (Papanastasiou *et al*, 1984).



Figura 9. Burbuja colapsada de un fluido de alta viscosidad (IMT, 2006)

16

1.7 Flujos de estancamiento

Es posible crear deformaciones extensionales estables al contraponer dos corrientes de fluido, creando así un flujo de estancamiento (Binding and Jones, 1989; Winter *et al*, 1979; Cohu and Magnin, 1995; Ng *et al*, 1996; Cogswell, 1972; Jones *et al*, 1987). La limitante principal en los flujos de estancamiento es que el esfuerzo extensional tiende a infinito en el punto de estancamiento. El hilado de fibra se aproxima a un extremo de un flujo estacionario axisimétrico y el tubo en sifón es un poco más parecido. Para estancamiento plano, las líneas de superficie son expresadas por la relación (Winter *et al*, 1979):

$$xy = \frac{Hx_0}{2},\tag{15}$$

donde x y y son las direcciones del flujo, x_0 es el punto de estancamiento y H es el ancho de los canales que generan el flujo de estancamiento.

Para cada una de las superficies, el fluido debe moverse a una velocidad

$$v_x = \mathcal{E}_x x$$

$$v_y = -\mathcal{E}_x y$$

$$v_z = 0$$
(16)

El reto experimental de este método es mantener todas las superficies moviéndose a la velocidad prescrita inicialmente. Generar flujos de estancamiento involucra la fabricación de una fundición sólida con un perfil interno que provoque el flujo de estancamiento y, además, lubricar las paredes de la fundición (Winter *et al*, 1979). Al igual que la compresión de fluidos, el lubricante debe ser newtoniano y de muy baja viscosidad. La

lubricación elimina esencialmente la contribución del cortante sobre la caída de presión, dejando solamente la provocada por la extensión plana.

Fuller *et al* (1987) emplearon dos boquillas encontradas y cuando el fluido fue succionado por cada una de estas boquillas se generó el flujo de estancamiento (Figura 10). En el dispositivo propuesto se mide el par sobre el brazo que mantiene las boquillas separadas y con esto se puede calcular el esfuerzo en la boquilla(ec. (17)). Sí se asume que el flujo es puramente extensional y que no hay contribución de la presión en los alrededores el fluido, la diferencia de esfuerzo se calcula de la siguiente forma:

$$\sigma_{11} - \sigma_{22} = \sigma_{11} - \sigma_{33} = \frac{M}{L_s \pi R_b^2},$$
(17)

donde M es el par medido, L_s es el brazo de palanca y R_b es el radio de la entrada de la boquilla.

La velocidad de deformación aparente es

$$\mathcal{E} = \frac{2Q}{\pi R_b^2 d} \tag{18}$$

donde *d* es la distancia entre las boquillas y *Q* es el flujo volumétrico. La viscosidad extensional se puede calcular con las dos ecuaciones anteriores. Cathey y Fuller (1988) encontraron datos para la viscosidad extensional, η_E , para soluciones de colágeno.



Figura 10. Aparato desarrollado para generar flujo de estancamiento (Fuller et al 1987).

1.8 Flujos de entrada

Los flujos de entrada es una técnica muy citada en la literatura (Macosko, 1994; Binding, 1988a, 1988b y 1991; Binding and Walters, 1988; Cogswell, 1972a, 1972b; Metzner and Metzner, 1970, Tremblay, 1989; Boger and Binnington, 1990, Mongruel y Cloitre, 2003; Nigen y Walters, 2002; Zirnsak, 1998; Boger y Binnington, 1990; Zatloukal *et al*, 2002; Ng *et al*, 1996, Della Valle *et al*, 2000; Ascanio *et al*, 2002). El fluido fluye desde un área transversal grande hacia una más pequeña (Figura 11). La reducción en la sección transversal y la condición de continuidad hacen que el flujo se acelere y desacelere disipando energía. Tal energía es expresada en función de la caída de presión. Las líneas de corriente convergentes indican la existencia de flujo extensional. Las paredes en la contracción generan componentes de corte en el flujo. La mayor ventaja de flujos de entrada es que es la forma más fácil de generar y medir flujos extensionales, pero existen varios problemas de complejidad en el entendimiento del flujo. Por dar un ejemplo,

Everage y Ballman (1978) y Winter *et al* (1979) intentaron disminuir el efecto de corte utilizando lubricante en las paredes de los tubos. Los principales análisis para medir la viscosidad extensional a partir de la medición de la caída de presión son la analogía de flujo de hundimiento de Metzner y Metzner (1970); análisis de Cogswell (1972); y análisis de Binding (1988a).



Figura 11. Esquema de flujo a través de una contracción axisimétrica.

La analogía de flujos de hundimiento con flujo de entrada presentada por Metzner y Metzner (1970), evalúa la viscosidad extensional desde las mediciones de caída de presión por el orificio, suponiendo un flujo puramente extensional. Para una contracción axisimétrica, el flujo en el orificio es análogo a un agujero puntual; para una contracción plana la analogía es con una línea de hundimiento (Batchelor, 1967). Chakraborty y Metzner desarrollaron un análisis comparativo entre flujos de hundimiento esférico y cilíndrico aplicando el modelo desarrollado por Metzner y Metzner.

Cogswell (1972) consideró las componentes extensional y cortante en la contracción. Él supusó que la caída de presión podía ser separada en sus componentes cortante y extensional. Cogswell calculó esas componentes de caída de presión a partir de los esfuerzos cortantes y normales en un cono elemental por la aplicación de un balance de fuerzas simple. Entonces, las viscosidades de corte y extensional son calculadas a partir de los esfuerzos normales y cortantes. El conocimiento de la viscosidad de corte y el análisis de Cogswell permiten el cálculo de la viscosidad extensional desde la simple medición de la caída de presión y el caudal. Algunos investigadores (Laun y Schuch, 1989; Tremblay, 1989; Boger y Binnington, 1990) han comparado el valor de la viscosidad extensional obtenida desde el análisis de Cogswell con el valor de la misma obtenida desde la prueba de extensión simple de una muestra cilíndrica de polímeros fundidos. Además, para la obtención de mejores resultados, se han implementado técnicas de visualización de flujo en las contracciones, como las presentadas en la Figura 12 (Zirnsak *et al*, 1998).

Binding (1988a) analizó el flujo de entrada aplicando principios variacionales para minimizar el consumo total de energía para contracciones axisimétricas y planas. Su análisis también considera ambas componentes, de corte y extensional, en la contracción. La viscosidad extensional se calcula a partir de la función de ley de potencia de ε

$$\eta_E = l \varepsilon^{t-1} \tag{19}$$

donde *l* y *t* son parámetros de correlación entre ε y η_E . Las unidades de *l* son $Pa \cdot s^t$, con t > 1 para un fluido dilatante y t < 1 para un fluido pseudoplástico. Algunos investigadores, como Binding (1991), Binding y Jones (1989) y James y Chandler (1990), han hecho consideraciones sobre flujos axismétricos convergentes obteniendo resultados útiles para el

desarrollo de nuevos reómetros. Más recientemente, los trabajos de Della Valle *et al* (2000) y Ascanio *et al* (2002) demuestran lo anterior con la aplicación del análisis de Cogswell (1972).



Figura 12. Experimento de visualización de flujo a través de orificio (Zirnsak et al, 1998)

Recientemente, Lubansky *et al* (2007) desarrollaron una excelente aproximación de flujos convergentes de fluidos con altas razones de Trouton. Este análisis es basado en el de Binding, sin embargo, sólo se aplica para fluidos viscoelásticos, los cuales son los que presentan altas razones de Trouton.

La técnica de fluidos de entrada ha sido estudiada para diferentes aplicaciones industriales en las que se manejan polímeros de fundidos (Cogswell, 1968, 1972; Ng *et al*, 1996), soluciones de polímeros móviles y semirrígidos (Binding y Walters, 1988; Kahn *et al*, 2007; Jones *et al*, 1987; Rodd *et al*, 2007; Mongruel y Cloitre, 2003), así como en los procesos de extrusión de plásticos (Gupta, 2001), recubrimiento de color (Arzate *et al*, 2004), manejo de fluidos alimenticios (Raphaelides y Gioldasi, 2005) y de fluidos viscoelásticos (Nigen y Walter, 2002; Chakraborty y Metzner, 1986; Lubansky *et al*, 2007).

Desde el punto de vista experimental, Zirnsak y Boger (1998) usaron la técnica llamada Photon correlation Spectroscopy (PCS) para visualizar las líneas de corriente en el flujo de entrada de soluciones disueltas y semidisueltas de goma de xantana. Describieron muy bien el comportamiento según la variación de las razones de contracción y las concentraciones de las soluciones. Sin embargo, la fluorescencia de partículas inducida por láser y la velocimetría de imágenes de partículas (pLIF y PIV, respectivamente por sus siglas en inglés) son las técnicas de visualización más utilizadas para este tipo de flujos (Mongruel y Cloitre, 2003; Nigen y Walters, 2002; Zatloukal et al, 2002). Se han obtenido buenos resultados en el entendimiento del campo de velocidades y líneas características de los flujos de entrada con estas técnicas de visualización. Por otro lado, el auge de la dinámica de fluidos computacional (CFD, por sus siglas en inglés) ha ayudado a entender el flujo extensional y particularmente permitió el análisis hidrodinámico de contracciones convergentes. Algunos de los investigadores que han utilizado el CFD son Zatluokal et al (2002), Binding et al (2006), Aboubacar et al (2002), Petrie (1997)). Los resultados de Petrie fueron únicamente una simulación de un flujo tridimensional sometido a extensión pura, mientras que los investigadores restantes hicieron simulaciones en flujos de entrada.

Algunos investigadores se han enfocado a estudiar el flujo de entrada en microcanales (Neves *et al*, 2007; Rodd *et al*, 2007). Rodd *et al* (2007) fabricaron una microcontracción con el fin de obtener una relación directa entre el número de viscoelasticidad, mejor

conocido como número de Weissenberg, Wi, y el número de Reynolds. Los resultados demostraron que la técnica de micro PIV es una herramienta adecuada para el entendimiento del fenómeno cinético de flujos en microcontracciones. La aportación más importante de esta investigación fue la interpretación de la relación entre el número de Weissenberg y el número de Mach, Ma, en la contracción.

Muchos de los trabajos de flujos de extensión que están enfocados a los flujos de entrada, axisimétrico o planar, son desarrollos de instrumentos de medición de flujo, tales como flujometros de orificio. En su mayoría, estos instrumentos permiten determinar propiedades extensionales de fluidos newtonianos y no newtonianos.

A pesar de que se ha demostrado que un incremento de presión en la entrada del orificio reduce significativamente la formación de zonas de recirculación, se ha puesto poca atención en la geometría de la contracción con el fin de eliminar los efectos de los vórtices sobre la caída de presión y el flujo volumétrico cuando se mide las propiedades reológicas extesionales de los fluidos. El instrumento desarrollado por Parnaby y Humphries (1986), US4624132 (A), es un reómetro de orificio con una entrada cónica en la contracción; tal reómetro fue utilizado para medir la viscosidad extensional de algunos fluidos asumiendo que el flujo era puramente extensional. Otro intento por medir la viscosidad extensional con flujo puramente extensional fue el realizado por Collier (1994), quien desarrolló un reómetro con un perfil hiperbólico con paredes lubricadas para medición de fundición de polímeros, US5357784 (A). Neves *et al* (2007), con ayuda de µ-PIV, presentó la primera visualización de un flujo viscoso a través de una micro contracción hiperbólica. Esta geometría es una contracción plana fabricada en polidimentilsiloxano usando la técnica de litografía. El antecedente más reciente de un reómetro extensional es la patente

WO2009061946 (A2) y US2008134765 (A1) llamada "Microrheometer for measuring flow viscosity and elasticity for micron simple volumes" desarrollado por Baek (2009) con ayuda de la técnica de litografía para la fabricación de las contracciones. Lo más característico de esta invención es posibilidad de intercambiar la geometría de la contracción, cabe mencionar que las geometrías utilizadas en esta invención no son parecidas a la presentada en esta tesis. Sin embargo, hasta hoy no hay evidencia sobre la aplicación de una técnica para evitar la formación de zonas de recirculación en la vecindad de la contracción para el desarrollo de instrumentos de medición para la determinación de las propiedades reológicas extensionales de fluidos con un amplio rango de velocidades de deformación (Della Valle *et al*, 2000; Ascanio *et al*, 2002). El propósito de esta investigación es el desarrollo de un instrumento para la determinación de las características de los fluidos antes mencionadas.

1.9 Objetivo General

Desarrollar un reómetro de orificio con perfil parabólico para determinar las propiedades reológicas extensionales de fluidos en un amplio rango de velocidades de deformación y viscosidades de corte.

1.10 Objetivos Específicos

- Diseñar y construir una contracción con un perfil parabólico para evitar la formación de vórtices en la vecindad de la contracción.
- Diseñar y construir un dispositivo para hacer circular cualquier fluido, newtoniano y no newtoniano, a través de cualquier contracción a flujo volumétrico constante controlado.
- A partir de la captura de datos de caída de presión y flujo volumétrico, realizar un procesamiento de ellos para determinar las propiedades extensionales de los fluidos, con ayuda del análisis de Binding (1988a) y considerando las componentes de corte, extensión e inercial de la caída de presión.
- Medir las propiedades extensionales de fluidos comerciales de diferentes rubros de la industria como comprobación de aplicación del instrumento.

Proteger el instrumento desarrollado a través de la redacción y solicitud de una patente y publicación de artículos de divulgación científica.

2 Metodología

2.1 Principio de operación

La Figura 13 presenta un esquema de una contracción abrupta para crear un flujo de entrada. Como se dijo anteriormente, esta geometría es útil para determinar la viscosidad extensional, a partir de la caída de presión y el flujo volumétrico. A pesar de que el análisis de Cogswell (Apéndice A) es más sencillo de aplicar que el análisis de Binding, el de este último es mucho más elaborado ya que contempla los efectos inerciales en el flujo y no solamente los elongacionales y cortantes. Por esa razón, se decidió desarrollar el instrumento con base en el análisis de Binding.



Figura 13. Contracción abrupta para generar flujos extensionales

2.1.1 Análisis de Binding

2.1.1.1 Velocidad, deformación y esfuerzo

Binding aplicó principios variacionales en el desarrollo de su análisis, incluyendo los efectos pseudoplásticos además de los efectos inerciales del flujo en la viscosidad extensional. Dicho análisis supone que la disipación viscosa es predominante y la velocidad axial en la superficie de la pared es igual a cero. Tomando como referencia la Figura 13, las coordenadas son cilíndricas (r, θ, z), el eje z es el eje de simetría en la dirección del flujo principal. La velocidad en la contracción está dada por:

$$v_{z} = \frac{(3n+1)Q}{(n+1)\pi R^{2}} \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R}\right)^{1+\frac{1}{n}} \right\},$$

$$v_{r} = \frac{(3n+1)Qr}{(n+1)\pi R^{3}} \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R}\right)^{1+\frac{1}{n}} \right\} \frac{dR}{dz}$$
(22)

donde r=R(z) es el radio de la envolvente del fluido que pasa a través de la contracción, v_z y v_r son las velocidades del flujo en las direcciones principales, radial y axial respectivamente; Q es el flujo volumétrico. Por otro lado α es el inverso de la razón de contracción,

$$\alpha = \frac{R_0}{R_1},\tag{21}$$

donde R_I y R_0 son el radio del conducto y el de la contracción, respectivamente. Con base en el campo de velocidades, las componentes del tensor de la velocidad de deformación **D** son:

$$D_{rr} = \frac{(3n+1)Q}{(n+1)\pi R^3} \left\{ 1 - \left(\frac{2n+1}{n}\right) \left(\frac{r}{R}\right)^{1+\frac{1}{n}} \right\} \frac{dR}{dz}$$

$$D_{\theta\theta} = \frac{(3n+1)Q}{(n+1)\pi R^3} \left\{ 1 - \left(\frac{r}{R}\right)^{1+\frac{1}{n}} \right\} \frac{dR}{dz}$$

$$D_{zz} = \frac{(3n+1)Q}{(n+1)\pi R^3} \left\{ \frac{(3n+1)}{n} \left(\frac{r}{R}\right)^{1+\frac{1}{n}} - 2 \right\} \frac{dR}{dz}$$

$$D_{rz} = -\frac{(3n+1)Q}{(n+1)\pi R^3} \left(\frac{r}{R}\right)^{1+\frac{1}{n}},$$
(22)

donde los términos $(dR/dz)^2$ y d^2R/dz^2 has sido despreciados por ser muy pequeños en comparación con el resto de los términos para la determinación de D_{rz} .

El esfuerzo cortante τ_{rz} y la primera diferencia de esfuerzo normal τ_{zz} - τ_{rr} fueron asumidas por Binding, en estado estacionario como una función de la viscosidad de corte y velocidad de cizalla, y viscosidad extensional y velocidad de deformación elongacional; respectivamente:

$$\tau_{rz} = \eta(\dot{\gamma}) \cdot \dot{\gamma} \tag{23}$$

$$\tau_{zz} - \tau_{rr} = \eta_E(\varepsilon) \cdot \varepsilon$$

Las viscosidades de corte y extensión se expresan aproximadamente como una ley de potencia,

$$\frac{\eta(\dot{\gamma}) = k\dot{\gamma}^{n-1}}{\eta_E(\varepsilon) = l\varepsilon^{t-1}},$$
(24)

donde k y l son los coeficientes de consistencia de viscosidad de corte y extensional, respectivamente, y n y t son los índices de comportamiento de flujo en corte y extensión, respectivamente. La energía total que se consume en la contracción, asumiendo que la energía de las zonas de recirculación es muy pequeña, especialmente en este caso, es:

$$\dot{E} = \int_{L_{V}}^{0} f\left(R, \frac{dR}{dz}\right) dz$$
(25)

Donde L_{ν} es la longitud del vórtice formado en la vecindad de la contracción. Haciendo un balance de energía disipada en la contracción, se obtiene la siguiente ecuación:

$$(P_{A} - P_{B}) \cdot Q = P'_{(A - L_{V})} \cdot Q + \dot{E} + P'_{(0 - B)} \cdot Q, \qquad (26)$$

donde el primer término es la energía disipada desde la sección A, estando el flujo aguas arriba totalmente desarrollado, hasta la sección B, donde el flujo después de la contracción está también totalmente desarrollado. El primer término del lado derecho de la ecuación es la energía disipada desde A hasta la sección donde inicia la zona de recirculación. El siguiente término es la energía total consumida en la región convergente, y por último, el tercer término es la energía desde la contracción a B.

La presión de entrada es dada como la caída de presión total en la contracción menos la caída de presión en las zonas donde el flujo está totalmente desarrollado.

$$P_0 = (P_A - P_B) - P'_{(A-0)} - P'_{(0-B)}$$
(27)

Sustituyendo la ecuación (27) en la ecuación (26), se determina que la presión de entrada en la contracción es

$$P_0 = \frac{\dot{E}}{Q} - \Delta P_{(Lv,0)} \tag{28}$$

La ecuación (28) representa la caída de presión desde el inicio de la zona de recirculación hasta la contracción, cuando el flujo está totalmente desarrollado tanto aguas arriba como aguas abajo. El último término de la ecuación anterior es tan pequeño que en este caso se puede despreciar. Conforme a Binding (1988a), el perfil de la contracción debe satisfacer:

$$\left(-\frac{dR}{dz}\right)^{t+1} = \frac{k(n+1)^{t+1}}{l \cdot t(3n+1)n^t \Phi} \left\{\frac{(3n+1)Q}{n\pi R^3}\right\}^{n-t} , \qquad (29)$$

donde

$$\Phi = \int_{0}^{1} \left\{ abs\left(2 - \frac{3n+1}{n}\zeta^{1+\frac{1}{n}}\right) \right\}^{1+t} \zeta d\zeta$$
(30)

У

$$\dot{\gamma} = \frac{3n+1}{n} \frac{Q}{\pi R_0^3}$$
(31)

El aumento del vórtice ocurre si la velocidad de flujo incrementa. Si los índices n y t son positivos, se puede deducir, a partir de la ecuación (29), que el aumento de los vórtices es predictivo cuando t>n, lo anterior siempre y cuando la razón de Trouton se incremente en

función de la velocidad de corte o extensión. Si la razón de Trouton disminuye, es decir que n>t, entonces el tamaño del vórtice decrece conforme el flujo incrementa.

Continuando con el consumo de energía en la contracción, la ecuación (29) puede ser sustituida en la ecuación (25). Al resolver la integral, la potencia o trabajo consumido en la región convergente se escribe como:

$$\dot{E} = \frac{2kQ(t+1)^2}{3t^2(n+1)^2} \left[\frac{l \cdot t(3n+1)n^t \Phi}{k} \right]^{\frac{1}{1+t}} \left[1 - \alpha^{\frac{3t(n+1)}{t+1}} \right] \dot{\gamma}^{\frac{t(n+1)}{t+1}} + \frac{3\rho Q^3 n(3n+1)^2 (1-\alpha^4)}{2(2n+1)(5n+3)\pi^2 R_0^4} \right] (32)$$

Por lo tanto, sustituyendo la ecuación (32) en la ecuación (28), la presión de entrada queda de la siguiente forma:

$$P_{0} = \frac{2k(t+1)^{2}}{3t^{2}(n+1)^{2}} \left[\frac{l \cdot t(3n+1)n^{t} \Phi}{k} \right]^{\frac{1}{1+t}} \left[1 - \alpha^{\frac{3t(n+1)}{t+1}} \right] \dot{\gamma}^{\frac{t(n+1)}{t+1}} + \frac{3\rho Qn(3n+1)(1-\alpha^{4})}{2(2n+1)(5n+3)\pi R_{0}} \dot{\gamma} \quad (33)$$

El último término de la derecha es dependiente de la densidad del fluido (ρ), por tanto se puede decir que es la caída de presión debida a los efectos inerciales, ΔP_K , los cuales fueron despreciados por Cogswell. En el primer término de la derecha de la ecuación (33) están implícitos los efectos de corte y extensionales, ΔP_S y ΔP_E , respectivamente. Entonces la caída de presión, en forma general, puede expresarse como la suma de estos tres efectos.

$$P_0 = \Delta P_S + \Delta P_E + \Delta P_K \tag{34}$$

2.1.1.2 Velocidad de deformación

La velocidad de deformación se obtiene a partir de la componente D_{zz} del tensor de deformación **D**

$$\dot{\varepsilon} = D_{zz} = \frac{(3n+1)Q}{(n+1)\pi R^3} \left\{ \frac{(3n+1)}{n} \left(\frac{r}{R}\right)^{1+\frac{1}{n}} - 2 \right\} \frac{dR}{dz}$$
(35)

y la razón de deformación máxima ocurre en la contracción quedando la siguiente expresión

$$\left| \mathcal{E} \right|_{\max} = \left(n+1 \right) \left(\frac{k}{l \cdot t (3n+1)n^{t} \Phi} \right)^{\frac{1}{t+1}} (\dot{\gamma})^{\frac{t-n}{t+1}}$$
(36)

2.1.2 Perfil parabólico

La Figura 14 muestra una contracción circular axisimétrica con perfil parabólico y es una clara referencia del perfil a calcular. Se supone que el flujo en la dirección principal, z, es laminar y totalmente desarrollado, además que la velocidad en la superficie de las paredes es cero, es decir, existe la condición de no deslizamiento. El diseño del perfil es basado en el análisis propuesto por Binding (1988a), así como en los experimentos realizados por Tremblay (1989), Ascanio *et al* (2002), Mongruel y Cloitre (2001) y Zatloukal *et al* (2002).



Figura 14. Contracción con perfil parabólico

33

Los coeficientes de la ley de potencia, tanto para viscosidad de corte como para viscosidad extensional de diferentes soluciones de polietileno de baja densidad (LDP) y polietileno de baja densidad lineal (LLDP) obtenidos experimentalmente por Tremblay (1989), son mostrados en la Tabla 1.

Solución	k	n	l	t-n
LDP/LLDP	$Pa s^n$		$Pa s^t$	
Serie I				
0/100	11000	0.38	60000	0.71
Serie I				
50/50	26700	0.38	200000	0.32
100/0	28000	0.48	65000	0.09
Serie II				
0/100	7000	0.42	50000	0.67
Serie II				
50/50	20000	0.41	145000	0.4

Tabla 1. Resultados de Tremblay con el análisis de Binding

Los índices obtenidos por Tremblay fueron de mucha ayuda en el diseño de la contracción para una amplia gama de fluidos. Los polímeros fundidos tienen una viscosidad muy alta y cuando son pasados a través de una contracción generan altas razones de deformación y grandes vórtices en la vecindad de la misma. Entonces, el diseño de la contracción tiene que ser capaz de eliminar vórtices de similar tamaño.

El flujo volumétrico en el reómetro se determina por medio de la velocidad de avance del pistón,

$$Q = \frac{\pi D_c^2 L_c}{4 \cdot t_{av}} \quad , \tag{37}$$

donde D_c es el diámetro del cilindro, L_c la longitud del mismo y t_{av} es el tiempo que tarda el cilindro en avanzar la distancia L_c .

Para facilidad de cálculo del perfil, los efectos inerciales de la caída de presión son despreciados. Por lo tanto, la ecuación de presión de entrada queda de la siguiente manera

$$P_{0} = \frac{2k(1+t)^{2}}{3t^{2}(1+n)^{2}} \left[\frac{l \cdot t(1+3n)n^{t}\Phi}{k} \right]^{\frac{1}{1+t}} \left[1 - \alpha^{\frac{3t(n+1)}{1+t}} \right] \dot{\gamma}^{\frac{3t(n+1)}{1+t}}$$
(38)

La longitud del vórtice formado puede ser calculada como función de la presión de entrada, el flujo y la viscosidad del fluido de trabajo. Se aplican las condiciones de frontera $R=R_0$ cuando z=0 y $R=R_1$ cuando z=Lv a la ecuación diferencial (29) con el fin de obtener la longitud de vórtice:

$$\left(-\frac{dR}{dz}\right)^{t+1} = \frac{k(n+1)^{t+1}}{l \cdot t(3n+1)n^n \Phi} \left\{\frac{(3n+1)Q}{\pi R_0^3}\right\}^{n-t} , \qquad (29)$$

resultando

$$R_{0}^{\frac{(3n-2t+1)}{t+1}} - R^{\frac{(3n-2t+1)/}{t+1}} = \frac{(3n-2t+1)(n+1)}{(t+1)} \left\{ \frac{k}{l(3n+1)tn^{t}\Phi} \right\}^{\frac{1}{t+1}} \dot{\gamma}^{\frac{t-n}{t+1}} z$$
(39)

El flujo plenamente desarrollado puede estar a una distancia mucho mayor a la longitud de vórtice, pero para fines prácticos el desarrollo anterior es una forma de eliminar las zonas de recirculación y no tener pérdida excesiva de energía por la recirculación del fluido. Haciendo las sustituciones necesarias, la ecuación (39) queda de la siguiente forma:

$$\frac{L_{\nu}}{2\alpha R_{0}} = \frac{t+1}{2(n+1)(2t-3n-1)} \left\{ \frac{l(3n+1)t \cdot n^{t} \Phi}{k} \right\}^{\frac{1}{t+1}} \dot{\gamma}^{\frac{t-n}{t+1}} \left(1 - \alpha^{\frac{2t-3n-1}{t+1}} \right) \alpha$$
(40)

Nótese que $dR/dz = tan\theta$ para una contracción cónica, lo cual se traduce en el ángulo de entrada del flujo en la contracción, una vez resuelta la ecuación (40)

Se hizo un cálculo de longitud de vórtice para diferentes contracciones a diferentes flujos volumétricos, teniendo como constante R_1 =38.1 mm. En el Apéndice B se muestran los resultados obtenidos de longitud de vórtice y ángulo de entrada variando el flujo y razón de contracción y utilizando los diferentes índices de comportamiento *n* y *t*, así como de *l* y *k* obtenidos por Tremblay.

Una vez calculada la longitud del vórtice, la ecuación general para una parábola con apertura hacia el eje x es

$$(r-a)^2 = 4p(z-h)$$
, (41)

donde *a* y *h* son las coordenadas del vértice de la parábola y *p* es la distancia del vértice al foco y a la directriz sobre el eje *x*. Según la Figura 15, el vértice de la parábola se encuentra cuando a=0 y h=Lv, entonces la ecuación (41) queda de la siguiente forma

$$r^2 = 4p(z - Lv) \tag{42}$$

Para obtener la distancia focal, se suponen la siguiente condición: para x=0, $y=R_1-R_0$; y el resultado es:

$$p = -\frac{(R_1 - R_0)^2}{4 Lv}$$
(43)

Finalmente, el radio en la zona de la contracción se calcula de la siguiente forma

$$r = \sqrt{\frac{(R_1 - R_0)^2}{Lv}(Lv - z)} = \left(R_1 - R_0\right) \left(1 - \frac{z}{Lv}\right)^{\frac{1}{2}}$$
(44)



Figura 15. Perfil parabólico

La Tabla B1 del apéndice B muestra el promedio de la longitud del vórtice para diferentes condiciones de flujo volumétrico y razones de contracción para el diseño de la contracción del reómetro.

E valor de diseño de la longitud de vórtice fue 64.48 mm, y de ángulo de entrada 12.15°. En la Figura 16a y 16b se muestra el diseño de la contracción y del plano de manufactura, respectivamente. El inicio de la parábola es filete con un radio de 7 mm para evitar la posible formación de vórtices pequeños en el inicio del perfil. La parte más estrecha es cilíndrica con una longitud igual a su diámetro, similar al diseño de un Venturi.



a)



b)

Figura 16. Contracción con perfil parabólico del reómetro de orificio. a) Modelo sólido b) Diseño de detalle (fabricación)

2.2 Descripción de equipo

El diseño propuesto para el nuevo reómetro se muestra en las figuras 16, 17, 18 y 19. El reómetro utiliza en una contracción simétrica con perfil parabólico, vista en un corte axial. Dicho perfil permite minimizar la formación de vórtices en las regiones aledañas a la contracción, la cual tiene un diámetro de canal de 38.1 mm, una longitud de 129 mm y una razón de contracción de 8:1:8. Esta pieza está fabricada en latón. Mediante ayuda de la manufactura CNC (Computer Numeric Control) fue posible generar dicha geometría. La forma tan especial en la contracción tuvo que ser manufacturada en varios procesos; primero por aproximación mediante torno convencional, luego una aproximación de desbaste en centro de torneado y finalmente el detalle de la geometría del perfil en CNC. El programa de CNC que se utilizó para el acabado del perfil requiere calcular un número finito de puntos entre el comienzo de la parábola y el final de la contracción. El número de puntos depende de la resolución y el acabado final que se desee para la superficie maquinada. La resolución en este caso fue del orden de 1 micrómetro. En el centro de la contracción se barrenó un agujero para el alojamiento de un sensor de presión. Para mayor detalle véase la Figura 16a.



Figura 17. Esquema del nuevo reómetro de orificio con perfil parabólico

40

La contracción se acopla a un cilindro por cada lado, por medio de bridas. Tales cilindros tienen una capacidad de volumen de 0.34 litros con las siguientes dimensiones: 38.1 mm de diámetro interior y 300 mm de longitud. Al igual que la contracción, estos cilindros están fabricados de latón de una sola pieza. Un recubrimiento de cromo duro en el interior de los ellos fue aplicado con el fin de evitar el desgaste de esta superficie por la acción del movimiento de los pistones, los cuales se encuentran en cada cilindro. La fabricación de los cilindros fue realizada por medio de torno convencional, pero fue necesario un proceso de rectificado interior (*honing*) para obtener un acabado G8 en la superficie interior. Cerca de la brida de acoplamiento a la contracción se encuentran dos agujeros, uno de ellos es utilizado para el alojamiento de un sensor de presión y el otro para el llenado del cilindro con fluido de trabajo.

Los pistones están fabricados en acero inoxidable y tienen un par de alojamientos para sellos hidráulicos en el extremo de los mismos. El diámetro exterior de los pistones en la zona de los alojamientos es de 37 mm asegurando que no exista contacto entre el pistón y el cilindro. La longitud efectiva de los cilindros es de 230 mm y 270 mm. La razón de que uno sea más largo que otro es para asegurar la sincronía entre ellos y que no exista la posibilidad que alguno de los pistones salga del cilindro cuando el instrumento esté en funcionamiento. La carrera total de los pistones garantiza un flujo plenamente desarrollado aguas arriba dentro del instrumento. Los dos sellos hidráulicos de cada pistón son comerciales y especialmente fabricados para ser utilizados en este tipo de trabajo.

41



Figura 18. Componentes principales del reómetro de orificio.

Los pistones están unidos entre sí mediante una estructura, la cual desliza sobre rodamientos lineales. La estructura tiene un disco concéntricamente acoplado en cada pistón. Estos discos, fabricados en acero, tienen un diámetro de 150 mm y un espesor de 6.35 mm. Los discos se unen mediante 4 barras rectificadas e igualmente espaciadas, fabricadas en acero inoxidable y con una longitud de 1015 mm. Dichas barras están soportadas sobre 8 rodamientos lineales, 2 por cada barra. La conexión entre los discos asegura la sincronización del movimiento de los pistones durante toda su carrera. La distancia entre rodamientos lineales fue calculada para que la flexión de las barras debido al peso de ellas mismas, el peso de la estructura y los pistones sea la mínima posible evitando atascamiento o efectos negativos en el movimiento de los pistones.



Figura 19. Arreglo general del reómetro de orifcio

La estructura está conectada a una tuerca ACME de bronce mediante un elemento de unión de diseño especial yes movido por un tornillo ACME fabricado en acero inoxidable. El diámetro del tornillo es de 16 mm y tiene un paso de 4 mm. Dos rodamientos están colocados en los extremos del tornillo a una distancia entre sí de 300 mm. Para reducir la fricción y suavizar el movimiento de la tuerca y el tornillo, se utiliza lubricante sintético (ATF), bajando el coeficiente de fricción aproximadamente a un valor de 0.01. El cálculo para la selección del diámetro del tornillo puede verse en el Apéndice C.

Finalmente el tornillo ACME está acoplado a un motorreductor de corriente directa de 186W (¼ hp) de potencia a 90V y una reducción de 5:1. El acoplamiento utilizado entre el

tornillo y el motorreductor es flexible asegurando la alineación entre la flecha del motor y el tornillo ACME, obteniendo así un movimiento suave del instrumento. Cabe recordar que el movimiento suave de los pistones garantiza una mejor lectura de las mediciones: caída de presión y flujo volumétrico. El cálculo de potencia para la selección del motor puede verse en el Apéndice C, mientras que la hoja técnica se puede ver en el Apéndice D. La Figura 20 muestra el ensamble final del reómetro de orificio, el cual está listo para utilizarse en cualquier fluido de aplicación.



Figura 20. Reómetro de orificio

Como se dijo anteriormente existe un sensor de presión en cada cilindro cerca de la brida de acoplamiento a la contracción, y un tercer sensor es localizado en el centro de la misma contracción. Los sensores tienen un rango de medición de 0-200 psi con una resolución de 0.25% y una señal de salida eléctrica de 0-5V, son alimentados con una señal eléctrica de 12-35V. Una mayor información sobre las características técnicas de los sensores se presentan en el apéndice D. Las lecturas de los sensores son tomadas, según la dirección del flujo, y se hace la diferencia de voltaje para encontrar la presión de entrada.

Dos fotodiodos están localizados a una distancia entre sí de 250 mm. El tiempo que tarda la estructura para cortar la señal de un fotodiodo hasta que corta la señal del otro es el tiempo de registro de las lecturas de presión. El dispositivo para cortar la señal de los fotodiodos está localizado sobre la estructura de sincronización.

Por último, un codificador de velocidad está acoplado a la flecha secundaria del motor con el fin de controlar la velocidad rotacional del mismo. Con la velocidad del motor y el paso del tornillo ACME se sabe la velocidad lineal de los pistones y por tanto el flujo volumétrico que pasa por la contracción.

El diseño del sistema de control es muy sencillo y consta de un módulo de control automático programable (PAC, por sus siglas en inglés). El PAC cuenta con 4 canales, 16 bits, señal de salida de \pm 10V, 8 ranuras integradas a 400Mhz de control en tiempo real y una fuente de potencia de 24DCV. El sistema de control captura los datos de presión y velocidad del motor. Los datos anteriores se procesan con el fin de obtener la viscosidad extensional. La captura de la velocidad del motor es la referencia para el control del mismo con la aplicación correcta de potencia para mantener la velocidad constante. Las señales de los fotodiodos regirán el tiempo de captura de datos y el sentido del flujo dentro del instrumento. Finalmente, todos los datos, tales como la tasa de deformación, viscosidad extensional, razón de Trouton, número de datos, etc.; podrán ser observados mediante una interfaz gráfica en una PC o exportado a un archivo ASCII.

2.3 Fluidos

Los fluidos utilizados para la prueba del reómetro fueron seleccionados para la calibración y la aplicación del mismo. Soluciones acuosas de Polietilen Glicol (PEG) al 25, 50 y 75%

en masa fueron usadas como fluidos de calibración, así como también de interés por sus aplicaciones industriales. Para la calibración se compara adimensionalmente el régimen del flujo y la disipación de la energía cuando pasa a través de una contracción. Una gráfica del número de Euler, Eu, en función del número de Reynolds, Re, es la forma de obtener la calibración. Esta relación de números adimensionles da una visión clara sobre la incertidumbre de las mediciones y la fiabilidad del este nuevo instrumento. La Tabla 2 muestra las propiedades básicas de los fluidos newtonianos utilizados en esta tesis, tanto los de calibración como los de aplicación.

La determinación de las propiedades reológicas de corte de los fluidos es muy importante para obtener la viscosidad extensional de ellos. Tales propiedades reológicas fueron obtenidas con un reómetro de corte de esfuerzo controlado, el AR-2000 fabricado por TA-Instruments. La geometría utilizada para la caracterización de los fluidos fue cono-plato, el cono con un diámetro principal de 40 mm y un ángulo de 1.5931°. Las mediciones, tanto en el reómetro de corte como en el extensional, fueron realizadas a temperatura ambiente, aproximadamente 25°C. Los reogramas obtenidos para los fluidos newtonianos y no newtonianos pueden observarse en las Figuras 21 y 22, respectivamente. La densidad de los fluidos fue medida mediante una báscula comercial y probetas de laboratorio químico.

Fluidos newtonianos							
Fluidos	Densidad	Viscosidad					
	kg/m ³	Pa s					
Solución acuosa de PEG al 25 en masa	900	0.222					
Solución acuosa de PEG al 50 en masa	950	1.0732					
Solución acuosa de PEG al 75 en masa	990	3.7802					
Glicerina	1250	1.41					
Aceite multigrado 25W-50	825	0.4676					

Tabla 2. Propiedades de fluido newtonianos.

Dos fluidos newtonianos fueron utilizados como aplicación, glicerina grado USP y aceite multigrado para motor de combustión interna SAE 25W-50. Se seleccionaron estos fluidos por ser muy utilizados en la industria. La glicerina es ampliamente utilizada en la elaboración de cosméticos y productos de cuidado para la piel. El aceite para motor es utilizado en la industria automotriz, recomendado para vehículos de más de 100 000 km de uso. Es un aceite de reciente creación, muy viscoso y con aditivos poliméricos.



Figura 21. Reograma de los fluidos newtonianos estudiados

Los fluidos no newtonianos que se probaron, fueron seleccionados con el fin de tener un amplio rango de aplicación, tanto desde el punto de vista reológico como industrial y se muestran en la Tabla 3. Se eligió una solución acuosa de proteína de suero de leche al 100% en masa por ser uno de los principales ingredientes en la elaboración de productos de nutrición en la industria alimenticia y médica. Esta solución tiene el índice de consistencia más bajo de todos los fluidos no newtonianos seleccionados. Otro fluido pseudoplástico y

de la industria alimenticia es la salsa catsup. La composición de la catsup es: agua, azúcar y/o jarabe de fructosa, pasta de tomate, vinagre, sal yodatada, almidón modificado y carboximetilcelulosa (CMC), benzoato de sodio y saborizantes artificiales, donde el componente que le proporciona el comportamiento no newtoniano es el CMC. La catsup es un fluido de Bingham, es decir, se tiene que vencer un esfuerzo inicial para que el fluido empiece a fluir. Otro de los fluidos no newtonianos seleccionados fue la manteca de cerdo, la cual posee un comportamiento pseudoplástico debido a su estructura proteica en su composición.

Fluidos no newtonianos				
Fluidos	Densidad, p	Índice de	Índice de	
	-			
	Kg/m ³	Pa s ⁿ	· ·	
Solución acuosa de proteína de leche	1040	0.6488	0.276	
Catsup	1085	7.9264	0.409	
Manteca	806.25	88.788	0.128	
Champú	1036	35.524	0.075	
Crema corporal	950	31.626	0.316	
Pasta dental	1270	188.48	0.35	

Tabla 3. Propiedades reológicas de fluidos no newtonianos.

A continuación se comenta sobre los fluidos probados que pertenecen al ramo de productos de cuidado personal. El champú es un fluido muy complejo, reológicamente hablando. A pesar de que parece ser muy noble, es decir consistente en sus propiedades reológicas, la realidad es que tiene una zona newtoniana conocida como plateau, pero a grandes velocidades de deformación es muy pseudoplástico. Este fluido no newtoniano fue seleccionado por ser uno de los fluidos más utilizados en la vida cotidiana y su composición es: Agua, lauril sulfato de amonio, cocamidopropil betaína, cocamida DEA,

cloruro de sodio, fragancia, policuaternio-7, formaldehido, PEG-90% masa y colorantes, donde lo que hace que este fluido sea complejo es la alta concentración de PEG. La crema corporal es un fluido no newtoniano pseudoplástico igualmente muy utilizado hoy en día, en especial por mujeres, y por tanto es de los fluidos más producidos en la industria cosmética. Los componentes de la crema corporal utilizada en este trabajo son los siguientes: Agua, glicerina, alcohol desnaturalizado, alcohol cetearílico, cetil esteres, dilaurato de glicerilo, alcohol cetílico, cetearet-20, aceite de lanolina, dimeticona, fragancia, crospolimero de acrilatos/C10-30 alquil acrilato, hidróxido de sodio, metilparabeno, propilparabeno e hidantoína DMDM. Muchos componentes sintéticos de este fluido ayudan a su comportamiento reológico complejo. El último fluido de aplicación fue la pasta dental, la cual es un fluido no newtoniano muy viscoso. Los componentes básicos de la pasta dental son: Agua, sílica hidratada, lauril sulfato de sodio, PEG-12, sabor, goma de celulosa, fluoruro de sodio, sacarina sódica, colorantes artificiales. Al igual que la crema corporal, este fluido tiene muchos ingredientes que producen el comportamiento pseudoplástico y complejo.


Figura 22. Reograma de los fluidos no newtonianos estudiados.

3 Resultados

3.1 Calibración

La Figura 23 muestra la curva de calibración adimensional basada en el número de Euler, Eu, como función del número de Reynolds, Re. El número de Reynolds relaciona las fuerzas viscosas y las fuerzas inerciales del flujo; para este caso las fuerzas viscosas predominan en el flujo, por tanto el flujo es laminar. De acuerdo a la teoría para esta geometría, el signo de la pendiente de la gráfica Eu vs Re debe ser negativo. Los datos experimentales colectados son muy de cercanos a la pendiente teórica, como puede verse en la Figura 23. El valor teórico de la pendiente calculado para este diseño de reómetro es -41.06, el cual es ligeramente mayor al reportado por Ascanio *et al* (2002) de -39.11. Los investigadores anteriores consideraron que la caída de presión depende solamente de los efectos extensionales y de corte, en comparación con el trabajo presentado en este documento que considera también los efectos inerciales. Esta diferencia de consideraciones podría ser una razón de la variación de los valores.



Figura 23. Curva de calibración

3.2 Caracterización con fluidos newtonianos

De acuerdo con el análisis de Binding (1989), la pendiente de la gráfica de P_0 vs Q, en escala logarítmica, es el parámetro que permite determinar el índice de comportamiento extensional, t, a través de la ecuación siguiente:

$$pendiente = b = \frac{t(n+1)}{t+1}$$
(45)

La Figura 24 muestra los datos colectados con el reómetro con perfil parabólico con fluidos newtonianos. El exponente de las curvas de la presión de entrada como función del flujo volumétrico es muy cercano a 1. Para fluidos newtonianos, el análisis teórico desarrollado por Binding (1988a) establece que los índices deben ser $k=\eta$ y $l=3\eta$ y los índices de

comportamiento n y t son igual a 1. Por tanto, la presión de entrada, utilizando la ecuación (33), es

$$P_{0} = \frac{16\sqrt{2}\eta Q}{3\pi R_{0}^{3}} \left[1 - \alpha^{3}\right] + \frac{\rho Q^{2} \left(1 - \alpha^{4}\right)}{\pi^{2} R_{0}^{4}}$$
(46)



Flujo volumétrico, Q (m³/s)

Figura 24. Presión de entrada como función del flujo volumétrico para fluidos newtonianos

Los fluidos newtonianos exhiben un comportamiento en extensión similar a su comportamiento en corte (Figura 24).

Como se dijo anteriormente, las soluciones acuosas de PEG fueron utilizadas como fluidos newtonianos de calibración, por tanto se esperaría que estos fluidos tengan una razón de Trouton igual a 3. Siguiendo con el procedimiento propuesto para determinar la viscosidad extensional, se obtiene el índice de consistencia, *l*, de cada uno de los fluidos a partir de la ecuación (33). La Tabla 4 presenta los datos obtenidos con fluidos newtonianos en término

de sus propiedades de corte y extensión. En lo que respecta a las propiedades extensionales se presentan los datos promedio obtenidos en los cálculos.

Fluidos newtonianos	Viscosidad de	Viscosidad		Razón de
	corte	extensional		Trouton
	η	l	t	
	Pa s	Pa s ^t		
Solución acuosa PEG 25	0.222	0.373	1.046	2.37
Solución acuosa PEG 50	1.073	5.581	0.870	2.82
Solución acuosa PEG 75	3.780	27.638	0.848	3.05
Glicerina	1.410	33.754	0.964	19.58
Aceite multigrado 25W-50	0.467	23.615	0.973	43.64

Tabla 4. Resultados de los fluidos newtonianos

La Figura 25 muestra el reograma de viscosidad extensional aparente de los fluidos newtonianos estudiados. Como puede observarse, el comportamiento newtoniano se conserva en el campo extensional.



Figura 25. Viscosidad extensional aparente en función de la velocidad de deformación elongacional de los fluidos newtonianos

La razón de Trouton encontrada para los fluidos newtonianos probados se presenta en la Figura 26 y la Tabla 4. Los fluidos newtonianos de calibración tuvieron una razón de Trouton muy cercana a 3, por tanto se puede tener una seguridad de la funcionalidad del reómetro en la medición de la viscosidad extensional aparente. Por otro lado, el resto de los fluidos newtonianos de aplicación tuvieron una diferencia considerable en la razón de Trouton en comparación con la esperada. La glicerina tuvo una razón de Trouton promedio aproximadamente de 20 mientras que el aceite automotriz de 44. Una explicación de las grandes razones de Trouton podría ser a su origen oleo, puesto que el petróleo es un fluido reológicamente muy complejo, además de aditivos poliméricos.



Figura 26. Razón de Trouton de fluidos newtonianos

3.3 Caracterización con fluidos no newtonianos

Para obtener la viscosidad extensional de fluidos no newtonianos se emplea en este trabajo el proceso completo del análisis de Binding (1988b, 1988a). La Figura 27 presenta los datos de caída de presión en función del flujo volumétrico obtenidos con el reómetro de orificio con perfil parabólico. Todos los fluidos no newtonianos analizados en este trabajo poseen una pendiente menor a 1. Todos los fluidos de aplicación son adelgazantes o pseudoplásticos, tal vez es la razón de la pendiente menor a 1.



Flujo volumétrico, Q (m³/s)

Figura 27. Presión de entrada como función del flujo volumétrico de fluidos no newtonianos

Después de obtener el índice de comportamiento reológico extensional a partir de la ecuación (45) para cada uno de los fluidos, se resuelve la integral de la ecuación (30) y se sustituye en la ecuación (33) con el fin de encontrar el índice de consistencia extensional, *l*. La tabla 5 muestra los índices extensionales obtenidos, tanto el de comportamiento como el de consistencia, para los fluidos no newtonianos estudiados en este trabajo.

Fluidos no newtonianos	k	n	l	t
	$Pa s^n$		$Pa s^{t}$	
Catsup	7.926	0.409	19.649	0.580
Manteca	88.788	0.128	0.787	1.475
Solución proteína de suero de leche	0.650	0.276	77.506	0.926
Solución higiene personal	35.524	0.075	25.640	0.780
Crema dental	188.480	0.350	109.297	1.044
Crema corporal	31.626	0.316	335.560	0.232

Tabla 5. Indices de comportamiento para fluidos no newtonian	10S.
--	------

Una vez que los índices de comportamiento y de consistencia están calculados, se puede obtener la velocidad de deformación elongacional aparente en la contracción con la ecuación (36). Por tanto, la viscosidad extensional aparente es calculada según la ley de potencia. La Figura 28 muestra el reograma extensional obtenido para los fluidos no newtonianos estudiados, es decir, una gráfica de la viscosidad en función de la velocidad de deformación extensional. El comportamiento para cada uno de los fluidos es poco predecible, porque a pesar de que todos los fluidos son pseudoplásticos al corte, en extensión no necesariamente se conserva ese comportamiento.

El comportamiento exhibido por la salsa catsup, tanto en extensión como en corte, es adelgazante. Es un punto importante para el análisis de este fluido puesto que, a pesar de que en los dos campos es adelgazante, la razón de Trouton disminuye porque el índice de comportamiento reológico en corte es mayor al extensional. La crema dental presenta estabilidad en la curva de tendencia de la viscosidad extensional mientras la velocidad de deformación extensional aumenta, comportándose de forma parecida a un fluido newtoniano, a pesar de que en corte presenta un comportamiento adelgazante. Por tanto, la razón de Trouton aumenta conforme la velocidad de deformación incrementa. La dificultad para tomar mediciones de la manteca se hizo muy evidente pues, tanto en las pruebas en el reómetro extensional como en el reómetro de corte presentó deslizamientos en las superficies de contacto y de medición de los reómetros. El comportamiento reológico de la crema corporal, tanto en extensión como en corte, es adelgazante. La crema corporal es un fluido muy utilizado en nuestros días para el cuidado de la piel, por ello, el conocimiento de la razón de Trouton de este fluido es de gran importancia para la mejora de los diferentes procesos de fabricación y envase. La solución de proteína de suero de leche tuvo un comportamiento muy estable, tanto en corte como en extensión, aunque en este último caso el adelgazamiento es menor al de corte.





Por último la Figura 29 muestra las curvas de la razón de Trouton en función de la velocidad de deformación extensional de los fluidos no newtonianos estudiados en este trabajo. Las razones de Trouton para los diferentes fluidos varían desde 6 hasta 800, lo cual depende de la naturaleza de los fluidos. Por ejemplo, la salsa catsup tiene una variación decreciente desde 16 hasta 6, mientras que la pasta dental incrementa desde 30 hasta 123. Las razones de Trouton más grandes pertenecen al champú, las cuales van desde 70 hasta 800. La explicación de este gran incremento es que el champú posee una zona pseudoplástica muy pronunciada a grandes velocidades de deformación, mientras que su comportamiento en extensión es casi newtoniano en ese mismo rango.

Los problemas que se presentaron tanto en la manteca como en el champú se reflejan en las gráficas de las razones de Trouton.



Velocidad de deformación, ϵ (1/s)

Figura 29. Razón de Trouton de los fluidos no newtonianos.

Finalmente se puede decir que la razón de Trouton puede ser mucho más grande que 3 a grandes velocidades de deformación extensional, como lo reportaron Ascanio *et al* (2002), Della Valle *et al* (2000) y Lubansky *et al* (2007), entre otros. Hay que recordar que Federick Trouton hizo esta afirmación, Tr=3, desde 1906 para fluidos newtonianos altamente viscosos a bajas velocidades de deformación y hoy en día la industria produce fluidos reológicamente más complejos. Por tanto no es extraño que existan razones de Trouon mucho mayores o menores a 3.

A pesar que algunos de los fluidos presentados en esta tesis han sido muy estudiados, como el caso de la viscoelasticidad de la cátsup (Valencia et al 2004), no existe evidencia sobre resultados de corte y extensión dentro de un mismo experimento. Uno de los esfuerzos más cercano a este trabajo es el realizado por Mackley et al (1994) con muestras de champú. Ellos hicieron experimentos muy completos sobre viscoelasticidad de fluidos poliméricos y coloides, como el champú, y mencionan muy vagamente la existencia de la viscosidad extensional en estos fluidos.

62

Conclusiones y recomendaciones

Un nuevo reómetro de orificio fue desarrollado, el cual posee una contracción con perfil parabólico con el fin de eliminar las zonas de recirculación en la vecindad de la misma. El instrumento es capaz de determinar la viscosidad extensional aparente bajo el principio de disipación de energía por caída de presión de un flujo sometido a esfuerzos y deformaciones cortantes y extensionales. El reómetro es capaz de generar velocidades de deformación extensional relativamente altas, por tanto las aplicaciones para el instrumento son bastas. A partir de la captura de datos de caída de presión y flujo volumétrico se logró determinar las propiedades extensionales de los fluidos, mediante el análisis de Binding (1989). Tal análisis permitió concluir que la viscosidad extensional aparente encontrada sea más cercana a la realidad en comparación con los trabajos de Ascanio *et al* (2002) y Della Valle *et al* (2000). Así mismo, la consideración de los efectos inerciales, además de los extensionales y de corte, contribuyó a tal conclusión.

Un sistema de bombeo sencillo y sincronizado, el cual consiste en un arreglo de pistones interconectados, logra hacer pasar el fluido a través de la contracción con perfil parabólico, en concordancia con el hecho de que el flujo de entrada es la técnica más simple para generar estos flujos extensionales.

Los problemas de manufactura se hicieron presentes durante la fabricación de piezas, en especial, en los cilindros. La fabricación de estos se hizo en un torno convencional de alta precisión, pero se tuvieron que adaptar multiples accesorios para lograr la cilidricidad especificada en el diseño. Después de su elaboración, el rectificado interior (*honing*) y la aplicación de cromo duro fueron realizados por una empresa especializada. A pesar de su

capacidad tecnológica de recubrimiento de cromo duro, esta empresa tuvo complicaciones en los extremos de los cilindros dejando una pequeña área sin cromo. Afortunadamente, este defecto no afectó en el funcionamiento del reómetro. Las complicaciones en la manufactura del resto de las piezas fueron menores y resultas sencillamente en el taller mecánico del CCADET. Por otro lado, la suma de las pequeñas variaciones o defectos de fabricación tuvieron efecto en la alineación del reómetro al momento de su ensamble. La alineación de este instrumento es importante porque las vibraciones que ocasiona afectan a las mediciones. Después de hacer los ajustes necesarios, tanto en localización de barrenos como posición de piezas, se logró alinear el reómetro eliminando las indeseadas vibraciones. A pesar de las complicaciones antes mencionadas, se logró fabricar y ensamblar el reómetro de orificio conforme al diseño propuesto inicialmente.

El sistema de control y adquisición de datos se encuentra en desarrollo, pero se contó con los elementos necesarios para la puesta en marcha del reómetro de orificio teniendo lecturas fiables.

A pesar de que los experimentos de visualización están en desarrollo, se han obtenido resultados por medio de trabajos de simulación, como parte de la tesis doctoral de Muñoz (s. a., en desarrollo). Los trabajos antes mencionados con este perfil son con el fin de asegurar que no existen vórtices dentro del reómetro. Además Ascanio *et al* (2002) desarrollaron un reómetro con perfil cónico logrando reducir considerablemente las zonas de recirculación, lo que hace suponer que el perfil diseñado en este trabajo logra eliminar las vórtices.

Como se pudo observar en la Figura 23, la calibración del instrumento fue satisfactoria conforme los resultados esperados, dando fiabilidad en la toma de lecturas con el reómetro. La pendiente de calibración difiere de otro investigadores (Ascanio *et al*, 2002) pues en este trabajo se consideran los efectos inerciales de la caída de presión.

Algunos fluidos de aplicación fueron presentados en esta tesis. La salsa catsup, la solución de proteína de leche y la manteca son productos de la industria alimenticia que requieren atención en los procesos de elaboración, transporte y envasado. En cuanto al conocimiento de la viscosidad extensional de productos de higiene personal y cosméticos, como son crema corporal, pasta dental y champú, se espera que los resultados de esta tesis proporcionen un apoyo para la optimación de los procesos. Por último, para la industria del petróleo es muy importante el conocimiento de la viscosidad extensional en la refinación y elaboración de sus derivados, como la glicerina y aceite multigrado, así como en la extracción y transporte de crudo. A pesar de las complicaciones que existen al momento de medir los parámetros del flujo de fluidos, las industrias petrolera, química y alimenticia tienen la necesidad de conocer estos parámetros. Por lo anterior, se diseño el reómetro con el fin de que estas industrias tengan un instrumento para conocer las propiedades reológicas extensionales de los fluidos.

Los fluidos de aplicación dieron conclusiones muy importantes, por ejemplo, los comportamientos reológicos de corte y extensión pueden diferir entre sí, es decir, que si un fluido es pseudoplástico al corte no necesariamente es pseudoplástico en extensión.

Algunas de las razones de Trouton encontradas son mucho mayor a 3, y están de acuerdo con las investigaciones de Ascanio *et al* (2002) y Della Valle *et al* (2000). La generación

de altas velocidades de deformación dentro del reómetro y en especial en los fluidos no newtonianos, permiten la determinación de esas altas razones de Trouton. No siempre se cumple que la razón de Trouton aumente conforme se incrementa la velocidad de deformación sino que puede ser constante o decaer. Lo anterior no es muy frecuente pero se presentó en el caso de la salsa catsup en este trabajo.

Finalmente, este nuevo instrumento tiene muchas posibilidades de ser patentado y comercializado. Esto es algo que México necesita, exportar tecnología que pueda usar todo el mundo.

En resumen, un nuevo reómetro de orificio para determinar propiedades extensionales para fluidos de diferentes viscosidades de corte en un amplio rango de deformaciones elongacionales ha sido desarrollado con la capacidad de aplicarse en muchos rubros de la industria con fiabilidad de medición.

Recomendaciones

A pesar de que este proyecto demostró la funcionalidad de un reómetro con una contracción con perfil parabólico para determinar propiedades extensionales, existen muchos puntos que tratar aun en el desarrollo de este instrumento.

El diseño para ensamble y para mantenimiento del reómetro es indispensable para su comercialización. Actualmente, el reómetro tiene problemas de pérdida de tiempo en el cambio de fluido de medición.

Para ampliar aun más las aplicaciones del reómetro, sería importante el desarrollo de nuevos perfiles, los cuales podrían ser modulares, así como también la instalación de sensores de presión de diferentes rangos. Cabe mencionar que el desarrollo de este instrumento ha interesado a la industria petroquímica. Por tanto, el siguiente diseño deberá considerar la incorporación de un sistema de calefacción y su respectivo control de temperatura, con el fin de caracterizar polímeros fundidos o algunos fluidos a diferentes temperaturas.

Si se desea la correcta comercialización se requiere de un desarrollo de diseño de producto para mejorar el aspecto del reómetro ante los potenciales clientes, así como un desarrollo de plan de negocios y mercadeo del instrumento adecuados.

Finalizar el sistema de control y adquisición de datos con las modificaciones necesarias para las mejoras propuestas es el punto prioritario a atender. Con la finalización del sistema de control se deberá crear un de software (ejecutable) para manejo del reómetro y procesamiento de datos desde cualquier computadora.

- 68]

Apéndices

Apéndice A. Análisis de Cogswell

Este análisis se basa en la suposición que el fluido está enteramente desarrollado en la región convergente. Los parámetros de flujo son obtenidos por minimizar los gradientes locales de presión en la región convergente. Entonces, la velocidad de corte en el desarrollo de Cogswell corresponde a que los fluidos newtonianos responden a la ley de potencia. Él obtiene la siguiente ecuación para los esfuerzos extensionales

$$\sigma_{E} = \frac{3}{8} (n+1) \eta_{ent} \dot{\gamma}_{app} \tag{A1}$$

y la velocidad extensional

$$\mathcal{E} = \frac{4}{3(n+1)} \frac{\eta \dot{\gamma}_{app}}{\eta_{ent}} \tag{A2}$$

donde la viscosidad de entrada, η_{ent} , la viscosidad de corte, η , y la velocidad de corte aparente, $\dot{\gamma}_{app}$, están definidas como:

$$\eta_{ent} = \frac{P_0}{\dot{\gamma}_{app}} \tag{A3}$$

$$\eta = k\dot{\gamma}^{n-1} \tag{A4}$$

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4Q}{\pi R_0^3} \tag{A5}$$

donde P_0 es la presión de entrada, Q es el flujo volumétrico a través del tubo, R_0 el radio de la contracción y n es el exponente de la ley de potencia definido como

$$n = \frac{d\log(\eta)}{d\log(\dot{\gamma}_{app})} - 1 \tag{A6}$$

 $\dot{\gamma}$ es la velocidad de corte dada como sigue

$$\dot{\gamma} = \frac{3n+1}{n} \dot{\gamma}_{app} \tag{A7}$$

teniendo en cuenta que $\eta_E = l \varepsilon^{t-1}$ tenemos que la presión de entrada es la siguiente

$$P_{0} = \left[\frac{32}{9}\left(\frac{4}{3}\right)^{t-1}\left(\frac{l\dot{\gamma}_{app}^{2t}\eta^{t}}{(n+1)^{t+1}}\right)\right]^{\frac{1}{1+t}}$$
(A8)

introduciendo las ecuaciones (A4) y (A5) obtenemos

$$P_{0} = \left[\frac{32 \cdot l \cdot k^{t}}{9} \left(\frac{4}{3}\right)^{t-1} \left(\frac{4n}{3n+1}\right)^{2t}\right]^{\frac{1}{1+t}} \times \left[\frac{\frac{\gamma^{t} \cdot (1+n)}{t+1}}{1+n}\right]$$
(A9)

el ángulo de entrada se puede obtener mediante

$$\tan(\theta/2) = \frac{\varepsilon}{\dot{\gamma}_{app}} = \frac{4}{3} \left(\frac{(3n+1)\dot{\gamma}_{app}}{4n} \right)^{\frac{n-1}{t+1}} \cdot \left(\left(\frac{3}{4} \right)^{t-1} \frac{9 \cdot k}{32 \cdot l} \right)^{\frac{1}{t+1}}$$
(A10)

La viscosidad extensional esta definida como la velocidad del esfuerzo extensional y la velocidad extensional

$$\eta_E = \frac{\sigma_E}{\varepsilon} = \frac{9}{32 \cdot \eta} \left(\frac{(n+1) \cdot P_0 \cdot \pi R_0^3}{4Q} \right)^2$$
(A11)

Entonces se obtiene la viscosidad extensional del fluido a partir de los parámetros de caída de presión y el flujo en una placa de orificio.

Razón de			
contracción	Tiempo t (s)	Longitud Lv (m)	Ángulo θ (°)
19	25	0.12357297	3.84148911
	60	0.0900231	4.92286611
	120	0.07555222	5.82168194
	180	0.06830768	6.4258397
	Promedio	0.08936399	5.25296922
15	25	0.1059151	4.72972587
	60	0.08459219	5.84438492
	120	0.07108688	6.92114113
	180	0.06432086	7.64529493
	Promedio	0.08147876	6.28513671
10	25	0.09338543	6.3502094
	40	0.08283755	7.12381861
	60	0.07479898	7.87012025
	90	0.06762539	8.69797305
	120	0.06300598	9.33958925
	180	0.05709013	10.3276289
	Promedio	0.07312391	8.28488991
8	25	0.08614559	7.4812172
	40	0.07648317	8.39927022
	60	0.06911531	9.28489458
	90	0.06253677	10.2669889
	120	0.05829857	11.0277456
	180	0.05286836	12.1982362
	Promedio	0.06757463	9.77639212
4	25	0.06173978	12.5223811
	40	0.05497937	14.076237
	60	0.0498147	15.5681284
	90	0.04519512	17.2118076
	120	0.04221434	18.4756124
	180	0.03838917	20.4010057
	Promedio	0.04872208	16.3758621
2	25	0.03355645	20.9296477
	40	0.02998443	23.4328156
	60	0.02724979	25.7825069
	90	0.02479887	28.3031358
	120	0.02321463	30.188841
	180	0.021178	32.9692599
	Promedio	0.02666369	26.9343678
	Promedio global	0.06448784	12.151603

Tabla B1. Datos de longitud y ángulo para diferentes razones de contracción y flujo

72

Apéndice C. Cálculo de diámetro de tornillo y selección del motor.

Con los resultados experimentales en placas de orificio con razones de contracción de 8:1 y 12:1 se obtienen los parámetros de diseño, principalmente el flujo volumétrico. Con ayuda de la ecuación de continuidad (ecuación C1), se obtiene la caída presión aproximada y por tanto la presión a suministrar.

$$\frac{\partial\phi}{\partial t} + \int \frac{dP}{\rho} + \frac{V^2}{2} + gz = \beta$$
(C1)

donde el primer término se desprecia para un fluidos incompresibles; el segundo término se puede reducir a una diferencia de presión para dos diferentes estados y el término por efecto de la gravedad es despreciado. Al integrar la ecuación C1 se despeja la fuerza necesaria para el pistón, quedando:

$$\frac{F}{A_1} = P_2 + \frac{\rho}{2} \left(V_2^2 - V_1^2 \right)$$
(C2)

donde P_2 es la presión atmosférica, ρ es la densidad del fluido V_1 y V_2 son las velocidades del fluido en el tubo y en la contracción respectivamente y A_1 es el área transversal del tubo. Para calcular el diámetro del tornillo ACME del reómetro se necesita la siguiente ecuación, según el fabricante (Nook industries)

$$F = \frac{14.03 \cdot 10^6 (C \cdot d_T^4)}{L^2}$$
(C3)

donde *C* es el factor del arreglo de los extremos, *L* es la longitud que recorre la tuerca sobre el tornillo y d_T es el diámetro del tornillo. Enseguida se determina los materiales de la tuerca y finalmente se calcula la potencia del motor requerido para en movimiento uniforme del pistón del reómetro.

$$Potencia = \omega \left[\frac{Fd_T}{2} \left(\frac{L + \pi f d_T \sec \beta}{\pi d_T - fL \sec \beta} \right) \right]$$
(C4)

donde ω es la velocidad angular del tornillo, *f* es el coeficiente de fricción entre la tuerca y el tornillo y β es el ángulo de la rosca ACME del tornillo.

Apéndice D. Especificaciones de equipo electrónico



Product Type: Pressure Transducer, Pressure Sensor

PRESSURE TRANSDUCER

View Spec Sheet (PDF)

View 🛛	<u>ohoto</u>	and	<u>drawing</u>	
--------	--------------	-----	----------------	--

PERFORMANCE	ENGLISH	SI
Measurement Range	0 to 200 psi g	0 to 200 psi g [3]
Output	0-5 VDC	0-5 VDC
Accuracy	≤ 0.5 % FS	≤ 0.5 % FS [4]
Linearity	≤ 0.1 % FS	≤ 0.1 % FS
Sensitivity(± 2 %)	25 mV/psi	25 mV/psi
Full Scale Output Tolerance	±1%FS	± 1 % FS
Zero Output Tolerance	± 1.0 % FS	± 1.0 % FS
Resolution	≤ 0.01 % FS	≤ 0.01 % FS
Response Time	≤1 mS	≤ 1 mS
ENVIRONMENTAL		
Proof Pressure	4 x FS	4 x FS
Burst Pressure	>20 x FS	>20 x FS
Temperature Range(Operating)	-40 to +260 °F	-40 to +125 °C
Temperature Range(Compensated)	-5 to +180 °F	-20 to +80 °C
Thermal Error(Operating Temp. Range)	≤ 2.0 % FS	≤ 2.0 % FS
Thermal Error(Compensated Temp. Range)	≤ 1.5 % FS	≤ 1.5 % FS
Acceleration Sensitivity(Maximum)(any direction)	± 0.03 %FS/g	± 0.003 % FS / (m/s ²)
Mechanical Shock Survivability Rating	IEC 60068-2-32-1	IEC 60068-2-32-1
Vibration Survivability(5 to 2000 Hz)	35 g pk	343 m/s² pk
Enclosure Rating	IP65	IP65 [2]
Fatigue Life	10 ⁸ FS cycles	10 ⁸ FS cycles
ELECTRICAL		
Supply Voltage	6.5 to 30 VDC	6.5 to 30 VDC [1]
Supply Voltage Sensitivity	± 0.01 % FS / VDC	± 0.01 % FS / VDC
Load Resistance(Minimum)	2.5 kohm	2.5 kohm
Current Consumption	6 mA	6 mA
Output Impedance	<1000 ohm	<1000 ohm
PHYSICAL		
Sensing Element	Thin Film	Thin Film
Pressure Port	1/4-18 NPT	1/4-18 NPT
Thread	External	External
Dead Volume	0.077 in ³	1260 mm ³
Wetted Parts Material	17-4 PH Stainless Steel	17-4 PH Stainless Steel
Housing Material	316/316L Stainless Steel	316/316L Stainless Steel
Electrical Connector	Solder Tabs	Solder Tabs
Electrical Connections(Tab 1)	Pos (+) Power	Pos (+) Power
Electrical Connections(Tab 2)	Common	Common
Electrical Connections(Tab 3)	Pos (+) Output	Pos (+) Output
Electrical Connections(Tab 4)	Earth Ground	Earth Ground
Weight	3.2 oz	90.7 gm

Photodiodo Model: BGL-10A-001-S49

75

	Visib	le Red	La	ser	
Gap Sizes	PNP	NPN	PNP	NPN	
5 mm	BGL 5A-001-S49	BGL 5A-002-S49			
10 mm	BGL 10A-001-S49	BGL 10A-002-S49			
20 mm	BGL 20A-001-S49	BGL 20A-002-S49			
30 mm	BGL 30A-001-S49	BGL 30A-002-S49	BGL 30A-003-S49	BGL 30A-004-S49	
50 mm	BGL 50A-001-S49	BGL 50A-002-S49	BGL 50A-003-S49	BGL 50A-004-S49	
80 mm	BGL 80A-001-S49	BGL 80A-002-S49	BGL 80A-003-S49	BGL 80A-004-S49	
120 mm	BGL 120A-001-S49	BGL 120A-002-S49	BGL 120A-003-S49	BGL 120A-004-S49	
180 mm	BGL 180A-001-S49	BGL 180A-002-S49			
220 mm	BGL 220A-001-S49	BGL 220A-002-S49			
Resolution	0.3 mm (5 - 30 mm mod 0.8 mm (12	els); 0.5 mm (50 - 80 mm); 20 - 220mm)	0.06 mm (30 mm); 0.1 (80 mm); 0.3	mm (50 mm); 0.2 mm mm (120 mm)	
Hysteresis	0.1 mm (5 - 30 mm); 0. (80 - 2	15 mm (50 mm); 0.2 mm 20 mm)	0.01 mm (all models)	
Repeatability	0.02 mm (5 - 30 mm); 0. (80 mm); 0.08 m	04 mm (50 mm); 0.06 mm m (120 - 220 mm)	0.015 mm (all models)		
Housing material	Anodizec	laluminum	Anodized	aluminum	
Degree of protection	IP	65	IP	65	
Operating temperature	-10	+60° C	-10	+60° C	
Operating voltage	10 - 3	30 Vdc	10 - 3	0 Vdc	
Switching frequency	1.5	1.5 kHz		:Hz	
Output	PNP or NPN (selecta	ble light/dark operation)	PNP or NPN (selectab	le light/dark operation)	
BGL Rod Mount	Micro Adjustr	nent Bracket			

BMS CS-M-D12-CZ

BMS CS-M-D12-____-01 CX02 For BGL 5, 10, 20 CX03 For BGL 30, 50, 80 CX04 For BGL 120, 180, 220

www.balluff.com · 1-800-543-8390

Motorreductor

Baldor

BALDOR • RELIANCEE Product Information Packet: GPP12540 - .13HP,DC,PSSM-0,2416P,TENV,F1

Product Detail								
Revision:	Р	Status:	PRD/A	Change #:			Proprietary:	No
Type:	DC	Prod Type:		Elec. Spec:	24WGZ026	3	CD Diagram:	CD1899
Enclosure	TENV	Mfg Plant:		Mech Spec:			Layout:	24A099Z026G1
Frame:	PSM	Mounting:		Poles:	111		Created Date:	
Base:		Rotation:		Insulation:	F		Eff. Date:	01-15-2009
Leads:	3#18	Literature:	¥	Elec. Diagram:			Replaced By:	
Nameplate NP12	220A08							
CAT.NO.		GPP12540						
SER.NO		DATE CODE						
SPEC.		24A099Z026G1						
FRAME		PSM		TYPE 2416P		2416P		
HP		.13 TE						
VOLTS		90DC						
AMP		1.35						
F.F.		1.56				CLASS		F
AMB.		40C				DUTY		CONT
BRUSHES		2/BP5052BP01						
R.P.M.		500						
TORQ/IN LB		15						
RATIO		5:1						
APRV-CE						APRV-C	UL	

Optical encoder: E3-1024-250-I-H-D-3

F N <i>A A</i>						
			US D	igital	Optica	al Encoder Module
Recommended Operating Cor	nditions					
Parameter	Min.	Max.	Units	Notes		
Temperature Supply Voltage	-55	125	°C Volte	Dipplo <	100m\/	_
Load Capacitance	-	100	pF	Rippie×	TOOTTV _{P-P}	-
Count Frequency	-	100	kHz	rpm/60 :	x cycles/rev.	
Encoding Characteristics:						
Parameter	Symbol	Min.	Typ.	Max	Units	
Cycle Error		-	3.0	5.5	°e	
Symmetry		150	180	210	°e	
Index Pulse Width	Po	60	90	120	°e	
Ch. I Rise After Ch. B or Ch. A Fall	t1	10	100	250	ns	
Ch. I Fall After Ch. A or Ch. B Rise	t2	70	150	300	ns	
 Specifications apply over entire operating ten Use Timing Diagram below. 	nperature ran	ge. values	are for the w	orst error ov	er a full rotation	I.
Electrical Specifications:			_			
Parameter Supply Voltage	Symbol	Min.	Typ.	Max 70	Volts	
Output Voltage	Vcc	-0.5	-	-	Volts	
Current Draw		24	27	30	mA	
Output Low (at 8mA current, sink)		- 20	-	0.5	Volts	
Specifications apply over entire operating tem	perature rand	∠.u ne Tvpical	values are sr	- ecified at V	cc = 5.0V and 2	25°C
> Use Timing Diagram below.	porataro rang	jo. Typiou	raideo dio op	comod at 1	00 0.01 414 1	
 > The EM1 provides more line driver current (both sourcing and sinking) and consumes less power than Agilent versions > Standard versions have a wider temperature range > To generate the index channel the EM1 uses one track instead of two and all versions (including linear) will have index > The connector pins are .300" rather than .350" long > The wire loops have been recessed into the housing > Standard versions have an internal 0.1mt bypass capacitor > Resolutions unavailable in HEDS will be available with the EM1 						
Phase Relationship: Shaft Rotation For Shaft Encoders: (View the encoder so the shaft / bushing side is facing up.) > A leads B in a clockwise rotation; B leads A in a counterclockwise rotation for the following products: > B leads A in a clockwise rotation; A leads B in a counterclockwise rotation for the following products: Shaft Rotation For Kit Encoders: (View the encoder so the cover / label side is facing up.) > A leads B in a clockwise rotation; B leads A in a counterclockwise rotation for the following products: Shaft Rotation For Kit Encoders: (View the encoder so the cover / label side is facing up.) > A leads B in a clockwise rotation; B leads A in a counterclockwise rotation for the following products: > B leads A in a clockwise rotation; B leads B in a counterclockwise rotation for the following products: > B leads A in a clockwise rotation; Clockwise rotation; Clockwise rotation for the following products: > B leads A in a clockwise rotation; A leads B in a counterclockwise rotation for the following products: > B leads A in a clockwise rotation; A leads B in a counterclockwise rotation for the following products: > B leads A in a clockwise rotation; A leads B in a counterclockwise rotation for the following products: > B leads A in a clockwise rotation; A leads B in a counterclockwise rotation for the following products: > B leads A in a clockwise rotation; A leads B in a counterclockwise rotation for the following products:						
Timing Diagram:						
	-		shaft ar increme	ngle which g ent of 1/N of	ives rise to one a revolution.	electrical cycle, and the nominal angular

{ 78 **}**

Anexos

Anexo 1. A New Orifice Rheometer for the Measurement of

Rheological Extensional Properties

A New Orifice Rheometer for the Measurement of Rheological Extensional Properties

J Naranjo¹, R Chicurel², L Ruiz-Huerta¹, and G Ascanio^{1,3}

 ¹ Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico, Universidad Nacional Autónoma de México. Circuito Exterior s/n Ciudad Universitaria México D. F. 04510
 ² Instituto de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, Edificio 12, Circuito

² Instituto de Ingenieria, Universidad Nacional Autonoma de Mexico, Edificio 12, Circuito Exterior s/n Ciudad Universitaria D. F. 04510

javier.naranjo@ccadet.unam.mx, rcu@pumas.iingen.unam.mx, leopoldo.ruiz@ccadet.unam.mx, gabriel.ascanio@ccadet.unam.mx³

Abstract. Elongational deformations play a key role in many industrial processes such as roll coating, extrusion and blow moulding, among others. Reliable information of the extensional rheological properties of the materials is needed for estimating processing times and costs. This paper describes a new orifice rheometer to measure extensional rheological properties of materials subjected to a wide range of strain rates. The operating principle is based on the pressure drop of a fluid flowing through a small orifice. This novel instrument incorporates a parabolic profile contraction that minimizes the formation of eddies downstream the orifice. The calibration of the orifice rheometer, based on the dimensionless analysis of the Euler number versus the Reynolds number has been done to estimate the apparent extensional viscosity of testing fluids.

Keywords. Extensional viscosity, orifice rheometer, entrance pressure, parabolic profile.

Introduction

Extensional flows are usually encountered in many industrial processes including synthetic fibre threading, blow moulding and roll coating, among others. In some applications, such

as extrusion, the material is subjected to convergent and divergent flows, so that the process becomes extensional sensitive. For this reason, the measurement of rheological extensional properties is fundamental for understanding the behaviour of such flows. The study of extensional flow began in 1906 with the pioneering work conducted by Frederick Thomas Trouton [1], who performed a number of experiments in order to obtain the extensional viscosity of very high shear viscosity fluids. For that purpose, he used pitch tar and shoemaker's wax as working fluids subjected to very low elongational rates. Under these conditions, Trouton determined that the extensional viscosity is three times the shear viscosity. This relationship is known as the Trouton ratio, which holds for Newtonian fluids only. Other works found in the literature report a Trouton ratio much larger than 3 when using complex rheology fluids such as concentrated suspensions [2-4].

Later, Fano [5] studied the ability of liquid to form threads by using saliva, albumen and cactus leaves infusion. He found that the extensional stresses only are responsible for the liquid threading while the surface tension did not play any role. A similar approach was use4d by Meissner [6], who developed a rheometer in which two rotational clamps are used for homogenously extend a molten polymer rod inducing pure uniaxial stress.

Several techniques have been developed for generating extensional flows, namely: simple extension, lubricated compression, sheet stretching (multi-axial extension), fibre spinning, collapsed bubble, stagnation flows and entrance flows [7-11]. The latter has been extensively used and reported in the literature because of the ease of producing extensional flows [3, 4, 11-24]. As the working fluid flows through an abrupt contraction, it dissipates energy, which is a function of the pressure drop and the flowrate. The convergent streamlines generated by the flow through the contraction indicate that the fluid is subjected

to extensional stresses. It is important to point out that the fluid is subjected to both shear and extensional stresses as it passes through the contraction, which is in fact a phenomenon encountered in industrial applications.

From a rheological standpoint, the analysis of the flow through an orifice was first reported by Metzner and Metzner [17], who evaluated the extensional viscosity assuming that the flow is purely extensional. Everage and Ballman [25] and Winter [26] tried to decrease the shear effects by using lubricants on the pipe walls. Chakraborty and Metzner [27] performed a comparative analysis between spherical and cylindrical sink flows of viscoelastic fluids by applying the model developed by Metzner and Metzner [17]. A similar experimental study was made by Nigen and Walters [20] by comparing axisymmetric and planar contraction flows. Such a study is based on the analysis made by Binding [12], which is an extension of the work reported by Cogswell [16]. Binding's analysis is considerably more elaborate than Cogswell's. In both analyses, it is assumed that the pressure drop may be separated into its shear and extensional components. Some recent studies, as Tremblay [18], Boger and Binnington [19] and Laun and Schuch [28], have attempted to evaluate the extensional viscosity from pressure drop and flowrate using Cogswell's results.

Binding [11] applied variational principles for the flow analysis to minimize the overall energy consumption for axisymmetric and planar contractions. His analysis also considers both shear and extensional components in the contraction, and the viscosity is assumed to be a power law function of the strain rate. Furthermore, Binding [14], Binding and Jones [29] and James and Chandler [30] made some considerations on axisymmetric convergent flows and they showed how these results can be applied to the development of new extensional rheometers.

Recently Lubasky et al [31] developed an approximate solution to convergent flow for high Trouton ratios. This solution, which is based on Binding's analysis [12], particularly identifies the effect of viscoelastic fluids at large extensional rates despite having a constant shear viscosity. The viscoelastic fluids show a high Trouton ratio in flow through a contraction.

Entrance flows are undoubtedly a very attractive alternative for measuring rheological properties of fluids subjected to shear and extension. This technique has been reported in the literature in several applications including polymer melts [16, 24, 32], mobile polymer solutions [15, 33-35], semi-rigid polymer solutions [20], plastic extrusion [36]; coating colours [37], food fluids [38] and viscoelastic fluids [21, 27, 31]. From an experimental standpoint, perhaps planar laser induced fluorescence (pLIF) and particle image velocimetry (PIV) are the most used methods for visualizing streamlines and analyzing velocity fields [20-23, 39]. Mitsoulis et al [40] performed an experimental and numerical study of entry flows of polymers through abrupt planar contractions. They found that fluids exhibiting more pronounced strain-thickening generate not only vortex structures but also high Trouton rations. On the other hand, the usefulness of computational fluid dynamics techniques has been shown for the hydrodynamical analysis of axisymmetric planar and volumetric contractions [22, 41-43].

Rodd et al [34] fabricated microcontraction geometry in order to get a relation between the Weissenberg number, Wi, and the Reynolds number, Re, as well as to find out the effects of

the fluid's rheological properties. The results demonstrated the value of micro PIV as a tool for the understanding of kinematic phenomena. Such research was a novel interpretation of entry flows, because it established a relation between the Weissenberg number and the Mach number, Ma, in the contraction.

Most of the studies reported in the literature addressing the analysis of the flow behaviour through axisymmetric contractions are aimed at developing flowmeter instruments, including orifice flowmeters for determining the extensional properties of both Newtonian and non-Newtonian fluids. These instruments use abrupt contractions which generate fluid recirculation regions, or eddies, which decay and eventually disappear as an excess of pressure is applied downstream the contraction. Little attention has been paid to the design of contraction geometry to reduce or eliminate the effects of eddies on the pressure drop and the flowrate when measuring the extensional rheological properties. Neves et al [39], with help of μ -PIV, showed for the first time a visualization of a viscous flow through a microfabricated hyperbolic contraction made out of polydimethylsiloxane using soft lithography technique.

The present work describes the development of an orifice rheometer focusing on a new geometry based on a paraboloid of revolution in the contraction region to achieve more reliable extensional rheological data.

Operating principle

The following assumptions are made with regard to operation of the orifice rheometer:

1. The flow upstream the orifice is laminar, steady and fully developed.

- 2. The shear and extensional viscosities obey the power laws.
- 3. The no-slip condition at the cylinder wall downstream the contraction is valid.

Cogswell [13] established that the pressure drop is only dependent on the shear and extensional flow, the effects of the kinetic energy variation being negligible. Following the analysis made by Binding [12], who extended the work of Cogswell [13], the pressure drop as the fluid flows through an orifice can be expressed as:

$$\Delta P = \Delta P_S + \Delta P_E + \Delta P_K \tag{1}$$

where ΔP_S is the pressure drop due to shear effects, ΔP_E is the pressure drop due to extensional effects and ΔP_K is the pressure drop due to inertial effects.

Della Valle et al [3] and Ascanio et al [4] analyzed the hydrodynamics of a flowmeter based on the pressure entrance principle for measuring rheological extensional properties. Following the findings reported by Cogswell [13], they considered only the effects due to the shear and extension. As the volumetric flow rate increases, the strain rate in the orifice becomes larger, so that the effect due to changes in the kinetic energy must be considered.

According to the second assumption described above, the shear and extensional viscosities can be approximated by the power-law relations as follows

$$\eta(\dot{\gamma}) = k\dot{\gamma}^{n-1}$$

$$\eta_E(\varepsilon) = l\varepsilon^{t-1}$$
(2)

where $\dot{\gamma}$ is the shear strain rate, ε is the extensional strain rate, k and l are the consistency indexes under shear and extension, respectively, and n and t are the shear and extension power law indexes, respectively, also called flow behaviour indexes.

From an energy balance [11], the pressure drop is obtained as:

$$\Delta P = \frac{2k(t+1)^2}{3t^2(n+1)^2} \left[\frac{l \cdot t(3n+1)n^t \Phi}{k} \right]^{\frac{1}{1+t}} \left[1 - \alpha^{\frac{3t(n+1)}{t+1}} \right] \dot{\gamma}^{\frac{t(n+1)}{t+1}} + \frac{3\rho Qn(3n+1)(1-\alpha^4)}{2(2n+1)(5n+3)\pi R_0} \dot{\gamma}$$
(3)

where α is the ratio of the radius of the orifice (R_0) to the radius of the downstream pipe (R_1), Q is volumetric flow rate, $\dot{\gamma}$ is the shear rate and

$$\Phi = \int_{0}^{1} \left\{ abs\left(2 - \frac{3n+1}{n}\zeta^{1+\frac{1}{n}}\right) \right\}^{1+t} \zeta d\zeta$$
(4)

The orifice rheometer can be calibrated by considering a Newtonian fluid. Then the flow behaviour indexes become unity, the shear power-law coefficient is the dynamic viscosity and $l=3\mu$, being the latter the Trouton ratio for Newtonian fluids, so that the pressure drop can be expressed by the following relation:

$$\Delta P = \frac{16\sqrt{2}\mu Q}{3\pi R_0^3} \left[1 - \alpha^3 \right] + \frac{\rho Q^2 \left(1 - \alpha^4 \right)}{\pi^2 R_0^4}$$
(5)

The extensional viscosity can be obtained by following these steps:

(i) The extensional flow behaviour index, t, is determined from the regression of a plot of log ΔP vs. log Q, which is experimentally obtained using the orifice
rheometer, and also knowing the shear flow behaviour index, n, from the measurement made in a shear rheometer. The slope of such plot is t (n+1)/(t+1).

- (ii) Having the flow behaviour indexes t and n, the value of the integral Φ can be obtained from eqn. (4) and substituted into eq. (3).
- (iii) From eqn. (3), the consistency index, l, is calculated [12]
- (iv) Finally, the extensional viscosity is obtained from the power-law relation (eqn. 2), where the strain rate, \$\varepsilon\$, is

$$\mathcal{E} = \left(n+1\right) \frac{Q(3n+1)}{\pi R^3 (n+1)} \frac{dR}{dz} \tag{6}$$

and

$$\left(-\frac{dR}{dz}\right)^{t+1} = \frac{k(n+1)^{t+1}}{l \cdot t(3n+1)n^t \Phi} \left\{\frac{(3n+1)Q}{n\pi R^3}\right\}^{n-t}$$
(7)

according to Binding [12].

Profiled contraction

Figure 1 is a diagram of the circular axysymmetric contraction and expansion with the parabolic profile, where R_I is the pipe radius downstream the orifice, R_0 is the radius of the orifice and L_v the vortex length estimated for an abrupt section change.



Figure 1. Parabolic profile contraction

It is assumed that the flow, in the z direction, is laminar and fully developed before entering the contraction and the axial velocity at the surface of the parabolic profile is equal to zero (no-slip condition).

The entrance pressure (P_0) can be obtained in general from the following equation

$$P_0 = \frac{\dot{E}}{Q} - \Delta P_{(L\nu,0)} \tag{8}$$

where \dot{E} is the dissipation energy term, Q is the volumetric flow rate and the pressure drop in the length L_v may be neglected. The pressure entrance depends on the shear flow, the elongational flow and the inertial effects, and is given by eqn. (3) [4, 12, 15, and 18]. To simplify calculations, the kinetic effects are neglected and the pressure entrance is:

$$P_{0} = \frac{2k(t+1)^{2}}{3t^{2}(n+1)^{2}} \left[\frac{l \cdot t(3n+1)n^{t} Int}{k} \right]^{\frac{1}{1+t}} \left[1 - \alpha^{\frac{3t(n+1)}{t+1}} \right] \dot{\gamma}^{\frac{t(n+1)}{t+1}}$$
(9)

where the value of the integral Φ is obtained from eq. (4) and α is the inverse of the contraction ratio (R₀/R₁), and the shear rate is

$$\dot{\gamma} = \frac{3n+1}{n} \frac{Q}{\pi R_0^{3}}$$
(10)

From the experiments by Tremblay and Binding obtain the parameters *n*, *t* and *l* for a few non-Newtonian fluids, the vortex length can be obtained by integrating eqn. (7) with the limits $R = R_0$ at z = 0 and $R = R_1$ at $z = L_v$:

$$\frac{L_{\nu}}{2\alpha R_{0}} = \frac{t+1}{2(n+1)(2t-3n-1)} \left\{ \frac{l(3n+1)t \cdot n^{t}\Phi}{k} \right\}^{\frac{1}{t+1}} \gamma^{\frac{t-n}{t+1}} \left(1 - \alpha^{\frac{2t-3n-1}{t+1}}\right) \alpha$$
(11)

The profile of the contraction can be obtained from the following expression of the parabola

$$(r-a)^2 = 4p(z-h)$$
 (12)

where (h,a) are the vertex coordinates and *p* is the focal distance.



Figure 2. Parabolic profile

88

As figure 2 shows the vertex is located at $(L_v, 0)$, so that the equation becomes

$$r^2 = 4p(z - L_v) \tag{13}$$

The focal distance (L_v) can be obtained by substituting $r = R_I \cdot R_0$ at z = 0, then p is equal to

$$p = -\frac{(R_1 - R_0)^2}{4L_v}$$
(14)

Finally, the contraction profile is

$$r = \sqrt{\frac{z(R_1 - R_0)^2}{L_v} + L_v}$$
(15)

Where Lv being the length of vortex calculated with equation (11) by using the rheological parameters published elsewhere [18], so that the parabolic profile is obtained with equation (15).

Description of the rheometer

Figure 3 shows the basic elements and configuration of the orifice rheometer. It consists basically of a profiled orifice located between two identical cylindrical reservoirs each with a capacity of 0.34 litres. The orifice is a cylinder of 38.1 mm inner diameter (D) and 129 mm length (L) made out of brass with a profiled contraction having a ratio of 8:1:8 (see Figure 1b), therefore R_0 is 2.38 mm. A computer numerical control (CNC) program was developed for machining the contraction by using the profile and dimensions previously described. The program requires calculating a finite number of points between the vertexes. The number of points depends on the resolution required, which in this case was of the

order of 1 micrometer. Such a profile was designed with the aim of minimizing the effects of the recirculating flow regions (eddies) in the vicinity of the orifice, so that no excess pressure be are needed to remove such stagnant zones. The cylindrical reservoirs, which have an inside diameter of 38.1mm and a length of 300 mm, made out of brass and coated in the inside with hard chrome to reduce wear due to friction with the piston seals. The pistons pump the working fluid from one reservoir to the other and then in the opposite direction. The pistons are made out of stainless steel and have a 37 mm outer diameter, 38.1 mm with seals, and their stroke is 230 mm. Both the cylinders and the pistons are long enough to generate fully developed flow upstream the orifice. The pistons are driven by a bipolar stepping motor coupled to an ACME screw. Both pistons are connected by a rigid structure consisting of two plates joined by four ground guides and linear bearings allowing the pistons to move smoothly in synchronism.

The orifice rheometer is fully instrumented and controlled from a PC, so that the pressure drop and the volumetric flow are continuously registered in order to calculate the extensional viscosity. The pressure is locally measured by means of pressure sensors having a range of 0-1380 kPa (0-200 psi) and an accuracy of 0.25% of full scale. They were placed upstream, downstream and in the contraction via small orifices, so that the pressure drop is determined simply by subtraction. The volumetric flow rate is determined by the speed of the pistons, which is calculated from a signal coming from an encoder coupled to the motor shaft and the pitch of the ACME screw. Two photoelectric sensors placed 250 mm apart along the structure, activate and turn off the data acquisition system so that the signals from the sensors are acquired under steady conditions only, avoiding the start and stop segments of the pistons displacement.

The control system consists of a programmable automatic control module (PAC) with 4 channels, 16 bits, output of ± 10 V, an 8-slot integrated at 400 MHz real-time control and a power supply of 24 VDC. A graphic interface was developed for setting up all the variables being measured, such as strain rate, number of sampling points, etc. The information about the pressure and the volumetric flow rate through the orifice can be obtained directly from the interface or exported as an ASCII file.



(a)



(b)

Figure 3. Orifice Rheometer: (a) Configuration and basic elements; (b) Profiled contraction

Methods and Materials

Fluids

Aqueous solutions of polyethylene glycol (Mw = 20,000 g/mol, from Clariant) at three different concentrations, glycerol USP grade and multi-grade oil 25W-50 were used as Newtonian fluids. In particular, polyethylene glycol (PEG) was chosen as the calibrating fluid due to its rheological stability with temperature and humidity. On the other hand, ketchup sauce, toothpaste and lard; showing non-Newtonian behaviour were investigated to show the potential use of the orifice rheometer. The basic ingredients of the non-Newtonian fluids are: 1) Ketchup sauce: water, sugar and/or fructose syrup, tomato paste, vinegar, modified iodized salt, carboxymethyl cellulose (as thickener) and sodium benzoate; 2) toothpaste: sorbitol, water, hydrated sodium sulphate, polyethylene glycol, aroma, cellulose gum, sodium fluoride and sodium saccharin; 3) lard, pure hog lard. Table 1 shows the physical and rheological properties of the working fluids.

Table 1. Properties of working fluids

Newtonian fluids	Density (kg/m ³)	Viscosity (Pa·s)
PEG at 25 wt%	900	0.222
PEG at 50wt%	950	1.0732
PEG at 75wt%	990	3.7802
Glycerol USP	1250	1.41
Multi-grade engine oil	825	0.4676

Non-Nowtonion fluids	Density	Consistency index, k	Flow behaviour	
Non-newtoman nuius	(kg/m^3)	$(Pa \cdot s^n)$	index, n	
Ketchup sauce	1085	7.9264	0.409	
Toothpaste	1270	188.48	0.35	
Lard	806.25	88.788	0.128	

Shear rheological properties were measured with a stress-controlled rheometer AR-2000 from TA Instruments using a cone and plate geometry having the cone a diameter of 40 mm and angle of 1.5931°.

The orifice rheometer was first calibrated with Newtonian fluids in terms of the dimensionless Euler number as a function of the Reynolds number. All measurements were made at room temperature (24 °C).

Results

Calibration

Figure 4 shows the dimensionless calibration curve based on the Euler number as function of the Reynolds number with Newtonian fluids. Considering the Reynolds number range investigated, the viscous forces dominate the flow, so that the regime is fully laminar. A good agreement was found when comparing the experimental data with the theory, eq. (5). It should be noted that a slope of -1 is obtained for the laminar region, which indicates that the assumptions made in the theoretical analysis previously described were suitable. According to the theoretical expression, a value of 41.06 is obtained for the trend equation, which is slightly higher than the value of 39.11 reported by Ascanio et al. [4], who considered that the pressure drop depended only on shear and extension. In the present work, the pressure drop was assumed to be dependent on shear, extension and kinetic energy variation, which may explain such a small difference between the two values.



94

Figure 4. Calibration curve: Euler number versus Reynolds number for Newtonian fluids.

Rheometer characterization

For demonstrative purposes, the new orifice rheometer was characterized with both Newtonian and non-Newtonian fluids. The rheological parameters of the investigated fluids are shown in Table 1. Figure 5 shows plots of the pressure drop (P_0) versus the flowrate (Q) through the orifice.



Figure 5. Pressure drop versus flowrate.

In all cases a linear trend line is observed. The extensional viscosity data of the fluids investigated are plotted in Figure 6. The apparent extensional viscosity was determined following the steps listed in the operating principle previously described.



Elongational rate, \mathcal{E} (1/s)



(b)

Figure 6. Extensional viscosity data: (a) Apparent extensional viscosity; (b) Trouton ratio.

As figure 6a shows, both glycerine and multi-grade engine oil exhibit a constant apparent extensional viscosity value of 27.6 Pa·s and 20.4 Pa·s, respectively. Non-Newtonian fluids

exhibit a different extensional behaviour. Although, toothpaste is a shear-thinning fluid, the apparent extensional viscosity is fairly constant at a value of 137.4 Pa·s. Ketchup sauce is also a shear-thinning liquid under shear stress, however, it exhibits strain-thinning under extension. Finally, lard is a particular case. Even if it exhibits pronounced shear-thinning with a flow behaviour index, n, of about 0.13, it shows a non-uniform strain-thickening. It is important to point out that lard was very difficult to characterize due to its consistency. At room temperature, lard is a paste that tends to behave as liquid when subjected to stress. During the shear measurements a very thin layer of liquid formed close to the cone, which is the rotating part of the rheometer. In extension, the lard close to the pipe wall and the orifice wall is highly sheared and strained, so that a thin layer of liquid is formed close to such regions, leading very likely to unstable signals from the pressure sensors.

Figure 6b plots the ratio of the extensional viscosity to the shear viscosity, known as Trouton ratio. In the case of Newtonian fluids, an average Trouton ratio of 19.5 and 43.6, respectively for glycerine and multi-grade engine oil. The case of non-Newtonian fluids is quite different. A Trouton ratio range from 16 to 6 was obtained for the ketchup sauce as the strain increases, while the range for toothpaste is 30 to 123 and 23 to 325 for lard when increasing the strain rate up to 400 s^{-1} . Such values exceed by far the value of 3 reported for viscous fluids subjected to low strain rates [1].

Conclusions

A new orifice rheometer operating under the entrance pressure principle has been developed for the accurate measurement of material properties of fluids subjected to both extensional and shear stresses. The orifice plate has been completely redesigned incorporating a parabolic profile allowing the effects generated by vortexes in the vicinity of the orifice to be minimized, so that no excess pressure of the fluid passing through the orifice is required. The orifice rheometer has been successfully calibrated with Newtonian fluid and characterized with fluids exhibiting different shear rheological behaviours showing the potential use of this new device.

Acknowledgements

The financial support of DGAPA-UNAM through grant IN 119008 is acknowledged. J. Naranjo thanks the Office of Graduate Studies for the fellowship provided for his PhD studies. Thanks are also due to Benjamin Valera-Orozco and German Herrera for the technical assistance.

References

- Trouton, F.T. (1906), "On the Coefficient of Viscous Traction and its Relation to that of Viscosity", Proc. R. Soc., 77, pp.426- 440.
- [2] O'Brien, V. T. and MacKay M. E. (2002), "Shear and elongation flow properties of kaolin suspensions"; J. Rheology, 47 (3), pp 557-572.
- [3] Della Valle, D.; Tanguy, P.A. and Carreau, P.J. (2000), "Characterization of Extensional Properties Fluids Using an Orifice Flowmeter", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 94, pp.1-13.
- [4] Ascanio, G., Carreau, P.J., Brito de La Fuente, E. and Tanguy, P.A. (2002), "Orifice
 Flowmeter for Measuring Extensional Rheological Properties", Can. J. Chem. Eng., 80,
 pp.1189-1196.
- [5] Fano, G. (1908), "Contributo Allo Studio dei Corpi Filanti (Contribution to the Study of

Thread-Forming Materials)", Archivio di Fisiologio, 5, pp.365–370.

- [6] Meissner, J, (1972), "Development of a Universal Extensional Rheometer for the Uniaxial Extension of Polymer Melts", Transactions of the Society of Rheology, v 16, n 3, pp 405-420.
- [7] Sato, T. (1995), "Rheology of Suspensions", 73rd Annual Meeting and 60th Paint Industries' Show, Octubre 1995, 67, 847.
- [8] Petrie, C. (2006), "Extensional Viscosity: A Critical Discussion", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 137, pp.15-23.
- [9] Petrie, C. (2006), "One Hundred Years of Extensional Flow", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 137, pp.1-14.
- [10] Carreau, P. J.; De Kee, D. C. R.; Chhabra, R. P. (1997), Rheology of Polymeric Systems, Hanser/ Gardner Publications, Inc. Cincinnati, USA.
- [11] Macosko, C.W. (1994), Rheology, Principle, Measurements, and Applications, VCH publishers, New York, NY.
- Binding, D.M. (1988), "An Approximate Analysis for Contraction and Converging Flows", J. Non-Newtonian Fluid Mech, 27, pp.173-189.
- [13] Cogswell, F.N. (1972), "Converging Flow of Polymer Melts in Extrusion Dies", Polym.Eng. Sci., 12, pp.64-73.
- [14] Binding, D.M. (1991), "Further Considerations of Axisymmetric Contraction Flows", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 41, pp.27-42.
- [15] Binding, D.M. and Walters, K. (1988), "On the Use of Flow through a Contraction in Estimating the Extensional Viscosity of Mobile Polymer Solutions", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 30, pp.291-298.
- [16] Cogswell, F. N. (1972) "Measuring the Extensional Rheology of Polymer Melts" Transactions of the Society of Rheology, 16 (3), pp. 383-403.

- [17] Metzner, A.B. and Metzner, A.P. (1970), "Stress Levels in Rapid Extensional Flows of Polymeric Fluids", Rheol. Acta, 9, pp.174-181.
- [18] Tremblay, B. (1989), "Estimation of the Elongational Viscosity of Polyethylene Blends at High Deformation Rates", J. Non-Newt.Fluid Mech., 33, pp.137-164.
- [19] Boger, D.V. and Binnington, R.J. (1990), "Circular Entry Flows of Fluid M1", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 35, pp.339-360.
- [20] Mongruel, A.; Cloitre, M. (2003), "Axisymmetric Orifice Flow for Measure the Elongational Viscosity of Semi-rigid Polymer Solutions", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 110, pp.27-43.
- [21] Nigen, S. and Walters, K. (2002), "Viscoelastiv Contraction Flows: Comparison of Axisymmetric and Planar Configurations", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 102, pp.343-359.
- [22] Zirnsak, M.A.; Boger, D.V. (1998), "Axisymmetric Entry Flow of Semi-dilute Xanthan Gum Solutions: Prediction and Experiment"; J. Non-Newtonian Fluid Mech., 79, pp.105-136.
- [23] Zatloukal, M.; Vlcek, J.; Tzoganakis, C.; Sáha, P. (2002) "Improvement in Techniques for the Determination of Extensional Rheological Data from Entrance Flows: Computational and Experimental Analysis"; J. Non-Newtonian Fluid Mech., 107, pp.13-37.
- [24] Ng, S.L.; Mun, R.P.; Boger, D.V. and James, D.F. (1996), "Extensional Viscosity
 Measurements of Dilute Solutions of Various Polymers", J. Non-Newtonian Fluid Mech.,
 65, pp.291-298.
- [25] Everage Jr., A.E. and Ballman, R.L. (1978), "The Extensional Flow Capillary as a New Method for Extensional Viscosity Measurement", Nature, 273, pp.213-215.
- [26] Winter, H.H.; Macosko, C.W. and Bennett, K.E. (1979), "Orthogonal Stagnation Flow, a Framework for Steady Extensional Flow Experiments", Rheol. Acta, 18, pp.323-334.

- [27] Chakraborty, A. K. and Metzner, A. B. (1986), "Sink Flows of Viscoelastic Fluids" J. Rheology, 30 (1), pp.29-41.
- [28] Laun, H.M. and Schuch, H. (1989), "Transient elongational viscosities and drawability of polymer melts", J. Rheol., 33 (1), pp.119-175.
- [29] Binding, D.M. and Jones, D. M. (1989), "On the Interpretation of Data from Converging Flow Rheometers", Rheol. Acta, 28, pp.215-222.
- [30] James, D. F. and Chandler, G. M. and Armour, S. J. (1990), "A Converging Channel Rheometer for the Measurement os Extesional Viscosity" J. Non-Newtonian Fluid Mech., 35 (2-3), pp. 421-443.
- [31] Lubasnky, A.S.; Boger, D.V.; Servais, C.; Burbidge, A. S. and Cooper-White, J. J.
 (2007), "An Approximate solution to flow through a contraction for high Trouton ratio fluids", J. Non-Newtonian Fluid Mech, 144, pp.87-97.
- [32] Cogswell, F.N. (1968), "The Rheology of Polymer Melts under Tension", Plast. Polym., 36, pp.109-111.
- [33] Khan, R.; Kuru, E.; Tremblay, B. and Saasen, A. (2007) "Extensional Viscosity of Polymer Based Fluids as a Possible Cause of Internal Cake Formation" Energy Source, Part A, 29, pp. 1521-1528.
- [34] Jones, D. M.; Walters, K.; Williams, P. R. (1987), "On the Extensional Viscosity of Mobile Polymer Solutions", Rheol. Acta, 26, pp. 20-30.
- [35] Rodd, L.E.; Cooper-White, J. J.; Boger, D. V.; McKinley, G. H. (2007) "Role of the elasticity number in the entry flow of dilute polymer solution in micro-fabricated contraction geometries", J. Non-Newtonian Fluid Mech, 143, pp. 170-191.
- [36] Gupta, M. (2001), "Effect of Elongational Viscosity on Die Design for Plastic Extrusion",J. of Reinforced Plastics and Composities, 20 (17), pp.1646-1472.
- [37] Arzate, A.; Ascanio, G., Carreau, P. J. and Tanguy, P. A. (2004) "Extensional Viscosity

of Coating Colors and its Relation with Jet Coating Performance", Appl. Rheol., 14 (5), pp.240-250.

- [38] Raphaelides, S.N. and Gioldasi, A. (2005), "Elongational flow studies of set yogurt", J. of Food Engineering, 70, pp. 538-545.
- [39] Neves Oliveira, M. S.; Alves, M. A; Pinho, F. T. and McKinley, G. H. (2007), "Vicous Flow Through microfabricated Hyperbolic Contraction", Exp. Fluids, 43, pp. 437-451.
- [40] Mitsoulis, E., Schwetz, M., Münstedt, H., (2003), "Entry flow of LDPE melts in a planar contraction", J. Non-Newtonian Fluid Mechanics, v 111, n 1, pp. 41-61.
- [41] Binding, D. M.; Phillips, P. M.; Phillips, T. N. (2006) "Contraction/Expansion Flows: The Pressure Drop and Related Issues"; J. Non-Newtonian Fluid Mech.; 137, pp.31-38.
- [42] Aboubacar, M.; Matallah, H; Tamaddon-Jahromi, H. R.; Webster, M. F. (2002)
 "Numerical Prediction of Extensional Flows in Contraction Geometries: Hybrid Finite Volume/Element Method", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 104, pp.125-164.
- [43] Petrie, C. J. S. (1997) "Three-Dimensional Presentation of Extensional Flow Data", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 70, pp. 205-218.

Anexo 2. Nuevo reómetro de orificio con perfil parabólico



NUEVO REÓMETRO DE ORIFICIO CON PERFIL PARABÓLICO

Javier Naranjo¹, Ricardo Chicurel² y Gabriel Ascanio¹

1 Laboratorio de Ingeniería de Proceso, Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico de la Universidad Nacional Autónoma de México, Circuito exterior s/n, Ciudad Universitaria, México D. F.

2 Instituto de Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México, edificio 12, circuito exterior s/n, Ciudad Universitari, México D F.

javier.naranjo@ccadet.unam.mx

RESUMEN

El flujo irregular que presenta gran cantidad de polímeros fundidos y productos alimenticios ha interesado a la comunidad científica desde hace varios años. El estudio de este fenómeno provocó la introducción de una nueva ciencia, reología, la cual estudia el flujo y deformación de la materia. Una de las ramas de ésta ciencia es la reología extensional, que en pocas palabras trata sobre fluidos en estiramiento. Desde 1906, con las investigaciones de Trouton, se introdujo el concepto de viscosidad extensional, que es la propiedad de los fluidos para resistir el movimiento cuando se someten a estiramiento. Existen varios métodos para generar flujos extensionales, como extensión simple o compresión simple, pero el mejor método para generarlos es el método de flujos de entrada, o flujos de contracción. Además en este método se simplifica la determinación de la viscosidad extensional, por que se reduce a la simple medición de caída de presión y razón de flujo en la contracción. El funcionamiento de este reómetro consiste en hacer circular un fluido a través de una contracción guiado por un perfil parabólico, para evitar la formación de vórtices. En el presente trabajo se presentan mediciones de caída de presión y razón de flujo en unas placas de orificio preliminares que se emplean como base para el desarrollo de un reómetro para medir la viscosidad extensional. Dichas pruebas se realizaron con soluciones acuosas de polietilen glicol, el cual es un fluido newtoniano que permite establecer las curvas de calibración del número de Euler en función del número de Reynolds. Así mismo, se presenta el diseño conceptual cuyo principio de operación se basa en el concepto de presión de entrada tomando en cuenta los resultados preliminares. Este nuevo reómetro permitirá caracterizar las propiedades de fluidos simples y complejos como polímeros fundidos.

Palabras clave:

Reología, reómetro, viscosidad extensional



Introducción

La industria química y de alimentos, desde los inicios del siglo XX, se ha interesado por el comportamiento de flujo irregular que presenta gran cantidad de polímeros fundidos y productos alimenticios. En 1920 el estudio de tales materiales provocó la introducción de una nueva palabra en la ciencia, "Reología". Esta palabra viene del griego "rheos" que significa fluir. Entonces, reología está definida, de forma muy general, como la ciencia que estudia la deformación y el flujo de la materia. La reología es diferente a la hidrodinámica porque a la primera le interesa, más particularmente, las características de flujos de fluidos no newtonianos. Muchos libros y artículos mencionan la importancia de tal ciencia [1, 2, 3, 4 5].

El comienzo del estudio de los flujos y deformaciones extensionales se remonta a 1906 con las investigaciones de Frederick Thomas Trouton [6]. Él usó una analogía con la mecánica de sólidos, con el módulo cortante y el módulo de Young, para la viscosidad. La viscosidad en corte es la definición fundamental y la viscosidad extensional, la cual llamó coeficiente de tracción viscosa, es la viscosidad en tensión o estiramiento.

Trouton desarrolló la teoría y llegó a la razón de 3 entre la viscosidad extensional y la viscosidad de corte, ahora llamada la razón de Trouton.

 $\eta_E = 3 \mu$

(1)

Donde η_E es la viscosidad extensional y μ la viscosidad de cizalla o de corte. La relación de Trouton sólo se aplica en fluidos newtonianos viscosos sometidos a bajas razones elongacionales. Para fluidos reológicamente complejos, tales como suspensiones y líquidos viscoelásticos, la relación de Trouton puede ser mucho más grande que 3 [2, 7, 8].

El segundo antecedente en flujo extensional se encuentra en el trabajo de Giulio Fano en 1908 [9]. Fano trabajó sobre la habilidad de formación de hilos de los líquidos. El nombre de Fano está asociado al experimento que él ideo, el flujo de Fano. Las ideas de separar el comportamiento viscoso y elástico de los materiales y luego conectarlos mediante un fenómeno físico, tal como, la formación de hilos, atomización y flujo inestable, son temas que se siguen estudiando en nuestros días [3, 4, 5]. En la Figura 1 se muestra la un experimento simple de extensión de un fluido.



Figura 1. Extensión uniaxial [10]

Flujos de entrada

Los flujos de entrada es una técnica muy citada en la literatura [1, 2, 11-20]. El fluido fluye desde un área transversal grande hacia una más pequeña (Figura 2). La reducción en la



sección transversal y la continuación del flujo hacen que el fluido disipe energía. Tal energía es expresada en función de la caída de presión. Las líneas de corriente convergentes indican la existencia de flujo extensional. La mayor ventaja de flujos de entrada es que es la forma más fácil de generar y medir flujos extensionales, el amplio rango de viscosidades que pueden medir, posibilidad de simularlos. Aunque la principal desventaja que presentan este método es el flujo complejo que se presenta en la contracción y la dificultad de tener un flujo estable. Los principales análisis para medir la viscosidad extensional a partir de la medición de la caída de presión son los de flujo de orificio de Metzner y Metzner en 1970 [15]; análisis de Cogswell en 1972 [21]; y análisis de Binding en 1988 [11].



Figura 2. a) Geometría de flujo de entrada. b) Visualización de flujo a través de orificio [20]

El análisis de flujo a través de un orificio presentado por Metzner y Metzner [15] evalúa la viscosidad extensional desde las mediciones de caída de presión por el orificio, asumiendo un flujo puramente extensional. Cogswell [21], al igual que Binding [11], consideró las componentes extensional y cortante en la contracción. Muchos investigadores han utilizado el análisis de Cogswell [21] y Binding [11] para el estudio de flujos extensionales, así como para la construcción de nuevos reómetros de orificio [7, 8, 14, 16].

Principio de operación

Para determinar la viscosidad extensional de fluidos se utilizará el análisis de Cogswell [21], el cual está basado en la suposición que en la región convergente. Los parámetros de flujo son obtenidos al minimizar los gradiantes locales de presión en la región convergente. Entonces, la razón de corte en el desarrollo de Cogswell corresponde a que los fluidos newtonianos responden a la ley de potencia. Cogswell deriva la siguiente expresión para los esfuerzos extensionales

$$\sigma_{E} = \frac{3}{8} (n+1) \eta_{ent} \dot{\gamma}_{app}$$

y la razón extensional

(2)



$$\varepsilon = \frac{4}{3(n+1)} \frac{\eta \dot{\gamma}_{app}}{\eta_{ent}}$$
(3)

donde η_{ent} es la viscosidad de entrada, y η es la viscosidad de corte definida como

$$\eta = \frac{\tau_{xyC}}{\dot{\gamma}_{app}} \tag{4}$$

 au_{xyC} es el esfuerzo cortante correcto y $\dot{\gamma}_{app}$ es la razón de corte aparente definida como

$$\dot{\gamma}_{app} = \frac{4Q}{\pi R^3} \tag{5}$$

Aquí, Q es la razón de flujo volumétrico a través del tubo, R el radio de la contracción, y n esta definido como

$$n = \frac{d\log(\eta)}{d\log(\dot{\gamma}_{app})} - 1 \tag{6}$$

La viscosidad extensional esta definida como la razón del esfuerzo extensional y la razón extensional

$$\eta_E = \frac{\sigma_E}{\varepsilon} \tag{7}$$

Pruebas en placa de orificio

Para el desarrollo de este nuevo reómetro de orificio se debe tener una referencia de los rangos de presión y razón de flujo en la contracción que se pudieran presentar. Para tal propósito se realizaron pruebas en placas de orificio en un banco de pruebas hidráulico, el cual consiste de un compresor, un tanque hidroneumático, tubería, placas de orificio, manómetros y un sensor de presión. El compresor suple de aire presurizado al tanque hidroneumático. El tanque contiene el fluido a investigar, en este caso una solución acuosa de polietinen glicol (PEG) al 25% en peso. Por efecto de la presión suministrada la solución fluye hacia la placa de orificio luego pasa por la contracción disipando energía y por consecuencia la presión cae hasta la atmosférica. El manómetro y el sensor de presión se encuentran justo en la entrada de la contracción. La razón de flujo que sale de la contracción es obtenida mediante le medición del volumen que sale durante cierto tiempo. Los datos obtenidos son presentados en la Figura 3, la cual presenta el número de Euler en función del número de Reynolds. Con tal gráfica se observa la calidad de las mediciones y del experimento según la recta de tendencia.





Figura 3. Gráficas de número de Euler en función del número de Reynolds para un fluido newtoniano (solución acuosa de PEG al 25%).

Diseño Conceptual

Con los resultados experimentales se tienen los parámetros de diseño, principalmente la razón de flujo.

El diseño propuesto para el nuevo reómetro se muestra en la Figura 4. El reómetro consiste en una placa con una contracción axisimétrica con perfil parabólico para evitar la formación de vórtices en las regiones laterales del orificio. En cada uno de los lados de la placa de orificio se localiza un sensor de presión, un sensor más se encuentra en el propio orificio. Con estos sensores podremos medir la caída de presión independientemente de la dirección del flujo. La placa de orificio se acopla a un cilindro de cada lado. Estos cilindros contienen un pistón, los cuales están conectados mediante una estructura que desliza sobre rodamientos lineales, logrando así la sincronización de su movimiento. El movimiento de la estructura es realizado por un tornillo de potencia. La tuerca del tornillo de potencia avanzará según el flujo requerido en las mediciones, es decir, la velocidad de avance de la tuerca por el área del pistón nos da el flujo suministrado.

(8)

$$Q = AV_{tuerca} = Ap_{tuerca}\omega$$

donde V_{tuerca} es la velocidad de la tuerca periférica y p_{tuerca} es el paso de rosca ACME.

SOMI SOMI Congreso de Instrumentación del 30 de septiembre al 4 de octubre de 2007



Figura 4. Nuevo reómetro de orificio con perfil parabólico

Cuando el tornillo gira la tuerca empieza a moverse linealmente, por tanto, la estructura también. El pistón obliga al fluido a fluir en dirección de la contracción a una razón de flujo constante. La presión en el lado izquierdo de la contracción se eleva, pero al momento que el fluido pasa por la contracción la presión cae. Entonces, mediante una tarjeta de adquisición de datos se obtiene el registro de las presiones de entrada y salida, la distancia y el tiempo de avance del piston. Con los datos colectados y el análisis de Cogswell se podrá determinar la viscosidad extencional del fluido de prueba durante un cierto tiempo.

Con los datos colectados en el experimento preliminar se obtienen los parámetros de diseño del reómetro. A continuación se da una breve explicación de cómo se obtienen dichos parámetros. Con ayuda de la ecuación de conservación se obtiene la caída presión aproximada y por tanto la presión a suministrar.

$$\frac{F}{A_1} = P_2 + \frac{\rho}{2} \left(V_2^2 - V_1^2 \right) \tag{9}$$

donde P_2 es la presión atmosférica, ρ es la densidad del fluido V_1 y V_2 son las velocidades del fluido en el tubo y en la contracción respectivamente, y A_1 es el área transversal del tubo. Para calcular el diámetro del tornillo a utilizar en el reómetro se necesita la siguiente ecuación.

$$F = \frac{14.03E^{\circ}(C \cdot d_T^4)}{L^2}$$
(10)

donde *C* es el factor del arreglo de los extremos, *L* es la longitud que recorre la tuerca sobre el tornillo y d_7 es el diámetro del tornillo. Enseguida se determinan los materiales de la tuerca. Finalmente se calcula la potencia del motor requerido para en movimiento uniforme del pistón del reómetro.

$$Potencia = \omega \left[\frac{Fd_r}{2} \left(\frac{L + \pi fd_r \sec \alpha}{\pi d_r - fL \sec \alpha} \right) \right]$$
(11)

108

donde ω es la velocidad angular del tornillo, *f* es el coeficiente de fricción entre la tuerca y el tornillo y α es el ángulo de la rosca ACME del tornillo.

Conclusiones

Hoy en día, la reometría extensional es un área de investigación muy activa, porque ha sido reconocido que los flujos extensionales exhiben muchas variaciones sensitivas en la estructura y son altamente relevantes en muchos procesos industriales o en alimentos. Sin embargo, tampoco hay evidencia experimental, ni numérica, de la formación de las regiones de vórtices a altas velocidades de deformación en el instrumento de medición de flujo de orificio reportado en la literatura [7, 8].

Se tiene la teoría, los conceptos básicos, la documentación y la experimentación previa para desarrollar el reómetro de orificio. Se confía que el nuevo reómetro funcione mejor que otros reómetros de su tipo. El perfil parabólico, para evitar la formación de vórtices, es el resultado de una simulación numérica de flujo en una placa de orificio [22].

Referencias

- Carreau, P. J.; De Kee, D. C. R.; Chhabra, R. P., "Rheology of Polymeric Systems"; Hanser/ Gardner Publications, Inc. Cincinnati, 1997
- 2 Macosko, C.W., "Rheology, Principle, Measurements, and Applications", VCH publishers, New York, NY; 1994.
- 3 Sato, T; "Rheology of Suspensions"; 73rd Annual Meeting and 60th Paint Industries' Show, Octubre 1995; Vol. 67; No. 847, 1995
- 4 Petrie, C; "Extensional Viscosity: A Critical Discussion"; J. Non-Newtonian Fluid Mechanics; 137; pp.15-23; 2006
- 5 Petrie, C; "One Hundred Years of Extensional Flow"; J. Non-Newtonian Fluid Mechanics; 137; pp.1-14; 2006
- 6 Trouton, F.T., "On the Coefficient of Viscous Traction and its Relation to that of Viscosity" Proc. R. Soc. 77, 426- 440; 1906.
- 7 Della Valle, D., P.A. Tanguy and P.J. Carreau, "Characterization of Extensional Properties Fluids Using an Orifice Flowmeter", J. Non-Newtonian Fluid Mech. 94, 1-13, 2000.
- 8 Ascanio, G., Carreau, P.J., Brito de La Fuente, E. and Tanguy, P.A., "Orifice Flowmeter for Measuring Extensional Rheological Properties", Can. J. Chem. Eng. 80, 1189-1196 (2002).
- 9 Fano, G.; "Contributo Allo Studio dei Corpi Filanti (Contribution to the Study of Thread-Forming Materials)", Archivio di Fisiologio 5, 365–370. 1908.
- 10 http://web.mit.edu/nnf/research/
- 11 Binding, D.M., "An Approximate Analysis for Contraction and Converging Flows", J. Non-Newtonian Fluid Mech. 27, 173-189. 1988.
- 12 Binding, D.M. and D.M. Jones, "On the Interpretation of Data from Converging Flow Rheometers", Rheol. Acta 28, 215-222. 1989.
- 13 Binding, D.M., "Further Considerations of Axisymmetric Contraction Flows", J. Non-Newtonian Fluid Mech. 41, 27-42. 1991.
- 14 Binding, D.M. and K. Walters, "On the Use of Flow through a Contraction in Estimating the Extensional Viscosity of Mobile Polymer Solutions", J. Non-Newtonian Fluid Mech. 30, 291-298. 1988.
- 15 Metzner, A.B. and A.P. Metzner, "Stress Levels in Rapid Extensional Flows of Polymeric Fluids", Rheol. Acta 9,174-181. 1970.
- 16 Tremblay, B., "Estimation of the Elongational Viscosity of Polyethylene Blends at High Deformation Rates", J. Non-Newt.Fluid Mech. 33, 137-164. 1989.
- 17 Boger, D.V. and R.J. Binnington, "Circular Entry Flows of Fluid M1", J. Non-Newtonian Fluid Mech. 35, 339-360. 1990.
- 18 Mongruel, A.; Cloitre, M. "Axisymmetric Orifice Flow for Measure the Elongational Viscosity of Semi-rigid Polymer Solutions", J. Non Newtonian Fluid Mechanics, 110, pp. 27-43, 2003
- 19 Nigen, S., K. Walters; "Viscoelastiv Contraction Flows: Comparison of Axisymmetric and Planar Configurations" J. Non Newtonian Fluid Mechanics. 102, pp. 343-359; 2002
- 20 Zirnsak, M.A.; Boger, D.V.; "Axisymmetric Entry Flow of Semi-dilute Xanthan Gum Solutions: Prediction and Experiment"; J. Non-Newtonian Fluid Mech. 79, 105-136, 1998.
- 21 Cogswell, F.N., "Converging Flow of Polymer Melts in Extrusion Dies", Polym. Eng. Sci. 12, 64-73; 1972.

(110 **)**—

Anexo 3. Flujo extensional a través de contracciones de perfil

parabólico.











Introducción

Trouton expuso cuatro experimentos, principalmente con brea, alquitrán y cera para zapatos: Experimentos de estiramiento de un cilindro uniforme, compresión axial de cilindros, flujo de una corriente descendente bajo su propio peso y pandeo de una viga horizontal de fluido. Trouton desarrolló la teoría e impuso la razón de 3 entre la viscosidad extensional y la viscosidad de corte, ahora llamada la razón de Trouton.

 $\eta_E = 3\eta$

(1)

Donde η_E es la viscosidad extensional y η la viscosidad de cizalla. La relación de Trouton sólo se aplica en fluidos newtonianos a muy bajas tasas de deformación. Para fluidos reológicamente complejos, tales como polímeros fundidos y líquidos viscoelásticos, la relación de Trouton puede ser mucho más grande que 3 [1-3]. En el presente trabajo se presentan los resultados que demuestran lo anterior.

La reometría extensional es un área de investigación relativamente nueva, porque ha sido reconocido que los flujos extensionales exhiben muchas variaciones sensitivas en la estructura y son altamente relevantes en muchos procesos industriales o en alimentos, como muestra la Figura 1. Algunos de los procesos que exhiben deformaciones extensionales son, hilado de fibras sintéticas, termoformados, moldeo por soplado, fabricación de películas delgadas y producción de espumas, entre muchas otras.



Figura 1. Extensión en vegetales (MIT, a. s.)

Los flujos en regiones convergentes o divergentes en procesos de fundición, extrusión o moldeado pueden tener grandes componentes extensionales. La importancia de la medición extensional es bien conocida, pero hay poca información disponible por la dificultad de generar flujos puramente extensionales, especialmente para fluidos de baja viscosidad.

Métodos y materiales

Los materiales utilizados en esta investigación son en general fluidos newtonianos. Las soluciones acuosas de Poli etilenglicol son al 25, 50 y 75 por ciento en peso. Los otros dos fluidos newtonianos son aceite multigrado y glicerina. Las propiedades que interés de estas soluciones son las siguientes:









Tabla 1. Propiedades de fluidos newtonianos.

Fluido	Densidad	Viscosidad
	Kg/m³	Pa s
Solución acuosa de poli etilenglicol al 25%	900	0.222
Solución acuosa de poli etilenglicol al 50%	950	1.0732
Solución acuosa de poli etilenglicol al 75%	990	3.7802
Glicerina	1250	1.41
Aceite multigrado 25W-50	825	0.4676

Los fluidos fueron caracterizados reológicamente con la ayuda de un reómetor de corte de esfuerzo controlado.

En la fabricación de los productos derivados del petróleo exhiben flujos extensionales durante sus procesos. La razón principal para el estudio de la reología extensional de este tipo de fluidos es la amplia aplicación para la optimización de sus procesos de fabricación.



Figura 2. Reograma de Fluidos newtoniano.

El reómetro de corte de esfuerzo controlado es un reómetro de la marca TA Instruments modelo AR2000 de esfuerzo controlado. La geometría utilizada para esta aplicación fue la de cono y plato, el cono tiene un diámetro de 40mm y un ángulo de 2 grados. Todos los fluidos fueron medidos con esta geometría.

Para la medición de viscosidad extensional se utilizó un reómetro de novedoso diseño desarrollado en el Centro de Ciencias Aplicadas y Desarrollo Tecnológico de la UNAM. Este nuevo reómetro utiliza en el método de flujos de entrada para generar flujos extensionales aplicados a los fluidos. El diseño propuesto para el nuevo reómetro se muestra en la Figura 3. El reómetro consiste en una contracción simétrica con perfil parabólico, desde el punto de vista de un corte axial, para minimizar la formación de SUM XIV







vórtices en las regiones laterales de la contracción. La contracción tiene un diámetro de canal de 38.1 mm. Y una longitud de 129 mm de longitud total y una razón de contracción de 8:1:8. El elemento de la contracción se acopla a un cilindro por cada lado, por medio de bridas. Tales cilindros tienen una capacidad de volumen de 0.34 litros con las siguientes dimensiones: 38.1 mm de diámetro interior y 300 mm de longitud.



Figura 3. Reómetro con perfil parabólico en 3D

Un sensor de presión es localizado en el centro de la contracción. Dos sensores más son localizados a la entrada de contracción, donde empieza el perfil parabólico. Los sensores sirven para capturar la caída de presión cual el flujo fluye a través de la contracción. Por último, un *encoder* está acoplado a la flecha secundaria del motor con el fin de contar la velocidad rotacional del motor. Con la velocidad real del motor y el paso del tornillo de potencia se puede saber la velocidad lineal de los pistones y por tanto el flujo volumétrico que pasa por la contracción.

Conforme al análisis de Binding [4], con la simple medición de la caída de presión y el flujo volumétrico que pasa a través de una contracción es posible obtener la viscosidad extensional si se sabe las propiedades reológicas de corte del fluido. Las Propiedades reológicas que se deben saber son los índices de adelgazamiento y el coeficiente de viscosidad.

$\eta(y) = k y^{n-1}$

(5)

Donde k es el coeficiente de viscosidad de corte y n es el exponente de comportamiento reológico de corte, γ es la velocidad de deformación en corte. La viscosidad de extensión se obtiene desde la ecuación de la ley de potencia

 $\eta_E(\varepsilon) = l \varepsilon^{t-1}$

Donde k es el coeficiente de viscosidad extensional, t es el exponente de comportamiento reológico de extensión, \mathcal{E} es la velocidad de deformación en extensión. La caída de presión es dada por

SEMI

CCADET

$$P_{0} = \frac{2k(t+1)^{2}}{3t^{2}(n+1)^{2}} \left[\frac{l \cdot t(3n+1)n^{t}Int}{k} \right]^{\frac{1}{1+t}} \left[1 - \alpha^{\frac{3t(n+1)}{t+1}} \right] \dot{\gamma}^{\frac{t(n+1)}{t+1}} + \frac{3\rho Qn(3n+1)(1-\alpha^{4})}{2(2n+1)(5n+3)nR_{0}} \dot{\gamma}^{\frac{1}{2}} \right]$$

12 7100

Donde α es el inverso de la razón de deformación, Q es el flujo volumétrico que pasa por la contracción, ρ es la densidad del fluido. RO es el radio de la contracción y por último Int es:

$$Int = \int_{0}^{1} \left\{ abs\left(2 - \frac{3n+1}{n}\zeta^{1+\frac{1}{n}}\right) \right\}^{1+r} \zeta d\zeta$$

congreso de Instrumentación

La velocidad de deformación máxima sucede en la contracción y se puede obtener desde la el componente en la dirección principal del flujo del tensor de deformación del flujo y se representa de la siguiente manera:

$$\left\|\varepsilon\right\|_{\max} = (n+1) \left(\frac{k}{lt(3n+1)n^t Int}\right)^{\frac{1}{t+1}} (\gamma)^{\frac{t-n}{t+1}}$$

Resultados y discusión

Los resultados presentados en la figura 4 son los correspondientes a los fluidos newtonianos. Se puede observar que su comportamiento de viscosidad extensional es muy similar al comportamiento de viscosidad de corte, es decir, que el índice de comportamiento reológico es cercano, en otras palabras t≈n. La Figura 5 muestra la variación de las razones de Trouton conforme se aumenta la velocidad de corte. Como se demuestra en estas Figuras los experimentos son muy cercanos a la teoría. Las variaciones se pueden atribuir a la sensibilidad del reómetro de orificio. En lo que respecta a las altas razones Trouton de la glicerina y el aceite multigrado, altas respecto a lo que dice Trouton, se puede explicar a que ambos fluidos son derivados de petróleo. Como bien se sabe el petróleo es un fluido de reología compleja, por ello no es de extrañarse que fluidos derivados de éste, a pesar de ser newtonianos, tengan razones de Trouton mucho mayores a 3.











Referencias

- Della Valle, D., P.A. Tanguy and P.J. Carreau, "Characterization of Extensional Properties Fluids Using an Orifice Flowmeter", J. Non-Newtonian Fluid Mech. 94, 1-13, 2000.
- [2] Macosko, C.W., "Rheology, Principle, Measurements, and Applications", VCH publishers, New York, NY; 1994.
- [3] Ascanio, G., Carreau, P.J., Brito de La Fuente, E. and Tanguy, P.A., "Orifice Flowmeter for Measuring Extensional Rheological Properties", Can. J. Chem. Eng. 80, 1189-1196 (2002).
- [4] Binding, D.M., "An Approximate Analysis for Contraction and Converging Flows", J. Non-Newtonian Fluid Mech. 27, 173-189. 1988.



{ 118 **}**

Referencias

- 1 Aboubacar, M.; Matallah, H; Tamaddon-Jahromi, H. R.; Webster, M. F. (2002) "Numerical Prediction of Extensional Flows in Contraction Geometries: Hybrid Finite Volume/Element Method", *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **104**, pp.125-164.
- 2 Agarwal, S.; Gupta, R.K. (2002), "An Innovative Extensional Viscometer for Low-Viscosity and Low-Elasticity Liquids", *Rheologica Acta*, **41**, pp.456-470.
- 3 Arzate, A.; Ascanio, G., Carreau, P. J. and Tanguy, P. A. (2004) "Extensional Viscosity of Coating Colors and its Relation with Jet Coating Performance", *Appl. Rheol.*, **14** (5), pp.240-250.
- 4 Ascanio, G., Carreau, P.J., Brito de La Fuente, E. and Tanguy, P.A. (2002), "Orifice Flowmeter for Measuring Extensional Rheological Properties", *Can. J. Chem. Eng.*, 80, pp.1189-1196.
- 5 Ascanio, G. (2003) "Misting in the Transfer NIP of a Film Coater" PhD Thesis, Université de Montréal, Cánada.
- 6 Baek Seong, G. (2009), "MicroRheometer for Measuring Flow Viscosity and Elasticity for Micron Sample Volumes" Patente WO2009061943 (A2), US2008134765 (A1), EUA.
- 7 Binding, D. M.; Phillips, P. M.; Phillips, T. N. (2006) "Contraction/Expansion Flows: The Pressure Drop and Related Issues"; *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*; **137**, pp.31-38.
- 8 Binding, D.M. (1988), "An Approximate Analysis for Contraction and Converging Flows", *J. Non-Newtonian Fluid Mech*, **27**, pp.173-189.
- 9 Binding, D.M. (1991), "Further Considerations of Axisymmetric Contraction Flows", J. Non-Newtonian Fluid Mech., **41**, pp.27-42.
- 10 Binding, D.M. and Jones, D. M. (1989), "On the Interpretation of Data from Converging Flow Rheometers", *Rheol. Acta*, **28**, pp.215-222.
- 11 Binding, D.M. and Walters, K. (1988), "On the Use of Flow through a Contraction in Estimating the Extensional Viscosity of Mobile Polymer Solutions", *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **30**, pp.291-298.
- 12 Boger, D.V. and Binnington, R.J. (1990), "Circular Entry Flows of Fluid M1", J. Non-Newtonian Fluid Mech., **35**, pp.339-360.
- 13 Bulters, M.J.H. and Meijer, H.E.H. (1991), "Analogy between the Modelling of Pullout in Solution Spinning and the Prediction of the Vortex Size in Contraction Flows", *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **38** (1), pp.43-80.
- 14 Carreau, P. J.; De Kee, D. C. R.; Chhabra, R. P. (1997), *Rheology of Polymeric Systems*, Hanser/ Gardner Publications, Inc. Cincinnati, USA.

- 15 Cathey, C. A.and Fuller, G. G. (1988), "Uniaxial and Biaxial Extensional Viscosity Measurements of Dilute and Semi-dilute Solutions of Rigid Rod Polymers", *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **30** (2-3), pp.303-316.
- 16 Chakraborty, A. K. and Metzner, A. B. (1986), "Sink Flows of Viscoelastic Fluids" J. Rheology, 30 (1), pp.29-41.
- 17 Chatraei, Sh.; Macosko, C. W.; Winter, H. H. (1981), "Lubricated Squeezing Flow: A New Biaxial Extensional Rheometer", J. Rheol., **25** (4), pp.433-443.
- 18 Cogswell, F. N. (1972) "Measuring the Extensional Rheology of Polymer Melts" *Transactions of the Society of Rheology*, **16** (3), pp. 383-403.
- 19 Cogswell, F.N. (1968), "The Rheology of Polymer Melts under Tension", *Plast. Polym.*, **36**, pp.109-111.
- 20 Cogswell, F.N. (1972), "Converging Flow of Polymer Melts in Extrusion Dies", *Polym. Eng. Sci.*, **12**, pp.64-73.
- 21 Cohu, O. and Magnin, A. (1995), "Rheometry of Paints with Regard to Roll Coating Process", *J. Rheol.* **39**, pp.767-785.
- 22 Collier, J. (1994) "Lubricated Flow Elongational Rheometer" Patente US5357784 (A), USH93H (H), EUA.
- 23 Dealy, J. M. (1984), "Official Nomenclature for Material Functions Describing the Response of a Viscoelastic Fluid to Various Shearing and Extensional Deformations", *J. Rheol.*, **28**, pp.181–195.
- 24 Dealy, J. M. (1994), "Official Nomenclature for Material Functions Describing the Response of a Viscoelastic Fluid to Various Shearing and Extensional Deformations". Reprinted version with additions and corrections, J. Rheol., 38, pp.179–191.
- 25 Dealy, J.; Rhi-Sausi, J. (1976), "Extensiometer for Molten Plastics", *Polym. Eng. Sci.*, **16** (12), pp.799-802.
- 26 Della Valle, D.; Tanguy, P.A. and Carreau, P.J. (2000), "Characterization of Extensional Properties Fluids Using an Orifice Flowmeter", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 94, pp.1-13.
- 27 Everage Jr., A.E. and Ballman, R.L. (1978), "The Extensional Flow Capillary as a New Method for Extensional Viscosity Measurement", *Nature*, **273**, pp.213-215.
- 28 Fano, G. (1908), "Contributo Allo Studio dei Corpi Filanti (Contribution to the Study of Thread-Forming Materials)", *Archivio di Fisiologio*, **5**, pp.365–370.
- 29 Fuller, G.G.; Cathey, C.A.; Hubbard, B. and Zebrowski, B.E. (1987), "Extensional Measurements for Low-viscosity Fluids", *J. Rheol.*, **31**, pp.235-249.
- 30 Garritano, R.; Berting, J. (2006), "Rotational Rheometer for Measuring Extensional Properties of Sample, e.g. Polymer Melt or Elastomer, Comprises Motor Drive Shaft Attached to Armature, Fixed Cylinder, and Movable Cylinder Mounted on Armature" Patente FR2874089 (A1), FR2874089 (B1). Francia.

- 31 Gupta, M. (2001), "Effect of Elongational Viscosity on Die Design for Plastic Extrusion", J. of Reinforced Plastics and Composities, **20** (17), pp.1646-1472.
- 32 http://web.mit.edu/nnf/research/, (2006). "Fotos y videos sobre fluidos nonewtonianos" Massachussets Institute Technology, USA.
- 33 James, D. F. (1995) "Rheometer for Determing Extensional Elasticity" Patente US5456105 (A), AU74420694 (A), Cánada.
- 34 James, D. F. and Chandler, G. M. and Armour, S. J. (1990), "A Converging Channel Rheometer for the Measurement os Extessional Viscosity" J. Non-Newtonian Fluid Mech., 35 (2-3), pp. 421-443.
- 35 Jones, D. M.; Walters, K.; Williams, P. R. (1987), "On the Extensional Viscosity of Mobile Polymer Solutions", *Rheol. Acta*, 26, pp. 20-30.
- 36 Khan, R.; Kuru, E.; Tremblay, B. and Saasen, A. (2007) "Extensional Viscosity of Polymer Based Fluids as a Possible Cause of Internal Cake Formation" *Energy Source, Part A*, 29, pp. 1521-1528.
- 37 Kim, J. H.; Ahn, K. H.; Lee, S. J. (2008), "Mixed-Flow Rheometer" Patente WO2008091120 (A1), KR20080070266 (A), Corea.
- 38 Laun, H.M. and Schuch, H. (1989), "Transient elongational viscosities and drawability of polymer melts", *J. Rheol.*, **33** (1), pp.119-175.
- 39 Lubasnky, A.S.; Boger, D.V.; Servais, C.; Burbidge, A. S. and Cooper-White, J. J. (2007), "An Approximate solution to flow through a contraction for high Trouton ratio fluids", *J. Non-Newtonian Fluid Mech*, **144**, pp.87-97.
- 40 Mackley, M.R.; Marshall, T.J.; Smeulders, J.B.A.F.; and Zhao, F.D. (1994) "The Rheological Characterization fo polymeric and Colloidal Fluids" *Chem. Eng. Sci.*, **49** (16), pp.2551-2565.
- 41 Macosko, C.W. (1994), *Rheology, Principle, Measurements, and Applications*, VCH publishers, New York, NY.
- 42 Meissner, J. (1969), "A Rheometer for Investigation of Deformation-mechanical Properties of Plastic Melts under Defined Extensional Straining", *Rheol. Acta*, **8**, pp.78–88.
- 43 Meissner, J. (1985), "Rheometry of Polymer Melts", Ann. Rev. Fluid Mech., 17, pp.45–64.
- 44 Metzner, A.B. and Metzner, A.P. (1970), "Stress Levels in Rapid Extensional Flows of Polymeric Fluids", *Rheol. Acta*, **9**, pp.174-181.
- 45 Metzner, A.B. and Otto, R.E. (1957), "Agitation of Non-Newtonian Fluids", *AIChE J.*, **3**, pp.3-10.
- 46 Mongruel, A.; Cloitre, M. (2003), "Axisymmetric Orifice Flow for Measure the Elongational Viscosity of Semi-rigid Polymer Solutions", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 110, pp.27-43.
- 47 Munstedt, H. (1979), "New Universal Extensional Rheometer for polymer melts. measurements on a polystyrene sample", *J. Rheol.*, **23** (4), pp.421-436.
- 48 Muñoz, E. (s. a.) "Modelado matemático de flujo a ttravés de contracciones abruptas" Tesis Doctoral, Universidad Nacional Autónoma de México, México.
- 49 Neves Oliveira, M. S.; Alves, M. A; Pinho, F. T. and McKinley, G. H. (2007), "Vicous Flow Through microfabricated Hyperbolic Contraction", *Exp. Fluids*, **43**, pp. 437-451.
- 50 Ng, S.L.; Mun, R.P.; Boger, D.V. and James, D.F. (1996), "Extensional Viscosity Measurements of Dilute Solutions of Various Polymers", *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **65**, pp.291-298.
- 51 Nigen, S. and Walters, K. (2002), "Viscoelastiv Contraction Flows: Comparison of Axisymmetric and Planar Configurations", *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **102**, pp.343-359.
- 52 O'Brien, V. T. and MacKay M. E. (2002), "Shear and elongation flow properties of kaolin suspensions"; *J. Rheology*, **47** (3), pp 557-572.
- 53 Parnaby, J.; Humphries, C. A. M. (1986) "Rheometer" Patente US4624132 (A), GB2158252 (A), Gran Bretaña.
- 54 Petrie, C. (2006), "Extensional Viscosity: A Critical Discussion", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 137, pp.15-23.
- 55 Petrie, C. (2006), "One Hundred Years of Extensional Flow", J. Non-Newtonian Fluid Mech., 137, pp.1-14.
- 56 Petrie, C. J. S. (1997) "Three-Dimensional Presentation of Extensional Flow Data", *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **70**, pp. 205-218.
- 57 Raphaelides, S.N. and Gioldasi, A. (2005), "Elongational flow studies of set yogurt", *J. of Food Engineering*, **70**, pp. 538-545.
- 58 Reinheimer, P.; Nijman, J.; Marquardt, W. (2005) "Rheometer" Patente US2005132783 (A1), DE10350554 (A1), Alemania.
- 59 Rodd, L.E.; Cooper-White, J. J.; Boger, D. V.; McKinley, G. H. (2007) "Role of the elasticity number in the entry flow of dilute polymer solution in micro-fabricated contraction geometries", *J. Non-Newtonian Fluid Mech*, **143**, pp. 170-191.
- 60 Rothstein, J. P. and McKinley, G. H. (1999), "Extensional Flow of a Polystyrene Boger Fluid through a 4:1:4 Axisymmetric Contraction/Expansion", J. Non-Newtonian Fluid Mech., **86**, pp.61-88.
- 61 Sato, T. (1995), "Rheology of Suspensions", 73rd Annual Meeting and 60th Paint Industries' Show, Octubre 1995, 67, 847.
- 62 Sentmanat, M. L. (2000) "Dual Windup Extensional Rheometer" Patente WO0028321 (A1), JP2002529736 (T), EP1129349 (A1), EP1129349 (B1), DE69812441 (T2), AU1315799 (A), EUA.

- 63 Sentmanat, M. L. (2001) "Dual Windup Extensional Rheometer" Patente US2001049972 (A1), US6578413 (B2), EUA.
- 64 Sentmanat, M. L. (2004) "Dual Windup Drum Extensional Rheometer" Patente US2004020287 (A1), US6691569 (B1), EUA.
- 65 Sridhar, T. and Gupta, R.K. (1988), "Fluid Detachment and Slip in Extensional Flows", *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, **30** (2-3), pp.285-302.
- 66 Tremblay, B. (1989), "Estimation of the Elongational Viscosity of Polyethylene Blends at High Deformation Rates", *J. Non-Newt.Fluid Mech.*, **33**, pp.137-164.
- 67 Trouton, F.T. (1906), "On the Coefficient of Viscous Traction and its Relation to that of Viscosity", *Proc. R. Soc.*, **77**, pp.426-440.
- 68 Valencia, C.; Sánchez, M.C.; Ciruelos, A. and Gallegos, C. (2004) "Influence of Tomato Paste Processing on the Linear Viscoelasticity of Tomato Ketchup"; *Food Sci Tech Int*; **10** (2); pp:95–100.
- 69 Vinogradov, G. V.; Radushkevich, B.V.; Fikhman, V.D. (1970), "Extension of Elastic Liquids: Polyisobutylene", *J. Polym. Sci. A*, **2** (8), pp.1–17.
- 70 Weissenberg, K. (1955), "Recent Advances in the Goniometry of Flow", *Bull. Br. Soc. Rheol.*, **43** (6).
- 71 Winter, H.H.; Macosko, C.W. and Bennett, K.E. (1979), "Orthogonal Stagnation Flow, a Framework for Steady Extensional Flow Experiments", *Rheol. Acta*, **18**, pp.323-334.
- 72 Zatloukal, M.; Vlcek, J.; Tzoganakis, C.; Sáha, P. (2002) "Improvement in Techniques for the Determination of Extensional Rheological Data from Entrance Flows: Computational and Experimental Analysis"; *J. Non-Newtonian Fluid Mech.*, 107, pp.13-37.
- 73 Zirnsak, M.A.; Boger, D.V. (1998), "Axisymmetric Entry Flow of Semi-dilute Xanthan Gum Solutions: Prediction and Experiment"; J. Non-Newtonian Fluid Mech., **79**, pp.105-136.