

CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS, S.C. POSGRADO

UN NUEVO METODO DE CALIBRACIÓN PARA LA CÁMARA DE MEZCLADO DEL REOMETRO DE PAR DE TORSIÓN

Tesis que como requisito para obtener el grado de Maestro en Ciencia de Materiales presenta:

Ing. Marco Leopoldo García Guaderrama

Director de Tesis: Dr. Alfredo Márquez Lucero

Chihuahua, Chih., a 29 de enero de 2001.

UN NUEVO METODO DE CALIBRACIÓN PARA LA CÁMARA DE MEZCLADO DEL REOMETRO DE PAR DE TORSIÓN

Agradecimientos

A mi familia: mi madre Luz María, mi padre Leopoldo, y mis hermanos Daniel, Patricia y Claudia.

A mi director de tesis: Dr. Alfredo Márquez

ii

ÍNDICE

		Pág.
	RESUMEN	1
0 4 DÍTU	ABSTRACT	1
CAPÍTULO I	INTRODUCCIÓN	2
	1.1. ANTECEDENTES	2
	1.2. MARCO TEÓRICO	2
	1.2.1. MODELOS REOLÓGICOS	5
	1.2.2. MEDICIÓN DE PARÁMETROS DE FLUJO EN FORMA EXPERIMENTAL	6
	1.3. LA CÁMARA DE MEZCLADO DEL REÓMETRO DE	7
	PAR DE TORSIÓN	
	1.3.1. RELACIÓN ENTRE EL PAR DE TORSIÓN Y LA	10
	VELOCIDAD DE LOS ÁLABES	
CAPÍTULO II	HIPÓTESIS Y OBJETIVOS	12
CAPÍTULO III	METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	13
CAPÍTULO IV	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	14
	4.1. VERIFICACIÓN EXPERIMENTAL DE LA RELACIÓN M=C⋅Sª	14
	4.2. MODELOS DE CALIBRACIÓN PARA LA CÁMARA DE	15
	MEZCLADO	
	4.2.1. MODELO DE J. E. GOODRICH Y R. S. PORTER (1967)	15
	4.2.1.1.APLICACIÓN DEL MODELO A MATERIALES PSEUDOPLÁSTICOS	18
	4.2.1.2. OBSERVACIONES AL MODELO DE GOODRICH	19
	4.2.2. MODELO DE L. L. BLYLER Y J. H. DAANE (1969)	20
	4.2.2.1. OBSERVACIONES AL MODELO DE BLYLER Y	23
	DAANE	0.5
	4.2.3. MODELO DE G. C. N. LEE Y J. R. PURDON (1969)	25
	4.2.3.1. OBSERVACIONES AL MODELO DE LEE	28
	4.2.4. MODELO DE A. MÁRQUEZ, J. QUIJANO Y M. GAULIN (1992)	28
	4.2.4.1. OBSERVACIONES AL MODELO DE MÁRQUEZ	30
	4.3. EL DESARROLLO DE UN NUEVO MODELO	31
	4.3.1. LA FUNCIÓN DE DISTRIBUCIÓN EN RELACIÓN CON	31
	LA GEOMETRÍA DE LOS ÁLABES	
	4.3.2. FORMULACIÓN MATEMÁTICA DEL MODELO	32
	4.3.3. LOS DATOS EXPERIMENTALES ADAPTADOS AL MODELO PROPUESTO	36
	4.3.4. UNA PRIMERA APROXIMACIÓN A LA FORMA DE	36
	g(S,n)	
	4.3.5. RELACIONES ENTRE $f(n)$, $a(n)$ Y n PARA DIVERSOS	36
	ESTUDIOS EFECTUADOS EN UNA CÁMARA DE MEZCLADO	
	4.3.6. COMPARACIÓN ENTRE LOS MODELOS DE	42
	CALIBRACIÓN DE LA CÁMARA DE MEZCLADO	72
CAPÍTULO V	CONCLUSIONES	49
	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	50

RESUMEN

En esta investigación se presenta un modelo matemático que describe el comportamiento reológico de la cámara de mezclado del Plasticorder Brabender o reómetro de par de torsión, instrumento que es utilizado tradicionalmente para la comparación de las propiedades reológicas de materiales termoplásticos o elastómeros, ya sea con fibras o sin ellas. Debido a la geometría de los álabes mezcladores, el movimiento del material dentro de la cámara es complejo, por lo que no existe una relación directa entre la velocidad de los álabes y los parámetros reológicos. En esta investigación se describen y analizan diversos modelos reportados en la literatura que tratan de relacionar estas variables. En el modelo que se desarrolla aquí, se utilizan los fundamentos teóricos de los modelos anteriores para lograr una comprensión más fundamental de la reología que rige la cámara de mezclado. Los resultados indican que el modelo aquí desarrollado expresa con mayor exactitud la relación entre parámetros reológicos y lecturas del instrumento.

ABSTRACT

This work deals with a mathematical model used to describe the rheological behavior in the mixing chamber of the Plasticorder Brabender or torque rheometer, an instrument that is traditionally used for comparison of rheological properties of thermoplastics or elastomers loaded either with or without fibers. Due blade mixers geometry, movement of material inside the chamber is complex. So, there is no direct relationship between the speed of the blades and rheological parameters. This research describes and analyzes some models reported in the literature and its attempt to relate these variables. In the present model, we use the theoretical conjectures of previous models in order to achieve a fundamental understanding of the rheology governing into the mixing chamber. The results indicate that the developed model expresses with accuracy the relation between the rheological parameters and instrument readings.

CAPÍTULO I. INTRODUCCIÓN

1.1. ANTECEDENTES

El comportamiento reológico de los polímeros en estado fundido puede ser entendido sobre la base de ciertas ecuaciones o modelos constitutivos. En estas ecuaciones se incorporan el esfuerzo, la deformación y el tiempo en una relación que puede ser teórica, empírica o una combinación de ambas. La comprensión del comportamiento del fluido cuando es obligado a moverse por medio de un esfuerzo cortante, es básico en el diseño y optimización de equipos o procesos de la industria de los polímeros. En procesos tales como la extrusión o la inyección de plásticos, la viscosidad del material fundido es extremadamente sensible a cambios en la temperatura o al esfuerzo al que se somete. La relación de esta viscosidad, llamada viscosidad de corte, con el esfuerzo cortante es requerida para especificar parámetros geométricos en el equipo y las características procesamiento (Bergen y Scott, 1951; y Kiparissides y Vlachopoulus, 1978).

Los parámetros que relacionan las variables antes mencionadas deben ser medidos experimentalmente. Existe una gran variedad de instrumentos que permiten estas mediciones (Macosko, 1994; Schramm, 1994; y Karam, 1963) y cada uno está adaptado a diversas condiciones que se encuentran en el procesado industrial. Algunos instrumentos, sin ser exactamente viscosímetros tradicionales (la cámara de mezclado del reómetro de par de torsión, por ejemplo) presentan ventajas sobre estos, por lo que la existencia de un modelo que permita a estos dispositivos convertir las mediciones de salida en unidades reológicas fundamentales, ampliaría su uso tanto en la industria como en la investigación científica. En especial es importante señalar, que la cámara de mezclado del reómetro de par de torsión, parece ser el único instrumento capaz de llevar a cabo una medición en los polímetros altamente cargados manteniendo la muestra homogénea. En efecto, mientras que en los otros reómetros rotacionales las cargas tienen tendencia a segregar debido a la fuerza centrífuga, en los reómetros capilares las cargas se aglomeran y forman tapones que impiden la medición. Es por lo anterior, que es muy interesante tener la posibilidad de obtener los parámetros reológicos de mezclas a partir de este versátil aparato.

1.2. MARCO TEÓRICO

La reología es la ciencia que estudia la deformación y el flujo de las substancias. Su campo de aplicación se extiende a cualquier tipo de fluido, aunque la gran mayoría de las publicaciones científicas está relacionada con los polímeros y suspensiones de sólidos en fluidos newtonianos o no newtonianos. En este tipo de materiales, la ley de Newton de la viscosidad no es un modelo al cual se puedan ajustar los resultados experimentales.

La ley de Newton de la viscosidad expresa que para un fluido obligado a moverse por un esfuerzo cortante τ , este y la velocidad de deformación $\dot{\gamma}$ están relacionados según la siguiente ecuación constitutiva

$$\tau = \dot{\eta \gamma} \label{eq:tau}$$
 (1.1)

siendo η la viscosidad del material, la cual, según la hipótesis en que se basa el modelo, es constante para un material a presión y temperatura dadas.

De acuerdo a la Ec. (1.1) una gráfica de $\dot{\gamma}$ contra τ resulta en una línea recta de pendiente η . Sin embargo, resultados experimentales demuestran que la relación entre $\dot{\gamma}$ y τ no es lineal para el flujo de polímeros fundidos y para cierto tipo de suspensiones (Macosko, 1994).

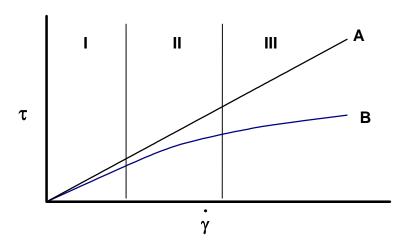


Fig. 1.1. Comportamiento de los fluidos newtonianos (A) y pseudoplásticos (B).

Como puede verse en la Fig. 1.1., en los materiales denominados pseudoplásticos, la viscosidad η no es constante en todo el rango de valores de $\dot{\gamma}$, sino que se observan tres regiones bien definidas. Las regiones I y III (baja y alta velocidad de deformación) representan rangos de $\dot{\gamma}$ donde el fluido se comporta según el modelo newtoniano, con viscosidad constante, mientras que en la región II el material manifiesta una viscosidad descendente.

Este comportamiento que presentan los polímeros puede entenderse sobre la base de su estructura molecular. Cuando un polímero fundido se encuentra en reposo, sus largas moléculas están en desorden sin ningún tipo de alineación, ya que no existe fuerza alguna que contrarreste el efecto entrópico desorganizador. Conforme se aplica un esfuerzo cortante sobre el polímero, obligándolo a moverse, las moléculas tienden a alinearse. Si este esfuerzo no sobrepasa cierto valor $\tau_{\text{mín}}$, el efecto entrópico seguirá predominando sobre el efecto alineador del esfuerzo, y el fluido se comportará de acuerdo a la ley de Newton, con una viscosidad constante η_0 . Por encima de este $\tau_{\text{mín}}$, las moléculas tienden a alinearse a pesar de su tendencia al desorden y se mueven con mayor facilidad dando por resultado una disminución en la viscosidad del material. Al alcanzar cierto grado de alineación, el incremento del esfuerzo sobre el fluido ya no tiene el mismo efecto, alcanzándose una segunda región newtoniana con viscosidad constante η_{∞} .

Los datos que se obtienen del comportamiento de flujo de un polímero fundido pueden ser graficados en forma diferente a como se presentan en la Fig. 1. 1. En una forma general, la relación que se obtiene entre log $\dot{\gamma}$ y log τ , y entre log $\dot{\gamma}$ y log η es similar a la que se observa en las Figs. 1.2 y 1.3 (Schramm, 1994). La Fig.

1.2 nos muestra que a bajas velocidades de deformación la relación entre $\log \gamma$ y $\log \tau$ es no lineal. Conforme aumenta la velocidad de deformación la relación se vuelve lineal con pendiente positiva. En la Fig. 1.3 puede observar que a bajas velocidades de deformación la viscosidad se mantiene constante para descender luego en forma lineal a velocidades de corte medias y alcanzar luego una pendiente estable de valor cero a altas velocidades de corte.

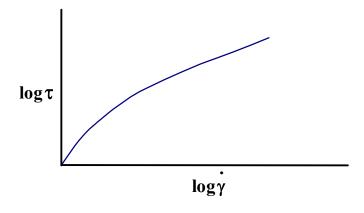


Fig. 1.2. Relación entre logaritmos de τ y γ

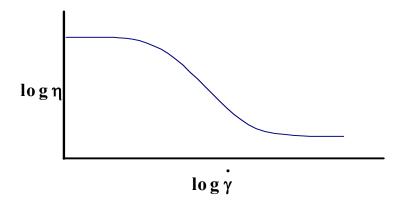


Fig. 1.3. Relación entre logaritmos de η y γ

Los parámetros característicos de esta relación entre $\dot{\gamma}$ y τ , tales como pendiente, ordenada al origen o el punto donde la relación se vuelve lineal (en el caso de log $\dot{\gamma}$ vs. log τ) o lineal descendente (para log $\dot{\gamma}$ vs. log η) dependen tanto del tipo de fluido, la temperatura y la presión y en el caso de las suspensiones también de la geometría de las partículas y del nivel de carga de éstas en el fluido (Karam, 1963).

1.2.1. MODELOS REOLÓGICOS

Para manejar analíticamente la relación entre γ y τ es necesario tener una expresión que se ajuste a los datos experimentales. Han sido propuestas para este fin una gran cantidad de ecuaciones constitutivas y en todas ellas aparecen constantes empíricas que pueden ser determinadas experimentalmente. La complejidad matemática de estas expresiones se incrementa conforme aumenta el número de estas constantes y algunas ecuaciones a pesar de concordar de manera muy exacta con los datos experimentales son imprácticas para cálculos de ingeniería.

El modelo tradicional de ingeniería que se ajusta al rango de velocidades de deformación encontradas en procesos industriales es la llamada ley de potencias, la cual puede ser expresada como:

$$\tau = m \dot{\gamma}^{n} \tag{1.2}$$

Este modelo de dos parámetros, \mathbf{m} , llamado índice de consistencia y \mathbf{n} , índice de flujo, se ajusta a la parte no lineal de la relación entre $\dot{\gamma}$ y τ (Fig. 1.1) o la parte lineal de la relación entre $\log \dot{\gamma}$ y $\log \tau$ (Fig. 1.2).

La Ec. (1.2) puede ser expresada como

$$\tau = m \dot{\gamma} \dot{\gamma} \dot{\gamma} \tag{1.3}$$

con lo que la viscosidad queda como

$$\eta = m \dot{\gamma} \tag{1.4}$$

Cuando n=1 el fluido se comporta como lo predice la ley de Newton con viscosidad constante $\eta=m$. El grado en que un fluido se aleja del comportamiento newtoniano lo dice la desviación de ${\bf n}$ de la unidad. Pueden encontrarse valores de ${\bf m}$ y ${\bf n}$ para diversos materiales y condiciones en la literatura (Goodrich y Porter, 1967).

Para explicar las regiones de baja y alta velocidad de deformación de la Fig. 3, en donde las viscosidades son η_0 y η_∞ respectivamente, donde la ley de potencias no se ajusta a los datos experimentales, puede aplicarse la siguiente ecuación de cuatro parámetros

$$\frac{\eta - \eta_{\infty}}{\eta_0 - \eta_{\infty}} = \left[1 + \left(\lambda \dot{\gamma}\right)^2\right]^{(n-1)/2} \tag{1.5}$$

El parámetro λ es una constante con dimensiones de tiempo. Cuando $(\lambda\dot{\gamma})^2\to 0$, $\eta\to\eta_{\scriptscriptstyle 0}$ y cuando $(\lambda\dot{\gamma})^2\to\infty$, $\eta\to\eta_{\scriptscriptstyle \infty}$. En medio de estos límites se genera una región que puede ser explicada con la ley de potencias.

Otros modelos han sido propuestos para explicar las relaciones entre τ , η y $\dot{\gamma}$ y pueden ser consultados de obras especializadas (Karam, 1963; Bird, 1987; y Guillén y Ríos, 1998).

1.2.2. MEDICIÓN DE PARÁMETROS DE FLUJO EN FORMA EXPERIMENTAL

Existe una gran cantidad de instrumentos que miden la relación entre γ y τ (y por consiguiente η). La gran mayoría de estos utilizan capilares o sistemas

rotacionales, y están construidos de manera que pueden ser operados bajo condiciones de esfuerzo o velocidad de deformación similares a las encontradas en situaciones industriales.

Existen tres categorías de reómetros. Si el esfuerzo y la deformación que experimenta el material dentro del instrumento son independientes de su posición se dice que es un reómetro homogéneo. Ejemplos de este tipo son el reómetro de cilindros concéntricos o el viscosímetro de cono-plato.

En un reómetro no homogéneo el esfuerzo no es uniforme en todo el flujo, sino que es función de la posición. En un reómetro capilar, por ejemplo, la velocidad de deformación es máxima en las paredes y nula en el centro.

Tanto en los reómetros homogéneos como en los no homogéneos es posible determinar τ , $\dot{\gamma}$ y η como una función de la geometría del instrumento.

Un tercer tipo de reómetros es aquel en donde la distribución de esfuerzos no es constante. Este tipo de instrumentos no mide en forma precisa valores reológicos

fundamentales como γ o η , o parámetros de algún modelo reológico. Mas bien son útiles para la comparación de los diferentes fluidos. En este tercer tipo encontramos el medidor de índice de fluidez, en donde la pequeña longitud del instrumento no permite un perfil geométrico del flujo bien definido dentro del capilar.

Asimismo, la cámara de mezclado del plastógrafo de par de torsión, objeto central de esta investigación, cae dentro de esta categoría.

1.3. LA CÁMARA DE MEZCLADO DEL REÓMETRO DE PAR DE TORSIÓN

La cámara de mezclado del reómetro de par de torsión, es un instrumento en el cual diversos materiales tales como termoplásticos, elastómeros o compositos son sometidos a un ensayo dinámico bajo condiciones controladas de atmósfera, temperatura y velocidad de agitación. Cuando el material a analizar es colocado en la cámara de mezclado, tiende a fundirse debido a la absorción de calor proveniente de las paredes de la cámara y de la disipación viscosa del material. Se obtiene entonces una relación entre el par de torsión M y la velocidad de los alabes S. Una vez que se alcanza la homogeneidad de la mezcla y una temperatura uniforme, el par de torsión se estabiliza en un sólo valor constante hasta el momento que la mezcla comienza a degradarse térmicamente. Otras evaluaciones que pueden realizarse son:

- 1) Tiempo necesario para la mezcla de polímeros.
- 2) Comportamiento de la fusión respecto a la temperatura y velocidad de deformación.
- 3) Estabilidad al calor o al esfuerzo.
- 4) Entrecruzamiento.
- 5) Tiempo de incorporación de cargas o plastificantes.

La cámara de mezclado del plastógrafo usado en el presente trabajo (Plasticorder Brabender, Fig. 1.4), consta básicamente de cuatro partes;

- 1) Caja de engranes (la cual está conectada a las unidades electrónicas de medición y registro de datos).
- 2) Cámara de mezclado.
- 3) Alabes mezcladores.
- 4) Unidad de sellado.

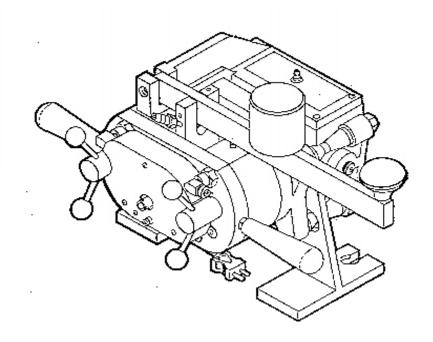


Fig. 1.4. La cámara de mezclado del Plasticorder Brabender

Los alabes, conectados a la caja de engranes, giran en sentidos contrarios con una relación de velocidades de 3:2, siendo la velocidad mayor la que es leída por la unidad de registro de datos.

La capacidad volumétrica de la cámara, así como el tipo de material que puede evaluarse, dependen del tipo de alabe instalado (Fig. 1.5.).

El alabe tipo "roller" es recomendado para evaluar materiales termoplásticos o termofijos. Este tipo de alabes imponen al material un alto esfuerzo de corte, con lo que se crea un mezclado intensivo.

El alabe tipo "cam" es utilizado para el estudio de materiales elásticos, impone sobre la muestra un esfuerzo de corte inferior al alabe tipo "roller", compactando y estirando alternativamente el material. Debido a la masticación que ejerce sobre la muestra, este tipo de alabe es generalmente usado para todo tipo de elastómeros sintéticos y naturales.

Para estudiar mezclas de polvos y absorción de líquidos en sólidos se utiliza el alabe tipo "sigma" el cual impone un esfuerzo cortante sobre el material inferior a los dos alabes anteriores. El movimiento generado por este álabe crea un efecto de amasamiento entre los componentes del material.

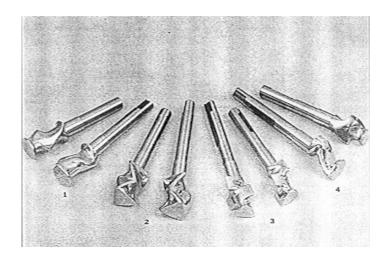


Fig. 1.5. Tipos de álabes para la cámara de mezclado: Banbury (1), Roller (2), Cam (3), Sigma (4).

La capacidad volumétrica de la cámara con los álabes instalados puede verse en la Tabla 1.1.

Tabla 1.1. Capacidad de la cámara según el tipo de alabe instalado

Tipo de álabe	Capacidad de la cámara (cm³)
Roller	60
Cam	85
Sigma	120

La cámara es calentada por medio de resistencias eléctricas y puede alcanzar una temperatura de 375 °C en algunos modelos. Un flujo de aire está continuamente entrando en las cavidades internas de las paredes de la cámara para regular la temperatura. Dentro de la cámara están instalados dos termocoples, uno de los cuales registra la temperatura de la cámara y el otro la temperatura del material. La colocación de estos dos sensores de temperatura es fundamental para una evaluación confiable ya que en la mayoría de las ocasiones el flujo de calor debido a la disipación viscosa hace que la temperatura del material se eleve por encima de la temperatura de la cámara, modificando el valor del par de torsión y por tanto de la viscosidad de corte o de cualquier otra propiedad del material.

En la unidad de sellado se encuentra una entrada para nitrógeno, el cual debe ser usado si se quiere minimizar la degradación del material.

Aunque la cámara de mezclado es usada para la preparación de muestras pequeñas (mezclas de polímero-polímero, polímero-aditivos o polímero-cargas), su uso principal se ha centrado en el estudio de la procesabilidad de plásticos. Sin embargo, a la gran variedad de usos y ventajas que presenta respecto a otros viscosímetros tradicionales, al reómetro de par de torsión debe asignársele una gran desventaja: debido a la complicada geometría de los alabes (de cualquiera de los tipos vistos anteriormente), aun no es posible calcular valores reológicos fundamentales a partir de las mediciones de velocidad de los alabes y par de torsión generado. Esta falta de correlación analítica entre las mediciones y la viscosidad, por ejemplo, ha evitado su uso en forma generalizada. Esto también ha generado que los estudios que se han hecho con este instrumento ofrezcan un alto grado de innovación pero al mismo tiempo de incertidumbre.

Goodrich y Porter (Goodrich y Porter, 1967), en uno de los primeros documentos relativos al tema, intentaron una calibración de la cámara de mezclado para obtener la viscosidad del material como función del par de torsión y la velocidad de los alabes. Otros autores contemporáneos a Goodrich y Porter y que serán analizados posteriormente, han intentado obtener los parámetros m y n de la ley de potencias a partir de los datos de velocidad y par de torsión.

A pesar de que estos autores reportan excelente concordancia entre el modelo, las ecuaciones resultantes y los datos experimentales, la cámara de mezclado no se ha generalizado como un viscosímetro convencional. Sin embargo, como se menciono anteriormente, para los polímetros altamente cargados parece ser el único instrumento capaz de llevar a cabo una medición manteniendo la muestra homogénea, ya que los otros reómetros rotacionales las cargas tienen tendencia a segregar y en los reómetros capilares las cargas se aglomeran y forman tapones que impiden la medición.

1.3.1. RELACIÓN ENTRE EL PAR DE TORSIÓN Y LA VELOCIDAD DE LOS ÁLABES

Todos los modelos de calibración para la cámara de mezclado se han fundamentado en la relación:

$$M = C \cdot S^{a} \tag{1.6}$$

en donde \mathbb{C} y a son constantes para un material y temperatura dadas. Esta relación ha sido encontrada por diversos autores (Guillén y Ríos, 1998; Laguna et al, 1987; Blake, 1962; Blyler y Daane, 1967; Lee y Purdon, 1969; y Márquez, et al, 1996) y en esta investigación ha sido corroborada. La comparación de esta ecuación con la ley de potencias

$$\tau = m \dot{\gamma}^{n} \tag{1.2}$$

ha llevado a algunos autores a buscar una relación entre los parámetros $C,\,m,\,a$ y n.

CAPÍTULO II. HIPÓTESIS Y OBJETIVOS

HIPÓTESIS

Los modelos matemáticos que rigen la mayoría de los reómetros con sistemas rotacionales están basados en la ya mencionada ley de potencias. Por analogía con estos instrumentos, varios modelos para la cámara de mezclado del reómetro de par de torsión han sido desarrollados y en ellos se relacionan diversas lecturas del instrumento con los parámetros reológicos del material. Estos modelos contienen diversos parámetros arbitrarios que dependiendo del modelo son asignados arbitrariamente o por medio de una calibración experimental. La idea en que se basa esta investigación es que existe una correlación entre la geometría de los álabes y las lecturas de la cámara de mezclado del Plasticorder Brabender y los parámetros reológicos para cualquier material termoplástico que de ellas pueden obtenerse. Se supone además que esta correlación puede ser establecida matemáticamente y verificada experimentalmente.

OBJETIVO

En esta investigación se analizará el comportamiento de varios polímeros termoplásticos en la cámara de mezclado del reómetro de par de torsión. Este instrumento ha sido ampliamente utilizado para comparar el comportamiento reológico de materiales termoplásticos, elastómeros, con cargas o fibras. Sin embargo, debido a la geometría de los alabes mezcladores de la cámara, el movimiento del material dentro de esta es complejo y aún no existe una relación directa entre los datos de la velocidad de los álabes, el par de torsión medido y valores reológicos tales como viscosidad, velocidad de deformación y esfuerzo cortante. Basados en los resultados anteriores, además de otros publicados en la literatura, se analizarán cuatro modelos que han intentado describir la relación entre estas variables. Se desarrollará además, un modelo analítico basado en los analizados. Se espera encontrar ecuaciones más generales que las expuestas en los anteriores modelos.

CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología experimental de esta investigación ha consistido de dos partes. En la primera de ellas se ha utilizado la cámara de mezclado del Plasticorder Brabender Tipo "6", para obtener una verificación experimental de una de las partes fundamentales planteadas en esta investigación, es decir corroborar si la relación

$$M = C \cdot S^a$$

se cumple para este instrumento. Posteriormente se realizará una verificación experimental del modelo aquí propuesto, y que será desarrollado en la parte de **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**.

Para la primera parte fue utilizado el alabe "roller" (ver Fig. 1.5 y Tabla 1.1), con lo cual la cámara contó con una capacidad de $60~\rm cm^3$. Las pruebas fueron hechas con PVC (policloruro de vinilo) con 15 pcr de DOP (Dioctil ftalato). Durante las pruebas fue inyectado nitrógeno para evitar la degradación del material. Todas las pruebas fueron realizadas por triplicado utilizando $65~\rm gramos$ de material y controlando la temperatura del material a $180~\rm ^{\circ}C$ \pm $0.5~\rm ^{\circ}C$. Las pruebas se efectuaron a 10, 20, 30,40 y $50~\rm rpm$.

Para la segunda parte (verificación del modelo aquí desarrollado) se utilizarán los datos experimentales reportados por varios investigadores (Goodrich y Porter, 1967; Blyler y Daane, 1967; Lee y Purdon, 1969 y Márquez et al, 1996).

CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1. VERIFICACIÓN EXPERIMENTAL DE LA RELACIÓN $M = C \cdot S^a$

En la Tabla 4.1 se muestran los resultados entre el par de torsión y la velocidad de los álabes para el material PVC.

Tabla 4.1. Relación entre el par de torsión y las velocidades de los alabes de la cámara de mezclado.

S	M
Rad/s	N·m
1.05	11.57
2.09	14.88
3.14	17.30
4.19	19.37
5.24	20.67

La Ec. (1.6) puede escribirse como

$$\log M = \log C + a \log S \tag{4.1}$$

y de esta manera se puede hacer una evaluación de a y C. Los datos en forma logarítmica pueden ser vistos en la Fig. 4.1. De esta figura se obtiene que para este tipo de material evaluado a 180° C, a = 0.365 y C = 11.378 $N \cdot m \cdot s^a$.

La extraordinaria concordancia entre los resultados y la ecuación $M = C \cdot S^a$ (expresada ésta en su forma logarítmica), nos hacen concluir que efectivamente existe una estrecha relación entre los parámetros reológicos de la muestra y los valores que pueden ser extraídos de la lectura del instrumento.

Varios autores han intentado hacer esto, relacionando a con n, y C con n y m. Todos ellos han encontrado en base a su modelo que a es igual a n y que C está directamente relacionado con m, por medio de una función que depende de n.

$$a = n \tag{4.2}$$

$$C = f(n) \cdot m \tag{4.3}$$

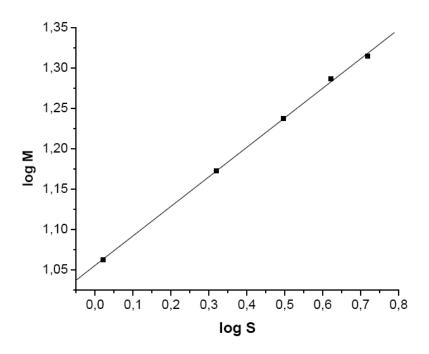


Fig. 4.1. Relación entre log S y log M para el PVC. log M = logC + a(logS). log C = 1.056, a = 0.3652, $R^2 = 0.9993$.

En todos los modelos propuestos se han hecho suposiciones que permiten llegar a estas igualdades, y las mediciones experimentales realizadas por los mismos autores revelan con cierto grado de exactitud la validez de la Ec. (4.2).

En el primer modelo, desarrollado por Blyler (Blyler y Daane, 1967), $\mathbf{f}(\mathbf{n})$ contiene cuatro parámetros arbitrarios. Esto hace imposible definir explícitamente esta función. Lee (Lee y Purdon, 1969) desarrolló un modelo donde $\mathbf{f}(\mathbf{n})$ incluía sólo dos de estos parámetros, fijando uno de ellos es posible calcular el otro. Márquez (Márquez et al, 1996) mejoró el método y en su modelo sólo existe un parámetro arbitrario, pero calibrable. Esto representa una gran ventaja sobre los otros dos modelos, ya que este parámetro se puede evaluar y así verificar las hipótesis en que se basa.

A continuación se analizan a detalle todos estos modelos reportados.

4.2. MODELOS DE CALIBRACIÓN PARA LA CÁMARA DE MEZCLADO

4.2.1. MODELO DE J. E. GOODRICH Y R. S. PORTER (1967)

El análisis que realizaron estos autores fue el primer intento que se hizo para convertir la relación que se obtiene entre el par de torsión y la velocidad de los alabes en unidades reológicas fundamentales, en este caso la viscosidad del material. La suposición fundamental en que se basa el modelo es considerar las dos cavidades cilíndricas de la cámara de mezclado y los alabes internos como dos

viscosímetros de cilindros concéntricos. Esta consideración lleva a la hipótesis de que un cilindro interno de radio efectivo $R_{\rm e}$ produciría el mismo par de torsión que el alabe dentro de la cavidad de la cámara. Para fluidos newtonianos podemos considerar que las siguientes relaciones pueden aplicarse para la cámara 1:

$$\tau_1 = k_1 M_1 \tag{4.4}$$

$$\dot{\gamma}_1 = k_2 S_1 \tag{4.5}$$

$$\eta_1 = \frac{k_1 M_1}{k_2 S_1} \tag{4.6}$$

$$\eta_1 = K \frac{M_1}{S_1} \tag{4.7}$$

en donde

$$k_1 = \frac{1}{2\pi R_i^2 L}$$
 (4.8)

$$k_2 = \frac{2}{1 - \left(\frac{R_e}{R_i}\right)^2}$$
 (4.9)

$$\mathbf{K} = \frac{\frac{1}{R_i^2} - \frac{1}{R_e^2}}{4\pi L} \tag{4.10}$$

Puesto que la viscosidad para este tipo de materiales no cambia con la velocidad de deformación $\dot{\gamma}$ (y por lo tanto con S) tenemos:

$$\eta = K \frac{M_1}{S_1} \tag{4.11}$$

Al ser la relación de velocidades de los álabes 3:2, el par de torsión total registrado por el instrumento es

$$M = M_1 + \frac{3}{2}M_2 \tag{4.12}$$

donde M_1 y M_2 son los pares de torsión individuales sobre los alabes. La relación entre M_1 y M_2 está dada por la relación de velocidades

$$M_1 = \frac{3}{2} M_2 \tag{4.13}$$

Debido a que la velocidad registrada por el instrumento es la que presenta el alabe 1, S_1 , es necesario poner M_1 como función del par de torsión total M. Combinando las Ecs. (4.12) y (4.13) tenemos:

$$M_1 = 0.308M (4.14)$$

Sustituyendo en la Ec. (4.11)

$$\eta = 0.308 K \frac{M}{S_1} \tag{4.15}$$

El valor de ${\bf K}$ es obtenido a partir de un material cuya relación entre la viscosidad y la temperatura sea conocida. La relación entre estas dos variables está dada por

$$\eta = A \exp(-\Delta E/RT) \tag{4.16}$$

Sustituyendo la Ec. (4.15) en esta última resulta:

$$\ln \frac{M}{S_1} = -\frac{\Delta E}{R} \cdot \frac{1}{T} + \ln \frac{A}{0.308K}$$
(4.17)

Estos autores utilizaron la relación entre η y T del polibutadieno para encontrar ΔE y A. Conociendo estos dos valores y graficando los valores obtenidos de In M/S₁ contra 1/T para este material es posible obtener K de la Ec. (4.17). A partir de la Ec. (4.10) y del valor de K se obtiene el radio efectivo R_e , cuyo valor está comprendido entre el radio mínimo $R_{mín}$ y el radio máximo $R_{máx}$ que se encuentran en el alabe:

$$R_{\min} \le R_e \le R_{\max} \tag{4.18}$$

La velocidad de deformación promedio en cada una de las cámaras es calculada como el valor que tiene en el radio promedio \mathbf{R}_p , de los radios efectivo \mathbf{R}_e y el radio interno de la cámara \mathbf{R}_i

$$R_p = \frac{R_e + R_i}{2} {(4.19)}$$

Esta velocidad de deformación para este radio promedio está dada por

Cámara 1:
$$\dot{\gamma}(R_p) = \frac{2S_1}{R_p^2 \left(\frac{1}{R_p^2} - \frac{1}{R_i^2}\right)}$$
 (4.20)

Cámara 2:
$$\dot{\gamma}(R_p) = \frac{2S_1}{R_p^2 \left(\frac{1}{R_p^2} - \frac{1}{R_i^2}\right)}$$
 (4.21)

4.2.1.1. APLICACIÓN DEL MODELO A MATERIALES PSEUDOPLÁSTICOS

Debido a que en los materiales pseudoplásticos la viscosidad es función de la velocidad de deformación, la relación entre los pares de torsión dada por

$$M_2 = bM_2$$
 (4.22)

donde \mathbf{b} , la relación de velocidades de los alabes, no es válida, a diferencia de los fluidos newtonianos. Goodrich encontró que para un rango pequeño de velocidades de deformación (10 - 10 3 s $^{-1}$) se podían tomar las siguientes relaciones como una primera aproximación;

$$\frac{\eta_2}{\eta_1} \cong 0.8 \tag{4.23}$$

si b=3/2, por lo que la Ec. (4.13) debe modificarse, quedando como

$$M_1 = 1.2M_2 \tag{4.24}$$

y el par de torsión M_1 en función del par de torsión total M.

$$M = 2.8M_1 (4.25)$$

$$M_1 = 0.357M (4.26)$$

Conociendo el valor de K calculado anteriormente es posible calcular las viscosidades en cada una de las cámaras

$$\eta_1 = 0.357 K \frac{M}{S_1} \tag{4.27}$$

$$\eta_2 = 0.286 K \frac{M}{S_1} \tag{4.28}$$

El esfuerzo cortante promedio en cada cámara es calculado a partir del radio promedio $R_{\scriptscriptstyle D}$ como

$$\tau_1 = \frac{0.357}{2\pi R_p^2 L} M \tag{4.29}$$

$$\tau_2 = \frac{0.428}{2\pi R_p^2 L} M \tag{4.30}$$

4.2.1.2. OBSERVACIONES AL MODELO DE GOODRICH

En este primer modelo se calcula la viscosidad del material en función del par de torsión y la velocidad de los alabes. El modelo está basado en encontrar un parámetro **K** característico de la geometría de la cámara y válido para fluidos newtonianos. Este parámetro es extrapolado para materiales pseudoplásticos. Sin embargo, los resultados que se presentan para este tipo de fluidos no son del todo satisfactorios, incluso para el estrecho margen de velocidades de deformación en el que hacen su estudio.

El método utilizado para encontrar una constante del instrumento es razonable si su utilización se limita a fluidos newtonianos, pero la extrapolación del método para fluidos no newtonianos simplemente no es válida. Una calibración para estos materiales requiere de un modelo y suposiciones diferentes.

4.2.2. MODELO DE L. L. BLYLER Y J. H. DAANE (1969)

El modelo de estos autores es el primero que se intenta para la utilización de fluidos no newtonianos en la cámara de mezclado. Al igual que en el primer modelo, se considera a los álabes como dos cilindros homogéneos girando dentro de las cavidades de la cámara. Se asume además que debido a la geometría irregular de

los álabes existe una velocidad de deformación máxima $\gamma_{m\acute{a}x}$ y una mínima $\gamma_{m\acute{i}n}$ y que son función de la velocidad de los álabes:

$$\gamma_{\text{máx}} = k_1 S \tag{4.31}$$

$$\dot{\gamma}_{\min} = k_2 S \tag{4.32}$$

Se define una función de distribución $f(\dot{\gamma})$ en forma tal que $f(\dot{\gamma})$ d $\dot{\gamma}$ representa la fracción de superficie del álabe expuesta a la velocidad de deformación entre $\dot{\gamma}$ y $\dot{\gamma}+d\dot{\gamma}$. Esta función está dada por:

$$f(\dot{\gamma}) = A\dot{\gamma} \tag{4.33}$$

en donde A es función de la velocidad S, y b es una constante no definida. La función de distribución debe cumplir con la siguiente relación:

$$\int_{\gamma_{\min}}^{\gamma_{\max}} f(\dot{\gamma}) d\dot{\gamma} = 1 \tag{4.34}$$

La cantidad de esfuerzo cortante en la fracción de superficie de álabe expuesto a una cantidad de velocidad de deformación $d\gamma$ es:

$$\delta \tau = m \dot{\gamma}^{n} f(\dot{\gamma}) d\dot{\gamma}$$
 (4.35)

El esfuerzo total τ está definido por

$$\tau = \int_{\gamma_{\min}}^{\dot{\gamma}_{\min}} m \dot{\gamma}^{n} f(\dot{\gamma}) d\dot{\gamma}$$
 (4.36)

Para un cilindro girando sobre su eje en un fluido, el esfuerzo cortante está relacionado con el par de torsión como

$$\tau = \frac{M}{2\pi LR_e^2} \tag{4.37}$$

siendo L la longitud del álabe y $R_{\rm e}$ el radio equivalente. Combinando las ecuaciones anteriores tenemos

$$M = \int_{\gamma_{\min}}^{\gamma_{\max}} 2\pi L R_e^2 \cdot m \cdot \dot{\gamma} \cdot f(\dot{\gamma}) d\dot{\gamma}$$
 (4.38)

Sustituyendo las Ecs. (4.31), (4.32) y (4.33) en la Ec. (4.36) obtenemos

$$M = 2\pi LR_e^2 \cdot m \cdot A \cdot S^n \cdot S^{a+1} \cdot (k_1^{n+a+1} - k_2^{n+a+1})$$
 (4.39)

donde M es función de S por lo que podemos escribir

$$M = g(S, n) \tag{4.40}$$

$$g(S,n) = 2\pi LR_e^2 \cdot m \cdot A \cdot S^{a+1} \cdot (k_1^{n+a+1} - k_2^{n+a+1})$$
(4.41)

Si integramos la Ec. (4.34) con los límites dados por las Ecs. (4.31) y (4.32) obtenemos una función f(S) tal que

$$f(S) = 1$$
 (4.42)

$$f(S) = \frac{A}{a+1} \cdot S^{a+1} \cdot (k_1^{a+1} - k_2^{a+1})$$
 (4.43)

Existe una función h(S,n) tal que

$$f(S) \cdot h(S) = g(S,n) \tag{4.44}$$

$$[A \cdot S^{a+1} \cdot (k_1^{a+1} - k_2^{a+1})] \cdot [h(S,n)] = 2\pi LR_e^2 \cdot m \cdot A \cdot S^n \cdot S^{a+1} (k_1^{n+a+1} - k_2^{n+a+1})$$
(4.45)

por lo que h(S) queda definida como

$$h(S,n) = 2\pi LR_e^2 \cdot \frac{k_1^{n+a+1} - k_2^{n+a+1}}{k_1^{a+1} - k_2^{a+1}} \cdot m \cdot S^n$$
 (4.46)

Puesto que f(S)=1 resulta:

$$h(S,n) = g(S,n)$$
 (4.47)

Sustituyendo las Ecs. (4.42) y (4.43) en la Ec. (4.39) y colocando los subíndices de cada cámara tenemos

$$M_{1} = 2\pi LR_{e}^{2} \cdot \frac{a+1}{n+a+1} \cdot \frac{k_{1}^{n+a+1} - k_{2}^{n+a+1}}{k_{1}^{a+1} - k_{2}^{a+1}} \cdot m \cdot S_{1}^{n}$$
(4.48)

$$M_2 = 2\pi LR_e^2 \cdot \frac{a+1}{n+a+1} \cdot \frac{k_1^{n+a+1} - k_2^{n+a+1}}{k_1^{a+1} - k_2^{a+1}} \cdot m \cdot S_2^n$$
(4.49)

Puesto que $S_2=3/2S_1$, el par de torsión total M expresado como la suma de los pares de torsión individuales queda como función de la velocidad del álabe 1

$$M = 2\pi L R_e^2 \cdot \frac{a+1}{n+a+1} \cdot \frac{k_1^{n+a+1} - k_2^{n+a+1}}{k_1^{a+1} - k_2^{a+1}} \cdot \left[1 + (3/2)^n\right] \cdot m \cdot S_1^n$$
 (4.50)

$$M = f(n) \cdot m \cdot S_1^n \tag{4.51}$$

en donde

$$f(n) = 2\pi LR_e^2 \cdot \frac{a+1}{n+a+1} \cdot \frac{k_1^{n+a+1} - k_2^{n+a+1}}{k_1^{a+1} - k_2^{a+1}} \cdot \left[1 + \left(3/2\right)^n\right]$$
(4.52)

4.2.2.1. OBSERVACIONES AL MODELO DE BLYLER Y DAANE

La relación entre M y S tal y como es presentada en la Ec. (1.6) ha sido observada por diversos autores tanto en polímeros como en mezclas de polímeros con fibras (Márquez et al, 1999; y Ayora et al, 1997). En esta investigación se ha verificado esta relación en forma experimental. La comparación de esta ecuación con la ecuación de la ley de potencias, ha sugerido a estos autores y a otros cuyos modelos serán analizados posteriormente que existe una relación entre las constantes de ambas ecuaciones. Las Ecs. (1.2) y (1.6) pueden ser expresadas en forma logarítmica como

$$\log M = \log C + a \log S \tag{4.53}$$

У

$$\log \tau = \log m + n \log \gamma \tag{4.54}$$

Las gráficas de estas ecuaciones corresponden a una relación lineal entre

 $log\,M-log\,S$ y $log\,\tau-log\,\dot{\gamma}$. La relación que existe entre a y n (las pendientes de las rectas) y entre C y m (las ordenadas al origen) depende de las suposiciones que sean hechas. La primera suposición del modelo de Blyler es considerar las dos cavidades de la cámara de mezclado y sus álabes irregulares como dos viscosímetros de cilindros concéntricos. Esto trae como consecuencia la definición de un radio efectivo R_e el cual no es definido por los autores del modelo. Este radio efectivo es finalmente absorbido en la función $\mathbf{f(n)}$ y al igual que la consideración de donde procede, no juega ningún papel trascendente en el análisis posterior.

A diferencia de los reómetros homogéneos donde la velocidad de deformación del material es independiente de su posición, en el reómetro de par de torsión la velocidad de deformación depende entre otras cosas, de la posición que ocupa en el instrumento. Blyler no intenta definir una relación entre la velocidad de deformación, la velocidad de los álabes, la geometría de estos y las propiedades de flujo del material. Define simplemente una relación entre las velocidades de deformación máxima y mínima que existen dentro de las cavidades por medio de las constantes \mathbf{k}_1 y \mathbf{k}_2 . La suposición fundamental del modelo de Blyler es la

definición de una función de distribución $f(\dot{\gamma})$. Esta función tal como la define el autor;

$$f(\dot{\gamma}) = A\dot{\gamma} \tag{4.55}$$

es arbitraria y sin fundamento (al menos no se especifica en el artículo) y tal como lo dice el mismo autor, para llegar al resultado de la Ec. (4.51), la función de distribución debe tener esta forma.

Para una velocidad de los álabes dada, A y b son constantes. La forma general que la función de distribución puede tomar, depende del signo o los valores que pueda tomar b Blyler no especifica el rango de valores o signo que podría tomar esta constan te. En las Figs. 4.2 y 4.3 puede verse la forma de la función de distribución según el valor o signo de b.

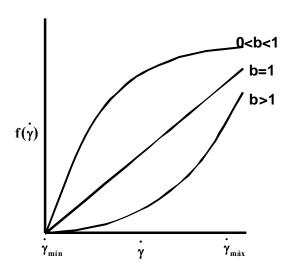


Fig. 4.2. La función de distribución para valores positivos de **b**.

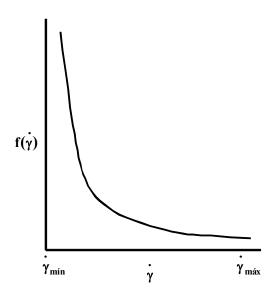


Fig. 4.3. La función de distribución para valores negativos de **b**.

Puede verse de las figuras anteriores que $f(\gamma)$ es una función sin máximos o mínimos, que tiende a estabilizarse, aumentar linealmente o exponencialmente si b es positiva. Si b es negativa, la función de distribución desciende y tiende a estabilizarse.

Tal como la define Blyler, la forma de la función de distribución implica que la fracción de área del alabe expuesta a intervalos iguales de velocidad de

deformación $\Delta\gamma$, se incrementa o disminuye uniformemente ya sea ${\bf b}$ positiva o negativa. Si ese incremento o decremento no sigue una pauta uniforme, la forma de la función de distribución debe estar expresada de manera diferente para que estas variaciones estén representadas dentro de la ecuación

4.2.3. MODELO DE G. C. N. LEE Y J. R. PURDON (1969)

El modelo que estos autores desarrollaron esta basado (al igual que en el modelo de Blyler) en considerar la cámara de mezclado como dos viscosímetros de cilindros concéntricos. En este modelo se llega a la misma ecuación que relaciona **M** y **S** que desarrollaron Blyler y Daane. Otras suposiciones que se hacen son:

1) Debido al intercambio de material entre las dos cavidades, el promedio de las velocidades de deformación en las cámaras es menor al promedio que se obtendría considerándolas aisladas. Esto es:

$$\dot{\gamma}_{p} = a \frac{\gamma_1 + \gamma_2}{2} \tag{4.56}$$

con 0 < a < 1 y en donde

 $\dot{\gamma}_{p} = \text{velocidad de deformación promedio}$

 $\dot{\gamma}_1$ = velocidad de deformación en la cámara 1

 $\dot{\gamma}_2 = \text{velocidad de deformación en la cámara 2}$

2) La ecuación que relaciona la velocidad de deformación con la velocidad del cilindro interno y la geometría del viscosímetro de cilindros concéntricos

$$\dot{\gamma} = \frac{2S}{n \left[1 - \left(R_i / R_o \right)^{\frac{2}{n}} \right]} \tag{4.57}$$

es adaptada a la cámara de mezclado, sustituyendo el radio del cilindro interior $R_{\rm i}$ por un radio equivalente del álabe $R_{\rm e}$.

3) Se considera que existe un área equivalente A_e igual a la superficie de los dos álabes que toca el material fundido en un tiempo determinado. Esta área es función de un radio equivalente R_e , la longitud del álabe L y la relación de velocidades de los dos álabes $S_1/S_2 = 3/2$.

$$A_{e} = 2\pi LR_{e}(1+2/3) \tag{4.58}$$

La relación entre el par de torsión medido por el instrumento ${\bf M}$ y el esfuerzo cortante total al que se somete el material τ está dada por la Ec. (4.37) con la modificación dada por la Ec. (4.58)

$$\tau = \frac{1}{2\pi L(1 + 2/3)} \cdot \frac{M}{R_e^2}$$
 (4.59)

En las dos cavidades de la cámara existen dos velocidades de deformación dadas por la Ec. (4.57). Sustituyendo en esta el radio interior del cilindro \mathbf{R}_i por el radio equivalente \mathbf{R}_e del álabe

$$\dot{\gamma}_{1} = \frac{2S_{1}}{n \left[1 - (R_{e}/R_{o})^{\frac{2}{n}} \right]}$$
(4.60)

$$\dot{\gamma}_2 = \frac{2S_2}{n \left[1 - (R_e / R_o)^{\frac{2}{n}} \right]}$$
 (4.61)

Colocando la velocidad de deformación en la cámara 2 como función de la velocidad del álabe 1 tenemos:

$$\dot{\gamma}_{2} = \frac{2S_{1}}{n \left[1 - (R_{e}/R_{o})^{\frac{2}{n}} \right]} \cdot \frac{2}{3}$$
 (4.62)

La velocidad de deformación promedio $\overset{\cdot}{\gamma}_p$ está dada por el promedio aritmético de $\overset{\cdot}{\gamma}_1$ y $\overset{\cdot}{\gamma}_2$, multiplicado por la constante a menor a la unidad

$$\dot{\gamma}_{p} = \frac{2S_{1}}{n \left[1 - (R_{e}/R_{o})^{\frac{2}{n}}\right]} \cdot \frac{1 + 2/3}{2} \cdot a$$
 (4.63)

Al combinar esta última ecuación y la Ec. (4.59) en la ley de potencias tenemos la expresión que relaciona el par de torsión y la velocidad del álabe 1

$$M = 2\pi LR_e^2 (1 + 2/3) \cdot \left\{ \frac{a(1 + 2/3) \cdot S_1}{n \left[1 - (R_e/R_o)^{2/n} \right]} \right\}^n \cdot m \cdot S_1^n$$
 (4.64)

$$M = f(n) \cdot m \cdot S_1^n \tag{4.65}$$

en donde

$$f(n) = 2\pi LR_e^2 (1 + 2/3) \cdot \left\{ \frac{a(1 + 2/3)}{n \left[1 - (R_e/R_o)^{2/n} \right]} \right\}^n$$
(4.66)

$$f(n) = 2\pi LR_e^2 (1 + 2/3) \cdot \left\{ \frac{a(1 + 2/3)}{n \left[\alpha^{-2/n} - 1\right]} \right\}^n$$
 (4.67)

$$(\alpha = R_e/R_0) \tag{4.68}$$

Puede verse de esta última expresión que f(n) consiste de sólo dos parámetros, Re y a, a diferencia del modelo anterior en donde existían cuatro.

4.2.3.1. OBSERVACIONES AL MODELO DE LEE

El modelo de estos autores se basa en la suposición que se hace de considerar que

la ecuación que relaciona la velocidad de deformación γ con la velocidad de los álabes S, es básicamente del mismo tipo que la que se obtiene a partir de las ecuaciones de movimiento para un viscosímetro de cilindros concéntricos. El hecho de escalar una ecuación que resulta de consideraciones del movimiento de un fluido en planos bien definidos, así como otras suposiciones a un instrumento en donde el movimiento del fluido es completamente diferente, no tiene fundamento. Si fuese

posible (no lo es, al menos analíticamente) obtener una relación entre γ y S a partir de las ecuaciones de movimiento, esta tendría una forma muy diferente a la relación que se encuentra en viscosímetros de cilindros concéntricos. En general, se

obtendría la relación que nos presentan estos autores si γ y S estuvieran relacionados en forma lineal, es decir si

$$\dot{\gamma} = \mathbf{C} \cdot \mathbf{g}(\mathbf{n}) \cdot \mathbf{S}^{\mathbf{n}} \tag{4.69}$$

en donde C es una constante que engloba la geometría de los álabes y g(n) las propiedades de flujo del material. Sin embargo, con una relación no lineal entre γ y S no se llega a la ecuación que obtuvieron tanto Blyler como Lee:

$$M = f(n) \cdot m \cdot S^{n} \tag{4.65}$$

La linealidad o no linealidad entre γ y s debe ser determinada por medios de correlaciones entre $\partial log M/\partial log S$ y $\partial log \tau/\partial log \dot{\gamma}$. Si estos cocientes (o pendientes) son iguales, dentro de los márgenes experimentales, la relación es lineal y la Ec. (4.65) puede ser utilizada para obtener $\bf n$ (mas no $\bf m$) a partir de los datos de $\bf M$ y $\bf S$.

4.2.4. MODELO DE A. MÁRQUEZ, J. QUIJANO Y M. GAULIN (1992)

En este modelo se llega a la misma ecuación que es deducida de los modelos de Blyler y Lee, pero a diferencia de estos, en la función $\mathbf{f}(\mathbf{n})$ se encuentra integrado sólo un parámetro arbitrario, el cual es posible evaluar a partir de los parámetros geométricos de los álabes y del valor de \mathbf{n} . Al igual que en el modelo de Blyler se

utilizan las ecuaciones que relacionan γ y S para viscosímetros de cilindros concéntricos.

La velocidad de deformación en cada una de las cámaras es la que se presenta en las Ecs. 4.60 y 4.61, las cuales pueden ser reacomodadas como

$$\dot{\gamma}_1 = \frac{2S_1}{n\left(\alpha^{-2/n} - 1\right)} \cdot \left(\frac{R_0}{R_e}\right)^{2/n} \tag{4.70}$$

$$\dot{\gamma}_2 = \frac{2S_2}{n\left(\alpha^{-2/n} - 1\right)} \cdot \left(\frac{R_0}{R_e}\right)^{2/n} \tag{4.71}$$

En estas ecuaciones el radio equivalente \mathbf{R}_{e} , está definido como el radio del cilindro interno que produciría el mismo par de torsión que el álabe.

El par de torsión total **M** en función del esfuerzo cortante está dado por la Ec. (4.37), la cual al ser incluida en

$$M = M_1 + bM_2 (4.72)$$

da una relación entre el par de torsión total y los esfuerzos sobre los dos álabes

$$M = 2\pi L R_e^2 (\tau_1 + b\tau_2)$$
 (4.73)

Sustituyendo las Ecs. (4.70) y (4.71) en la ley de potencias tenemos el esfuerzo cortante sobre el material en cada cámara

$$\tau_{1} = m \left[\frac{2S_{1}}{n \left(\alpha^{-2/n} - 1 \right)} \right]^{n} \cdot \left(\frac{R_{o}}{R_{e}} \right)^{2}$$
(4.74)

$$\tau_2 = m \left[\frac{2S_2}{n \left(\alpha^{-2/n} - 1 \right)} \right]^n \cdot \left(\frac{R_o}{R_e} \right)^2$$
 (4.75)

Puesto que $S_2 = \mathbf{b} \cdot S_1$, ($\mathbf{b} = 2/3$), el esfuerzo cortante en la cámara 2 en función de la velocidad del álabe 1 queda como

$$\tau_2 = m \left[\frac{2S_1}{n \left(\alpha^{-2/n} - 1 \right)} \right]^n \cdot \left(\frac{R_o}{R_e} \right)^2 \cdot b^n$$
 (4.76)

Sustituyendo (4.74) y (4.75) en (4.73) resulta

$$\mathbf{M} = 2\pi \mathbf{L} \mathbf{R}_{o}^{2} \cdot \left[\frac{2}{\mathbf{n} \left(\alpha^{-2/n} - 1 \right)} \right]^{n} \cdot \left(1 + \mathbf{b}^{n+1} \right) \cdot \mathbf{m} \cdot \mathbf{S}_{1}^{n}$$
 (4.77)

$$M = f(n) \cdot m \cdot S_1^n \tag{4.65}$$

en donde

$$f(n) = 2\pi LR_o^2 \left[\frac{2}{n(\alpha^{-2/n} - 1)} \right]^n \cdot (1 + b^{n+1})$$
 (4.78)

4.2.4.1. OBSERVACIONES AL MODELO DE MÁRQUEZ

Este modelo tiene la ventaja sobre los anteriores de que en la función f(n) aparece sólo un parámetro arbitrario, α . Esto hace posible verificar sí efectivamente este parámetro es una constante relacionada sólo con la geometría del instrumento o depende de esta y del tipo de material probado (m o n). Márquez calcula este parámetro para cada material a partir de la ecuación (4.78), (f(n) es calculado a partir del valor de f(n)·m encontrado de los datos de log M y log S y lo compara con n, m y f(n)·m. De estas correlaciones se verifica que α no depende exclusivamente de la geometría de la cámara sino también de las propiedades de flujo del material. Este autor presenta ecuaciones que describen el comportamiento de α en función de m y f(n)·m. Guillén (Guillén y Ríos, 1998), en un trabajo que puede considerarse la continuación del modelo de Márquez, con una mayor cantidad de trabajo experimental, obtiene una función polinomial de α y f(n)

$$\alpha = a_0 + a_1 f(n) + a_2 [f(n)]^2 + a_3 [f(n)]^3$$
(4.79)

El hecho de que estos autores hayan demostrado que con las suposiciones iniciales (el escalar la ecuación que describe el comportamiento del flujo en un viscosímetro de cilindros concéntricos a la cámara de mezclado) no pueda encontrarse una constante del instrumento que nos permita encontrar el valor de m a partir de f(n), induce a buscar una formulación partiendo de puntos de vista diferentes o modificaciones a algunos de los supuestos básicos de los anteriores modelos.

4.3. EL DESARROLLO DE UN NUEVO MODELO

Todos los modelos anteriores están fundamentados en considerar el movimiento del polímero fundido dentro de las cavidades de la cámara igual al movimiento que se genera entre el espacio comprendido entre los cilindros de un viscosímetro de cilindros concéntricos. Sin embargo, como ya se mencionó, se puede llegar a la misma relación entre \mathbf{M} y \mathbf{S} encontrada en los tres modelos analizados si se considera simplemente la relación

$$\dot{\gamma} = \mathbf{C} \cdot \mathbf{g}(\mathbf{n}) \cdot \mathbf{S} \tag{4.80}$$

En el modelo de Blyler no se define ninguna relación entre γ y S, y la analogía que se hace de la cámara de mezclado con el viscosímetro de cilindros concéntricos sólo lleva a una relación entre M y τ similar a la obtenida para este tipo de viscosímetros [Ec.(4.57)]. Esta suposición conduce a la definición de un radio equivalente $\mathbf{R}_{\rm e}$ que es finalmente absorbido en la función $\mathbf{f}(\mathbf{n})$.

El aspecto fundamental del modelo de Blyler es la introducción de la función de

distribución $f(\dot{\gamma})$. En la forma en que este autor la define, dependiendo del valor de una constante, la función toma la forma que se muestra en las Figs. 4.2 y 4.3. La geometría de los alabes indica que las velocidades de deformación pudieran no estar distribuidas en la forma uniforme que indican estas gráficas. El modelo que se propone en esta tesis es en realidad una generalización al modelo de Blyler, ya que al igual que en este, el fundamento del análisis es una función de distribución, pero que en esta ocasión toma en cuenta la geometría de los alabes y las consecuencias que tiene para el movimiento del fluido.

4.3.1. LA FUNCIÓN DE DISTRIBUCIÓN EN RELACIÓN CON LA GEOMETRÍA DE LOS ÁLABES

Debido a la compleja geometría de los alabes, la relación entre esta y la velocidad de deformación del material no puede ser determinada analíticamente. Es incluso posible que esta relación no sea única y que dependa del tipo de material o bien de la velocidad de los alabes. De la misma forma, una función de distribución que vaya

desde una $\dot{\gamma}_{min}$ hasta una $\dot{\gamma}_{max}$ debe ser igualmente compleja y depender igualmente de S y del material, específicamente de n (Fig. 4.4).

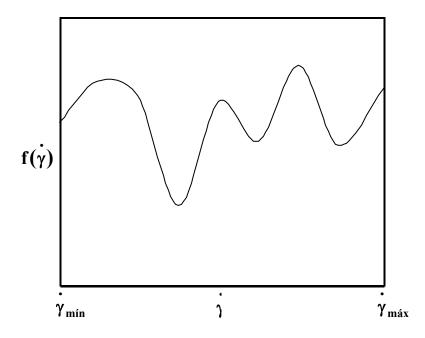


Fig. 4.4. Forma hipotética de la función de distribución para un material determinado.

La función de distribución que se propone en este trabajo está definida por

$$f(\dot{\gamma}) = a_0 + a_1 \dot{\gamma} + a_2 \dot{\gamma}^2 + \dots + a \dot{\gamma}^r$$

$$f(\dot{\gamma}) = \sum_{i=0}^r a_i \dot{\gamma}^i$$
(4.81)

En estas ecuaciones los coeficientes a_i son función de las propiedades de flujo del material n, y de la velocidad de los álabes S.

4.3.2. FORMULACIÓN MATEMÁTICA DEL MODELO

La función de distribución debe cumplir con la siguiente relación

$$\int_{\dot{\gamma}_{min}}^{\dot{\gamma}_{max}} f(\dot{\gamma}) d\dot{\gamma} = 1$$
 (4.82)

los límites de la integral están dados por:

$$\dot{\gamma}_{\min} = k_1 S \tag{4.83}$$

$$\dot{\gamma}_{\text{máx}} = k_2 S \tag{4.84}$$

Al integrar la Ec. (4.82) con los límites anteriores se obtiene una función de S

$$f(S) = a_0(k_1 - k_2)S + \frac{a_1}{2}(k_1^2 - k_2^2)S^2 + \frac{a_2}{3}(k_1^3 - k_2^3)S^3 + ... + \frac{a_r}{r+1}(k_1^{r+1} - k_2^{r+1})S^{r+1}$$

$$(4.85)$$

$$f(S) = \sum_{i=0}^{r} \frac{a_i}{i+1} (k_1^{i+1} - k_2^{i+1}) \cdot S^{i+1}$$

$$f(S) = 1$$
 (4.86)

Al igual que en el modelo de Blyler se tiene también la relación

$$\delta \tau = m \dot{\gamma} \cdot f(\dot{\gamma}) d\dot{\gamma} \tag{4.87}$$

donde $\delta \tau$ y $d\gamma$ representan las variaciones del esfuerzo cortante y la tasa de deformación en una fracción diferencial de la superficie del alabe. El esfuerzo total τ está dado por

$$\tau = \int_{\gamma_{\min}}^{\dot{\gamma}_{\min}} m \dot{\gamma}^{n} \cdot f(\dot{\gamma}) d\dot{\gamma}$$
 (4.88)

Para un cilindro girando sobre su eje, en un fluido, el par de torsión y el esfuerzo cortante están relacionados por medio de la Ec. (4.37).

$$\tau = \frac{M}{C(G)} \tag{4.89}$$

donde C(G) es una constante que depende de la geometría de los alabes. Integrando las Ecs. (4.81) y (4.88) en (4.89) tenemos

$$M = C(G) \cdot m \cdot S^{n} \cdot \sum_{i=0}^{r} \frac{a_{i}}{n+i+1} \left(k_{1}^{n+i+1} - k_{2}^{n+i+1} \right)$$
 (4.90)

El término de la sumatoria lo podemos expresar como

$$g(S,n) = \frac{M}{C(G) \cdot m \cdot S^{n}}$$
 (4.91)

En su análisis Blyler utiliza la expresión que obtiene de f(S), Ec. (4.43), para demostrar que en la ecuación que relaciona M con S sólo existe la variable S elevada a la n, sin ninguna otra función de S. En cambio en el presente modelo se utilizará la función f(S) dada por la Ec. (7.3), teniéndose como hipótesis la existencia de una función h(S,n) tal que

$$h(S,n) \cdot f(S) = g(S,n)$$
 (4.92)

Esta función la describimos como una serie de potencias de S como

$$h(S,n) = C_0(n) + C_1(n)S + C_2(n)S^2 + ... + C_r(n)S^r$$
(4.93)

$$h(S,n) = \sum_{i=0}^{r} C_i(n)S^i$$

Puesto que f(S) = 1, [Ec. (4.86)]

$$h(S,n) = g(S,n)$$
 (4.94)

Combinando las expresiones encontradas para f(S), h(S) y g(S), encontramos expresiones para los coeficientes C_i . Excepto para C_0 estos coeficientes son función de S y n, y son notables por su complejidad (ver Tabla 4.2).

Manipulando las Ecs. (4.91), (4.93) y (4.94) obtenemos

$$M = C(G,n) \cdot m \cdot S^{n} \cdot (C_{0} + C_{1}S + C_{2}S^{2} + ... + C_{r}S^{r})$$

$$M = C(G,n) \cdot m \cdot S^{n} \cdot \sum_{i=0}^{r} C_{i}S^{i}$$
(4.95)

Puede verse de la Tabla 4.2 que C_0 depende solo de \mathbf{n} , mientras que los demás coeficientes C_i , al incluir coeficientes \mathbf{a}_i , dependen de S y \mathbf{n} . La ecuación anterior puede ser escrita entonces como;

$$M = C(G) \cdot C_0(n) \cdot m \cdot S^n \cdot (1 + b_1 S + b_2 S^2 + ... + b_r S^r)$$
 (4.96)

Tabla 4.2. Los coeficientes de la Ec. 4.93

$$\begin{array}{c|c} i & C_i(n) \\ \hline \\ 0 & \frac{1}{n+1} \cdot \left(\frac{k_1^{n+1} - k_2^{n+1}}{k_1 - k_2} \right) \\ \\ 1 & \frac{1}{n+2} \cdot \left(\frac{a_1}{a_0} \right) \cdot \left(\frac{k_1^{n+2} - k_2^{n+2}}{k_1 - k_2} \right) - \frac{1}{2(n+1)} \cdot \left(\frac{a_1}{a_0} \right) \cdot \left(\frac{k_1^{n+1} - k_2^{n+1}}{k_1 - k_2} \right) \cdot \left(\frac{k_1^2 - k_2^2}{k_1 - k_2} \right) \end{array}$$

en donde

$$b_i = \frac{C_i}{C_0} \tag{4.97}$$

Acomodando términos resulta

$$M = f(n) \cdot m \cdot S^{n} \cdot g(S, n)$$
 (4.98)

La ecuación resultante para este nuevo modelo es una forma generalizada de las ecuaciones encontradas en los otros modelos. En estas ecuaciones g(S,n)=1 por definición, mientras que en el modelo propuesto aquí, debe ser determinada experimentalmente. La información con la que se cuenta para encontrar la forma de esta función, así como la de f(n), son los datos experimentales reportados en artículos sobre el tema, también es importante considerar la relación entre M y S encontrada en esta y otras investigaciones.

4.3.3. LOS DATOS EXPERIMENTALES ADAPTADOS AL MODELO PROPUESTO

La forma de las funciones que el modelo propuesto predice debe ser encontrada a partir de trabajo experimental. Los datos para obtener estas funciones se tomaron de la información que los autores de los modelos anteriores han reportado, así como de experimentadores en cuyo trabajo no se presenta ningún modelo o modificación de alguno de ellos sino que enfocaron su trabajo a la parte experimental.

4.3.4. UNA PRIMERA APROXIMACIÓN A LA FORMA DE g(S,n)

La comparación entre las ecuaciones

$$M = C \cdot S^{a} \tag{1.6}$$

У

$$M = f(n) \cdot m \cdot S^{n} \cdot g(S, n)$$
 (4.98)

sugiere las siguientes igualdades

$$C = f(n) \cdot m \tag{4.99}$$

$$S^{a} = S^{n} \cdot g(S, n) \tag{4.100}$$

por lo que g(S,n) debe tener la forma

$$g(S,n) = S^{h(n)}$$
 (4.101)

El sustituir esta ecuación en (4.100) tiene como consecuencia

$$S^{a} = S^{a(n)} (4.102)$$

y por tanto

$$a = a(n) \tag{4.103}$$

Las relaciones f(n) - n y a(n) - n deben ser determinadas experimentalmente para que el modelo de calibración propuesto esté completamente terminado y pueda ser validado, modificado, o descartado en base a trabajos posteriores.

4.3.5. RELACIONES ENTRE f(n), a(n) Y n PARA DIVERSOS ESTUDIOS EFECTUADOS EN UNA CÁMARA DE MEZCLADO

Los datos tabulados que a continuación se presentan representan el trabajo experimental que diversos investigadores han realizado. Estos datos han sido reformulados en el presente estudio con el fin de homogenizar las unidades. En los trabajos de Lee y Goodrich, sólo se grafican los resultados experimentales y no se dan datos numéricos de los experimentos, por lo que no fue posible darles un tratamiento con el fin de adaptarlo al modelo que aquí se propone.

Tabla 4.3. Datos experimentales reportados por Blyler y Daane.

Material	°C	n	g(n)	$f(n) \cdot m$ $Kg \cdot cm \cdot s^n$	m $Kg \cdot cm^{-2} \cdot s^n$	f(n) m ³
PE lineal	190	0.46	0.49	31.05	3.53x10 ⁻¹	8.79 x10 ⁻⁵
PE ramificado	174	0.66	0.68	18.84	9.6x10 ⁻²	1.96x10 ⁻⁴

Tabla 4.4. Datos experimentales reportados por Márquez, Quijano y Gaulin.

Material	T	n	g(n)	$f(n) \cdot m$	m	f(n)
	°C			$N \cdot m \cdot s^n$	$N \cdot m^{-2} \cdot s^n$	m^3
LDPE	206	0.34	0.31	5.27	20.2x10 ³	2.61x10 ⁻⁴
PVC	160	0.35	0.14	2.51	7.7x10 ³	3.26x10 ⁻⁴
HDPE	180	0.37	0.34	8.27	25.2x10 ³	3.28x10 ⁻⁴
HDPE	200	0.37	0.39	4.69	19.0x10 ³	2.47x10 ⁻⁴
LDPE	217	0.39	0.35	4.74	14.2x10 ³	3.34x10 ⁻⁴
PVC	175	0.41	0.21	1.12	$3.6x10^3$	3.11x10 ⁻⁴
PS	200	0.45	0.47	1.02	5.2x10 ³	1.96x10 ⁻⁴
PS	215	0.49	0.48	0.58	2.5x10 ³	2.32x10 ⁻⁴

Tabla 4.5. Datos experimentales reportados por Guillén.

Material	Т	n	g(n)	$f(n) \cdot m$	m	f(n)
	°C			$N \cdot m \cdot s^n$	$N \cdot m^{-2} \cdot s^n$	m^3
PMMA-2	210	0.2301	0.2476	9.33	115.1x10 ³	8.11x10 ⁻⁴
ABS	192	0.2390	0.2663	11.17	96.99 x10 ³	1.15 x10 ⁻⁴
PMMA	210	0.2876	0.2700	13.78	80.59 x10 ³	1.71 x10 ⁻⁴
PMMA	231	0.2921	0.2981	7.61	65.79 x10 ³	1.16 x10 ⁻⁴
PMMA	221	0.3588	0.3400	9.35	47.24 x10 ³	1.98x10 ⁻⁴
LDPE	147	0.4111	0.4098	5.86	20.74 x10 ³	2.83x10 ⁻⁴
ABS	202	0.4340	0.4382	8.41	29.19x10 ³	2.88x10 ⁻⁴
PMMA-2	231	0.4441	0.4343	3.95	25.16x10 ³	1.57x10 ⁻⁴
PMMA-2	221	0.4489	0.4486	5.08	27.66 x10 ³	1.84x10 ⁻⁴
PP	223	0.4626	0.4438	2.44	7.99x10 ³	3.05x10 ⁻⁴
HDPE	183	0.5055	0.4752	5.05	7.19 x10 ³	7.02x10 ⁻⁴
PS	166	0.5118	0.5695	5.19	11.62 x10 ³	4.47x10 ⁻⁴
PP	203	0.5171	0.5426	3.09	6.05 x10 ³	5.11x10 ⁻⁴
LDPE	166	0.5564	0.5052	4.06	7.42 x10 ³	5.50x10 ⁻⁴
PS	186	0.6315	0.6557	1.90	3.63 x10 ³	5.23x10 ⁻⁴

Estos datos experimentales se encuentran graficados en las figuras 4.5-12. En las figuras 4.5-7 se muestra la relación entre a(n) y n. Mientras que las figuras 4.8-12,

se muestran las relaciones de f(n) y n (las figuras 4.9-10 muestran el ajuste a una recta, mientras que las figuras 4.11-12 al mejor polinomio de segundo grado).

Del análisis de las anteriores gráficas se infieren las siguientes conclusiones parciales:

- 1.En los tres casos (Blyler, Márquez y Guillén), la relación entre ${\bf n}$ y ${\bf g}({\bf n})$ es lineal, mostrándose que el valor de ${\bf g}({\bf n})$ es muy cercano al de ${\bf n}$, presentando una correlación muy buena para los datos de Guillén ($r^2 = 0.9493$) y Márquez ($r^2 = 0.8790$). Esto es remarcable porque quiere decir que el fluido, a pesar de los diferentes gradientes de la velocidad de deformación al interior de la cámara, en su conjunto presenta una influencia muy similar al incremento de velocidad de deformación, al que experimentaría en un viscosímetro constituido por dos cilindros concéntricos acoplados.
- 2.La función f(n) presenta tendencias contrarias en los datos de Márquez por un lado y Guillén y Blyler por el otro. Mientras que Márquez reporta una tendencia descendente de f(n), Guillén y Blyler muestra exactamente lo contrario.
- 3. El PVC presenta un comportamiento anómalo ya que se desvía considerablemente de las tendencias generales de $\mathbf{a(n)}$ y $\mathbf{f(n)}$. Desafortunadamente, sólo Márquez presenta los datos para este material y no es posible determinar si estas desviaciones están determinadas por alguna propiedad no evaluada del material o se deben a errores en el experimento. (Para la obtención de las tendencias de $\mathbf{a(n)}$ y $\mathbf{f(n)}$ se han eliminado los datos de este material).

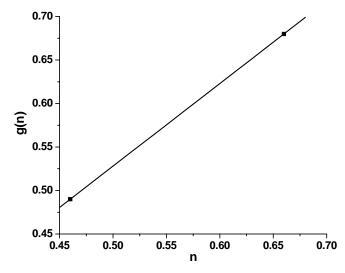


Fig. 4.5. Ajuste entre \mathbf{n} y $\mathbf{g}(\mathbf{n})$ para los datos de Blyler de acuerdo al ajuste lineal $\mathbf{g}(\mathbf{n}) = \mathbf{A} + \mathbf{B}\mathbf{n}$. A= 0.0530, B=0.9500, R²= 1.

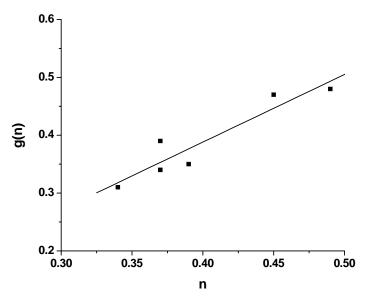


Fig. 4.6. Ajuste entre $\bf n$ y $\bf g(n)$ para los datos de Márquez de acuerdo al ajuste lineal $\bf g(n)=A+Bn$. A= -0.0795, B=1.1689, R²= 0.8790.

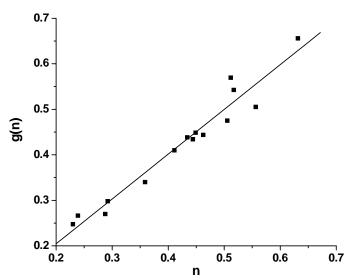


Fig. 4.7. Ajuste entre $\bf n$ y $\bf g(n)$ para los datos de Guillén de acuerdo al ajuste lineal $\bf g(n)=A+Bn$. A= 0.0078, B=0.9837, R²= 0.9493.

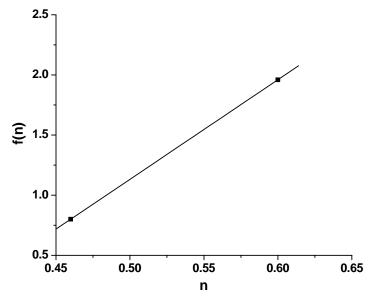


Fig. 4.8. Ajuste entre ${\bf n}$ y ${\bf f(n)}$ para los datos de Blyler de acuerdo al ajuste lineal f(n) = A + Bn, $(x10^4)$. A=-1.6073, B=5.405, R²=1.

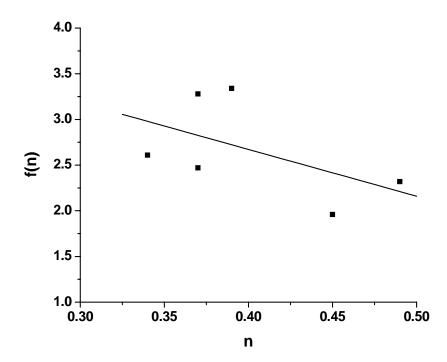


Fig. 4.9. Ajuste entre ${\bf n}$ y ${\bf f(n)}$ para los datos de Márquez de acuerdo al ajuste lineal f(n) = A + Bn, $(x10^4)$. A=4.7195, B=-5.1192, R²=0.2827.

.

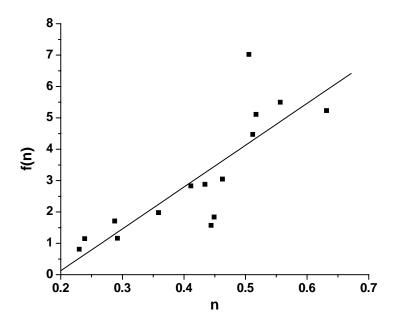


Fig. 4.10. Ajuste entre $\bf n$ y $\bf f(n)$ para los datos de Guillén de acuerdo al ajuste lineal $\bf f(n)=A+Bn$, $\bf (x10^4)$. A=-2.5381, B=13.3307, R²=0.6835.

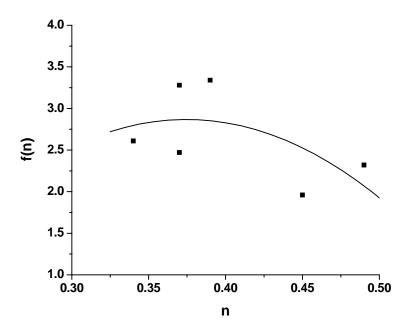


Fig. 4.11. Ajuste entre ${\bf n}$ y ${\bf f(n)}$ para los datos de Márquez de acuerdo al ajuste cuadrático ${\bf f(n)}={\bf A}+{\bf Bn}+{\bf Cn}^2$, $({\bf x10}^4)$. A=-5.5144, B=44.7680, C=-59.7751, R²=.6835.

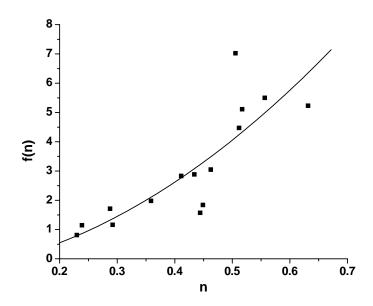


Fig. 4.12. Ajuste entre $\bf n$ y $\bf f(n)$ para los datos de Guillén de acuerdo al ajuste cuadrático $\bf f(n)=A+Bn+Cn^2$, $\bf (x10^4)$. A=-0.4417, B=2.2687, C=13.4429, R²=0.6935.

4.3.6. COMPARACIÓN ENTRE LOS MODELOS DE CALIBRACIÓN DE LA CÁMARA DE MEZCLADO

Los modelos que han sido analizados anteriormente se han desarrollado sobre la base de ciertas suposiciones. Estas han sido consideradas por los autores como fundamentales en la descripción de las relaciones entre los diversos parámetros de flujo dentro de la cámara de mezclado.

Una de las consecuencias de la suposición fundamental de todos los modelos (escalar la ecuación que describe el movimiento del fluido dentro de un viscosímetro de cilindros a la cámara de mezclado), es que el índice de flujo de la ley de potencias (n), puede ser determinado directamente de las relaciones entre el torque y la velocidad de los álabes de la cámara. Esto ha sido comprobado con cierto grado de exactitud a partir de las Figs. 4.5, 4.6 y 4.7. Sin embargo, la misma

consecuencia se hubiera obtenido si γ y S tuvieran una relación lineal (Ec. 6.64), sin definir parámetros tal como se hace en los modelos Lee y de Márquez.

Es la función f(n) la que permite validar o descartar las suposiciones iniciales. En cada uno de los modelos desarrollados, esta función contiene parámetros que pueden ser ajustados a los datos experimentales sobre la base de las restricciones que los mismos autores han decidido. El modelo de Blyler, al contener cuatro parámetros, de los cuales ninguno fue definido dentro de algún intervalo por el autor, no permite el tipo de comparación que se realizará posteriormente.

Tanto el modelo de Márquez como el de Lee contienen uno y dos parámetros respectivamente, mientras que en el modelo aquí desarrollado la función f(n) debe ser determinada experimentalmente.

Las gráficas que se presentan en las Figs. 4.13 - 4.16 son el resultado del mejor ajuste posible que se hace de las funciones f(n) que cada autor predice a los datos reportados por Guillén. En las figuras 4.17 - 4.20 se hace la misma comparación, excepto que se han eliminado de los datos experimentales, tres cuyo comportamiento se desvía notablemente de la tendencia general.

El ajuste que se realiza de las funciones $\mathbf{f}(\mathbf{n})$ se hace con las restricciones que los mismos autores han impuesto a sus modelos (para el modelo de Lee, $0 \le a \le 1$, y para el modelo de Márquez, $\mathbf{R}_p/\mathbf{R}_0 \le \alpha \le 1$), La Fig. 4.21 muestra $\mathbf{f}(\mathbf{n})$ para el modelo de Lee sin ningún tipo de restricción.

Se ha considerado para estos ajustes y comparaciones, únicamente los datos que presenta Guillén. Los datos de Blyler son insuficientes y por tanto un análisis de tendencias carece de sentido. Márquez presenta datos que muestran tendencias contrarias a la tendencia general de los datos de Guillén. Es importante señalar que el trabajo de este último autor se centra en la mejora de la técnica experimental, por lo que puede considerarse que los datos que presenta son los más adecuados para las comparaciones y correlaciones que aquí se presentan.

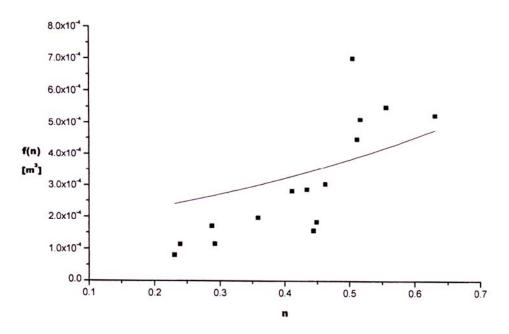


Fig. 4.13. La función f(n) del modelo de Lee con el mejor ajuste posible a los datos experimentales de Guillén dentro de las restricciones del modelo (a=1, α =0.854, R^2 =0.43005).

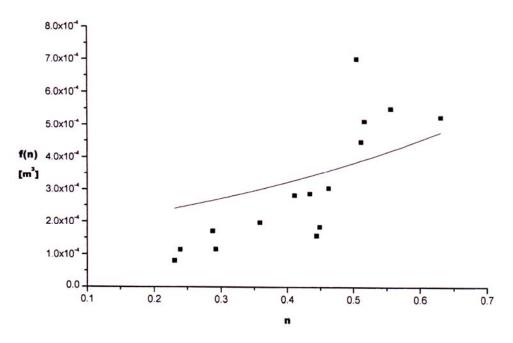


Fig. 4.14. La función f(n) del modelo de Márquez con el mejor ajuste posible a los datos experimentales de Guillén (α =0.853, R^2 =0.43614).

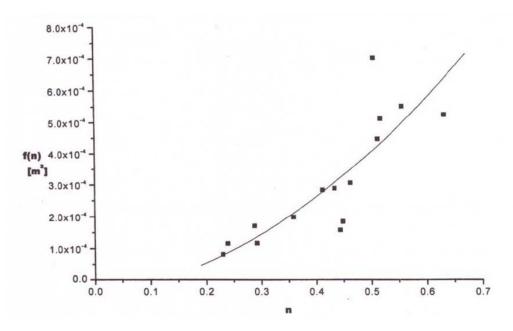


Fig. 4.15. La función f(n) según un modelo polinomial de orden 2 $[f(n)=A+Bn+Cn^2]$ con el mejor ajuste posible a los datos experimentales de Guillén $(A=-4.4x10^{-5}, B=2.27x10^{-4}, c=1.34x10^{-3}, R^2=0.6935)$.

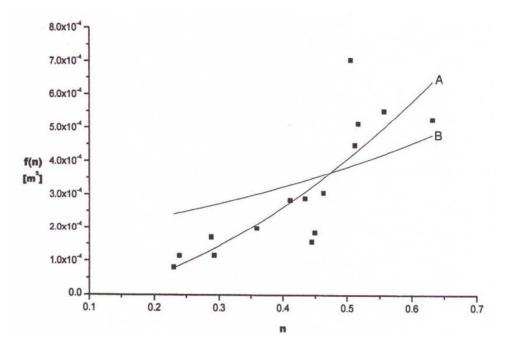


Fig. 4.16. Comparación entre las funciones f(n) de los modelos polinomial de orden 2 (A) y de los modelos de Le y Márquez (B) para los datos experimentales de Guillén.

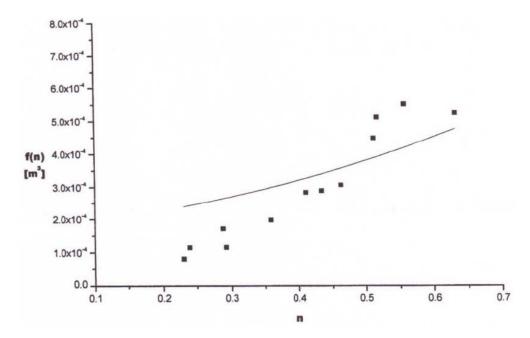


Fig. 4.17. La función f(n) del modelo de Lee con el mejor ajuste posible a los datos experimentales de Guillén, excepto para 3 datos: HDPE (183 °C), PMMA (221 °C), PMMA (231 °C), dentro de las restricciones del modelo (a=1, α =0.853, R^2 =0.59636).

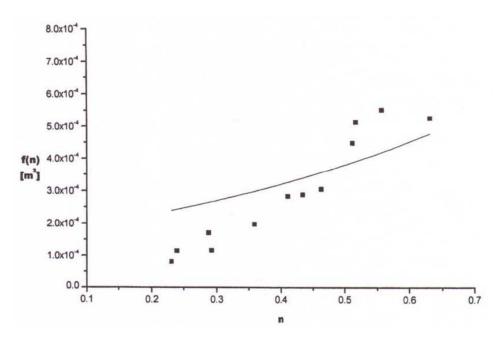


Fig. 4.18. La función f(n) del modelo de Márquez con el mejor ajuste posible a los datos experimentales de Guillén, excepto para 3 datos: HDPE (183 °C), PMMA (221 °C), PMMA (231 °C) (α =0.851, R^2 =0.60468).

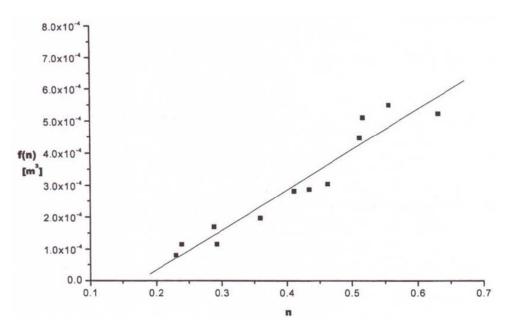


Fig. 4.19. La función f(n) según un modelo polinomial de orden 1 [f(n)=A+Bn] para los datos experimentales de Guillén, excepto para 3 datos: HDPE (183 °C), PMMA (221 °C), PMMA (231 °C) ($A=-2.18x10^{-4}$, $B=1.26x10^{-3}$, $R^2=0.92644$).

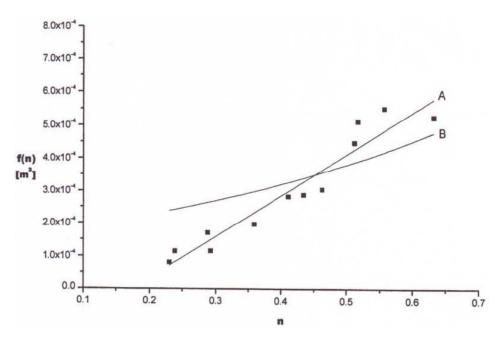


Fig. 4.20. Comparación entre las funciones $\mathbf{f}(\mathbf{n})$ del modelo polinomial de orden 1 (A) y de los modelos de lee y Márquez (B) para los datos experimentales de Guiilén, excepto para 3 datos: HDPE (183 °C), PMMA (221 °C), PMMA (231 °C).

.

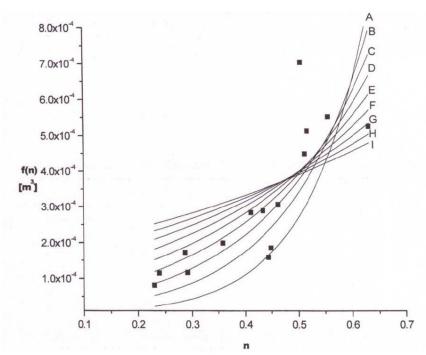


Fig. 4.21. La función f(n) del modelo de Lee sin restricciones para el parámetro a con los datos experimentales de Guillén.

Tabla 9.1. Parámetros del modelo de Lee calculados a partir de los datos experimentales de Guillén (a sin restricciones).

Curva	α	a	\mathbb{R}^2
Α	0.1	5660	0.105
В	0.2	560	0.488
С	0.3	130	0.632
D	0.4	49	0.669
E	0.5	18	0.650
F	0.6	8	0.600
G	0.7	4	0.535
Н	0.8	1.72	0.467
I	0.9	0.61	0.402

El análisis de estas gráficas permite hacer las siguientes afirmaciones:

- 1. Las funciones f(n) que se predicen en los modelos de Lee y de Márquez tienen un ajuste deficiente a los datos experimentales, ya sea para el total de estos o para los datos que muestran una tendencia general ($\mathbf{R}^2 = 0.60$ en el mejor de los casos).
- 2. Los parámetros de los modelos no sufren cambio significativo si se suprimen los datos que no se ajustan a la tendencia general ($\alpha = 0.85$ para los dos modelos).
- 3. A pesar de que los modelos de Lee y de Márquez contienen parámetros diferentes y la formulación de f(n) es por tanto también diferente para cada modelo, el ajuste que se hace para esta función es prácticamente el mismo para los dos modelos.
- 4. La función f(n), que en el modelo desarrollado en este trabajo debe ser determinado experimentalmente y que se presenta en las Figs. 9.3 y 9.7, dependiendo de si se consideran todos los datos o se suprimen los datos que no se ajustan a la tendencia general, muestra un mejor ajuste que los modelos de Lee y de Márquez (Figs. 9.4 y 9.8).
- 5. Si el parámetro a del modelo de Lee no tuviera restricción, el ajuste de $\mathbf{f}(\mathbf{n})$ a los datos experimentales se incrementa notablemente (Fig. 9.9). Sin embargo, esta restricción que hace Lee en su modelo es fundamental en su desarrollo, por lo que eliminarla del modelado equivale a introducir un parámetro sin significado físico. En la Tabla 9.1 puede verse que el aplicar la restricción al parámetro a lleva a un intervalo muy pequeño de valores que α puede tomar.

CAPÍTULO V. CONCLUSIONES

El uso de la cámara de mezclado del Plasticorder Brabender para obtener parámetros reológicos es prometedor, y se está en camino de desarrollar un modelo de calibración que permita obtener dichos parámetros a partir de mediciones de par de torsión y velocidad de los álabes.

En los modelos que fueron analizados (a excepción del de Goodrich que se diferencia de los demás en que no intenta obtener los parámetros m y n de la ley de potencias, sino la viscosidad de corte), se llega a las mismas ecuaciones a pesar de que parten de dos puntos de vista diferentes: el modelado de Márquez, Guillen y Lee supone que la ecuación que relaciona par de torsión y esfuerzo cortante en un viscosímetro de cilindros concéntricos puede extrapolarse a la cámara de mezclado, mientras que Blyler considera que las velocidades de deformación están uniformemente espaciadas respecto al área del álabe, lo que conduce a una función de distribución sin máximos ni mínimos (véase figuras 6.1 y 6.2).

Las ecuaciones a las que estos modelos conducen, predicen que \mathbf{n} puede obtenerse directamente de las mediciones de par de torsión y velocidad de los álabes. Sin embargo, obtener \mathbf{m} de estas mediciones implica conocer una función $\mathbf{f}(\mathbf{n})$, que va unida a \mathbf{m} . Dependiendo del modelo considerado, esta función varía en el número de parámetros a calibrar. Debido a la cantidad de estos parámetros, sólo el modelo de Márquez permite definir una cantidad que en principio estaba considerada como una constante pero que un análisis basado en trabajo experimental la redefine como una función de \mathbf{m} o de $\mathbf{f}(\mathbf{n})$.

El modelo que se desarrolla en este trabajo no incluye constantes definidas arbitrariamente y las funciones que resultan de la ecuación

$$M = f(n) \cdot m \cdot S^{a(n)}$$

deben ser determinadas experimentalmente. Podría esperarse que estas funciones siguieran una pauta simple o incluso que estuvieran relacionadas con $\bf n$ por medio de una única constante. Efectivamente, este es el caso para $\bf g(n)$, en donde se presenta la equivalencia (dentro de los errores experimentales) con $\bf n$. Para el caso de $\bf f(n)$ y $\bf n$ la relación no es simple y no puede especificarse en base a los datos experimentales actuales ni siguiera una tendencia general.

Es precisamente esta discrepancia el punto de partida para un trabajo experimental más extenso, enfocado a obtener [o verificar para el caso de a(n)] las funciones predichas por el modelo. También es posible la elaboración de un método de calibración cuya función de distribución sea calculada analíticamente por medio de un análisis de la geometría del álabe.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Ayora, M., Ríos, R., Quijano, J. y Márquez, A. 1997. Evaluation by Torque-Rheometer of Suspensions of Semi-rigid and Flexible Natural Fibers in a Matrix of Poly(vinyl Chloride). *Polym. Composites.* 18:549-560.

Bergen, J.T. y Scott, G.W. 1951. Pressure Distribution in Calendering of Plastic Materials. *J. Appl. Mech.* 18:101-106.

Bird, R. B., Armstrong, R.C. y Hassager, O. 1987. Fluid Dynamics of Rheometry. En: John Wiley & Sons (eds.). Dynamics of Polymeric Liquids (Vol. 1), Wiley Interscience. New York. USA. pp. 509-554.

Blake, W.T. 1962. Measuring of Processibility of Elastomers. *Rubber Age.* 90:957-963.

Blyler, L. L. y Daane, J. H. 1967. An Analysis of Brabender Torque Rheometer Data. *Polym. Eng. Sci.* 7:178–81.

Guillén, J. y Ríos, R. 1998. Evaluation of Rheological Properties of Non-Newtonian Fluids in Internal Mixers: An Alternative Method Based on the Power Law Model. *Polym. Eng. Sci.* 38:1436-1442.

Goodrich, J. E. y Porter, R. S. 1967. A Rheological Interpretation of Torque-rheometer Data for Plastics. *Polym. Eng. Sci.* 7:45-51.

Laguna, O., Collar, E.P., Taranco, J. y Vigo, J.P..1987. Reuse of Urban Plastic Wastes. Melt Behaviour of HDPE/LDPE Blends by Using Torque-Rheometer. *J. Polym. Mater.* 4:195-205.

Lee, G. C. N. y Purdon, J. R.1969. Brabender Viscometry-1. *Polym. Eng. Sci.* 9:360-364.

Macosko, C.W. 1994. Shear Rheometry: Drag Flows y Viscous Liquid. En: Macosko, Christopher W. (eds.). Rheology Principles, Measurements and Applications. Wiley-VCH. New York. United States of America. pp.181-231 y 65-106.

Márquez, A., Quijano, J. y Gaulin, M. 1996. A New Method to Interpret Experimental Data of the Torque-Rheometer. *Polym. Eng. Sci.* 36:2556-2563.

Márquez, A., Quijano, J., Ríos, R y Ayora-Cámara, M.H. 1999. Study of the Flow Behavior of Polymer-Natural Fiber Suspensions in the Power Law Validity Range. *Polym. Composites*. 20:279-292.

Karam, H.J. 1963. Viscometers and Their Use. *Ind. Eng. Chemistry*. 55:38-43.

Kiparissides, C. y Vlachopoulus, J. 1978. A Study of Viscous Dissipation in the Calendering of Power-Law Fluids. *Pol. Eng. Sci.* 18:210-214.

Schramm, G. 1994. Relative Polymer Rheometry: Torque Rheometers with Mixer Sensors. En: Gebhard Schramm (eds.) A Practical Approach to Rheology and Rheometry. Gebrueder Haake GmbH. Crawley, Sussex. UK. pp. 235-251.