

UNIVERSIDAD CARLOS III DE MADRID

ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR

DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA MECÁNICA



**ESTUDIO DEL COMPORTAMIENTO  
REOLÓGICO DE UN FLUIDO**

**REO-ESPESANTE**

**TRABAJO FIN DE CARRERA**

INGENIERIA INDUSTRIAL

AUTORA: Dña. Esther Pascual Gutiérrez

TUTORA: Dra. Dña. María Jesus Lopez Boada



# Agradecimientos

En primer lugar, agradecer a mi tutora María Jesús López Boada su ayuda, su dedicación y disponibilidad a lo largo de la realización de este proyecto fin de carrera.

A mis padres, por darme todo el apoyo y hacer siempre lo imposible para que nunca me faltase de nada; gracias a ellos he alcanzado esta meta que al principio se veía desde muy lejos.

A mis hermanas, en especial a Sara que es la sonrisa y alegría que ilumina mis días.

A mis compañeros de la universidad, que se han convertido en grandes amistades. Echaré siempre de menos nuestros momentos en la universidad.

# Índice

CAPITULO 1 .....	8
1.1. Objetivos del trabajo .....	9
1.2. Estructura del proyecto.....	9
CAPITULO 2 .....	11
2.1. Reología .....	11
2.2. Fluidos.....	12
2.3. Propiedades de los fluidos.....	13
2.4. Tipos de fluidos.....	17
2.4.1. Fluidos Newtonianos.....	19
2.4.2. Fluidos no Newtonianos.....	19
2.4.3. Fluido reo-espesante.....	29
2.4.4. Mecanismo del STF .....	30
2.4.5. Efectos de las partículas en las suspensiones de fluido reo-espesante .....	31
2.4.6. Aplicaciones fluido reo-espesante.....	33
CAPITULO 3 .....	38
3.1. Reometría .....	38
3.2. Consideraciones generales de los reómetros.....	38
3.3. Características de los reómetros .....	39
3.4. Principio funcionamiento general .....	40
3.5. Tipos de reómetros .....	40
CAPITULO 4 .....	47
4.1. Modelos de flujo.....	47
4.2. Modelo para estimar la viscosidad en fluidos reo-espesantes .....	51
4.3. Modelo para estimar la viscosidad del STF junto con la influencia de la temperatura.....	55
CAPITULO 5 .....	57
5.1. Reómetro .....	57
5.1.1. Especificaciones del reómetro.....	58
5.2. Material utilizado en las muestras .....	59
5.3. Preparación del material STF.....	59
5.4. Procedimiento experimental llevado a cabo en el laboratorio.....	60
5.5. Test reológicos y resultados .....	62



CAPITULO 6.....	68
6.1. Optimización.....	68
6.2. Algoritmo propuesto para la optimización del modelo de viscosidad. ....	69
6.2.1. Algoritmo Levenberg-Marquardt.....	70
6.3. Optimización modelo viscosidad para fluido reo-espesante mediante Matlab .....	71
6.3.1. Optimización del modelo no dependiente de la temperatura .....	71
6.3.2. Optimización del modelo dependiente de la temperatura .....	75
6.4. Resultados de la optimización.....	80
6.4.1. Optimización del modelo no dependiente de la temperatura .....	80
6.4.2. Optimización del modelo dependiente de la temperatura .....	82
CAPITULO 7.....	89
7.1. Conclusiones .....	89
7.2. Futuros trabajos.....	90
Anexos.....	91
A1. CARACTERÍSTICAS DEL REÓMETRO AR 2000 EX.....	92
A2. PARTES QUE COMPONEN EL REOMETRO AR 2000 EX.....	93
A3. Características del material utilizado en los ensayos: Etilenglicol.....	94
A4. Características del material utilizado en los ensayos: Fumed silica.....	95
A5. Códigos de optimización realizados mediante el programa Matlab.....	97

# Índice de figuras

Figura 2. 1. Diferencias entre un comportamiento de un líquido y de un sólido frente a una fuerza constante aplicada [5].....	12
Figura 2. 2. Esfuerzo cortante en un fluido [6] .....	12
Figura 2. 3. Variación de las viscosidades dinámicas (absolutas) de fluidos comunes con la temperatura a 1 atm [3] .....	14
Figura 2. 4. Fuerza de cizalla entre dos platos paralelos [4]. .....	15
Figura 2. 5. Movimiento del fluido debido a un esfuerzo cortante [8].....	16
Figura 2. 6. Viscosidad de un fluido estructurado en función de la velocidad de cizallamiento y la concentración de partículas [6]. .....	18
Figura 2. 7. Gráfica esfuerzo de cizallamiento frente a velocidad de cizallamiento para un fluido Newtoniano [7].....	19
Figura 2. 8. Clasificación fluidos. Esfuerzo de cizallamiento frente a velocidad de cizallamiento [8].	20
Figura 2. 9. Clasificación de fluidos. Viscosidad frente a velocidad de cizallamiento [9]. .....	20
Figura 2. 10. Reograma de un fluido. Diferencia entre viscosidad aparente y diferencial [7] .....	21
Figura 2. 11. Estructura de acumulación después de aplicar un esfuerzo monitoreado con una pequeña prueba oscilatoria de amplitud [10].....	24
Figura 2. 12. Ciclo de histéresis en un material tixotrópico [10]. .....	24
Figura 2. 13. Gráfica del esfuerzo de cizalla frente a la velocidad de cizallamiento, en fluidos no Newtonianos dependientes del tiempo [11] .....	25
Figura 2. 14. Series de test de fluencia para determinar el punto límite [12].....	26
Figura 2. 15. Reograma de un fluido plástico [7].....	26
Figura 2. 16. Reograma de un fluido pseudoplástico [13]. .....	27
Figura 2. 17. Curvas fluidez y viscosidad para un fluido dilatante. [12] .....	29
Figura 2. 18. Efecto de la fracción de volumen de partícula en la viscosidad del STF [15] .....	32
Figura 2. 19. Efecto de la forma de las partículas en la suspensión de STF [15].....	32
Figura 2. 20. Relación del tamaño de la partícula en la velocidad de cizalla aplicada al STF. [15] ...	33
Figura 2. 21. Partes generales que componen un amortiguador relleno de STF. [16] .....	34
Figura 2. 22. Amortiguador en estructura de edificio. [17].....	35
Figura 2. 23. Amortiguadores rellenos de STF para vibraciones sísmicas. [18].....	35
Figura 2. 24. Compuesto formado por STF junto con fibras de kevlar después de ensayos balísticos. De izquierda a derecha: (a) penetración de la bala de manera parcial a 518.40 km/h (b) penetración de la bala de manera parcial a 529.29 km/h (c) penetración de la bala por completo a 540 km/h [21] ..	36
Figura 2. 25. Baden inteligente. BIV. [22].....	37
Figura 3. 1. Viscosidad frente a velocidad de cizalla para dos fluidos con diferente comportamiento [1] .....	39
Figura 3. 2. Reómetro de placas paralelas [4] .....	41
Figura 3. 3. Esquema viscosímetro rotacional cono placa [3].....	42
Figura 3. 4. Componentes viscosímetro concéntrico [22].....	43



Figura 3. 5. Flujo en el interior de un tubo [2] .....	44
Figura 3. 6. Reómetro capilar [30] .....	44
Figura 3. 7. Funcionamiento general de los reómetros de corte, de rotación o CS. [24] .....	45
Figura 3. 8. Esquema general que muestra las parte de un reómetro CS [24].....	45
Figura 3. 9. Esquema cilindro conectado a un reómetro de tipo CR [24] .....	46
Figura 3. 10. Esquema general de las partes de un reómetro [24].....	46
Figura 4. 1. Representación logarítmica de la ley potencial [8] 48	
Figura 4. 2. Reograma para fluido pseudoplástico en escala log-log [7] .....	49
Figura 4. 3. Comportamiento reológico de emulsiones crudo-agua (Bracho 1982) [7].....	49
Figura 4. 4. Típica curva viscosidad para fluido reo-espesante. Muestra experimental que corresponde a la suspensión del Aerosil R816 en propeileno glycol a 5% (v/v) y 25°C [30] .....	52
Figura 4. 5. Viscosidad vs velocidad de cizalla a diferentes rangos de temperatura. [34] .....	56
Figura 5. 1. Equipo de medida AR 2000 ex. 58	
Figura 5. 2. Muestras del fluido reo-espesante compuesta de etilenglicol con 20% w/w de fumed silica. ....	60
Figura 5. 3. Línea compresor de aire.....	60
Figura 5. 4. Casquillo de bloqueo del reómetro. ....	61
Figura 5. 5. Geometría de placas paralelas utilizadas para realizar el ensayo.....	61
Figura 5. 6. Colocación de la muestra en la parte central de la placa móvil del reómetro. ....	61
Figura 5. 7. Colocación correcta de la muestra. [35] .....	62
Figura 5. 8. Reograma correspondiente a la velocidad aparente frente a la velocidad de cizalla del Etilene Glycol con 20% w/w de partículas de fumed silica. ....	66
Figura 5. 9. Curva de fluidez. Reograma de tensión de cizalla vs velocidad de cizalla del Etilene Glycol con 20% w/w de partículas de fumed silica. ....	67
Figura 6. 1. Restricciones de tolerancias para una función en el programa Matlab. [36] 74	
Figura 6. 2. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del Etilene Glycol con 20% w/w de fumed silica. ....	80
Figura 6. 3. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogética a 20°C.....	83
Figura 6. 4. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogética a 40°C.....	83
Figura 6. 5. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogética a 60°C.....	84
Figura 6. 6. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogética a 80°C.....	84



Figura 6. 7. Comparativa gráficas de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogénica a :20°C, 40°C, 60°C. .... 88

# Índice de tablas

Tabla 4. 1. Modelos reológicos .....	¡Error! Marcador no definido.
Tabla 5. 1. Datos experimentales de la velocidad de cizalla, la tensión de corte, viscosidad aparente y temperatura a la que se realizaron los ensayos en el laboratorio. Corresponden a etilenglicol con un 20 % w/w de partículas de sílice pirogénica.	63
Tabla 5. 2. Datos experimentales de la velocidad de cizalla, la tensión de corte, viscosidad aparente y temperatura a la que se realizaron los ensayos en el laboratorio. Corresponden a etilenglicol con un 20 % w/w de partículas de sílice pirogénica. ....	64
Tabla 5. 3. Datos experimentales de la velocidad de cizalla, la tensión de corte, viscosidad aparente y temperatura a la que se realizaron los ensayos en el laboratorio. Corresponden a etilenglicol con un 20 % w/w de partículas de sílice pirogénica .....	65
Tabla 6. 1. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 20 ° C. ¡Error! Marcador no definido.	
Tabla 6. 2. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 20 ° C. ....	76
Tabla 6. 3. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 40 ° C. ....	76
Tabla 6. 4. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 40 ° C. ....	77
Tabla 6. 5. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 60 ° C. ....	77
Tabla 6. 6. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 60 ° C. ....	78
Tabla 6. 7. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 80 ° C. ....	78
Tabla 6. 8. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 80 ° C. ....	79
Tabla 6. 9. Parámetros obtenidos través de la optimización en el programa Matlab junto a los datos reales experimentales. ....	81
Tabla 6. 10. Valores de los parámetros característicos correspondientes al comportamiento STF, teniendo en cuenta la influencia de la temperatura en su comportamiento. ....	87

# CAPITULO 1

---

# Introducción

---

El estudio del comportamiento de los fluidos comienza en el siglo XVII, cuando se crean las bases de lo que se conoce hoy en día como reología. La reología es la ciencia que estudia la deformación de las sustancias cuando se encuentran sometidas a un esfuerzo.

En el año 1686, Isaac Newton realizó un análisis del escrito “*Principia*”, donde aparece el término de viscosidad como un sinónimo de fricción interna del fluido, tratándose como un parámetro constante de proporcionalidad entre el esfuerzo y la velocidad de deformación causada. Tras el análisis del escrito estableció una ley sobre la viscosidad, cuya ley tiene como base fundamental la resistencia de un fluido a fluir. Los Fluidos que cumplen con esta ley de proporcionalidad se denominan fluidos de Newton o Newtonianos, siendo el agua y la glicerina los más comunes. Sin embargo, los fluidos que no cumplen la ley de viscosidad se denominan no Newtonianos.

Los fluidos reo-espesantes se encuentran dentro de la clasificación de fluidos no-Newtonianos, debido a su comportamiento no lineal respecto a la tensión aplicada y deformación producida. Su comportamiento característico se debe a que tanto la tensión aplicada como su viscosidad aumentan a medida que se incrementa la deformación.

Los fluidos reo-espesantes han sido estudiados a lo largo de los últimos años de manera exhaustiva, lo que ha generado una larga lista de solicitud patentes desde su descubrimiento, debido a su gran potencial para aplicaciones comerciales.

Hoy en día, este tipo de fluidos atrae cada vez más la atención debido a sus propiedades únicas, ya que tiene numerosas aplicaciones, desde materiales adecuados a fluidos que actúan como armadura, amortiguadores rellenos de este tipo de fluido cuyo objetivo es absorber las vibraciones y choques debidos a fuerzas externas, amortiguación en edificios para soportar vibraciones debidas a vibraciones sísmicas e incluso se encuentran aplicados en el mundo del deporte.

## 1.1. Objetivos del trabajo

Los objetivos principales a conseguir con este Proyecto Fin de Carrera son los siguientes:

- Estudio del comportamiento de un fluido reo-espesante.
- Análisis de las curvas reométricas obtenidas mediante ensayos experimentales con el fin de identificar las características reológicas de este tipo de fluidos.
- Introducir y analizar un modelo de viscosidad que represente el comportamiento del fluido reo-espesante.
- Propuesta de optimización del modelo de viscosidad a través del programa Matlab, basado en el ajuste de los datos obtenidos con ensayos experimentales del modelo utilizado.

## 1.2. Estructura del proyecto

El proyecto integra seis capítulos comenzando el primero de ellos por la presente “*Introducción*”.

El segundo capítulo “*Fluidos*”, describe las características reológicas generales de los fluidos y su clasificación, describiendo con mayor detalle el comportamiento del fluido reo-espesante junto con sus aplicaciones al mundo de la ingeniería.

El tercer capítulo “*Reómetros*”, explica estos instrumentos, sus características principales, funcionamiento y clasificación. Se detalla los tipos de reómetros, introduciendo cálculos y característicos de los parámetros reológicos para los modelos más utilizados en la industria.

El cuarto capítulo “*Modelo del fluido*”, introduce los modelos de flujo para el tratamiento de datos experimentales, añadiendo un modelo específico para estimar la viscosidad aparente del fluido reo-espesante, cuyo objetivo es obtener y representar el comportamiento reológico de dicho material.

En el quinto capítulo “*Desarrollo práctico*”, se procede a la descripción de la parte experimental realizada en el laboratorio. Se detalla el material utilizado en la muestra de los ensayos y la ejecución de pasos realizados para obtener las curvas características del fluido.

En el sexto capítulo “*Técnicas de optimización*” se detalla y programa una serie de códigos en el programa Matlab con motivo de la aplicación del modelo de viscosidad propuesto en el anterior capítulo; analizando finalmente los resultados obtenidos.



El séptimo y último capítulo “*Conclusiones y futuros trabajos*” resume las conclusiones extraídas tanto del método experimental como del método de viscosidad propuesto para el comportamiento del fluido reo-espesante.

## CAPITULO 2

---

# Fluidos

---

## 2.1. Reología

La reología es la ciencia que estudia la deformación y flujo de la materia. Tiene como objetivos, la observación del comportamiento de materiales sometidos a deformaciones muy sencillas. Distinguiéndose principalmente dos objetivos:

- Predicción del comportamiento macroscópico del fluido bajo deformaciones.
- Estudio de forma indirecta de la microestructura del fluido, evaluando el efecto de varios factores sobre dicha microestructura.

Tras someter la muestra de material a este estudio de deformación y flujo de la materia se obtiene información sobre el material sometido a estudio, permitiendo:

- Caracterizar la materia y definir sus parámetros reológicos como viscosidad, consistencia, propiedades elásticas,
- Diseñar equipos sofisticados de procesamiento industrial, conociendo previamente la caracterización de la materia a procesar;
- Diseñar materiales nuevos con respuestas mecánicas muy específicas y bien definidas; entre muchas otras acciones.

## 2.2. Fluidos

Un fluido se define como una sustancia que cambia su forma siempre que este se encuentre sometido a un esfuerzo cortante.

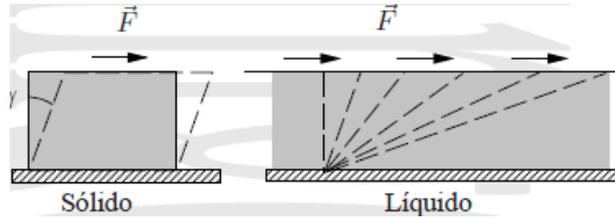


Figura 2. 1. Diferencias entre un comportamiento de un líquido y de un sólido frente a una fuerza constante aplicada [5]

A diferencia de un sólido, un fluido experimenta un desplazamiento cuando se somete a un esfuerzo cortante. En los sólidos, el esfuerzo es proporcional a la deformación, pero en los fluidos el esfuerzo es proporcional a la razón de deformación. Cuando se aplica un esfuerzo cortante constante, se alcanza un punto en el sólido, el cual, con un cierto ángulo, deja de deformarse, diferenciándose de los fluidos, los cuales nunca dejan de deformarse, véase figura 2.1.

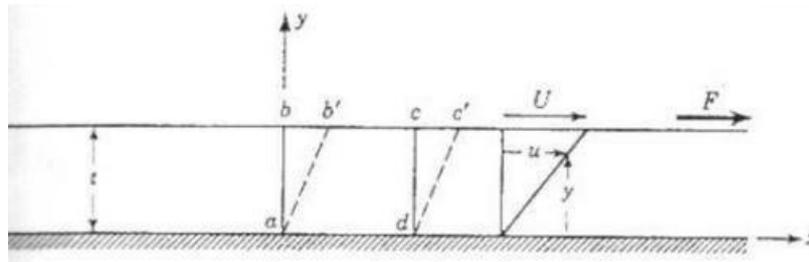


Figura 2. 2. Esfuerzo cortante en un fluido [6]

En la figura 2.2 se muestra un elemento fluido que cambia su manera caracterizada cuando se somete a un esfuerzo cortante, el cual se obtiene mediante la siguiente formulación:

$$\tau = \frac{F}{A}$$

donde  $F$  es la fuerza que causa que la velocidad  $U$  de la Figura 2.2 sea uniforme y  $A$  es el área de la placa superior.

En el caso de los fluidos, existe una deformación continua siempre que se aplique dicho esfuerzo de corte. En algunos materiales, que se denominan plásticos (como la parafina), la deformación al corte puede presentarse dependiendo de la magnitud del esfuerzo cortante. Esfuerzos cortantes debajo de un valor determinado provocan desplazamientos similares a los de un cuerpo sólido. El valor de dicho esfuerzo de corte viene determinado por las características y el estado del material.

## 2.3. Propiedades de los fluidos

Una de las propiedades más importantes de los fluidos es la viscosidad, y es la que define el comportamiento reológico del fluido. Cuando dos cuerpos se mueven uno respecto al otro, existe una propiedad que representa la resistencia interna de un fluido al movimiento o la fluidez, y esa propiedad se define como viscosidad. La fuerza que ejerce un fluido que se encuentra en movimiento sobre un cuerpo en la dirección del flujo se denomina fuerza de arrastre, y ésta depende en parte de la viscosidad.

La viscosidad viene dada por la siguiente expresión:

$$\tau = \mu \cdot \gamma$$

donde  $\tau$  es la tensión o esfuerzo de cizalladura,  $\mu$  el coeficiente de rozamiento y  $\gamma$  es la deformación que sufre dicho material.

Los tipos de viscosidad que puede presentar un material fluido de manera general son dos:

- *Viscosidad absoluta o dinámica* ( $\eta$ ): se define como la resistencia que el fluido opone a su deformación. Tiene gran dependencia de la temperatura, y apenas depende de la presión. La tensión de corte, definida por la letra  $\tau$ , puede definirse como la fuerza requerida para deslizar una capa con cierto área de una sustancia sobre otra capa de la misma sustancia.
  - Unidades en el S.I.: [ $\text{N} \cdot \text{s}/\text{m}^2$ ]
  - Unidades en el cgs (centímetro, gramo, segundo): [ $\text{dina} \cdot \text{s}/\text{cm}^2$ ] (Poise).
- *Viscosidad cinemática* ( $\nu$ ): es la relación entre la viscosidad absoluta  $\eta$  y la densidad de masa del fluido  $\rho$ .

$$\nu = \frac{\eta}{\rho}$$

- Unidades en el cgs (centímetro, gramo, segundo): [ $\text{cm}^2/\text{s}$ ] (Stoke).
- Unidades en el S.I.: [ $\text{m}^2/\text{s}$ ]

Los principales factores que influyen en la viscosidad son:

### 1. Temperatura

La viscosidad de los líquidos disminuye con el aumento de temperatura, mientras que la de los gases se incrementa (véase figura 2.3.). La disminución de la viscosidad con la temperatura es debida a las fuerzas de cohesión entre las moléculas y la rapidez de transferencia de cantidad de movimiento molecular. Cuando dos regiones de una sustancia se encuentran en contacto térmico, y éstas se encuentran a la misma temperatura y no tienen transporte de calor entre ellas, se produce

la condición de equilibrio térmico que establece la ley cero de la termodinámica. La ley cero de la termodinámica establece que si un cuerpo A se encuentra a la misma temperatura que un cuerpo B, y éste último posee la misma magnitud de temperatura que un tercer cuerpo C, entonces, el cuerpo A tendrá la misma temperatura que el cuerpo C.

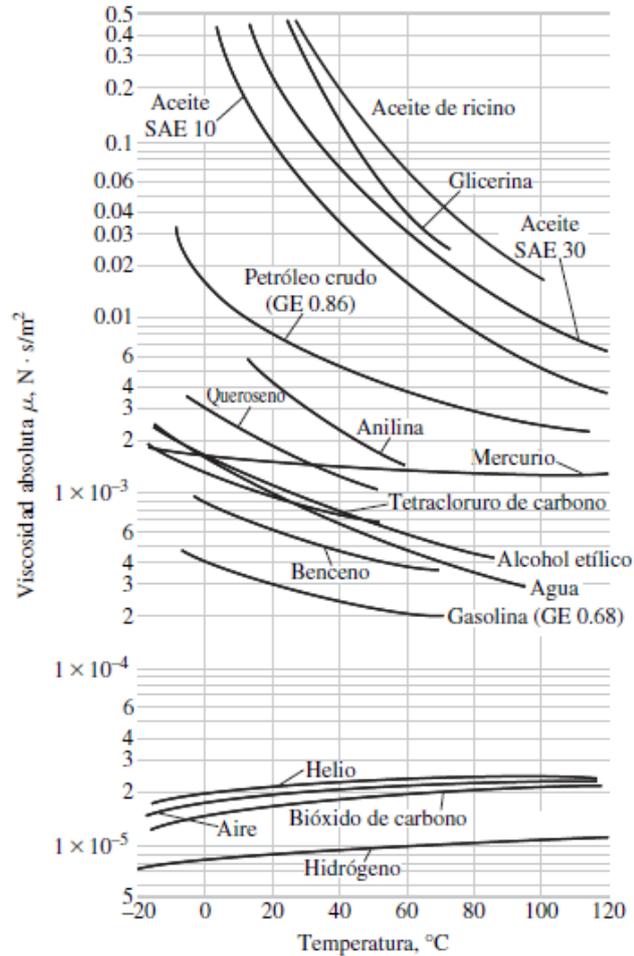


Figura 2. 3. Variación de las viscosidades dinámicas (absolutas) de fluidos comunes con la temperatura a 1 atm [3]

Las moléculas presentes en un líquido contienen fuerzas de cohesión de mayor magnitud que las que presenta un gas. Dicha cohesión es la causa más predominante de la viscosidad en líquidos. Cuando aumenta la temperatura de un líquido, aumenta la energía cinética de sus moléculas y con ello las fuerzas de cohesión disminuyen en magnitud, lo que provoca una menor viscosidad del material.

El índice de viscosidad de un fluido, conocido como “VI”, nos indica cuanto varía la viscosidad con la temperatura. Un fluido con índice de viscosidad alto muestra un cambio pequeño en su viscosidad con la temperatura, sin embargo un índice de viscosidad bajo indica un cambio grande en su viscosidad respecto al aumento de temperatura, tal y como se observa en la Figura 2.3.

## 2. Velocidad de deformación

Los fluidos se deforman con la aplicación del esfuerzo cortante  $\tau$ . La velocidad de deformación se trata de un vector que representa la dirección, sentido y magnitud de la rapidez del movimiento del fluido. Existe un caso especial, donde la velocidad es cero en todo el espacio considerado, éste caso se estudia en la estática de fluidos.

## 3. Presión

Las viscosidades de la mayoría de los líquidos no se ven afectadas por presiones moderadas, pero se han encontrado grandes incrementos a presiones sumamente elevadas. Por ejemplo, la viscosidad del agua a 10.000 atm es el doble que a 1 atm. Compuestos de mayor complejidad muestran un aumento en la viscosidad de varios órdenes de magnitud sobre el mismo intervalo de temperatura.

Para comprender mejor las propiedades del flujo, consideramos el caso general en el que fluyen dos materiales comunes. Para asignar valores a sus propiedades, se ha de recordar que a valores altos de esfuerzo aplicado, existe una mayor resistencia al flujo.

Para medir y describir el flujo de un material es necesario confinarlo, hacer que ocurra el flujo por medios mecánicos, medir la fuerza requerida para ello y convertir las fuerzas medidas a valores específicos que puedan ser comparados unos con otros.

Para medir dicho flujo, se procede a simular el confinamiento de un material entre dos platos paralelos, los cuales corresponden al viscosímetro. El principio es el siguiente: en la parte inferior nos encontramos un plato metálico, anclado a la base del viscosímetro, para evitar su movimiento. El plato anclado se encuentra cubierto por una capa muy fina del fluido del que se busca medir su viscosidad. En la parte superior, se encuentra otro plato paralelo al plato fijo, colocado sobre la superficie opuesta de la capa del fluido a una distancia "h". Para deslizar el plato superior se debe aplicar sobre él una fuerza de cizalla  $F$  (referido al movimiento paralelo de los platos, ver Figura 2.4).

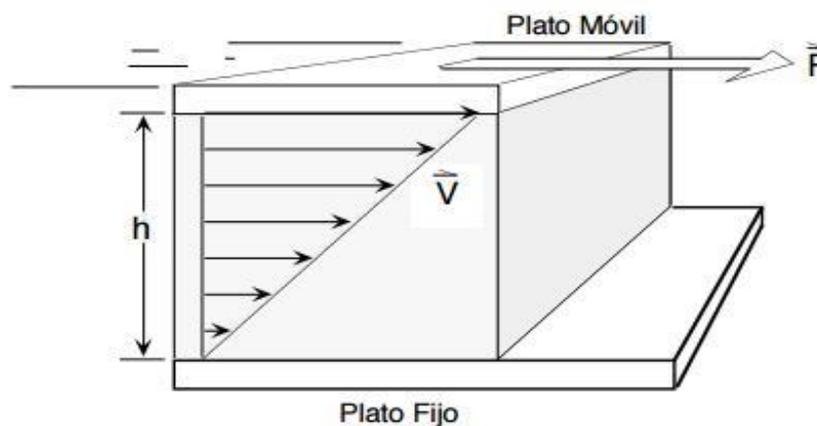


Figura 2. 4. Fuerza de cizalla entre dos platos paralelos [4].

El viscosímetro mediante una pequeña fuerza mueve el plato, a una velocidad baja. En el caso de que se quiera mover dicho plato a mayor velocidad se necesitará un esfuerzo mayor. Cuando deslizamos un sólido sobre otro, es preciso aplicar una fuerza igual en dirección y magnitud a la fuerza de rozamiento, pero de sentido opuesto:

$$F = -\mu N$$

donde  $\mu$  es el coeficiente de rozamiento,  $N$  es la fuerza normal y  $F$  la fuerza que hace que el sólido se mueva con velocidad constante  $V$ .

Mediante ensayos iniciales en el laboratorio, se observa que es más complejo mover el plato con una capa de fluido delgada que con una más gruesa. A su vez en relación al plato móvil, un plato de mayores dimensiones será más difícil de inducir el movimiento que un plato de menores dimensiones, para la misma velocidad y espesor de capa del fluido.

Debido a la acción de la fuerza externa  $F$ , el fluido que se encuentra confinado se moverá, pero con un flujo laminar que es constante por capas. Para que la placa superior se mueva con velocidad constante  $V_{m\acute{a}x}$ , la fuerza aplicada sobre ella debe oponerse a la fuerza viscosa del fluido, la cual representa la resistencia del fluido al movimiento. La capa de fluido en contacto con la placa se mueve con su misma velocidad ( $V_{m\acute{a}x}$ ) y la capa de fluido en contacto con la placa inferior permanecerá en reposo. Así, se observa que la porción de fluido a-b-c-d fluiría a una nueva posición a-b'-c'-d (Figura 2.5).

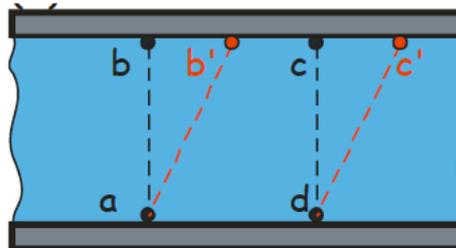


Figura 2. 5. Movimiento del fluido debido a un esfuerzo cortante [8].

Experimentalmente se puede demostrar que la fuerza externa  $F$  es proporcional al área de la placa de arriba y a la velocidad máxima  $V_{m\acute{a}x}$  del fluido, mientras que es inversamente proporcional a la distancia entre las placas ( $h$ ):

$$F = \eta \frac{A V_{m\acute{a}x}}{h}$$

donde  $\eta$  es la viscosidad del fluido,  $A$  es el área de la placa superior y el término  $(\frac{V_{m\acute{a}x}}{h})$  representa la rapidez de deformación del fluido.

En términos de energía, la energía cinética asociada al flujo del fluido puede ser transformada en energía interna por fuerzas viscosas. Cuanto mayor sea la viscosidad, más grande será la fuerza externa que es preciso aplicar para conservar el flujo con velocidad constante.

Como la distancia entre placas ( $h$ ) es muy pequeña y la velocidad ( $V_{m\acute{a}x}$ ) tiene una magnitud también pequeña, se puede aproximar la ecuación anterior a [17]:

$$\frac{F}{A} = \eta \frac{\Delta V}{\Delta h}$$

Mientras en el límite se puede aproximar:

$$\frac{F}{A} = \eta \frac{dV}{dh}$$

El esfuerzo de cizalla  $\tau$  es proporcional a la rapidez de deformación para el flujo unidimensional de un fluido, junto con la constante de viscosidad ( $\eta$ ), parámetro característico de cada fluido. Cuando el valor de  $\eta$  es cero, se dice que el fluido es “no viscoso”. Si además, el fluido es incompresible, se dice que es un “fluido ideal”. Como ejemplos de fluidos muy viscosos existen la melaza, la miel y la brea. El agua es un ejemplo de fluido con viscosidad muy pequeña.

Por lo tanto, la ecuación resultante para el transporte de impulso unidireccional inestable es:

$$\tau = \frac{F}{A} = \mu \frac{\partial v}{\partial z}$$

donde  $\mu$  el coeficiente de rozamiento,  $\partial v$  el diferencial de la velocidad y  $\partial z$  es el diferencial que representa la distancia. Esta ecuación es la denominada Ley de Newton de la viscosidad en una dimensión.

## 2.4. Tipos de fluidos

Los fluidos se clasifican de manera general entre fluidos Newtonianos y no Newtonianos. Un fluido Newtoniano es aquel que cumple que el esfuerzo de cizalla es proporcional a la velocidad de deformación. Sin embargo, los fluidos no Newtonianos son aquellos que, al representar una curva de velocidad de deformación frente al esfuerzo cortante, la relación es no lineal.

En cuanto a su estructura, los fluidos se clasifican en simples o estructurados. Los materiales fluidos por definición son sistemas los cuales fluyen cuando se les aplica una tensión, mientras que los fluidos estructurados contienen partículas o gotas de un fluido en un líquido inmiscible suspendido en un fluido portador. Hay muchos tipos de fluidos: sustancias puras, mixtas, dispersiones y soluciones, estando todas ellas dentro de la categoría de fluidos simples o estructurados. Cada uno de ellos tiene un único comportamiento cuando se encuentra bajo una tensión.

Muchos factores afectan a la estabilidad de la estructura de los fluidos, la viscosidad de la fase líquida en dispersión normalmente juega un importante papel en las propiedades del fluido y del material. Las dispersiones tienen amplias variaciones dependiendo del tamaño de la partícula, la forma, la concentración y alguna atracción con la fase continua, en la cual se encuentran suspendidas. Cuando existe una repulsión electrostática entre partículas éstas no se asientan rápidamente, en lugar de formar una estructura en red, la cual estabilizaría la suspensión. Destacar que incluso el movimiento Browniano y el cizallamiento pueden destruir su delicada estructura y variar su viscosidad.

La estructura de los fluidos no obedece una simple relación lineal entre tensión aplicada y flujo, dicho comportamiento no lineal se muestra en la figura 2.6 para suspensiones de partículas de látex, donde la viscosidad aumenta en mayor proporción dependiendo de la concentración de partículas. Se observa que, a mayor concentración, aumenta más la viscosidad.

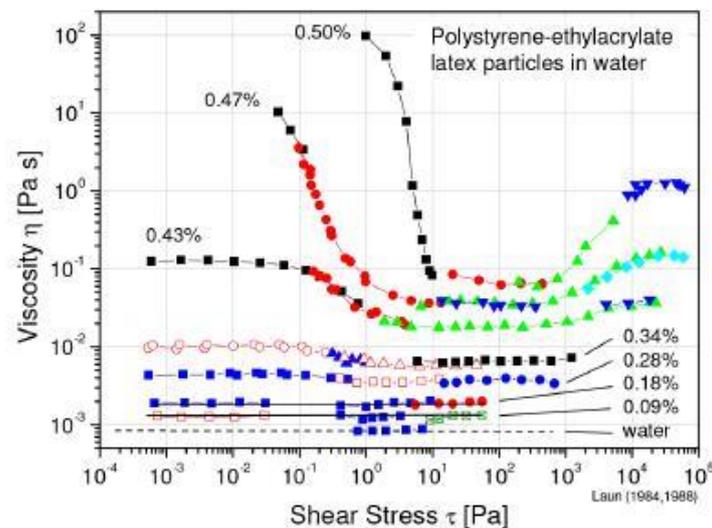


Figura 2. 6. Viscosidad de un fluido estructurado en función de la velocidad de cizallamiento y la concentración de partículas [6].

En la figura 2.6 se observa que a altas concentraciones, la viscosidad a bajas velocidades de cizallamiento es muy pequeña, lo que indica que el material es flexible.

En los siguientes apartados 2.4.1 y 2.4.2, se profundizará sobre la clasificación general de los fluidos, poniendo especial hincapié sobre un tipo de fluido no Newtoniano (reo-espesante, también conocido como dilatante), que es el fluido sobre el que se realiza el estudio de su comportamiento en este proyecto.

## 2.4.1. Fluidos Newtonianos

Un fluido Newtoniano es aquel fluido que sometido a un esfuerzo tangencial o cortante, se deforma a una velocidad proporcional al esfuerzo aplicado (Figura 2.7). Lo que significa, que el fluido se pondrá en movimiento sin importar la pequeña magnitud del esfuerzo tangencial aplicado y se generará una cierta distribución de velocidad en el fluido.

Los fluidos más comunes tales como el agua, el aire y la gasolina son Newtonianos en condiciones normales.

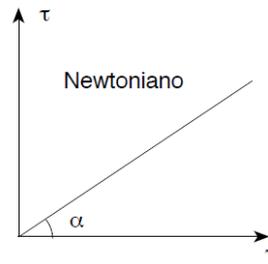


Figura 2. 7. Gráfica esfuerzo de cizallamiento frente a velocidad de cizallamiento para un fluido Newtoniano [7].

## 2.4.2. Fluidos no Newtonianos

Un fluido no Newtoniano es aquel cuya viscosidad varía en función de la temperatura y la tensión cortante a la que se encuentra sometido. En los fluidos no-Newtonianos la temperatura tiene gran importancia, debido a que pequeñas variaciones de temperatura pueden modificar en gran medida el comportamiento reológico de un fluido de este tipo. La temperatura varía su viscosidad con la presión; en aceites por ejemplo, el incremento de viscosidad sigue aproximadamente una función exponencial respecto a la presión (un ejemplo es el factor a ser tomado en cuenta en el diseño de rodamientos).

Un fluido no Newtoniano no tiene un valor de viscosidad definido y constante, a diferencia de un fluido Newtoniano. La gran mayoría de fluidos no Newtonianos que tienen aplicaciones en problemas de ingeniería son independientes del tiempo. Se pueden clasificar cuatro tipos de fluidos no-newtonianos (Figura 2.8).

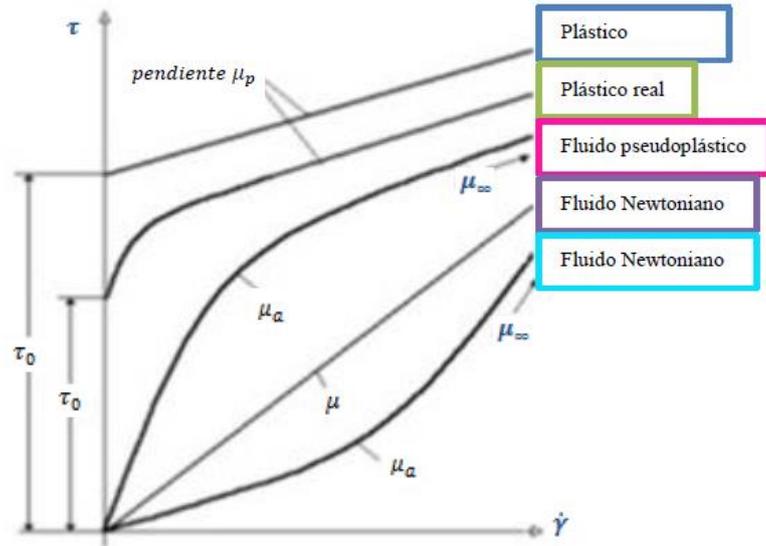


Figura 2. 8. Clasificación fluidos. Esfuerzo de cizallamiento frente a velocidad de cizallamiento [8].

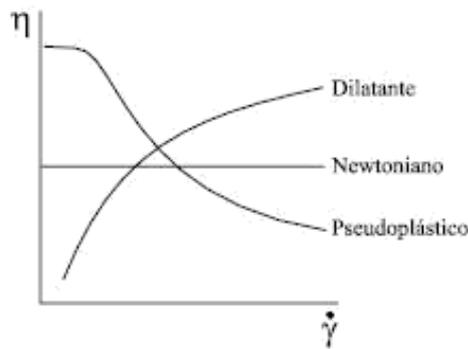


Figura 2. 9. Clasificación de fluidos. Viscosidad frente a velocidad de cizallamiento [9].

El comportamiento de los fluidos indicados en las figuras 2.8 y 2.9, suele expresarse de forma generalizada mediante las siguientes ecuaciones:

$$\tau = \frac{\delta u}{\delta y} \quad \text{ó} \quad \tau = \eta \frac{d\gamma}{dt} \quad \text{ó} \quad \tau = f(\dot{\gamma})$$

Donde:

- $\delta u$ : derivada de la velocidad V con la que se mueve un fluido al estar sometido a un esfuerzo
- $\delta y$ : derivada de la distancia de la capa del fluido
- $\eta$ : constante viscosidad fluido
- $dt$ : derivada del tiempo
- $d\gamma$ : derivada velocidad de cizallamiento
- $\tau$ : tensión cizallamiento

Los fluidos no Newtonianos son aquellos que no cumplen la ley de Newton, y se pueden clasificar de manera general en tres grandes grupos:

- Materiales cuya ecuación, la cual que relaciona  $\tau$  frente a  $\dot{\gamma}$ , no es lineal:  $\tau = \tau(\dot{\gamma})$
- $\tau$  es una función más o menos compleja de  $\dot{\gamma}$ , y eventualmente del tiempo  $\tau = \tau(\dot{\gamma}, t)$
- El comportamiento reológico es el resultante de un sistema fluido, siendo éste Newtoniano o no, y un sistema elástico (es el caso de los fluidos viscoelásticos).

Además, estos grupos anteriormente citados son ideales, pues con frecuencia existen fluidos reales complejos que son combinaciones de varios modelos reológicos.

Es importante tener en cuenta que en los fluidos no-Newtonianos no puede utilizarse el término *viscosidad* como tal por dos principales causas:

- La consistencia (concepto que relaciona el esfuerzo de corte con la deformación), depende de la presión tangencial, por lo que no es constante y puede ir variando en amplios límites; al contrario que la viscosidad que siempre es constante.
- La consistencia tiene dimensiones diferentes a la viscosidad, ya que en esta no se cumple la ecuación de viscosidad (ley de Newton):  $\eta = \tau/\dot{\gamma}$ .

Debido a estas causas, los fluidos no-Newtonianos se caracterizan por los reogramas, donde se representa de forma gráfica su comportamiento o bien sus parámetros reológicos, que son las constantes de la ecuación que definen su comportamiento. Dichos reogramas y parámetros reológicos se obtienen a partir de datos experimentales. De manera general para obtener el comportamiento de dichos materiales, en primer lugar se traza el reograma, buscando un sistema que permita la linealización, y a partir de los gráficos se buscan los parámetros reológicos.

En este tipo de materiales fluidos, se utiliza con frecuencia el término de *viscosidad aparente*, que se representa como la viscosidad que tendría un fluido newtoniano cuya recta pasase por el mismo punto A y el origen, como se aprecia en la figura 2.10.

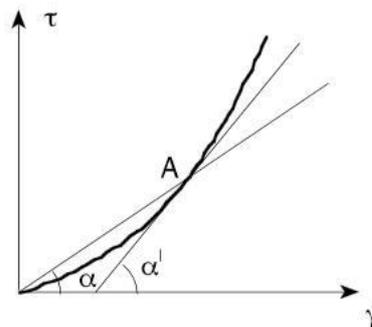


Figura 2. 10. Reograma de un fluido. Diferencia entre viscosidad aparente y diferencial [7]

En la figura 2.10 aparece la representación gráfica de  $\tau$  frente al parámetro  $\dot{\gamma}$  de un fluido Newtoniano A, el cual tiene como pendiente la viscosidad ( $\eta$ ):

$$\eta = \tan(\alpha)$$

, mientras que su fluidez se define con la expresión:

$$\frac{1}{\eta} = 1/\tan(\alpha)$$

La viscosidad aparente viene dada por la ecuación:

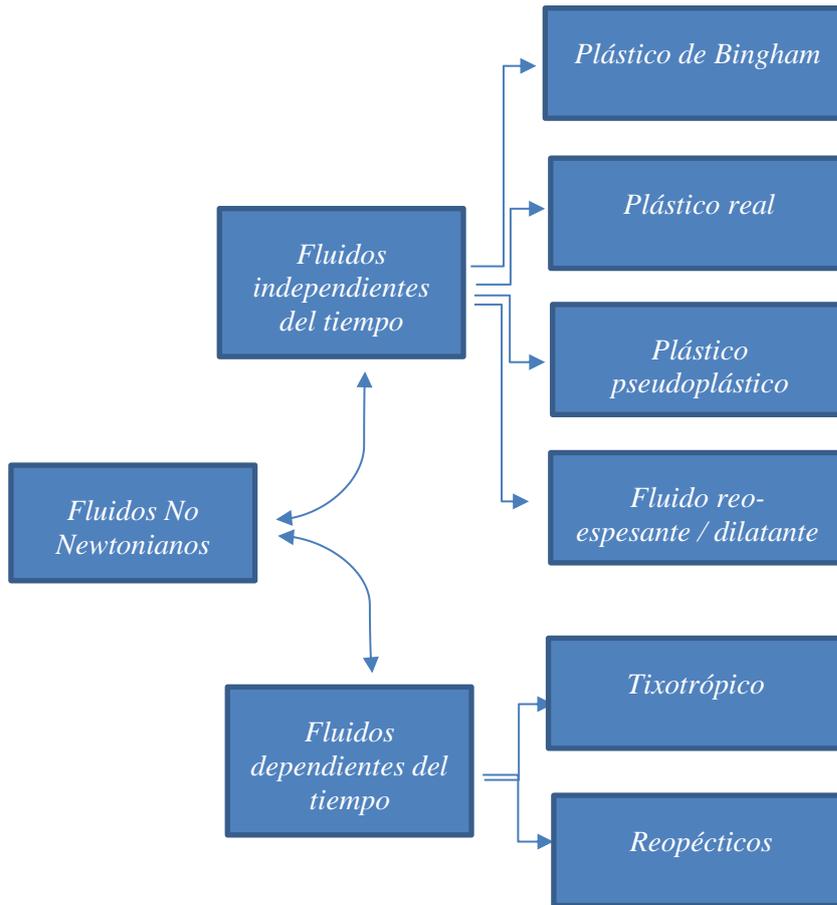
$$\eta_{ap} = \tan(\alpha).$$

El parámetro de viscosidad aparente, da lugar a muchos errores, por lo que cabe destacar que no conviene utilizar ciertos aparatos de medición para fluidos no Newtonianos.

Otro concepto importante utilizado en los fluidos no-Newtonianos es el de *viscosidad diferencial*,  $\eta_{dif}$ , la cual viene dada por el ángulo que forma la tangente a la curva con el eje de abscisas ( $\alpha'$ ) como se puede observar en la figura 2.10. La viscosidad diferencial se obtiene mediante la siguiente ecuación:

$$\eta_{dif} = \tan(\alpha')$$

Una vez introducidas las características generales de los fluidos no Newtonianos, se detallan cada uno de los tipos de fluidos que aparecen representados en la figura 2.10, cuya clasificación de manera esquemática es la siguiente:



### a) Fluidos no Newtonianos dependientes del tiempo

Dentro de los fluidos no Newtonianos, existen fluidos más complejos que no sólo dependen de la velocidad de deformación, sino también del tiempo durante el cual actúa la tensión tangencial. Se los clasifica en dos grupos principales:

#### 1. Fluidos tixotrópicos

Para muchos materiales fluidos, la viscosidad es principalmente independiente del tiempo, y se encuentra en función de la temperatura y la velocidad de cizallamiento. Para dispersiones concentradas, su viscosidad no llega a un valor constante para algunos tiempos después de la aplicación del esfuerzo o velocidad de cizallamiento. La tixotropía normalmente ocurre en circunstancias donde el fluido es de reología pseudoplástica (en el sentido de que los niveles de viscosidad disminuyen al aumentar la velocidad de cizallamiento).

Este estado estacionario es dependiente de la estabilización de redes de estructura interna que pueden ser desglosadas por el cizallamiento, y requieren tiempo para reconstruirse. Uno de los valores en la meseta de la curva de la viscosidad en estado estacionario se alcanza si se ha establecido un equilibrio entre la descomposición de la estructura y su recomposición. Al cesar la velocidad de cizallamiento, la

cual causa la rotura en las redes internas del fluido, el material se reforma y la viscosidad se recupera como se observa en la figura 2.11. El término para describir este tipo de fenómenos se denomina tixotropía. En el estudio de estos materiales puede ser una ventaja para la destrucción de la estructura de la red en su totalidad a través del cizallamiento del material

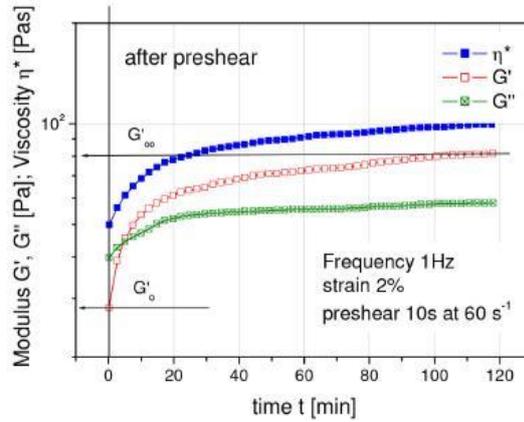


Figura 2. 11. Estructura de acumulación después de aplicar un esfuerzo monitoreado con una pequeña prueba oscilatoria de amplitud [10].

La viscosidad del material tixotrópico no sigue el mismo camino en el desglose de ruptura y posterior recuperación, como en el caso del SFT. En muchos casos cuando la velocidad de cizallamiento es lenta, el ciclo de retraso de la tensión forma un ciclo de histéresis, el cual vuelve a un punto por debajo de los valores críticos de tensión de cizallamiento.

El ciclo de histéresis es el fenómeno por el cual un material presenta un estado de evolución que no depende solo de la causa que lo provoca, sino también de sus estados anteriores Tal y como se muestra en la figura 2.12, el área entre el ciclo de histéresis representa la energía consumida en una estructura descompuesta.

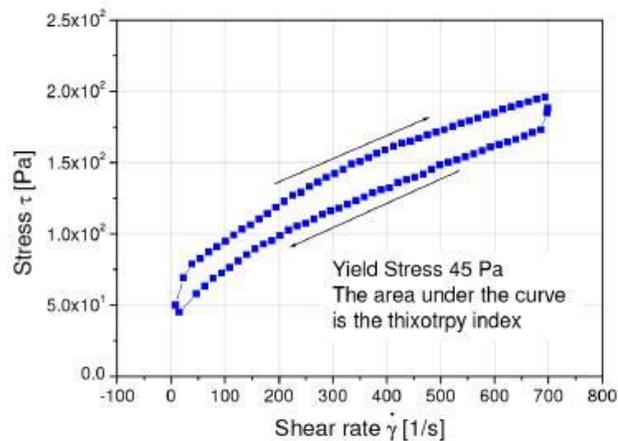


Figura 2. 12. Ciclo de histéresis en un material tixotrópico [10].

b) *Fluidos reopéticos o negativos tixotrópicos*

Mientras que la viscosidad de un fluido tixotrópico disminuye con el tiempo bajo un régimen constante de velocidad de cizallamiento, un fluido reopético incrementa su viscosidad cuando se impone un esfuerzo de cizallamiento. Un ejemplo de fluido reopético, puede ser una suspensión densa de partículas de látex que se gelifican cuando se encuentra agitado. Si se permite el reposo este tipo de material volvería a su viscosidad original. Este tipo de comportamiento normalmente se encuentra asociado a un fluido reo-espesante.

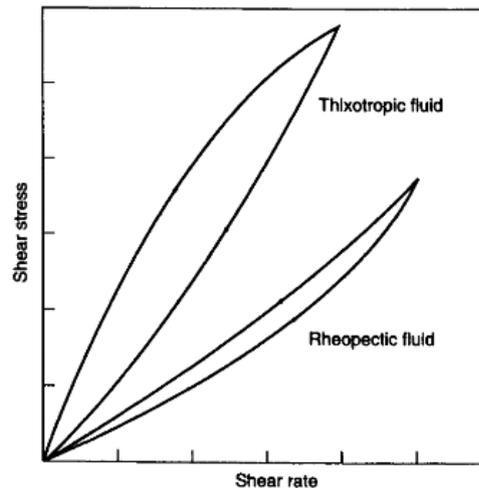


Figura 2. 13. Gráfica del esfuerzo de cizalla frente a la velocidad de cizallamiento, en fluidos no Newtonianos dependientes del tiempo [11]

La curva de la velocidad de cizallamiento frente al esfuerzo de cizalla aplicado sobre el material, sirve como herramienta para obtener el ciclo de histéresis propio de este tipo de fluidos dependientes del tiempo. Si se mide la curva de flujo en un único ensayo, en el cual la velocidad de cizallamiento es estable y se va aumentando constantemente desde un valor inicial cero hasta un valor máximo, descendiendo posteriormente al mismo valor inicial de nuevo, se obtiene el ciclo de histéresis mostrado en la figura 2.13. La altura, la forma y el área encerrada del ciclo de histéresis que se obtiene en este tipo de gráficas, se encuentran directamente relacionados con la duración del cizallamiento aplicado.

Sin embargo, la curva de viscosidad frente a la velocidad de cizallamiento forma a su vez un ciclo de histéresis y ésta puede repetirse de manera indefinida. Esto lleva a distinguir entre el comportamiento de un material reopético verdadero o aparente (fluidos que cambian física o químicamente respectivamente), mientras que un esfuerzo de cizalla se impone, éstos experimentan un aumento de la viscosidad. Dichos cambios, sin embargo, no son reversibles y por lo tanto no representan la verdadera reopexia.

### c) *Tiempo dependiente- fluencia y recuperación de fluencia*

La tensión y la velocidad de deformación dependen del comportamiento del material. Existen una gran cantidad de materiales dependientes del tiempo. Los materiales Newtonianos responden inmediatamente cuando se les aplica una tensión de entrada o una velocidad de deformación. Cuando una tensión es impuesta sobre un denominado material viscoelástico, éste no responde inmediatamente con fluido constante, a pesar de que la tensión puede estar suficientemente por encima de la tensión o límite del punto crítico. Tras el cese de la tensión aplicada, este tipo de material recupera su estado original, pero lentamente, y normalmente de manera incompleta. Este tipo de comportamiento se conoce con el término de fluencia. La fluencia suele estudiar los límites de tensión de los materiales.

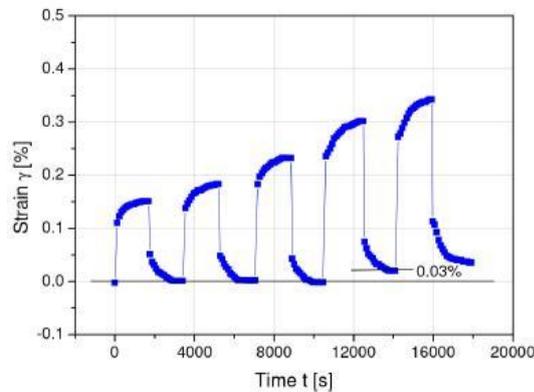


Figura 2. 14. Series de test de fluencia para determinar el punto límite [12].

En la figura 2.14, se muestran un número de estudios de fluencia con sus correspondientes recuperaciones, teniendo en cuenta que se realiza con niveles de tensión de forma incremental, es decir aplicando magnitudes cada vez más altas. La gráfica expone una tensión constante, seguida de un periodo donde no se aplica ningún tipo de tensión y se produce la recuperación del material. Por debajo de la tensión de fluencia el comportamiento del material es como un sólido, con recuperaciones completas. Cuando el material no se recupera por completo, el mismo alcanza su límite de elasticidad

#### 1. *Plástico Bingham o ideal*

Los fluidos plásticos son aquellos que requieren de un esfuerzo inicial  $\tau_0$  para que se inicie su deformación.

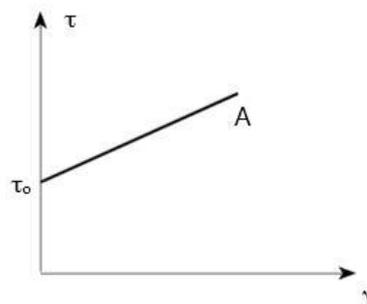


Figura 2. 15. Reograma de un fluido plástico [7]

En la figura 2.15 se puede observar el reograma correspondiente al comportamiento de un fluido con comportamiento plástico lineal. En este caso, si la tensión de cortadura es inferior a  $\tau_0$ , el material se comporta como un sólido. Si es superior a  $\tau_0$ , se comportará como un fluido Newtoniano. Este tipo de fluido no Newtoniano, es el denominado *fluido plástico ideal o de Bingham*, donde la ecuación correspondiente a la ley de Newton se transforma en la de Bingham:

$$\tau = \tau_0 + \eta \cdot \dot{\gamma}$$

Esta ecuación corresponde a muchas suspensiones concentradas de sólidos.

## 2. Plástico real

Son sustancias que no fluyen hasta la tensión de fluencia y posteriormente presentan una zona de viscosidad variable que disminuye con el incremento de la velocidad de deformación, hasta alcanzar un valor asintótico constante  $\mu_\infty$ .

## 3. Fluido pseudoplástico

Este tipo de comportamiento corresponde a fluidos que no poseen tensión de cortadura umbral, lo que significa que no poseen una tensión de fluencia para que comiencen a deformarse (véase figura 2.16).

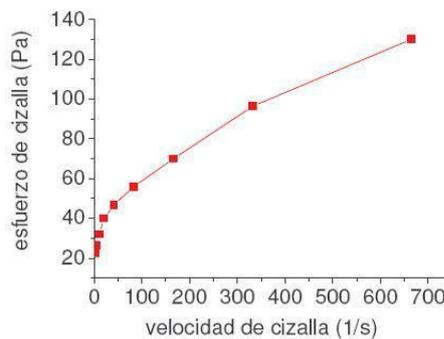


Figura 2. 16. Reograma de un fluido pseudoplástico [13].

La viscosidad medida por la pendiente de la curva correspondiente a este tipo de comportamiento,  $\tau = f(\dot{\gamma})$  es alta para bajas velocidades de deformación, y decrece con el incremento de  $\tau$  hasta alcanzar un valor asintótico  $\mu_\infty$  constante. La relación que describe este tipo de fluidos es la llamada Ley de Potencia o de Ostwald que se define por la ecuación:

$$\tau = k \dot{\gamma}^n \quad (1) \quad \text{siendo } n < 1$$

Donde  $k$  y  $n$  son parámetros constantes para un fluido particular. La constante  $k$  es una medida correspondiente a la consistencia del fluido, dicho parámetro se denomina índice de consistencia, y el exponente  $n$  es indicativo de la desviación respecto al fluido con comportamiento Newtoniano y se suele llamar índice de comportamiento.

La viscosidad aparente de esta clase de material fluido se obtiene según anterior ecuación (1). Cuando el fluido se modeliza con la ley de Potencia, el coeficiente de viscosidad aparente reemplazando en la ecuación (1) resulta:

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

La ley de Ostwald tiene un defecto, y es que cuando  $\dot{\gamma} \rightarrow 0$  la viscosidad aparente  $\mu_a \rightarrow \infty$ , lo que es imposible. Además, la constante de consistencia,  $k$ , depende del término  $n$ , el cual no se mantiene constante en ciertos intervalos de flujo. A pesar de estos pequeños inconvenientes, este modelo de la ley Potencial es muy útil para resolver problemas como el tratamiento de flujos en tuberías. Otros modelos que permiten modelizar con mayor aproximación el comportamiento de este tipo de fluido y que superan las carencias de la ley potencial son [15]:

Ley de Prandtl	$\tau = A \sin^{-1}\left(\frac{\dot{\gamma}}{C}\right)$
Ley de Eyring	$\tau = \frac{\dot{\gamma}}{B} + C \sinh\left(\frac{\tau}{A}\right)$
Ley de Powell-Eyring	$\tau = A\dot{\gamma} + B \sinh^{-1}(C \dot{\gamma})$
Ley de Williamson	$\tau = \frac{A\dot{\gamma}}{B+\dot{\gamma}} + \mu_{\infty} \dot{\gamma}$

Donde A y B son parámetros que corresponden a las características de cada uno de los fluidos en particular.

El uso de ley potencial para el análisis de fluidos pseudoplásticos es útil para muchas aplicaciones de ingeniería. Existen otras aproximaciones para modelizar este tipo de fluido, las cuales conducen a análisis más complejos debiendo recurrir a programas computacionales muy elaborados que se basan en leyes empíricas obtenidas a partir de mediciones de las propiedades viscosas del fluido.

A continuación, en los apartados 2.4.3. y 2.4.4. se describe de manera más específica el fluido no Newtoniano estudiado en este proyecto, el fluido reo-espesante, describiendo su comportamiento reológico y algunas de las aplicaciones más importante en el ámbito de la ingeniería.

## 2.4.3. Fluido reo-espesante

Un fluido dilatante, también conocido como fluido reo-espesante (a partir de ahora Shear Thickening Fluid, STF), esta clasificación de fluidos son una nueva clase de los fluidos no Newtonianos, que han sido objeto de una amplia corriente de investigación, debido a sus aplicaciones en el ámbito de la ingeniería.

Son suspensiones en las que se produce un aumento de viscosidad con la velocidad de deformación, es decir, aumentará el esfuerzo cortante con la velocidad. En la figura 2.17 se observan las curvas de fluidez y viscosidad frente a la velocidad de deformación características de este tipo de material.

Los STF al igual que los pseudoplásticos no tienen una tensión de fluencia inicial y éstos son menos comunes que los fluidos pseudoplásticos. Ejemplos de fluidos los cuales exhiben este comportamiento son la manteca, las arenas movedizas y las suspensiones de almidón.

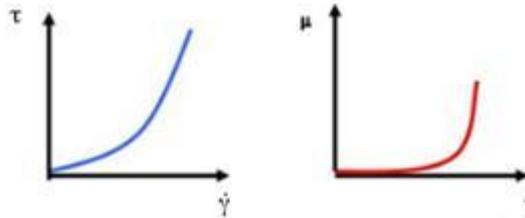


Figura 2. 17. Curvas fluidez y viscosidad para un fluido dilatante. [12]

STFs poseen una reología única donde, a diferencia de los fluidos Newtonianos cuya viscosidad puede ser descrita por un valor fijo, y la resistencia de los fluidos es proporcional a la rapidez con la que está siendo forzado a fluir. Poseen una alta viscosidad no lineal dependiendo de la velocidad de cizallamiento. Típicamente, comenzando desde el reposo, la viscosidad del fluido aumentará con la velocidad de cizallamiento, pero en un punto crítico comenzará a espesar hasta parecerse a un sólido rígido. Dicha transición puede ser instantánea, en ese caso se trataría de un STF discontinuo, o puede ocurrir gradualmente con el incremento de la velocidad de cizallamiento, caso de un STF continuo.

Este tipo de materiales, se tratan como suspensiones altamente concentradas de partículas coloidales dispersas en un líquido base. Los coloides son las partículas de muy bajo diámetro que son responsables de la turbidez o del color del agua superficial. Las circunstancias particulares y la severidad del STF dependen del volumen de la fase, la distribución del tamaño de la partícula y de la fase continua de viscosidad.

Algunos materiales pueden ser usados en la fase sólida, como cerámicos tales como sílice y aluminosilicatos siendo los más comunes. Muchas geometrías de partículas han sido empleadas con éxito, con tamaños que van desde decenas de nanómetros hasta más de una micra. A menudo, las partículas son tratadas para promover la estabilidad en altas fracciones de volumen usadas en muchos STFs, los cuales pueden ser más del 60 %. Las bases de líquido empleadas son generalmente no volátiles, para incrementar la vida en servicio de las suspensiones, pero debe ser más importante

elegirlas de tal manera que la suspensión estable sea formada con el sistema de partículas. Los fluidos típicos son polímeros de bajo peso molecular como polietilenglicol, polipropilenglicol, y aceite mineral.

## 2.4.4. Mecanismo del STF

Existen dos teorías que explican el mecanismo del STF de los fluidos reo-espesantes: la teoría del “orden-desorden” y “hydroclustering”.

Hoffman realiza el estudio pionero sobre la micro mecánica del STF, el cual se convierte en la base de la teoría del “orden-desorden”. Hoffman propone que por debajo de la velocidad de cizallamiento crítica, las partículas en suspensión se encuentran empaquetadas en un orden hexagonal. Después de la velocidad de cizalla crítica, el empaquetamiento de partículas se encuentra en desorden. La transición desde las partículas ordenadas a desordenadas causa un drástico incremento de la viscosidad del fluido.

La teoría de “hydroclusters” fue introducida inicialmente por Bardy con suspensiones dinámicas de Stoke. Dicha teoría se basa en la dispersión de neutrones, en test reológicos y reo-ópticos mediante simulaciones por ordenador. El mecanismo de los “hydroclusters” surge de las iteraciones de partículas en la suspensión líquida. Bajo la presión producida por el esfuerzo que sufre el fluido, las partículas tienen contacto entre ellas, produciendo un aumento de las fuerzas hidrodinámicas.

Haciendo referencia al estado de las partículas del SFT, en reposo estas se encuentran suspendidas en el fluido reo-espesante, con todas las partículas moviéndose al azar debido al movimiento Browniano (movimiento aleatorio que se observa en algunas partículas microscópicas que se hallan en un medio fluido). Esta disposición al azar de las partículas durante su estado de reposo es la que aumenta la viscosidad. A medida que se aplica la cizalla a la muestra del material, las partículas comenzarán a fluir de una manera controlada y ordenada, esto se produce debido a mínimas iteraciones de las partículas mientras fluyen (véase figura 2.18). La velocidad de cizallamiento incrementa las fuerzas con las que dichas partículas se encuentran fluyendo, superando las fuerzas termodinámicas para mantener las separadas, formándose de esta manera grandes racimos hidroeléctricos. Estos racimos hidroeléctricos, denominados “hydroclusters” (véase tercera imagen de la figura 2.18), poseen una resistencia mucho más alta al flujo de las partículas individuales, lo que se manifiesta con un aumento de la viscosidad. Una vez las fuerzas de deslizamiento son extraídas de la muestra, las fuerzas termodinámicas partículas tales como el movimiento Browniano redispersan las partículas y la viscosidad vuelve a su nivel original.

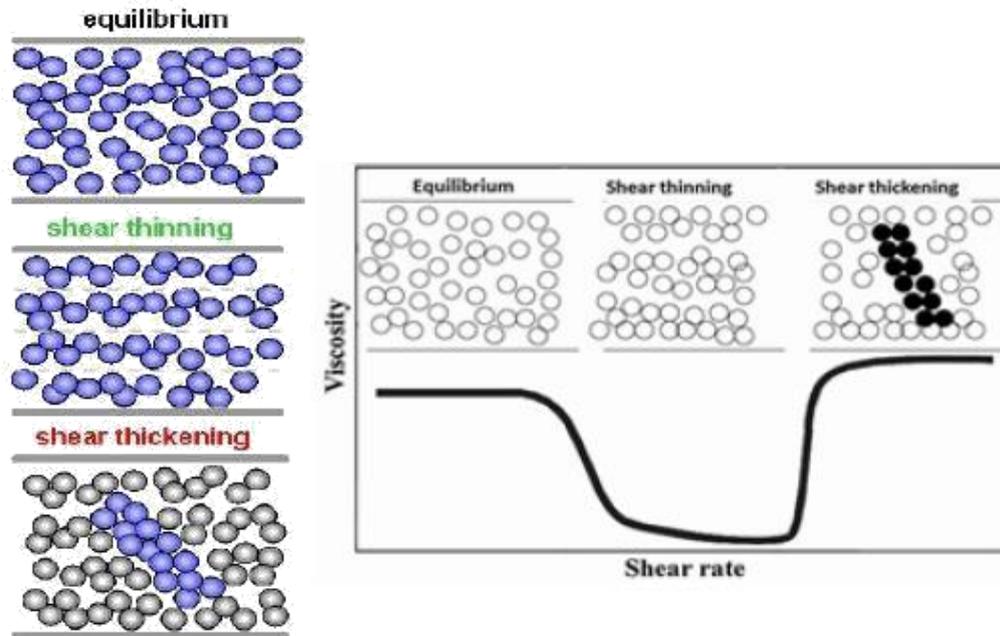


Figura 2.18. Representación de la viscosidad vs velocidad de cizalla y su influencia en las partículas del fluido [14],[15].

Este fenómeno de dilatancia se da en suspensiones altamente concentradas de partículas en un líquido, por ejemplo arena en agua. Si la suspensión se encuentra en reposo, el espacio existente entre las partículas es mínimo. A bajas velocidades de cizalla la fricción entre partículas es mínima ya que el fluido actúa como lubricante. Si a continuación se aplica un esfuerzo, el empaquetamiento de partículas se altera y los huecos entre las partículas que se encuentran dispersas incrementan. Cuando se aumenta la velocidad de cizalla, el movimiento de las partículas respecto a otras incrementa el espacio entre estas, lo que causa un progresivo incremento de la fricción entre dichas partículas como consecuencia de una lubricación insuficiente. Por lo tanto, el comportamiento de este fluido dilatante o STF, puede explicarse como una consecuencia de su “dilatación” al incrementar la velocidad de cizalla [Ferguson y Kemblowski, 1991].

## 2.4.5. Efectos de las partículas en las suspensiones de fluido reo-espesante

Los STF son obtenidos mediante suspensiones compuestas de partículas sólidas en líquidos apropiados. Ya que el comportamiento del STF depende del comportamiento de las partículas, éstas tienen una fuerte influencia en las características de la suspensión. Los efectos de las partículas que influyen en el comportamiento de la suspensión son:

- **Fracción del volumen de partícula**

El volumen de fracción de la partícula es definido como la fracción del volumen total por el volumen de la partícula, y este es el parámetro más importante en el comportamiento del espesamiento del fluido reo-espesante. Este indica que por encima de un volumen de fracción del 0.5, el comportamiento del

fluido cambia drásticamente con el cambio de la velocidad de cizallamiento. La velocidad crítica de cizallamiento define el comienzo del salto de aumento de viscosidad característica del STF, siendo dicho salto de viscosidad menor con el incremento del volumen de partículas, véase figura 2.18.

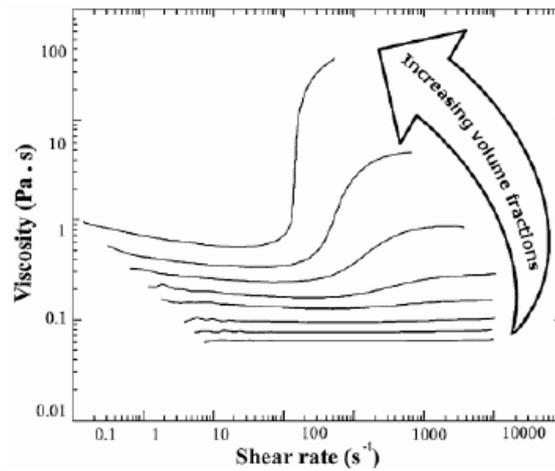


Figura 2. 18. Efecto de la fracción de volumen de partícula en la viscosidad del STF [15]

- *Forma de partícula*

La forma de la partícula es otro parámetro que tiene efecto en las características de la suspensión. El borde afilado de las partículas en suspensión causa rápidamente espesamiento, como se observa en la figura 2.19.

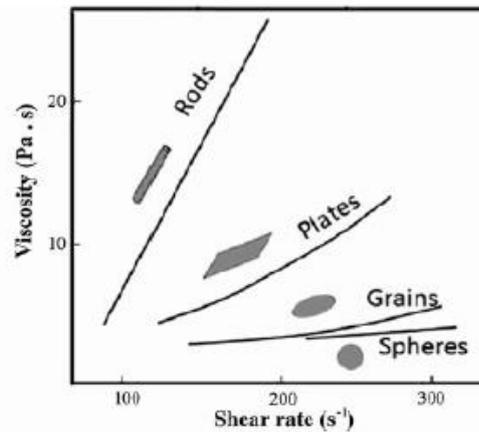


Figura 2. 19. Efecto de la forma de las partículas en la suspensión de STF [15]

- *Tamaño de partícula*

El tamaño de la partícula también es un parámetro importante en el comportamiento del STF. El tamaño de la partícula incrementa con la disminución de la velocidad crítica de cizallamiento, la figura 2.20. refleja la relación entre el tamaño de la partícula y la velocidad de cizallamiento crítica.

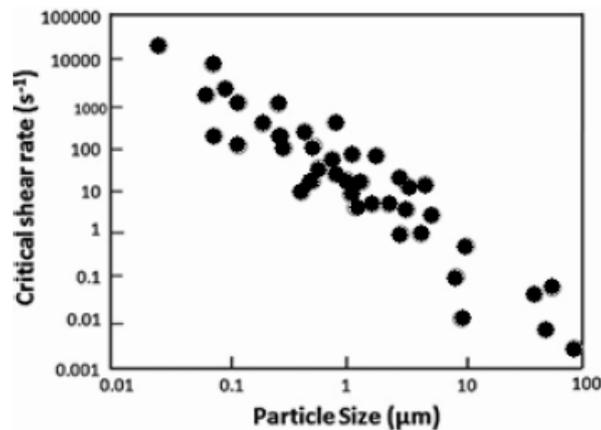


Figura 2. 20. Relación del tamaño de la partícula en la velocidad de cizalla aplicada al STF. [15]

- *Iteraciones entre las partículas.*

Las partículas en suspensión pueden ser repulsivas o neutras por efectos electrostáticos o entrópicos. Se afirma que la viscosidad de suspensiones defloculantes (se conoce como floculante, a una sustancia química que aglutina sólidos en suspensión, provocando su precipitación) son bajas a baja velocidad de cizallamiento. Este tipo de fluido muestra un comportamiento reo-espesante a altas velocidades de cizallamiento. Por otro lado, la viscosidad de suspensiones floculantes aumenta a bajas velocidades de cizallamiento, mostrando un comportamiento pseudo-plástico a altas velocidades.

## 2.4.6. Aplicaciones fluido reo-espesante

El fluido reo-espesante tiene numerosas aplicaciones industriales. Las tres corrientes principales de la aplicación de este tipo de fluido, son incluyendo los dispositivos con adaptación a la rigidez y amortiguación, estructuras amortiguadas y los cuerpos de armadura, conocidos como “*body armor*”.

### 1. Dispositivos con adaptación a la rigidez y amortiguación

La idea básica de este modo de aplicación, es usar el STF en un amortiguador viscoelástico. Cuando se produce una determinada velocidad de deformación, la composición del fluido reo-espesante experimentará un aumento de su viscosidad y de la tensión de cizallamiento.

Existe un tipo de STF especial utilizado para la amortiguación de la suspensión de vehículos. Este tipo de STF está compuesto por nano partículas de sílice suspendidas en una solución de etileno glicol a altas concentraciones. Cuando las partículas de pentacarbonilo de hierro con diferentes fracciones de volumen son añadidas al STF se obtiene como resultado el fluido denominado “*magnetorheological shear thickening fluid*” a partir de ahora “*MRSTF*” también denominado fluido magneto-reológico. La

utilización de este tipo de fluido en suspensiones vehiculares ha supuesto un gran avance en la suspensión semiactiva de los vehículos.

Los amortiguadores magneto-reológicos son dispositivos que utilizan fluidos magnéticos que pueden cambiar sus propiedades mediante un estímulo magnético, aprovechado para proveer una rápida respuesta en el control de vibraciones (Figura 2.21).

La suspensión semiactiva desarrollada por Delphi para un vehículo automóvil, llamada “Magnetic Ride”, tenía como diferencia principal con respecto a otras suspensiones el líquido que circulaba por el interior, conteniendo aproximadamente un 40% de partículas metálicas en suspensión.

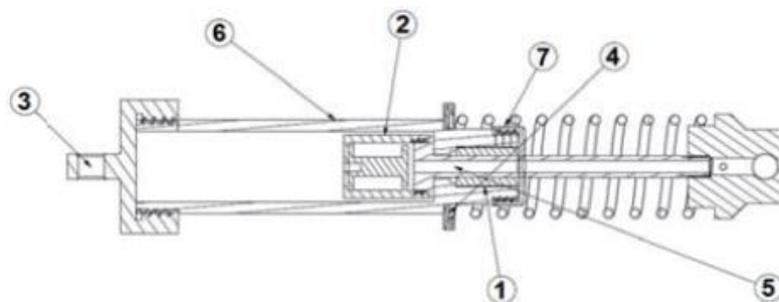


Fig. 2 Damper design. 1, Bearing; 2, Piston head; 3, Screwable cap; 4, Spring seat; 5, Piston rod; 6, Tube; 7, Tube cap.

Figura 2. 21. Partes generales que componen un amortiguador relleno de STF. [16]

## 2. Estructuras amortiguadas

Este tipo de aplicación fue diseñada para controlar la vibración de una parte estructural con el objetivo de controlar vibraciones sísmicas. La vibración suele estar causada por un terremoto o viento, de tal manera que el amortiguador debe producir la mínima fuerza de reacción cuando la parte estructural se desplaza lentamente. Este desplazamiento puede producirse como resultado de la deformación térmica del miembro estructural en sí mismo u otro conectado a él o bien debido a los esfuerzos naturales anteriormente nombrados. En las figuras 2.22 y 2.23 se muestra la disposición de dichos amortiguadores en edificios.

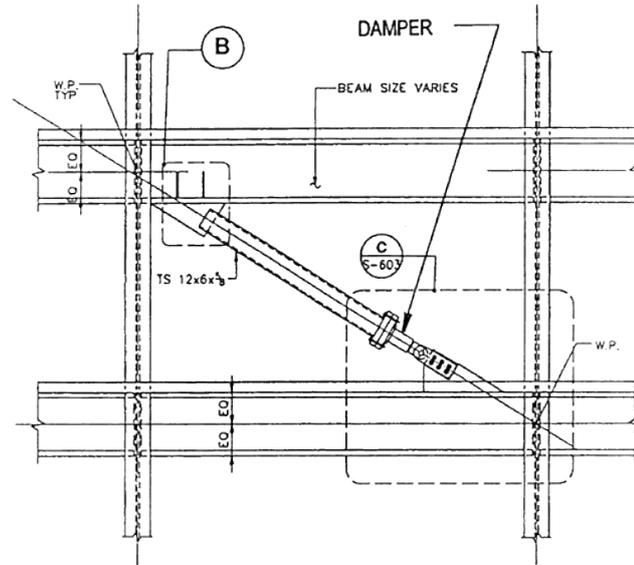


Figura 2. 22. Amortiguador en estructura de edificio. [17]

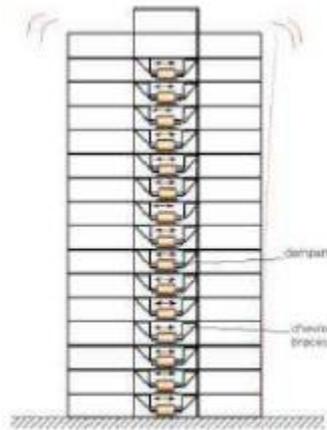


Figura 2. 23. Amortiguadores rellenos de STF para vibraciones sísmicas. [18]

### 3. *Body armor*

Una de las patentes más especiales del fluido reo-espesante en cuanto los cuerpos de armadura, es su utilización con una serie de fibras de tela en una nave espacial expansible. La combinación de este fluido reo-espesante y la tela, permite que resista que las partículas procedentes de la hipervelocidad del espacio penetren en ella [19].

Otra de las aplicaciones estudiadas del SFT, es la reología de una suspensión coloidal de polietilenglicol (PEG) basada en un SFT emulsionado con aceite de sílice [20]. Aplicaciones para tal patente se encuentran incorporadas en almohadillas deportivas, como por ejemplo protectores bucales los cuales disipan energía al sufrir un impacto, protecciones relacionadas con conmociones craneales, guantes para la reducción de las vibraciones e impactos producidos en las manos que se reciben al realizar ciertos deportes.

En cuanto al confort de este tipo compuestos que contienen gotas dispersas continuas o discretas junto con redes de SFT, también podrían utilizarse en asientos acolchados, soportes para apoyar el cuello en los automóviles y en aviones, trenes o automóviles para amortiguar colisiones y proteger en accidentes.

Una de las aplicaciones más actual, es la desarrollada por los científicos británicos de la empresa tecnológica de defensa y seguridad BAE Systems, los cuales han utilizado este fluido junto a fibras de kevlar, cuya combinación actúa como un blindaje líquido capaz de absorber los impactos de bala (Figura 2.24).

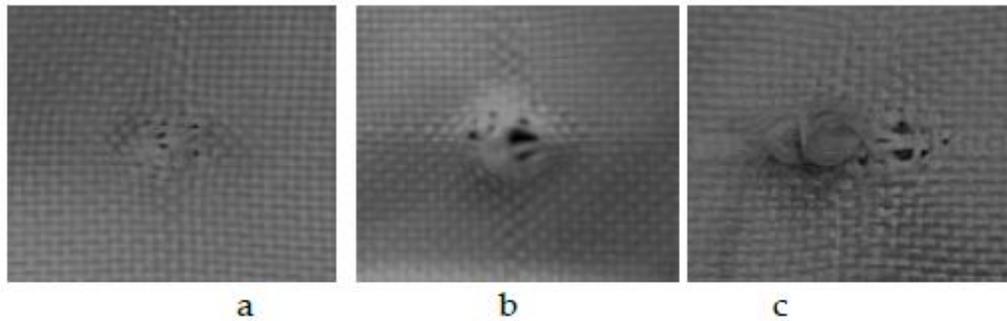


Figura 2. 24. Compuesto formado por STF junto con fibras de kevlar después de ensayos balísticos. De izquierda a derecha: (a) penetración de la bala de manera parcial a 518.40 km/h (b) penetración de la bala de manera parcial a 529.29 km/h (c) penetración de la bala por completo a 540 km/h [21]

#### 4. Seguridad vial

La compañía Badenova ha desarrollado un producto pionero en la seguridad vial. Se trata de un badén cuyo principal objetivo es servir como limitador de velocidad para vehículos en cualquier carretera. Dicho diseño se llama BIV (Baden Inteligente de Velocidad), el cual se encuentra patentado y registrado mundialmente [22].

El BIV contiene en su interior un fluido del tipo STF, en el que las partículas se encuentran en movimiento de manera habitual en estado líquido, pero en el que todas las partículas se alinean en el momento en el que reciben un impacto, pasando de manera inmediata y hasta que ese impacto termine, a un estado sólido. El líquido se puede diseñar para que actúe a diferentes velocidades.

Si el vehículo respeta el límite de velocidad, el líquido del interior del badén fluye hacia los laterales (segunda foto figura 2.25), pero si el automóvil excede de la velocidad permitida el líquido se solidifica (tercera foto 3 figura 2.25). Por ejemplo, en los dos casos instalados, en Madrid y Marbella, reacciona a partir de los 30 kilómetros por hora.



Figura 2. 25. Baden inteligente. BIV. [22]

El baden inteligente presenta numerosas ventajas en comparación con los badenes convencionales:

- Reduce el riesgo de accidentes: Al evitar el obstáculo si se circula a la velocidad permitida ante la frenada brusca al aproximarse a un badén.
- Evita lesiones. Se evitan lesiones en la espalda ocasionadas por los bruscos saltos y los cambios de altura de la vía.
- Menor contaminación. Se produce menor emisión de CO<sub>2</sub> al mantenerse una velocidad continua, sin frenazos ni aceleraciones. Igualmente, se minimiza la contaminación acústica

## CAPITULO 3

---

# Reómetros

---

### 3.1. Reometría

La reometría es la parte experimental de la reología, para ello se emplea un reómetro con el que se mide y se cuantifican las microestructuras del material sometido a estudio. Describe tanto los métodos de medida como los instrumentos que permiten obtener datos reológicos de un material, lo que permite analizar el comportamiento reológico del mismo. La reometría determina las relaciones cuantitativas y cualitativas entre la deformación y el esfuerzo. Una aplicación típica de la reometría es la medida de la viscosidad.

### 3.2. Consideraciones generales de los reómetros

El reómetro es un instrumento que mide el esfuerzo y la deformación de un material. El viscosímetro es un caso especial del reómetro que mide únicamente la función de cizallamiento estacionario de la viscosidad.

La aparición del viscosímetro, comenzó cuando se creó el concepto de fluido ideal. Un fluido ideal es aquel en el cual no existe fricción entre sus partículas, e Isaac Newton ideó una forma de clasificar los fluidos ideales y los fluidos que no son ideales. Para poder hacer esta división realizó lo que se conoce hoy en día como la Ley de viscosidad de Newton, la cual afirma que, dada una deformación en el fluido, el esfuerzo cortante es directamente proporcional a la viscosidad, e incluyó las cualidades que debe tener un fluido Newtoniano (fluido ideal) y no Newtoniano (fluido no ideal).

Cabe destacar que ningún fluido es ideal, debido a que todos los fluidos reales existentes tienen viscosidad, aunque algunos tienen una viscosidad muy baja y se pueden considerar fluidos Newtonianos, es aquí donde intervienen los viscosímetros. Los viscosímetros son instrumentos utilizados para medir la viscosidad dinámica o cinemática de cualquier fluido real, utilizando diferentes métodos de trabajo para cada tipo de viscosímetro.

### 3.3. Características de los reómetros

Un reómetro es un instrumento de laboratorio que se usa para medir la forma en que fluye un líquido, mezcla o suspensión bajo la acción de fuerzas externas. Se emplea para fluidos que no pueden definirse con un único valor de viscosidad y por tanto requieren más parámetros que los que puede proporcionar un viscosímetro. Se emplean para fluidos que no pueden definirse con un valor de viscosidad.

Sin embargo, el viscosímetro mide el índice de fluidez. El índice de fluidez es una prueba reológica básica, consiste en tomar una cantidad de polímero a una temperatura conocida por encima de su temperatura de transición vítrea (temperatura a la que el polímero disminuye su densidad, dureza y rigidez, además su porcentaje de elongación disminuye de forma drástica.) y obligarlo con la fuerza de gravedad junto a un peso, a fluir a través de un orificio por un tiempo determinado.

La mayoría de los viscosímetros que existen en el mercado dan un único valor de viscosidad (trabajan a una única velocidad de cizalla) lo cual es útil si el fluido es Newtoniano pero puede dar lugar a conclusiones erróneas si se trata de un fluido no Newtoniano. Por ejemplo, en la figura 3.1, se muestra un caso de viscosidad que se podría observar al tomar una única medida; si se midiera la velocidad de cizalla en el punto X se podría afirmar que A es más viscoso que B, a su vez en el punto Y se diría que A y B son igual de viscosos y finalmente en el punto Z el fluido B es más viscoso que A.

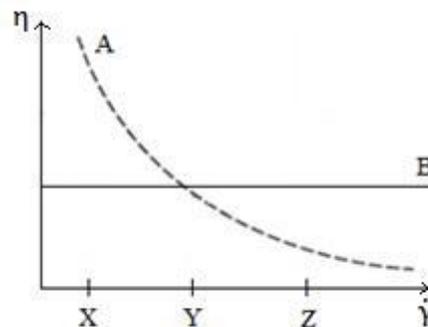


Figura 3. 1. Viscosidad frente a velocidad de cizalla para dos fluidos con diferente comportamiento [23]

Cabe destacar que, si se trata de un fluido no Newtoniano, siempre se debería intentar medir la viscosidad a una velocidad de cizalla lo más parecida a las condiciones a las que se va a someter el fluido. Lo más aconsejable es intentar obtener la curva de flujo en el caso de un fluido no Newtoniano.

## 3.4. Principio funcionamiento general

Un reómetro mide y analiza los cambios en la estructura reológica de un material, es decir la forma del flujo de los fluidos. Esto se logra mediante la variación de tasas de corte en incremento de micro revoluciones por minuto (0.1 rpm). Dicho instrumento puede analizar el límite elástico del material y el comportamiento del flujo del material que se está analizando, en respuesta al estrés en comparación con la tensión durante las pruebas a velocidad constante y los cambios de viscosidad como una función de cambio a la velocidad de cizallamiento.

## 3.5. Tipos de reómetros

Los reómetros pueden ser divididos de forma general en instrumentos de control de calidad y en instrumentos para la investigación y desarrollo.

- **Instrumentos para control de calidad** son aquellos que no poseen una geometría de corte controlada, lo que significa que la velocidad de corte no se encuentra definida, es decir que la viscosidad medida no es la viscosidad absoluta. La viscosidad absoluta es una propiedad intrínseca del material independiente del tipo de instrumento utilizado para la medición.
- **Los instrumentos para investigación y desarrollo** poseen una geometría de corte controlada, lo que implica que la velocidad de corte puede ser controlada y variada para obtener datos de viscosidad a diferentes velocidades de corte. Este tipo de reómetros es el utilizado en este proyecto, donde la parte experimental se detallará en el próximo capítulo 6.

Existen numerosos tipos de reómetros, con mecanismos de funcionamiento muy diversos y que miden distintas variables en rangos de deformación o velocidad de cizalla muy diferentes. Según su principio de funcionamiento suelen agruparse en:

- **Reómetro de cono-plato y reómetro de platos paralelos.**

El reómetro cono-plato es uno de los diseños más populares, debido a que se aplica una velocidad de corte uniforme a toda la muestra, caso muy diferente al de geometría de platos paralelos que presenta una variación de velocidad de corte en la dirección radial. Ambas geometrías pueden sufrir efectos de borde que distorsionan las mediciones de viscosidad.

Es importante destacar que esta distorsión es mucho más importante en el caso de la geometría cono-plato. El diseño de cono-plato se limita a valores bajos y medios de velocidad de corte (0.1 - 1000 1/s.), mientras que el diseño de platos paralelos puede alcanzar velocidades de corte mayores. (20.000 - 30.000 1/s)

### a. Reómetro de placas paralelas.

Este tipo de reómetro es el utilizado en el proyecto en la parte experimental. En este caso el fluido se encuentra entre dos placas paralelas, la superior gira y la inferior permanece inmóvil. La capa del fluido cercana a la placa móvil tendrá una velocidad superior a la que se encuentra próxima a la placa fija. De tal manera que la cizalla se produce desde la placa inferior hacia la de superior. Al igual que en los viscosímetros de cono-placa, este tipo de instrumentos son fáciles de limpiar y requieren pequeñas cantidades de muestra (Figura 3.2).



Figura 3. 2. Reómetro de placas paralelas [24]

La capacidad de fijar el espesor de muestra, denominada GAP, es una ventaja en suspensiones de partículas de gran tamaño o en líquidos que tienden a ser expulsados fuera de las placas. Sin embargo la viscosidad de la muestra es difícil de evaluar ya que la velocidad de cizalla es dependiente de la distancia al centro de la placa.

En un reómetro de placas paralelas, se pueden calcular la velocidad de cizalla máxima y la viscosidad mediante las ecuaciones:

$$\dot{\gamma}_m = \frac{d\gamma}{dt} = \frac{\Omega}{l} R$$

$$\eta = \frac{3M}{2\pi R^3 (\dot{\gamma}_m)} \left[ 1 + \frac{3}{d \ln(\dot{\gamma})} \frac{d \ln(M)}{d \ln(\dot{\gamma})} \right]$$

Siendo:

$\tau = f(r)$  = Esfuerzo de deformación o esfuerzo de cizalla

$\frac{d\gamma}{dt} = \dot{\gamma}$  = Velocidad de deformación o velocidad de cizalla

$R$  = radio del plato

$l$  = distancia entre las dos placas (GAP)

$M$  = par de fuerzas aplicado

$\Omega$  = velocidad de giro

$\eta$  = viscosidad aparente

### b. Reómetro cono-placa.

Su funcionamiento se basa en la cizalla presente en un líquido situado en el espacio comprendido entre un cono y una placa, siendo el ángulo ( $\alpha$ ) entre ambos muy pequeño (inferior a 4 grados, ya que para ángulos mayores los cálculos se complicarían excesivamente). En la figura 3.3 se muestra el esquema de dicho viscosímetro. Si el cono gira con cierta velocidad angular ( $\Omega$ ), se generará un movimiento de rotación en el fluido de tal forma que éste girará a una velocidad mayor cerca de las paredes del cono.

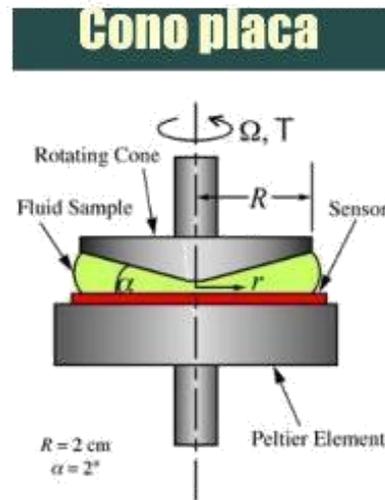


Figura 3. 3. Esquema viscosímetro rotacional cono placa [25]

Los reómetros de tipo cono-placa permiten extraer el cono para realizar un cambio de la muestra, lo que facilita la limpieza del mismo, esta característica es una gran ventaja junto con la pequeña cantidad de muestra necesaria que necesita este tipo de instrumento. En la mayoría de los viscosímetros rotacionales la velocidad de cizalla cambia con la distancia al centro de rotación. Sin embargo, en el viscosímetro de cono-placa la velocidad de cizalla a lo largo del espaciado del cono es constante. Se debe a que el espaciado entre el cono y el plato aumenta al aumentar la distancia al centro. Para fluidos no Newtonianos no es necesario llevar a cabo correcciones, siendo posible aplicar las ecuaciones para fluidos Newtonianos:

$$\eta = \frac{3 \alpha M}{2 R_c^3}$$

$$\tau = \frac{3 M}{2 \pi R_c^3}$$

$$\dot{\gamma} = \frac{\Omega}{\alpha}$$

Siendo:

$\tau$  = Esfuerzo de deformación o esfuerzo de cizalla

$M$  = par de fuerzas aplicado

$\Omega$  = velocidad de giro

$\alpha$  = ángulo del cono

$R_c$  = radio del cono

- **Reómetro de cilindros concéntricos**

Este tipo de reómetro también es conocido como de copa y aguja. Si la distancia entre los dos cilindros concéntricos es pequeña ( $r_1/r_2 > 0.95$ ) la velocidad de corte será uniforme a través de toda la muestra. En este caso los efectos de fuerzas centrífuga son menos importantes que en el caso de la geometría de cono-plato. Éste se compone de dos cilindros concéntricos, uno exterior hueco y otro interior macizo. Por el movimiento de uno de los cilindros se genera una cizalla en el líquido situado en el espacio anular.

La ventaja de este equipo es que hay una menor exposición al aire, por lo que puede controlarse la evaporación de la muestra. El rango de velocidad de corte cubierto por este tipo de equipos es muy amplio (0.01 -100.000 1/s.). Con el viscosímetro de cilindros concéntricos se pueden realizar las medidas de dos formas:

- Haciendo girar uno de los elementos que aparecen en la figura 3.4, con un cierto par de fuerzas y midiendo la velocidad de giro provocada.
- Provocando una velocidad de giro en uno de los elementos y midiendo el par de fuerzas opuesto.

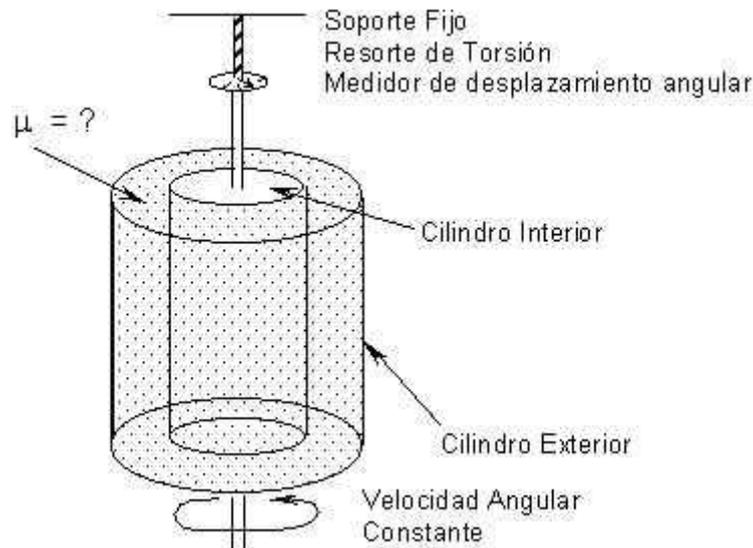


Figura 3. 4. Componentes viscosímetro concéntrico [26]

Un viscosímetro de este tipo cumple la ecuación siguiente para un radio dado [Barnes, 1991]:

$$\tau = \frac{M}{2\pi R_b^2 L}$$

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{2\omega R_b^2 R_c^2}{x^2(R_c^2 - R_b^2)}$$

Siendo:

$\tau$  = Esfuerzo de deformación o esfuerzo de cizalla

$\frac{d\gamma}{dt} = \dot{\gamma}$  = Velocidad de deformación o velocidad de cizalla

$M$  = par de fuerzas aplicado por unidad de longitud de cilindro sumergido en el fluido

$\omega = \frac{2\pi}{60} N$ , donde  $N$  es la velocidad angular en rpm a la que gira el plato del viscosímetro

$R_c$  = radio del plato que contiene la muestra

$R_b$  = radio del plato que gira

X = punto donde se determina la velocidad de cizalla

En la mayoría de los casos, el equipo se diseña de manera que la distancia entre los dos cilindros sea lo suficientemente pequeña como para que la velocidad de deformación sea aproximadamente constante a lo largo del espacio anular, al igual que el esfuerzo de deformación. De esta forma, para un radio medio  $R_a$ , se cumple [Whorlow, 1992; Barnes, 1991]:

$$\tau = \frac{M}{2\pi R_a^2}$$

$$\frac{d\gamma}{dt} = \frac{\omega R_{ai}^2}{(R_2 - R_1)}$$

- **Reómetro Capilar**

En este tipo de reómetros el fluido es forzado a pasar por un tubo, como se detalla en la figura 3.6., observándose una distribución de velocidades en el tubo de tipo parabólico de forma que la porción del fluido que está en contacto con la paredes del capilar tiene una velocidad nula y la porción del fluido que se encuentra en el centro del tubo tiene una velocidad máxima, véase figura 3.5.

Uno de los problemas más frecuentes en este tipo de reómetros es que la fuerza de cizalla aplicada no es uniforme y la medición de la viscosidad debe ser corregida por varios factores, como aquellos factores relacionados con el efecto de entrada y salida del capilar, deslizamiento en las paredes y una reología no Newtoniana. Los reómetros capilares permiten alcanzar velocidades de corte extremadamente altas (100.000 - 2.000.0001/s).



Figura 3. 5. Flujo en el interior de un tubo [27]



Figura 3. 6. Reómetro capilar [28]

Existe otro tipo de clasificación de estos instrumentos de medida, en la que se pueden diferenciar dos clases de reómetros, según el control de aplicación de esfuerzo cortante o deformación extensional:

- Reómetros que controlan la aplicación de esfuerzo cortante o tensión de corte**, los cuales se llaman reómetros rotacional o reómetros de corte o cizalla o también denominados por las siglas CS (Controlled Stress, esfuerzo controlado). En la figura 3.8. aparece el esquema de este tipo de reómetros. En este tipo de aparato de medida se fija un determinado esfuerzo, en este caso el par que ejercerá el motor sobre la muestra, y se obtiene la velocidad de cizalla que corresponde a dicho par. En la figura 3.7. se representa dicho funcionamiento general,

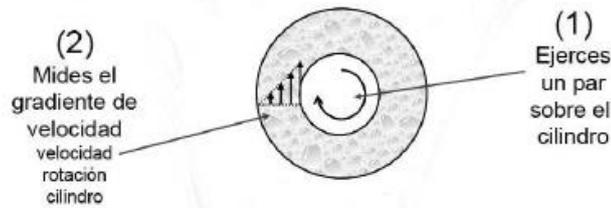


Figura 3. 7. Funcionamiento general de los reómetros de corte, de rotación o CS. [29]

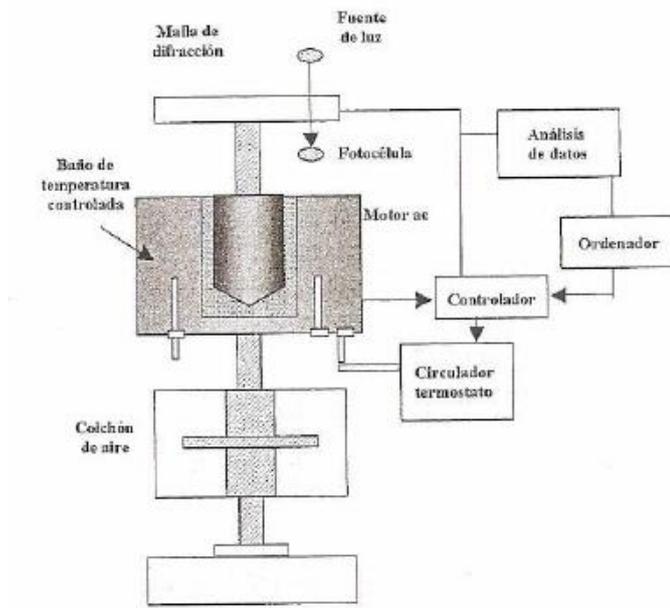


Figura 3. 8. Esquema general que muestra las parte de un reómetro CS [29].

- **Reómetros en los que se aplican estrés extensional o deformación extensional**, los cuales se llaman reómetros extensionales o CR (Controlled Rate, velocidad controlada), cuyo esquema general aparece en la figura 3.10. En este tipo de reómetro se fija una velocidad de cizalla y se mide el esfuerzo que esta supone sobre el torque, como se refleja en la figura 3.9.

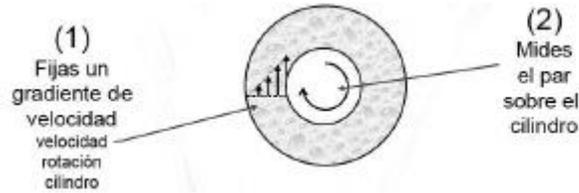


Figura 3. 9. Esquema cilindro conectado a un reómetro de tipo CR [29]

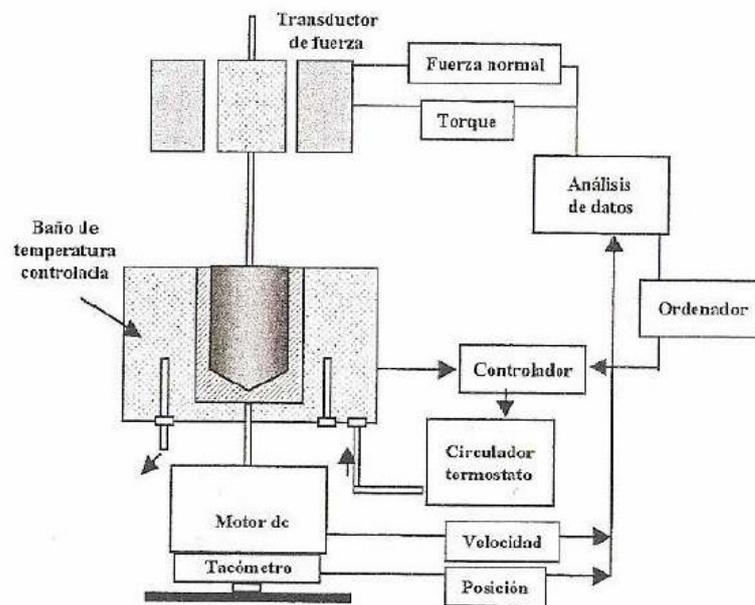


Figura 3. 10. Esquema general de las partes de un reómetro [29]

## CAPITULO 4

---

# Modelo del fluido

---

### 4.1. Modelos de flujo

Los modelos de flujo son relaciones matemáticas que permiten caracterizar la naturaleza reológica de un fluido, estudiando los parámetros obtenidos se podrá seleccionar el modelo que se ajuste mejor a su comportamiento.

Se han propuesto muchos modelos para el tratamiento de los datos experimentales, con objeto del estudio del comportamiento de las propiedades de flujo de las sustancias, aun así, es muy posible que un único modelo no obtenga de manera eficiente el comportamiento de una sustancia en un amplio intervalo de cizallas [13]. Sin embargo, los siguientes modelos son útiles para correlacionar el comportamiento de una gran cantidad de materiales. Los modelos más utilizados son los siguientes:

➤ Ley de Newton

Este modelo ha sido explicado en el apartado sobre el comportamiento del fluido, capítulo 2.1.2. Propiedades del flujo. Viene dado por la ecuación:

➤ Modelo plástico de Bingham

Este modelo ha sido explicado en el apartado sobre el comportamiento del fluido, capítulo 2.1.2. Propiedades del flujo. Viene dado por la ecuación:

$$\eta = \tau/\dot{\gamma}$$

➤ Modelo plástico de Bingham

El modelo de plástico de Bingham es aplicable al comportamiento de muchos fluidos de la vida real como plásticos, emulsiones, pinturas, lodos de perforación y sólidos en suspensión en líquidos o agua. Dicho modelo viene dado por la ecuación:

$$\tau = \tau_0 + \eta \cdot \dot{\gamma}$$

Donde  $\tau$  es el esfuerzo de cizalla,  $\dot{\gamma}$  la velocidad de cizallamiento,  $\tau_0$  es la tensión umbral y  $\eta$  es la viscosidad del fluido.

➤ **Ecuación de Ostwald de Waele o ley de la Potencia**

La ley de la Potencia se caracteriza por la siguiente ecuación:

$$\log(\tau) = \log(K) + n \log(\dot{\gamma}) \quad (5)$$

Donde  $n$  es el índice de consistencia y  $n$  es el índice de fluidez o índice de comportamiento del flujo, con el valor de este parámetro se pueden clasificar los tipos de fluidos:

Sí  $n = 1$  el fluido es newtoniano

Sí  $n < 1$  es pseudoplástico

Sí  $n > 1$  es dilatante

Los fluidos pseudoplásticos y dilatantes siguen un comportamiento potencial, por lo que su relación entre el esfuerzo cortante y el gradiente de velocidad no es lineal, como se muestra en la figura 4.1. Donde el esfuerzo cortante se obtiene como:

$$\tau = K \cdot \left(\frac{du}{dy}\right)^n$$

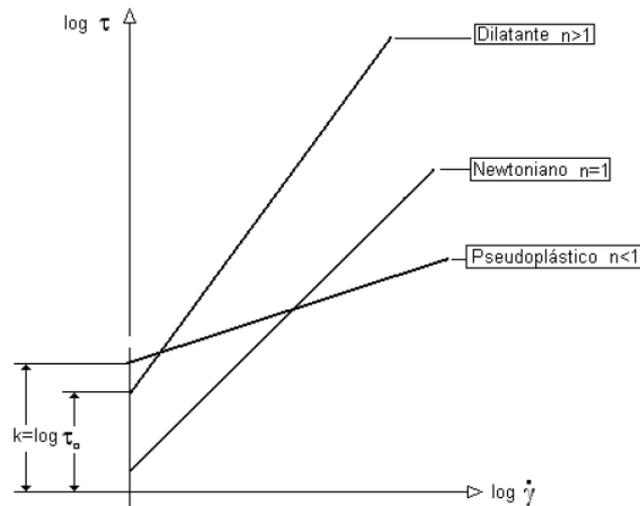


Figura 4. 1. Representación logarítmica de la ley potencial [8]

La ecuación Ostwald o Ley de Potencia sirve para interpolar. Tiene el inconveniente en el origen de coordenadas donde  $\dot{\gamma} \rightarrow 0$  y  $\tau \rightarrow 0$ , por lo que la viscosidad aparente,  $\eta_{ap}$ , está indeterminada, debido a que la viscosidad aparente se obtiene a partir de la siguiente relación:

$$\tau = \eta_{ap} * \dot{\gamma} \quad \text{ó} \quad \eta_{ap} = k * \dot{\gamma}^{-1}.$$

Debido a esta indeterminación, normalmente se trabaja con  $\log \dot{\gamma}$  y  $\log \tau$ , con los que se obtienen gráficas lineales (figura 4.2.), donde se muestra la curva para un fluido pseudoplástico en escala log-log.

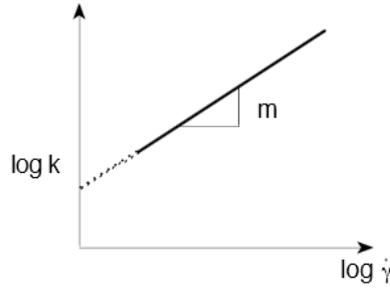


Figura 4. 2. Reograma para fluido pseudoplástico en escala log-log [7]

Otro ejemplo de un reograma log-log, es la figura 4.3., en ésta se observa un ajuste del comportamiento pseudoplástico (líneas experimentales con pendientes menores que las líneas punteadas correspondientes a fluidos newtonianos).

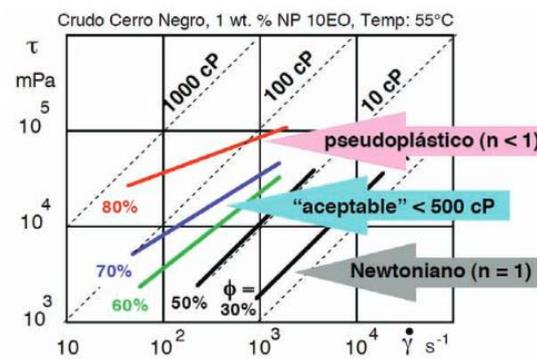


Figura 4. 3. Comportamiento reológico de emulsiones crudo-agua (Bracho 1982) [7]

➤ Modelo de Herschel-Bulkley o Ley de la potencia con esfuerzo umbral ( $\tau_o$ )

Este modelo puede considerarse como una generalización de la ley de la potencia en la que se incluye un nuevo parámetro que es el umbral de fluencia ( $\tau_o$ ). Dicha ley se rige mediante la expresión:

$$\tau = \tau_o + K_H(\dot{\gamma})^n$$

Donde  $K_H$  es el índice de consistencia y  $n$  es el índice de comportamiento al flujo.

➤ Ley de Casson

Modelo el cual da una buena descripción de las características reológicas de los fluidos de perforación, aplicable a materiales biológicos (por ejemplo: sangre) A altas temperaturas y bajas presiones la aproximación se hace más pobre. La relación que los caracteriza es:

$$\tau^{0.5} - \tau_o^{0.5} = \eta_\infty^{0.5} |\dot{\gamma}|^{0.5}$$

siendo  $\tau_o$  el umbral de fluencia,  $|\dot{\gamma}|$  valor absoluto de la velocidad de cizalla y  $\eta_\infty$  viscosidad a la velocidad de cizalla infinita.

➤ Modelo de Cross-Williamson

El modelo de Cross fue propuesto con el propósito de describir las regiones Newtonianas a velocidades de cizalla bajas y altas. Es un modelo definido por la ecuación:

$$\eta = \eta_{\infty} + \frac{\eta_0 - \eta_{\infty}}{1 + (k \dot{\gamma})^{1-n}}$$

Donde  $\eta_0$  y  $\eta_{\infty}$  son la viscosidad a velocidad de cizalla cero y la viscosidad a velocidad de cizalla infinita [Pa s], respectivamente,  $k$  [s], el índice de consistencia y  $n$  el índice de flujo.

Una de las modificaciones del modelo de Cross-Williamson, es un modelo de tres parámetros  $k$ ,  $\eta_0$  y  $(s)^{1-n}$ , que describe la transición desde el comportamiento a velocidades de corte cero al comportamiento potencial. Es aplicable en aquellos casos en los que  $\eta_0 \gg \eta_{\infty}$ , donde este último parámetro puede despreciarse sin que se afecte significativamente la calidad del ajuste.

➤ Modelo de Ellis

El modelo de Ellis se aplica cuando las desviaciones de la ley de la potencia son significativas a bajos valores de  $\dot{\gamma}$

$$\eta = \frac{\eta_0}{1 + \left(\frac{\tau}{\tau_{\frac{1}{2}}}\right)^{\alpha-1}}$$

En este modelo,  $\eta_0$  es la viscosidad extrapolada a valores bajos de la velocidad de corte, los parámetros:  $\alpha$  y  $\tau_{\frac{1}{2}}$  son empíricos.  $\alpha$  mide el grado de comportamiento pseudoplástico (en sentido contrario a  $n$ ) y

$\tau_{\frac{1}{2}}$  representa el valor de esfuerzo de corte en el que la viscosidad aparente vale la mitad del valor  $\eta_0$ .

Dicho modelo predice el comportamiento Newtoniano cuando  $\tau_{\frac{1}{2}}$  tiende a infinito.

A continuación en la tabla 4.1, se presenta un resumen de los comportamientos de flujo más importantes referentes a varios modelos reométricos:

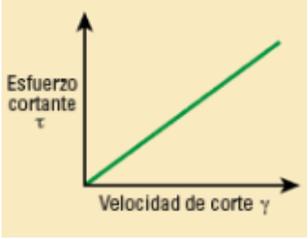
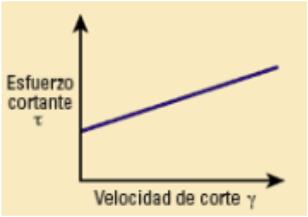
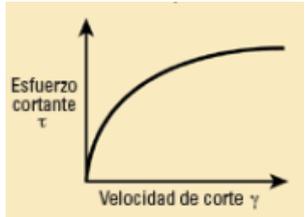
<i>Modelo reológico</i>	<i>Ecuación característica</i>	<i>Parámetros</i>	<i>Reograma</i>
Ley de Newton	$\eta = \tau/\dot{\gamma}$		
Modelo plástico de Bingham	$\tau = k \dot{\gamma}^n$	$N$	
Ley de la potencia	$\log(\tau) = \log(K) + n \log(\dot{\gamma})$	$K$	
Modelo de Herschel-Bulkley	$\tau = \tau_o + K_H(\dot{\gamma})^n$	$n, \tau_o, K_H$	
Ley de Casson	$\tau^{0.5} - \tau_o^{0.5} = \eta_\infty^{0.5}  \dot{\gamma} ^{0.5}$	$\tau_o, \eta_\infty$	
Modelo de Cross-Williamson	$\eta = \eta_\infty + \frac{\eta_o - \eta_\infty}{1 + (k \dot{\gamma})^{1-n}}$	$\eta_o, \eta_\infty, k, n$	
Modelo de Ellis	$\eta = \frac{\eta_o}{1 + \left(\frac{\tau}{\tau_{1/2}}\right)^{\alpha-1}}$	$\eta_o, \alpha, \tau_{1/2}$	

Tabla 4. 1. Modelos reológicos.

## 4.2. Modelo para estimar la viscosidad en fluidos reo-espesantes

Muchas formas han sido propuestas y usadas para la viscosidad aparente  $\eta(\dot{\gamma})$  en el caso de los fluidos reo-espesantes. En contraste, para STF, es común recurrir al modelo de Ley de Potencia junto con los modelos microscópicos basados en los formalismos de Smoluchowski [31,32], dando lugar a la ecuación:

$$\tau = k \dot{\gamma}^n$$

La Ley de Potencia puede ajustar el intervalo de velocidades de cizallamiento donde la viscosidad incrementa con la velocidad de cizallamiento ( $n > 1$ ), pero ésta es incapaz de describir las bajas y el altas regiones de la velocidad de cizalla, donde el comportamiento del fluido reo-espesante es normalmente estudiado.

La intención de aplicar el modelo propuesto por Galindo Rosales [30] es proporcionar una función de viscosidad para el comportamiento de este tipo de fluido no-Newtoniano, capaz de cubrir las tres regiones características de la curva general que exhibe el SFT. En la figura 4.4 se observan dichas zonas

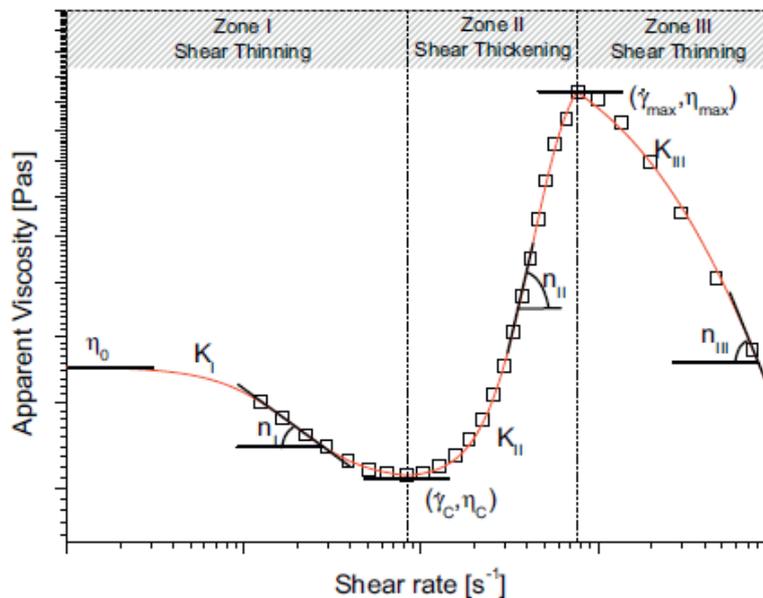


Figura 4. 4. Típica curva viscosidad para fluido reo-espesante. Muestra experimental que corresponde a la suspensión del Aerosil R816 en propeileno glycol a 5% (v/v) y 25°C [30]

Por lo tanto, un camino simple para realizar la función válida para el conjunto de la curva que se quiere obtener de la viscosidad del STF, consiste en usar la misma por trozos, cogiendo cada una de las tres diferentes regiones a tener en cuenta por separado. En acuerdo a lo propuesto, se obtienen las funciones:

- Zona I: una leve salida del comportamiento del fluido reo-espesante comienza hasta valores críticos de la velocidad de cizallamiento  $\dot{\gamma}_c$ .
- Zona II: en la cual el fluido toma lugar entre dicha velocidad crítica de cizallamiento  $\dot{\gamma}_c$  y un mayor valor crítico  $\dot{\gamma}_{m\acute{a}x}$ , donde la viscosidad aparente toma su valor máximo.
- Zona III: es característica por una elevada pendiente del comportamiento del fluido para valores donde  $\dot{\gamma}_c > \dot{\gamma}_{m\acute{a}x}$ .

Quedando cada una de las zonas restringidas en el valor de la velocidad de cizalla de la siguiente manera:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) & \text{donde } \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_c \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) & \text{donde } \dot{\gamma}_c \leq \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_{m\acute{a}x} \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) & \text{donde } \dot{\gamma}_{m\acute{a}x} \leq \dot{\gamma} \end{cases} \quad (2)$$

Donde  $\eta_i(\dot{\gamma})$  es la viscosidad en función de cada zona  $i$  (zona  $i$ : I,II,III) de la curva de viscosidad del fluido reo-espesante. A continuación, se desarrollan las funciones  $\eta_i(\dot{\gamma})$  siguiendo el modelo de Cross:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \eta_\infty + \frac{\eta_0 - \eta_\infty}{1 + (K\dot{\gamma})^n} \quad (3)$$

$\eta_\infty$  y  $\eta_0$ : referidos a valores asintóticos de la viscosidad para muy altos y muy bajos valores de la viscosidad respectivamente.

$K$ : constante paramétrica con dimensiones de tiempo, la cual es la responsable de la forma de la curva en la transición desde el valor  $\eta_0$  hasta el valor  $\eta_\infty$ .

$N$ : constante adimensional, responsable de la pendiente de la región de la Ley de Potencia en un diagrama log-log.

Una función con una forma similar al modelo de Cross, viene dada por la ecuación (3) aplicada a la ecuación (2) que se encuentra restringida por zonas. Este nuevo enfoque requiere tener en cuenta otros 11 parámetros para aproximar dichos valores mediante optimización, de manera que se incluyan todas las características típicas de curva de viscosidad del STF [4], representadas en la figura 4.4., las cuales pueden resumirse de la siguiente forma [20]:

- Zona I:  $\eta_0$  referida al valor de viscosidad asintótica para muy bajas velocidades de cizallamiento.  $\eta_I$  representa la ligera pendiente del comportamiento del STF en la gráfica log-log.  $K_I$  es la

responsable que da la forma a la curva. Finalmente  $\eta_c$  es entendido como el valor donde la zona I termina.

- Zona II:  $\eta_c$  representa el comienzo de la zona II,  $\eta_{II}$  representa la caída de pendiente del comportamiento de dicho fluido en la gráfica log-log.  $K_{II}$  es la responsable de la transición y da la forma a la curva en dicha zona.  $\eta_{m\acute{a}x}$  es entendido como el valor máximo de viscosidad alcanzado y el final de la zona II.
- Zona III:  $\eta_{m\acute{a}x}$  representa el comienzo de la zona III.  $\eta_{III}$  representa la caída de pendiente del comportamiento de dicho fluido en la gráfica log-log.  $K_{III}$  es la responsable de la forma de la curva en dicha zona.

Como se ha señalado, las funciones  $\eta_i$  deben ser elegidas de esta manera tanto para la función dada por la ecuación (2) así como para la ecuación de su derivado con respecto a  $\dot{\gamma}$ , al ser continua.

La función de viscosidad propuesta en el artículo [4], viene dada por la ecuación (4), la cual cumple dichos requisitos. Además esta ecuación es capaz de englobar los tres regímenes de los materiales reo-espesantes, que más adelante se tratarán en mayor detalle [16] y [9].

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) = \eta_c + \frac{\eta_0 - \eta_c}{1 + \left| [K_I \left( \frac{\dot{\gamma}^2}{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_c} \right)] \right|^{n_I}} & \text{donde } \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_c \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) = \eta_{m\acute{a}x} + \frac{\eta_c - \eta_{m\acute{a}x}}{1 + \left| [K_{II} \left( \frac{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_c}{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_{m\acute{a}x}} \right) \dot{\gamma}] \right|^{n_{II}}} & \text{donde } \dot{\gamma}_c \leq \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_{m\acute{a}x} \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) = \frac{\eta_{m\acute{a}x}}{1 + \left| [K_{III}(\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_{m\acute{a}x})] \right|^{n_{III}}} & \text{donde } \dot{\gamma}_{m\acute{a}x} \leq \dot{\gamma} \end{cases} \quad (4)$$

La ecuación (4) es similar a la ecuación Modelo de Cross dada en la ecuación (3) pero aplicada a cada una de las tres regiones diferentes. Los parámetros que aparecen en la ecuación (4) tienen las mismas dimensiones e interpretación:  $K_i$  (para  $i=I, II, III$ ) dónde éstas poseen dimensiones de tiempo y son responsables de la transición que se produce en el cambio de la curva en cada una de las zonas, mientras que los términos exponenciales adimensionales  $n_i$  se encuentran relacionados con la pendiente. A través de las ecuaciones (5) y (6), se llega a la conclusión de que la ecuación (4) es continua en todo el dominio de  $\dot{\gamma}$ .

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}_c^-} \eta(\dot{\gamma}) = \lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}_c^+} \eta(\dot{\gamma}) = \eta_c \quad (5)$$

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}_{m\acute{a}x}^-} \eta(\dot{\gamma}) = \lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}_{m\acute{a}x}^+} \eta(\dot{\gamma}) = \eta_{m\acute{a}x} \quad (6)$$

Además, puede ser demostrado por medio de la ecuación (7) y (8) que la primera derivada existe y es continua [20]:

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}^-} \frac{d\eta(\dot{\gamma})}{d\dot{\gamma}} = \lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}^+} \frac{d\eta(\dot{\gamma})}{d\dot{\gamma}} = 0 \quad (7)$$

$$\lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}_{m\acute{a}x}^-} \frac{d\eta(\dot{\gamma})}{d\dot{\gamma}} = \lim_{\dot{\gamma} \rightarrow \dot{\gamma}_{m\acute{a}x}^+} \frac{d\eta(\dot{\gamma})}{d\dot{\gamma}} = 0 \quad (8)$$

Donde los términos  $(\dot{\gamma}_c, \eta_c)$  y  $(\dot{\gamma}_{m\acute{a}x}, \eta_{m\acute{a}x})$  son puntos locales mínimos y máximos. La función de viscosidad propuesta en la ecuación (4), sirve para satisfacer todos los requerimientos expuestos con anterioridad.

Sin embargo, las ecuaciones (7) y (8) no son introducidas con cualquier restricción a los 11 parámetros que aparecen en la ecuación (4). Estos 11 parámetros son independientes y deben ser determinados a través de datos experimentales.

### 4.3. Modelo para estimar la viscosidad del STF junto con la influencia de la temperatura

En el estudio realizado por Galindo Rosales [20], introducido en el anterior apartado 4.2., se presenta la función de viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla, llegando a obtener 11 parámetros mediante la realización de un ajuste para definir las ecuaciones correspondientes a las tres regiones características del STF.

Las regiones características del STF incluyen la primera zona donde se observa un ligero comportamiento pseudoplástico a bajos valores de velocidad de cizalla, seguido por una región caracterizada por un incremento de la viscosidad en el que se alcanzan valores superiores a la velocidad de cizallamiento crítica y última región donde se observa un pronunciado comportamiento pseudoplástico.

La simulación numérica llevada a cabo por Galindo Rosales [20], da lugar a un buen ajuste sobre algunos datos experimentales. Sin embargo, en dicho estudio, no se tiene en cuenta el efecto de la temperatura en el comportamiento de este tipo de fluido, dando lugar a un ajuste de una muestra de STF que se aproxima a lo ideal.

Sin embargo, en el año 2013 y posteriormente en el 2015, se realizan estudios sobre la influencia de la temperatura en el fluido expuesto [33,34], debido a que es un parámetro importante que afecta al comportamiento del STF. En dicho estudio se realizan una serie de ensayos experimentales con una única muestra de STF a diferentes rangos de temperatura con un único porcentaje de partículas de sílice pirogénica diluidas en etilenglicol, obteniéndose tests reológicos basados en estas tres regiones del fluido reo-espesante expuestas por Galindo Rosales.

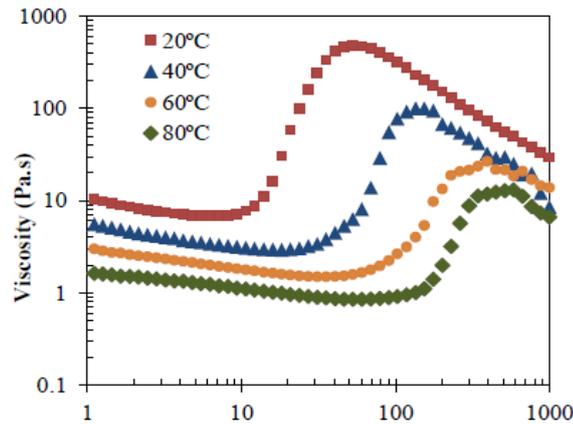


Figura 4. 5. Viscosidad vs velocidad de cizalla a diferentes rangos de temperatura. [34]

Teniendo en cuenta la influencia de este parámetro, el cual influye de manera que a mayor rango de temperatura se obtiene un menor valor de la viscosidad máxima (véase figura 4.5), se procederá en el siguiente capítulo 5 a realizar el modelo de ajuste de estos datos a cada una de las funciones obtenidas en las zonas I, II y III, correspondientes a la ecuación (4) bajo efectos de la temperatura.

## CAPITULO 5

---

# Desarrollo práctico y resultados experimentales

---

### 5.1. Reómetro

El desarrollo práctico en este proyecto se realizó en las instalaciones de IMDEA Materiales, donde se realizaron los ensayos de las muestras realizadas con el reómetro *AR 2000 ex* fabricado por TA Instruments (Figura 5.1), utilizando una geometría de platos paralelos de 25 [mm].

Este instrumento es un reómetro de tipo rotacional, el cual se encuentra controlado por el software denominado Rheology Advantage® v5.4.0, (SRA).

El diseño del equipo *AR 2000 ex* incluye un motor de ultra-baja inercia que permite obtener las pendientes reologicas de esfuerzo controlado, fijando un determinado esfuerzo de manera que el par que ejerce el motor sobre la muestra permite obtener la velocidad de cizalla que corresponde a dicho

par. Este dispositivo es adecuado para las pruebas de viscosidad de líquidos, masas fundidas, materiales reactivos y sólidos.

Este tipo de reómetro permite obtener los siguientes parámetros:

- La viscosidad.
- Los índices de tixotropía.
- Esfuerzos de fluencia.
- Módulos elástico y viscoso de un material visco-elástico.
- Rangos de visco-elasticidad lineal.
- Tiempos de relajación.
- Creación de curvas maestras mediante TTS para polímeros.

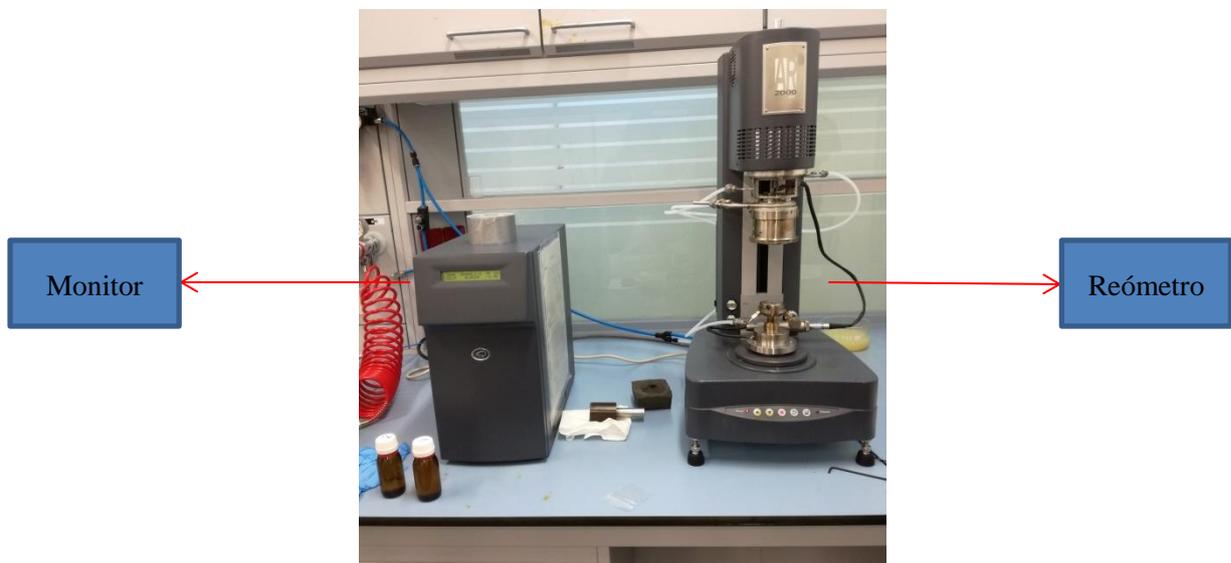


Figura 5. 1. Equipo de medida AR 2000 ex.

El reómetro utilizado en los ensayos del laboratorio no se encuentra equipado con la opción de control de la temperatura de la muestra del fluido, debido a que no se encuentra equipado con una base de calentamiento tipo Peltier para dicho control, de tal manera que los ensayos se realizaron a 20 ° C, temperatura a la que se encontraba el laboratorio en el momento del ensayo.

## 5.1.1. Especificaciones del reómetro

El reómetro *AR 2000 ex* se encuentra compuesto por rodamientos de carbono poroso que permiten que a bajos valores del par que ejerce el motor, se disponga de un control de dicho parámetro desde valores de 0.0003 [ $\mu N \cdot m$ ] hasta 200 [ $\mu N \cdot m$ ] con una resolución de 0.1 [ $nN \cdot m$ ].

Este tipo de reómetro está equipado con un motor que arrastra la placa de la geometría móvil, el cual permite reducir la fricción y controlar la velocidad por encima de valores superiores a 300 [rad/s], junto con un desplazamiento en la resolución de 40 [nrad/s].

En cuanto al rango dinámico de frecuencia, el aparato de medida dispone de valores entre  $7.5 \cdot 10^{-7}$  y 628 [rad/s].

## 5.2. Material utilizado en las muestras

El fluido reo-espesante utilizado en los ensayos experimentales realizados, se encuentra compuesto de etilenglicol [HOCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH] con una densidad 1.113 g/ml, (tipo 102466, Reagentplus®, Sigma-Aldrich Pty. LTD) y sílice pirógena (denominada “fumed silica”), la cual tiene una partícula primaria del tamaño de 14 nm y una superficie específica de aproximadamente 200 m<sup>2</sup>/g (tipo S5505, Sigma-Aldrich Pty. LTD).

La cantidad de etilenglicol y la sílice pirógena usada para fabricar la muestra del ensayo son 40 g y 10 g respectivamente, de tal manera que el STF contiene un 20 % de fracción de peso de sílice pirogénica.

## 5.3. Preparación del material STF

La preparación del material STF utilizado en el laboratorio se compone como se ha nombrado anteriormente de Etilenglicol con 20% w/w de partículas de fumed silica. El paso inicial para preparar este tipo de material, es añadir los polvos de sílice pirogénica al fluido portador en pequeños incrementos hasta que se alcanza el porcentaje de peso deseado, en este caso a 20 % w/w.

Un mezclador mecánicamente procede a mezclar los dos componentes para dar lugar a una muestra uniforme, en cada adición el componente se realiza un agitado de aproximadamente 20 minutos, excepto para la mezcla final en la que se procede a realizar el agitado de la mezcla durante 1 hora.

Una vez obtenida la muestra, se puede optar por introducir la misma en una cámara de vacío. La cámara de vacío elimina las burbujas para obtener un buen resultado de la suspensión. Se introduce la mezcla en dicho aparato durante 1 hora, de manera que el STF quede preparado y listo para su uso.

En este proyecto, no se realiza el procedimiento de la eliminación de burbujas en la cámara de vacío, debido a que la muestra tras el proceso de agitación es óptima, por lo que simplemente se deja en reposo unos días antes de realizar los ensayos (Figura 5.2.).



Figura 5. 2. Muestras del fluido reo-epesante compuesta de etilenglicol con 20% w/w de fumed silica.

## 5.4. Procedimiento experimental llevado a cabo en el laboratorio

A continuación, se describe el proceso desarrollado en el laboratorio con el fin de conseguir los resultados del comportamiento reológico del fluido reo-epesante. Se procede a detallar los pasos del proceso:

En primer lugar, se debe asegurar que la línea del compresor de aire se encuentra abierta durante el uso del equipo. Debe tomarse alrededor de 5 segundos el estabilizar la línea para que tenga un valor constante de presión (Figura 5.3).

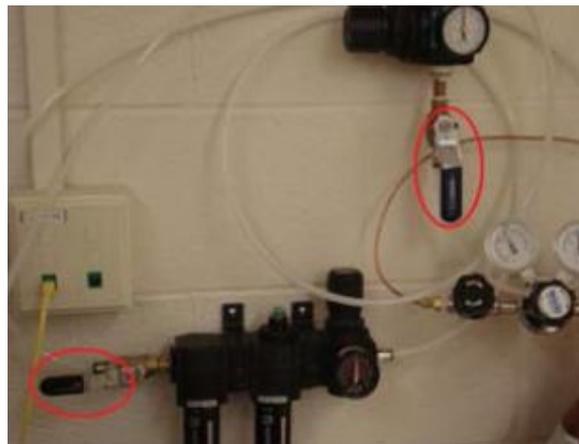


Figura 5. 3. Línea compresor de aire.

En segundo lugar se debe retirar el casquillo de bloqueo que posee el reómetro, girando el tornillo de la parte superior manualmente en sentido contrario a las agujas del reloj. En este estado, el husillo del

reómetro debe encontrarse libre para rotar y la temperatura que aparece en el monitor debe ser constante (Figura 5.4).

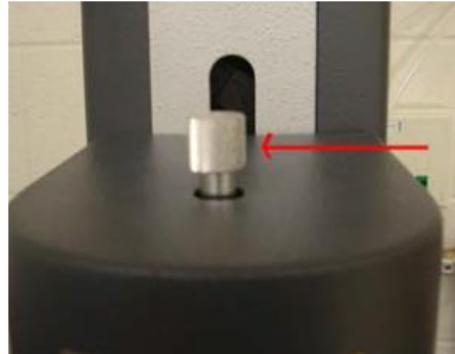


Figura 5. 4. Casquillo de bloqueo del reómetro.

Finalizada la comprobación, se enciende el instrumento software de control del reómetro. Posteriormente se debe calibrar el equipo de medida antes de su uso y tras elegir la geometría apropiada, en este caso se utiliza una geometría de placa paralela de 25 [mm] (Figura 5.5), se procede a realizar proceso correspondiente al cero GAP.

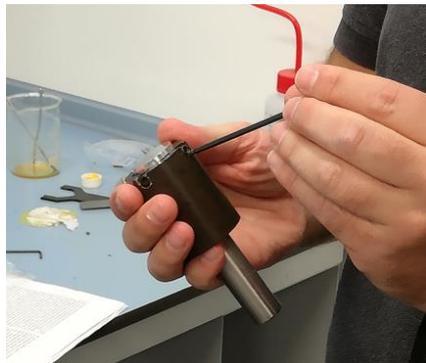


Figura 5. 5. Geometría de placas paralelas utilizadas para realizar el ensayo.

Una vez finalizado el proceso, se coloca una pequeña muestra de la suspensión en el centro de la placa móvil y bajar la placa móvil manualmente hasta que el GAP alcance un valor de 300[nm] (Figura 5.6).



Figura 5. 6. Colocación de la muestra en la parte central de la placa móvil del reómetro.

Para realizar una medida óptima en el reómetro se debe cumplir que entre ambas placas la muestra forme un codo y no rebase la muestra. Es importante que la cantidad de la muestra sea suficiente en este tipo de reología y el material cubra toda la placa móvil para que fluya correctamente durante el ensayo para obtener la curva de viscosidad (véase figura 5.7).

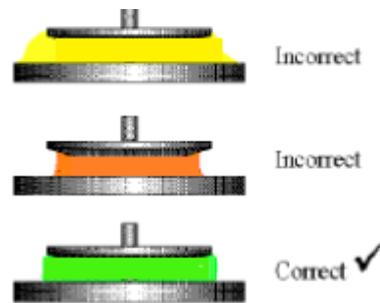


Figura 5. 7. Colocación correcta de la muestra. [35]

## 5.5. Test reológicos y resultados

En este apartado se muestran los resultados experimentales obtenidos (Tabla 6.1.) mediante el ensayo continuo de la viscosidad realizado en el reómetro *A2000 ex*. Las mediciones reológicas se realizaron con el reómetro *A2000 x* utilizando una geometría plato-plato de 25 [mm]- Esta geometría es junto a la de cono-plato la más óptima para realizar este tipo de mediciones de viscosidad de un fluido frente a la velocidad de cizalla aplicada.



<i>N° Dato</i>	<i>Shear Rate [1/s]</i>	<i>Tensión de cizalla [Pa]</i>	<i>Viscosidad aparente [mPa·s]</i>	<i>T [° C]</i>
1	-0,08482	0	0	20,01
2	10,09	2,916	288,9	20,01
3	20,2	6,993	346,2	20,01
4	30,31	10,79	356	20,01
5	40,41	13,68	338,5	20,01
6	50,51	16,63	329,3	20
7	60,6	19,87	327,8	20
8	70,7	22,86	323,3	20
9	80,8	26,16	323,8	20
10	90,91	29,34	322,7	20
11	101	33,02	326,9	20
12	111,1	36,54	328,8	20
13	121,2	40,31	332,5	20
14	131,3	44,11	335,9	20
15	141,4	48,42	342,4	20
16	151,5	52,96	349,6	20
17	161,6	57,41	355,2	20
18	171,7	62,44	363,6	20
19	181,8	67,75	372,6	20
20	191,9	73,57	383,3	20
21	202	79,57	393,9	20
22	212,1	85,71	404,1	20
23	222,2	92,36	415,6	20
24	232,3	99,07	426,4	20
25	242,4	106,7	440,1	20
26	252,5	114,4	452,9	20
27	262,6	122,9	467,9	20
28	272,7	132,6	486,2	20

Tabla 5. 1. Datos experimentales de la velocidad de cizalla, la tensión de corte, viscosidad aparente y temperatura a la que se realizaron los ensayos en el laboratorio. Corresponden a etilenglicol con un 20 % w/w de partículas de sílice pirogénica.



<i>N° Dato</i>	<i>Shear Rate [1/s]</i>	<i>Tensión de cizalla [Pa]</i>	<i>Viscosidad aparente [mPa·s]</i>	<i>T [° C]</i>
29	282,8	142,4	503,5	20
30	292,9	153,3	523,5	20
31	303	164,7	543,6	20
32	313,1	177,7	567,5	20
33	323,2	192,1	594,2	20
34	333,3	206,5	619,5	20
35	343,4	223,4	650,4	20
36	353,5	240,6	680,5	20
37	363,6	262	720,5	20
38	373,7	284,5	761,3	20
39	383,8	308,6	804,1	20
40	394	333,1	845,4	20
41	404	357,6	885,2	20
42	414,2	383,5	926	20
43	424,4	404,1	952,2	20
44	434,3	410,6	945,4	20
45	444,4	439,5	989	20
46	454,5	477,6	1051	20
47	464,7	515,4	1109	20
48	474,7	552,4	1164	20
49	484,9	585,5	1207	20
50	495	623,1	1259	20
51	505,1	657,2	1301	20
52	515,2	692,1	1343	20
53	525,2	731,7	1393	20
54	535,3	774,1	1446	20
55	545,4	817,6	1499	20
56	555,5	860,1	1548	20
57	565,6	906,4	1603	20
58	575,7	952,8	1655	20
59	585,8	1000	1707	20
60	595,9	1049	1761	20
61	606	1098	1812	20
62	616,1	1152	1870	20
63	626,2	1209	1930	20

Tabla 5. 2. Datos experimentales de la velocidad de cizalla, la tensión de corte, viscosidad aparente y temperatura a la que se realizaron los ensayos en el laboratorio. Corresponden a etilenglicol con un 20 % w/w de partículas de sílice pirogénica.



<i>Nº Dato</i>	<i>Shear Rate [1/s]</i>	<i>Tensión de cizalla [Pa]</i>	<i>Viscosidad aparente [mPa·s]</i>	<i>T [° C]</i>
64	636,3	1263	1985	20
65	646,4	1316	2036	20
66	656,5	1374	2094	20
67	666,6	1436	2154	20
68	676,7	1493	2207	20,01
69	686,8	1553	2261	20
70	696,9	1614	2316	20
71	706,9	1670	2363	20
72	717,1	1737	2422	20
73	727,3	1797	2471	20
74	737,3	1859	2521	20,01
75	747,5	1921	2569	20,01
76	757,5	1978	2611	20,01
77	767,6	2043	2661	20,01
78	777,7	2093	2692	20,01
79	787,7	2145	2723	20,01
80	798	2205	2763	20,01
81	808,1	2257	2793	20,01
82	817,1	2302	2817	20,01
83	823,9	2331	2829	20,01
84	829,4	2350	2833	20,01
85	833	2358	2830	20,01
86	836,1	2358	2820	20,01
87	838,7	2358	2811	20,01
88	841,2	2358	2803	20,01
89	842,1	2358	2800	20,01
90	844	2358	2793	20,01
91	845,4	2358	2789	20,01
92	847,2	2358	2783	20,01
93	848,7	2358	2778	20,01
94	849,9	2358	2774	20,01
95	851	2358	2770	20,01
96	851,9	2358	2768	20,01
97	852,9	2358	2764	20,01
98	854,3	2358	2760	20,01
99	854,2	2358	2760	20,01
100	856	2358	2754	20,01

Tabla 5. 3. Datos experimentales de la velocidad de cizalla, la tensión de corte, viscosidad aparente y temperatura a la que se realizaron los ensayos en el laboratorio. Corresponden a etilenglicol con un 20 % w/w de partículas de sílice pirogénica

La Figura 5.8. muestra el resultado experimental de los datos obtenidos en el reómetro entre la viscosidad aparente y la velocidad de cizallamiento aplicada a la suspensión utilizada.

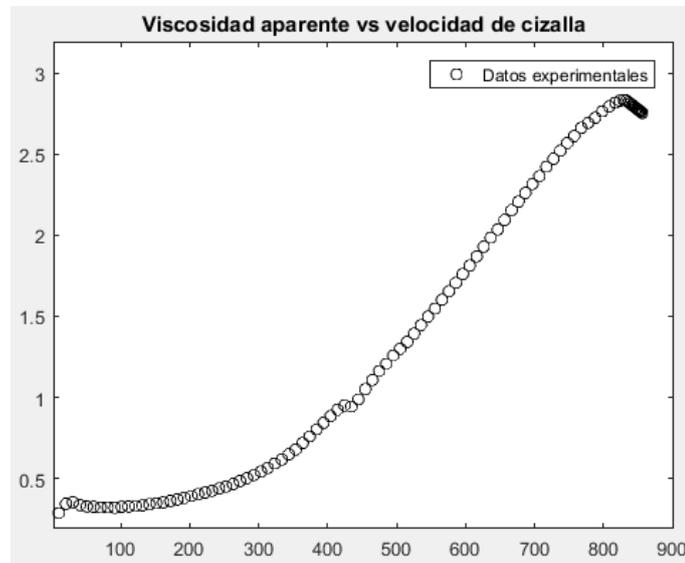


Figura 5. 8. Reograma correspondiente a la velocidad aparente frente a la velocidad de cizalla del Etilene Glycol con 20% w/w de partículas de fumed silica.

Los resultados de la curva correspondiente a la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla de la suspensión de STF tienen un alto comportamiento no lineal (Figura 5.8). Se diferencia claramente el salto característico en la curva reológica, punto donde la viscosidad es máxima, y la posterior disminución de viscosidad a altos valores de velocidad de cizalla. Este tipo de comportamiento es acorde a las curvas del modelo de viscosidad analizado en el capítulo 4.

La suspensión del STF utilizado únicamente muestra las dos últimas zonas asociadas a un fluido reo-espesante, donde inicialmente aumenta su viscosidad aparente a medida que la velocidad de corte incrementa hasta llegar a un punto máximo, correspondiente al punto  $(\eta_{max}, \dot{\gamma}_{max})$ .

A partir de los datos listados en las tablas 5.1, 5.2 y 5.3, se puede obtener la curva de fluidez del fluido reo-espesante (Figura 5.8).

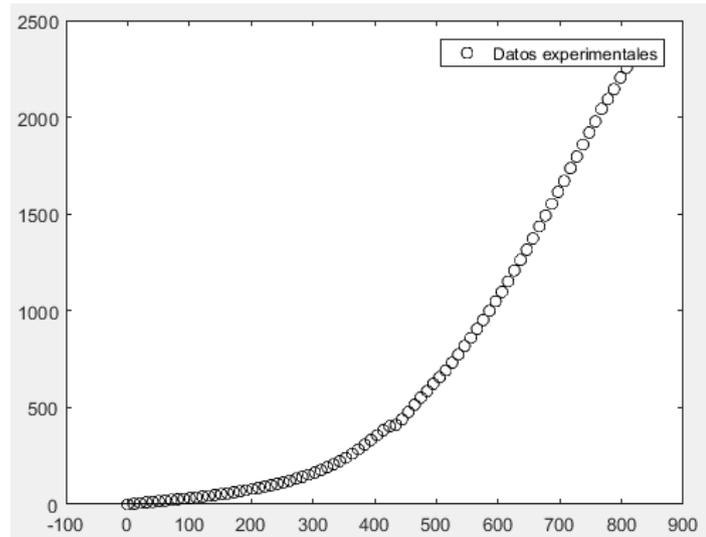


Figura 5. 9. Curva de fluidez. Reograma de tensión de cizalla vs velocidad de cizalla del Etilene Glycol con 20% w/w de partículas de fumed silica.

La curva de fluidez representada en la figura 5.9, presenta un incremento de la tensión de cizalla con el incremento de la velocidad de cizalla. Este programa es una de las curvas características de este tipo de fluidos dilatantes junto a las curvas de viscosidad, las cuales se optimizarán en el próximo capítulo 6.

## CAPITULO 6

---

# Técnicas de optimización

---

## 6.1. Optimización

La optimización, también denominada programación matemática, sirve para encontrar la solución que proporciona el mejor resultado a un problema. Estos problemas se componen generalmente de tres variables:

- *Función objetivo.* Es la medida o función que se busca optimizar.
- *Variables.* Son aquellos parámetros que componen la función objetivo. Las variables se pueden clasificar en variables dependientes o principales o de control y variables independientes o auxiliares, aunque desde el punto de vista matemático son todas ellas iguales.
- *Restricciones.* Representan el conjunto de relaciones que ciertas variables se encuentran obligadas a satisfacer.

Resolver un problema de optimización consiste en encontrar el valor que deben tomar las variables de manera que la función objetivo sea óptima y satisfaga las restricciones deseadas. Los problemas de optimización generalmente se clasifican:



- *Métodos analíticos.* Emplean técnicas de cálculo diferencial. Se basan en la búsqueda de los extremos de una función mediante valores de  $x$  que hacen que la función  $f(x)$  respecto a  $x$  sea cero.
- *Métodos numéricos.* Optimizan por medio de procedimientos iterativos generando una solución del problema.
- *Métodos gráficos.* Consisten en realizar una gráfica de la función a optimizar. El extremo de la función se obtiene inspeccionando la gráfica. La ventaja de esta clase de métodos es revelar fácilmente si existe o no la solución del problema. Sin embargo, la desventaja fundamental es que están restringidos a una o dos variables dependientes.
- *Métodos experimentales.* El extremo de una función se obtiene mediante experimentación directa de las variables obtenidas mediante un proceso real, es decir, mediante ensayos experimentales. Este método será el utilizado en este proyecto.

En el siguiente apartado se introducirá la optimización basada en algoritmos matemáticos de manera más detallada, con motivo de la optimización del modelo de viscosidad introducido en el capítulo 4, el cual se caracteriza por tres funciones a las que se busca ajustar una serie de datos experimentales.

## 6.2. Algoritmo propuesto para la optimización del modelo de viscosidad.

Analizada la propuesta del comportamiento reológico del fluido reo-espesante en el anterior capítulo 4, se propone la optimización del método de viscosidad del STF en casos reales prácticos. El objetivo de dicha optimización es obtener el ajuste de unos datos experimentales a cada una de las tres funciones que caracterizan el fluido (ecuación 4).

La optimización del ajuste de la curva reológica se basa en algoritmos matemáticos. El objetivo de estos algoritmos, es obtener los parámetros de un modelo determinado que mejor ajusten a las medidas experimentales realizadas.

El método tradicionalmente utilizado para la búsqueda de la solución de un sistema de ecuaciones no lineales es el método de los mínimos cuadrados. Este método se fundamenta en los algoritmos de Newton-Gauss, de Levenberg-Marquardt o de la Región de Confianza. En este proyecto

se opta por utilizar el algoritmo Levenberg-Marquardt debido a su robusted y obtención del ajuste óptimo de las curvas.

El problema de los mínimos cuadrados consiste en encontrar una solución,  $x$ , de forma que la suma de los cuadrados de los residuos sea mínima. Las condiciones ideales se tienen cuando  $f$  es continua, diferenciable y estrictamente convexa. Cuanta más información se utilice, es decir, cuanto mayor sea el orden de las derivadas utilizadas y mayor el número de datos, más eficiente es el método en cuanto al número de iteraciones. Matemáticamente el problema de mínimos cuadrados se trata de minimizar:

$$f(x) = \frac{1}{2} R(x)R(x)^T = \frac{1}{2} \sum_{i=1}^m r_i(x)^2$$

donde  $R(x)$  es la función residual y  $r_i(x)$  la  $i$ -ésima de la misma.

Para resolver un problema de mínimos cuadrados los métodos siguen una línea común. Dado un punto inicial  $x_0$ , se construye una sucesión de puntos para alcanzar el mínimo de la función y se debe cumplir  $f(x^k) < f(x^{k+1})$ , donde  $k$  indica el número de iteración actual. El proceso iterativo finalizará cuando se cumpla algún criterio de restricción previamente establecido por el usuario.

## 6.2.1. Algoritmo Levenberg-Marquardt

El algoritmo Levenberg-Marquardt es un proceso iterativo para la búsqueda de la solución de un sistema de ecuaciones no lineales, que a través del método de los mínimos cuadrados, permite encontrar los parámetros de las funciones correspondientes al modelo de viscosidad del STF.

Inicialmente se formuló para evitar los problemas que surgen en el algoritmo Gauss-Newton, cuyo método matemático es la base del algoritmo Levenberg-Marquardt. El método de ajuste de Gauss-Newton se basa en la implementación de las primeras derivadas de la función y en una aproximación lineal de los componentes de  $f$  en la proximidad de  $x$

La principal aplicación del algoritmo Levenberg-Marquardt se encuentra en el ajuste de curvas mediante mínimos cuadrados, obteniendo los valores óptimos de los parámetros  $p$  de la función objetivo  $f(x_i, p)$  y cumpliendo que la suma de los cuadrados de las desviaciones se reduzca al mínimo, donde  $p$  es el conjunto de datos empíricos correspondiente a las variables dependientes e independientes  $(x_i, y_i)$ :

$$\tilde{p} = \operatorname{argmin}_p \sum_{i=1}^n (y_i - f(x_i, p))^2$$

## 6.3. Optimización modelo viscosidad para fluido reo-espesante mediante Matlab

En el presente capítulo se obtiene la optimización del modelo que representa el comportamiento característico del fluido reo-espesante. La optimización consiste en el ajuste de datos, obtenidos mediante ensayos experimentales, a cada una de las curvas expuestas mediante el modelo de viscosidad (ecuación 4). Se programan una serie de scripts mediante el programa Matlab, de manera que se tendrá como resultado el valor óptimo de los parámetros que componen las funciones objetivo y la representación de la curva ajustada.

Es obligado el tener en cuenta la existencia de los dos casos a optimizar, el primero en el que los datos no tienen ningún tipo de dependencia ni relación con la temperatura (caso más ideal) y el segundo caso en el que el comportamiento del fluido se ve afectado por la influencia la temperatura.

### 6.3.1. Optimización del modelo no dependiente de la temperatura

En el caso de optimización del modelo no dependiente de la temperatura, se realiza el ajuste de la curva distinguida en tres zonas, donde los datos a tener en cuenta se caracterizan por una suspensión de etilenglicol con 20 % w/w de fumed silica.

Los datos sobre los que se realiza el ajuste son los reflejados en la tabla 5.1. en el capítulo 5 correspondiente a los ensayos experimentales.

#### **Paso 1: Optimización de las curvas correspondientes al comportamiento del STF**

El modelo de viscosidad propuesto para el fluido reo-espesante obtiene un reograma en el que aparecen tres diferentes ecuaciones delimitadas por cada una de las zonas características de dicho fluido. Debido a la existencia de las tres regiones con comportamientos diferentes, se ajustan cada una de ellas por separado, siendo las ecuaciones a ajustar las siguientes:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) = \eta_c + \frac{\eta_0 - \eta_c}{1 + \left| [K_I \left( \frac{\dot{\gamma}^2}{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_c} \right)] \right|^{n_I}} & \text{donde } \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_c \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) = \eta_{m\acute{a}x} + \frac{\eta_c - \eta_{m\acute{a}x}}{1 + \left| [K_{II} \left( \frac{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_c}{\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_{m\acute{a}x}} \right) \dot{\gamma}] \right|^{n_{II}}} & \text{donde } \dot{\gamma}_c \leq \dot{\gamma} \leq \dot{\gamma}_{m\acute{a}x} \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) = \frac{\eta_{m\acute{a}x}}{1 + \left| [K_{III}(\dot{\gamma} - \dot{\gamma}_{m\acute{a}x})] \right|^{n_{III}}} & \text{donde } \dot{\gamma}_{m\acute{a}x} \leq \dot{\gamma} \end{cases}$$

El primer paso a aplicar antes de proceder a optimizar las curvas correspondientes, es diferenciar los datos de cada región mediante el script denominado “*datoszonas.m*” (Anexo A.5.).

Una vez clasificados los datos, se ajusta cada una de las tres zonas por separado. Los scripts en los que se ajustan los datos experimentales obtenidos son: “*ajustezona2DATOSexperimentales.m*” y “*ajustezona3DATOSexperimentales*” (Anexo A.5.).

En cada código de optimización se utiliza el comando “*lsqcurvefit*”, resolviendo la optimización de la curva, proporcionando una interfaz conveniente para los problemas de ajuste de datos. El solver “*lsqcurvefit*” encuentra coeficientes  $p$  que resuelven el problema:

$$\min = \|F(p, VISCAPA) - VELCIZ\|_2^2 = \min \sum_i (F(p, VISCAPA) - VELCIZ)^2$$

dados los valores de “*VELCIZ*” correspondientes a los datos de entrada de la velocidad de cizalla y los valores introducidos de “*VISCAPA*” que corresponden a los datos experimentales de la viscosidad aparente, donde “*VELCIZ*” y “*VISCAPA*” son vectores y  $F(p, VELCIZ)$  es una función compuesta por un vector de valor del mismo tamaño que “*VISCAPA*”.

El comando “*lsqcurvefit*” en lugar de calcular la suma de cuadrados, requiere la función definida por el usuario para calcular el vector de parámetros optimizados, donde  $k$  es la longitud del vector:

$$F(p, VELCIZ) = \begin{bmatrix} F(p, VELCIZ(1)) \\ F(p, VELCIZ(2)) \\ \vdots \\ F(p, VELCIZ(k)) \end{bmatrix}$$

Las opciones establecidas para realizar el ajuste, como se ha nombrado en el anterior apartado, se basan en el algoritmo de Levenberg-Marquardt (L-M). El algoritmo se inicia con la linealización de las ecuaciones no lineales y asigna un factor de ponderación para cada observación ingresada en el modelo

propuesto, con el fin de obtener un proceso de iteración estable y la solución óptima de las funciones objetivo.

Las funciones objetivo de las tres zonas a optimizar corresponden a “*poly1*”, “*poly2*” y “*poly3*”, donde  $p1$ ,  $p2$  y  $p3$  corresponden a los vectores de los parámetros de cada una de las regiones I, II y III, respectivamente. Las ecuaciones que aportan la información de cada uno de los parámetros a optimizar en el código del programa Matlab son las siguientes:

```
poly1= @(p1, yzona1) p1(1)+ ((p1(2)-p1(1))./(1+abs((p1(3)*((yzona1.^2)./(yzona1-p1(4))))).^ (p1(5))))
```

```
poly2= @(p, yzona2) p(1) + ((p(2)-p(1))./(1+(p(3)*yzona2.*((yzona2-p(4))./(yzona2-p(5))))).^ (p(6))))
```

```
poly3= @(p3, yzona3) p3(1)./(1+(p3(2)*((yzona3-p3(3))))).^ (p3(4))))
```

Los códigos de programación de las tres regiones, comienzan a iterar con los valores iniciales “ $x0$ ” y encuentran coeficientes “ $p_i$ ” ( $i=1, 2, 3$ ), para el mejor ajuste no lineal de las funciones  $poly1(p1, yzona1)$ ,  $poly2(p2, yzona2)$  y  $poly3(p3, yzona3)$ , para los datos correspondientes a los vectores de viscosidad aparente de cada una de las zonas: “*vapzona1*”, “*vapzona2*” y “*vapzona3*”.

Los valores iniciales “ $x0$ ” se diseñan en función de los valores de  $\eta_{m\acute{a}x}$ ,  $\eta_0$ ,  $\eta_c$ ,  $\dot{\gamma}_{max}$  y  $\dot{\gamma}_c$  cuyos valores son conocidos, debido a que se han obtenido experimentalmente. Respecto a los parámetros  $n$  y  $K$  se realiza una estimación en el cuanto a su valor inicial “ $x0$ ”, su resultado óptimo se obtiene mediante los códigos de programación realizados.

Seguidamente se definen un conjunto de límites superiores e inferiores en las variables de diseño para el vector “ $p_i$ ”, por lo que la solución está siempre en el rango  $lb \leq p_i \leq ub.$ , evitando que el script no realice un alto número de iteraciones y ajuste la curva de manera eficaz.

Las opciones establecidas para realizar el ajuste tienen en cuenta una serie de restricciones de tolerancias y criterios de parada, donde se utilizan los comandos “*TolFun*”, “*TolX*” (Figura 6.1.) y “*MaxFunEvals*”.

- “*TolFun*”. Se trata de una cota relativa, es decir, las iteraciones realizadas por el programa Matlab terminarán cuando  $|f(x_i) - f(x_{i1})| < TolFun.$  El valor asignado a esta tolerancia en el script realizado es de  $10^{-29}$ .
- “*TolX*”. Se trata de un límite inferior de un paso en la iteración, es decir, la norma correspondiente a  $(x_i = x_{i1})$ . Si el solucionador intenta dar un paso que es más pequeño

que “*TolX*”, las iteraciones que el programa en Matlab finalizan. El valor de esta tolerancia se programa a  $10^{-29}$ .

- “*MaxFunEvals*”. Es el limite de evaluaciones en el que el programa evalúa la función, actuando como criterio de parada. El valor asignado a esta restricción en el código programado es de 10000 evaluaciones.

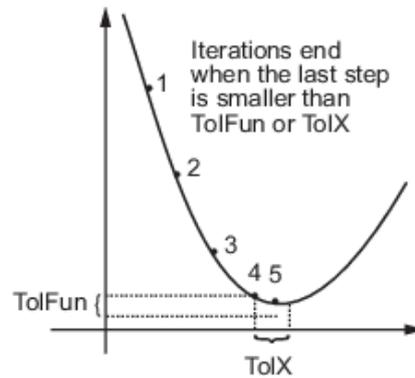


Figura 6. 1. Restricciones de tolerancias para una función en el programa Matlab. [36]

Finalmente, como resultado del proceso, los parámetros de salida que ofrece el código son los siguientes:

- “*p<sub>i</sub>*” (*i*=1, 2, 3). Valores ajustados de los parámetros correspondientes a las tres regiones del comportamiento reológico del STF.
- “*resnorm*”. Suma de los cuadrados diferencia entre la salida del modelo.
- “*residual*”. Fuente de datos real para el algoritmo.
- “*exitflag*” Razón por la que la solución se resolvió, devuelve un número entero según el tipo de razón.

1	La función converge a una solución x.
2	El valor en x es menor que la tolerancia especificada.
3	El valor de los datos residuales fue menor que la tolerancia impuesta.
4	Magnitud de la dirección de búsqueda fue menor que la tolerancia especificada en el código.
0	Se sobrepasa el número máximo de iteraciones.
-1	La función de salida termina el algoritmo.
-2	Problema no factible: los límites superiores e inferiores impuestos son incompatibles.

- “*output*”. Información sobre el proceso de optimización.

## 6.3.2. Optimización del modelo dependiente de la temperatura

Mediante datos experimentales obtenidos del estudio realizado en el año 2013 [29], correspondientes a una suspensión de etilenglicol con partículas al 20 % w/w de sílice pirogénico; se procede a optimizar la curva de viscosidad aparente del fluido reo-espesante frente a la velocidad de cizallamiento, pero en este caso bajo efectos de la temperatura.

El ajuste se realiza en cuatro curvas correspondientes a una misma muestra sometida a diferentes temperaturas en cuatro ensayos diferentes: 20 °C, 40 °C, 60 °C y 80 °C (Tabla 6.1 hasta Tabla 6.8). Se utilizan los datos basados en los estudios experimentales realizados en el año 2013 [29], debido a que el reómetro utilizado como se indica en la parte experimental del capítulo 5, no se encuentra equipado con una placa de tipo Peltier para controlar el aumento de temperatura.

20°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
1	1,1	10
2	1,2	9,6
3	1,5	9,2
4	1,8	8,8
5	2	8,5
6	2,5	8,2
7	2,7	7,9
8	3	7,6
9	3,2	7,3
10	3,5	7
11	4	6,9
12	5	6,8
13	5,8	6,7
14	6,5	6,6
15	7	6,5
16	8	6,6
17	9	6,7
18	10	6,8
19	13	6,9
20	14	7
21	16	8

20°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
22	18	9
23	20	10
24	25	12
25	29	15
26	31,5	30
27	36,5	55
28	44	100
29	50	150
30	56	225
31	60	300
32	70	400
33	80	450
34	85	475
35	100	500
36	120	450
37	150	400
38	175	350
39	190	300
40	225	250
41	250	225
42	280	0

Tabla 6. 1 Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 20 ° C..

20°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
43	300	175
44	350	150
45	415	125
46	525	95
47	600	85
48	700	67
49	800	50
50	900	42
51	1000	31

Tabla 6. 2. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 20 ° C.

40°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
1	1,1	4,5
2	1,2	4,4
3	1,5	4,2
4	1,8	4,1
5	2	4
6	2,5	3,8
7	2,7	3,6
8	3	3,4
9	3,2	3,2
10	3,5	3
11	4	2,9
12	5	2,8
13	5,8	2,7
14	6,5	2,6
15	7	2,5
16	8	2,4
17	9	2,3
18	10	2,2
19	13	2,1
20	14	2
21	16	2

40°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
22	18	2
23	20	1,9
24	25	1,9
25	29	1,8
26	30	2
27	35	2,5
28	40	3
29	50	4
30	56	5
31	60	8
32	70	12
33	80	20
34	85	25
35	100	45
36	130	80
37	160	90
38	180	100
39	190	90
40	200	80
41	250	60
42	280	50

Tabla 6. 3. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 40 ° C.

40°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
43	300	45
44	350	38
45	415	30
46	525	28
47	600	25
48	700	22
49	800	18
50	900	12
51	1000	10

Tabla 6. 4. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 40 ° C.

60°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
1	1,1	3
2	1,2	2,9
3	1,5	2,7
4	1,8	2,6
5	2	2,5
6	2,5	2,4
7	2,7	2,3
8	3	2,2
9	3,2	2,1
10	3,5	2
11	4	1,9
12	5	1,9
13	5,8	1,8
14	6,5	1,8
15	7	1,7
16	8	1,7
17	9	1,6
18	10	1,6
19	13	1,5
20	14	1,5
21	16	1,5

60°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
22	18	1,4
23	20	1,4
24	25	1,3
25	29	1,3
26	30	1,4
27	35	1,4
28	40	1,5
29	50	1,6
30	56	1,7
31	60	1,8
32	70	1,9
33	80	2
34	85	2,3
35	100	2,5
36	130	3
37	160	4
38	180	5
39	190	8
40	200	11
41	250	16
42	280	18

Tabla 6. 5. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 60 ° C.

60°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
43	300	20
44	350	23
45	415	25
46	525	23
47	600	22
48	700	20
49	800	18
50	900	16
51	1000	14

Tabla 6. 6. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 60° C.

80°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
1	1,1	1,68
2	1,2	1,65
3	1,5	1,62
4	1,8	1,59
5	2	1,56
6	2,5	1,53
7	2,7	1,51
8	3	1,48
9	3,2	1,45
10	3,5	1,42
11	4	1,39
12	5	1,36
13	5,8	1,33
14	6,5	1,3
15	7	1,27
16	8	1,24
17	9	1,21
18	10	1,18
19	13	1,15
20	14	1,12
21	16	1,09

80°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
22	18	1,06
23	20	1,03
24	25	1
25	29	0,98
26	30	0,96
27	35	0,92
28	40	0,88
29	50	0,84
30	56	0,8
31	60	0,8
32	70	0,8
33	80	0,82
34	85	0,84
35	100	0,88
36	130	0,9
37	160	1
38	180	1,2
39	190	1,5
40	200	2
41	250	2,5
42	280	4,5

Tabla 6. 7. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 80° C.

80°C		
Nº Dato	VELOCIDAD DE CIZALLA [1/s]	VISCOSIDAD APARENTE [Pa·s]
43	300	8
44	350	10
45	415	12
46	525	13
47	600	13,1
48	700	10
49	800	8,5
50	900	8
51	1000	7

**Tabla 6. 8. Datos experimentales de la velocidad de cizalla y viscosidad aparente correspondientes al etilenglicol con 20 % w/w de partículas de sílice pirogénico, sometido a 80° C.**

El procedimiento del código de optimización en este caso es el mismo que el modelo de optimización no dependiente de la temperatura, siendo la única diferencia entre todos ellos los datos iniciales “x0” introducidos para que el algoritmo comience a iterar.

Los códigos de programación que ajustan los datos experimentales según el rango de temperaturas en el que se realice el ensayo son los siguientes:

- Ensayo a 20°C: “zona1gradosveinte.m”, “zona2grados veinte.m” y “zona3grados veinte.m”.
- Ensayo a 40°C: “zona1gradoscuarenta.m”, “zona3gradoscuarenta.m” y “zona3gradoscuarenta”.
- Ensayo a 60°C: “zona1gradoscuarenta.m”, “zona3gradossesenta.m” y “zona3gradossesenta.m”.
- Ensayo a 80 °C: “zona1gradosochenta.m”, “zona2gradosochenta.m” y “zona3gradosochenta”.

En el próximo apartado se reflejan los datos obtenidos para cada una de las curvas de temperatura a las que se encuentra sometido el etilenglicol con 20 % w/w de sílice pirogénica.

## 6.4. Resultados de la optimización

En este apartado se refleja cada uno de los resultados de las curvas correspondientes a los datos experimentales junto con las curvas ajustadas, de manera que se pueda analizar cada una de ellas.

### 6.4.1. Optimización del modelo no dependiente de la temperatura

La Figura 6.2. , corresponde al resultado obtenido mediante la optimización realizada en Matlab, donde se encuentran representadas dos curvas de viscosidad frente a la velocidad de cizalla: la curva perteneciente a los datos experimentales obtenidos en el laboratorio y el ajuste de esos datos a las tres funciones no lineales que caracterizan el STF.

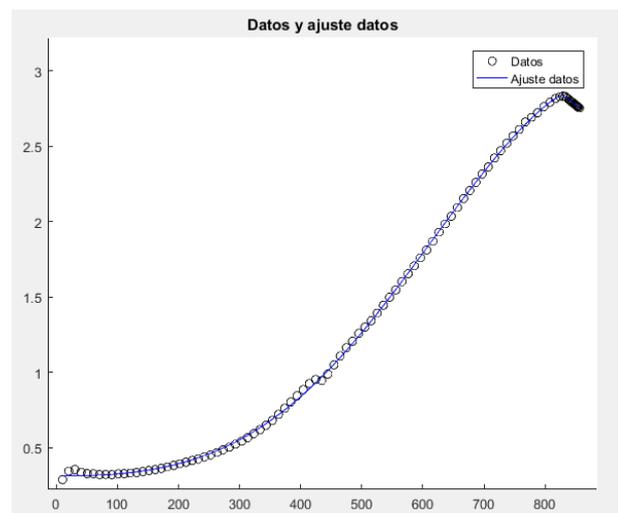


Figura 6. 2. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del Etileno Glycol con 20% w/w de fumed silica.

En la Figura 5.3.se aprecia claramente la existencia de dos zonas características de las curvas del fluido reo-espesante:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_{II}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 10.09 \leq \dot{\gamma} \leq 829.4 \text{ [s}^{-1}\text{]} \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 829.4 \leq \dot{\gamma} \text{ [s}^{-1}\text{]} \end{cases}$$

La primera zona en la que el STF tiene un comportamiento pseudoplástico, es decir que disminuye su viscosidad a bajos valores de cizalla, no aparece. Sin embargo, se diferencia claramente el aumento de la viscosidad a medida que aumentan los valores de velocidad de cizalla (comportamiento dilatante correspondiente a zona II) hasta llegar a la viscosidad crítica en la que se produce el salto a 829.4 [1/s]. Seguidamente se observa la zona III, en la que la muestra realizada en el laboratorio disminuye su viscosidad a altos valores de cizalla.

Por lo tanto, tras producir el ajuste de la curva, las ecuaciones optimizadas que caracterizan el comportamiento del STF son las siguientes:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_{II}(\dot{\gamma}) = 2.8325 + \frac{0.3145 - 2.8325}{1 + \left| \left[ -8.6225 \cdot 10^4 \left( \frac{\dot{\gamma} - 14.5554}{\dot{\gamma} - 823.18} \right) \dot{\gamma} \right] \right|^{1.15}} & \text{donde } 10.09 \leq \dot{\gamma} \leq 829.4 \text{ [s}^{-1}\text{]} \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) = \frac{3.3385}{1 + \left| \left[ 13.1428 \left( \frac{\dot{\gamma} - 957.24}{\dot{\gamma} + 0.5933} \right) \right] \right|^{-0.5933}} & \text{donde } 829.4 \leq \dot{\gamma} \text{ [s}^{-1}\text{]} \end{cases}$$

Teniendo en cuenta que los datos de viscosidad crítica,  $\eta_c$ , viscosidad aparente máxima  $\eta_{m\acute{a}x}$ , viscosidad aparente inicial asintótica,  $\eta_o$ , velocidad de cizalla máxima  $\dot{\gamma}_{m\acute{a}x}$  y velocidad de cizalla crítica,  $\dot{\gamma}_c$ , se obtienen de los datos experimentales. En la tabla 6.9. se realiza una comparativa de los datos reales experimentales frente a los resultados de los parámetros obtenidos mediante el ajuste de curvas en Matlab.

	Datos reales	Datos optimizados	
		Zona II	Zona III
$\eta_c$	0.2889	0.3145	-
$\eta_{m\acute{a}x}$	2.833	2.8325	3.3385
$\dot{\gamma}_{m\acute{a}x}$	829.4	823.18	-
$\dot{\gamma}_c$	10.09	14.554	-
n	-	0.5933	1.15
K	-	$8.6225 \cdot 10^4$	13.1428

Tabla 6. 9. Parámetros obtenidos través de la optimización en el programa Matlab junto a los datos reales experimentales.

Se observa que los parámetros obtenidos mediante optimización precedente del ajuste de curvas, son aproximados a los datos reales, cuyo valor se puede obtener mediante los datos obtenidos experimentalmente en el laboratorio. Los datos reales que se pueden estimar son los correspondientes a los parámetros:

- $\eta_c$ : viscosidad crítica. Refleja el punto de inflexión donde la curva pasa de disminuir su viscosidad aparente a ascender, esto se produce en el valor 0.2889 [Pa·s].

- $\eta_{m\acute{a}x}$ : viscosidad máxima. Pertenece al punto máximo de la curva, donde se produce el salto característico en comportamiento reológico del STF. Dicho salto se produce a un valor de 2.833 [Pa·s].
- $\eta_o$ : viscosidad asintótica a muy baja velocidades de cizalla. Debido a que en los ensayos realizados en el laboratorio el fluido no presenta la primera zona I, no se puede estimar este parámetro optimizado.
- $\dot{\gamma}_{m\acute{a}x}$ : velocidad de cizallamiento máxima. Es el valor correspondiente a la velocidad de cizalla en el punto máximo de la curva, donde se produce el salto. Éste tiene un valor de 829.4 [ $s^{-1}$ ].
- $\dot{\gamma}_c$ : velocidad de cizalla crítica. Corresponde al valor donde se aprecia el punto de inflexión en la curva, esta inflexión se produce a 10.09 [ $s^{-1}$ ].

Haciendo referencia a los parámetros que no se pueden estimar directamente mediante los datos experimentales, se tienen dos parámetros adimensionales:  $K$  y  $n$ . Estos dos parámetros se obtienen mediante el programa de optimización realizado.

Una parte a tener en cuenta, es la solución dada por el script propuesto de optimización. El código da como solución un vector “ $p_i$ ”, correspondiente a los parámetros que componen cada ecuación no lineal, cuya solución pueden tener parte compleja debido a la raíz. Solo se tendrá en cuenta la parte real de dicho número, esto se debe a que en cada una de las funciones correspondientes a la zona I, II y III los parámetros del denominador elevados al exponente “ $n_i$ ” están en valor absoluto.

## 6.4.2. Optimización del modelo dependiente de la temperatura

La optimización del modelo dependiente de la temperatura tiene como resultado cuatro curvas ajustadas correspondientes a diferentes rangos de temperatura: 20°C, 40°C, 60°C y 80°C. (Figura 6.3, Figura 6.4, Figura 6.5 y Figura 6.6).

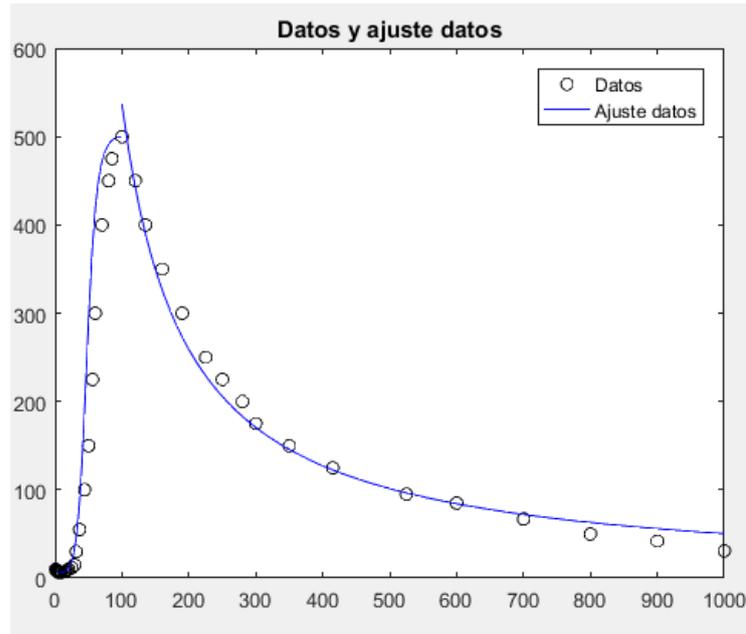


Figura 6. 3. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogéica a 20°C.

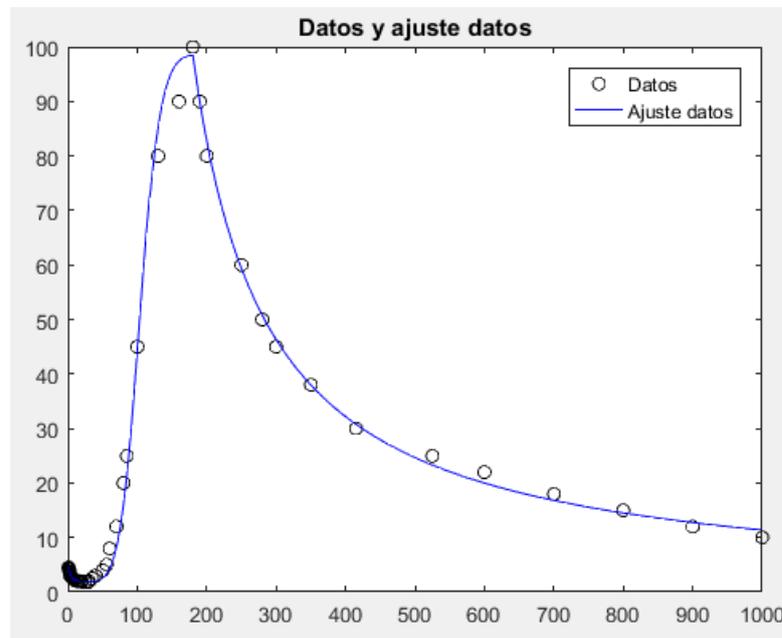


Figura 6. 4. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogéica a 40°C.

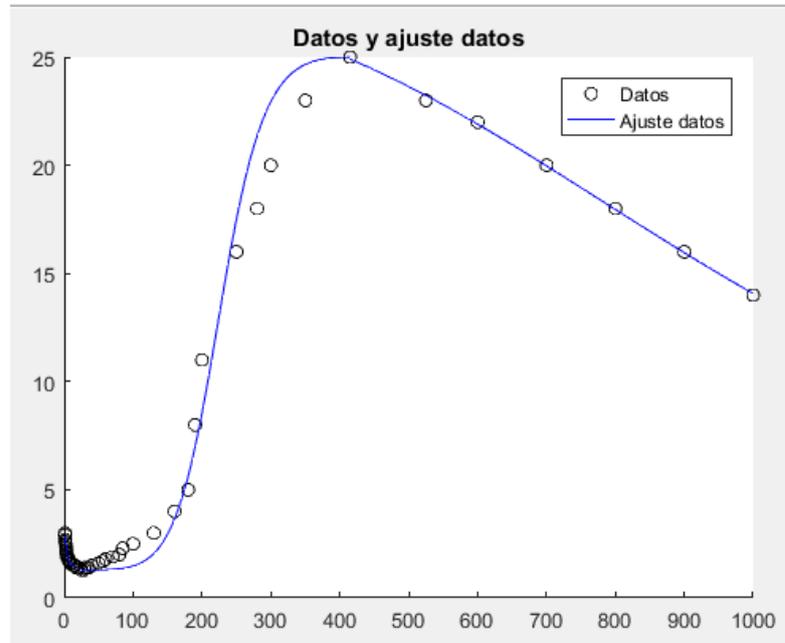


Figura 6. 5. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogéica a 60°C.

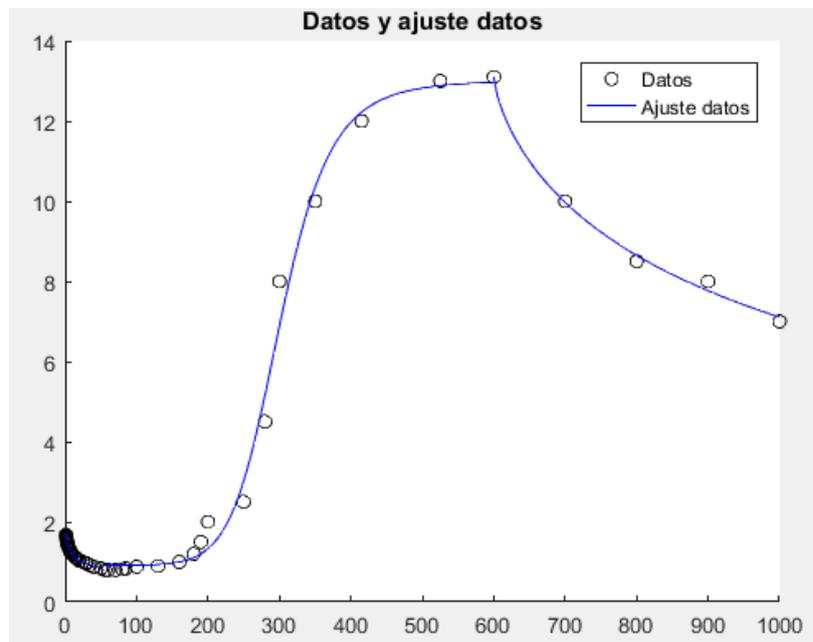


Figura 6. 6. Curva de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogéica a 80°C.

En las figuras correspondientes a las cuatro temperaturas se aprecia claramente las tres zonas características del STF y su comportamiento no lineal. En la primera zona se observa un ligero comportamiento pseudoplástico a bajos valores de velocidad de cizalla, seguido por una región en la que se produce un incremento de la viscosidad del fluido alcanzando valores superiores a la velocidad

de cizallamiento crítica  $\dot{\gamma}_c$  y una última región la suspensión muestra un comportamiento pseudoplástico.

Las curvas que caracterizan cada uno de los cuatro casos de temperatura se encuentran restringidas por los siguientes valores de velocidad de cizalla:

➤ Curva de la temperatura a 20 °C

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) & \text{donde } \dot{\gamma} \leq 7 \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 7 \leq \dot{\gamma} \leq 100 \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 100 \leq \dot{\gamma} \end{cases}$$

➤ Curva de temperatura a 40 °C

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) & \text{donde } \dot{\gamma} \leq 29 \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 29 \leq \dot{\gamma} \leq 180 \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 180 \leq \dot{\gamma} \end{cases} \quad (2)$$

➤ Curva de temperatura a 60 °C

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) & \text{donde } \dot{\gamma} \leq 25 \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 25 \leq \dot{\gamma} \leq 415 \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 415 \leq \dot{\gamma} \end{cases} \quad (2)$$

➤ Curva de temperatura a 80 °C

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) & \text{donde } \dot{\gamma} \leq 56 \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 56 \leq \dot{\gamma} \leq 600 \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) & \text{donde } 600 \leq \dot{\gamma} \end{cases} \quad (2)$$

Una vez alcanzado el resultado óptimo del ajuste de cada curva, las ecuaciones características del comportamiento del fluido sometido a estudio para cada temperatura son las siguientes:

➤ Curva de la temperatura a 20 °C

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) = 7.5976 + \frac{12.3025 - 7.5976}{1 + \left| [-1.4915 \left( \frac{\dot{\gamma}^2}{\dot{\gamma} - 2.9671} \right)] \right|^{0.667}} & \text{donde } \dot{\gamma} \leq 7 \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) = 500 + \frac{6.5 - 500}{1 + \left| [0.027 \left( \frac{\dot{\gamma} - 7}{\dot{\gamma} - 100} \right) \dot{\gamma}] \right|^{1.7}} & \text{donde } 7 \leq \dot{\gamma} \leq 100 \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) = \frac{500.5}{1 + \left| [0.01(\dot{\gamma} - 106.61)] \right|^1} & \text{donde } 100 \leq \dot{\gamma} \end{cases} \quad (4)$$

➤ Curva de temperatura a 40 °C

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) = 1.7637 + \frac{4.5112 - 1.7637}{1 + \left| \left[ 0.1618 \left( \frac{\dot{\gamma}^2}{\dot{\gamma} - 1.7244} \right) \right] \right|^{0.9503}} & \text{donde } \dot{\gamma} \leq 29 \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) = 98.40 + \frac{1.88 - 98.40}{1 + \left| \left[ 0.0098 \left( \frac{\dot{\gamma} - 0.2835}{\dot{\gamma} - 179.85} \right) \dot{\gamma} \right] \right|^{1.96}} & \text{donde } 29 \leq \dot{\gamma} \leq 180 \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) = \frac{81.86}{1 + \left| \left[ 0.0079(\dot{\gamma} - 2.013) \right] \right|^{0.9979}} & \text{donde } 180 \leq \dot{\gamma} \end{cases}$$

➤ Curva de temperatura a 60 °C

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) = 1.3768 + \frac{3.0209 - 1.3768}{1 + \left| \left[ 1.8 \left( \frac{\dot{\gamma}^2}{\dot{\gamma} - 23} \right) \right] \right|^{0.8386}} & \text{donde } \dot{\gamma} \leq 25 \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) = 25 + \frac{1.3 - 25}{1 + \left| \left[ 0.0042 \left( \frac{\dot{\gamma} - 25}{\dot{\gamma} - 415} \right) \dot{\gamma} \right] \right|^{2.1}} & \text{donde } 25 \leq \dot{\gamma} \leq 415 \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) = \frac{26.8865}{1 + \left| \left[ 7.5012 \cdot 10^{-8}(\dot{\gamma} - 163.31) \right] \right|^{2.29}} & \text{donde } 415 \leq \dot{\gamma} \end{cases}$$

➤ Curva de temperatura a 80 °C

$$\eta(\dot{\gamma}) = \begin{cases} \eta_I(\dot{\gamma}) = 0.6989 + \frac{2.0478 - 0.7108}{1 + \left| \left[ -2.5593 \left( \frac{\dot{\gamma}^2}{\dot{\gamma} - 60.0924} \right) \right] \right|^{0.3324}} & \text{donde } \dot{\gamma} \leq 56 \\ \eta_{II}(\dot{\gamma}) = 13.0177 + \frac{0.9164 - 13.0177}{1 + \left| \left[ 0.0214 \left( \frac{\dot{\gamma} - 57.815}{\dot{\gamma} - 589.13} \right) \dot{\gamma} \right] \right|^{2.7827}} & \text{donde } 56 \leq \dot{\gamma} \leq 600 \\ \eta_{III}(\dot{\gamma}) = \frac{13.12}{1 + \left| \left[ 0.012(\dot{\gamma} - 599.94) \right] \right|^{0.71}} & \text{donde } 600 \leq \dot{\gamma} \end{cases}$$

Para cada una de las ecuaciones no lineales que componen el comportamiento reológico del STF, las variables varían según el rango de temperaturas empleado (tabla 6.10):

<i>Parámetros</i>	20 °C	40 °C	60 °C	80 °C
$K_I$	1.4915	0.1618	1.8	2.5593
$K_{II}$	0.27	0.0098	0.0098	0.0214
$K_{III}$	0.01	0.0079	$7.5012 \cdot 10^{-8}$	0.012
$n_I$	0.667	0.9503	0.8386	0.3324
$n_{II}$	1.7	1.96	2.1	2.7827
$n_{III}$	1	0.9979	2.29	0.71
$\eta_o$	10	4.5	3	1.68
$\eta_c$	6.5	1.8	1.3	0.79
$\eta_{max}$	500	100	25	13.10
$\gamma_{max}$	100	180	415	600
$\gamma_c$	7	29	25	56

**Tabla 6. 10. Valores de los parámetros característicos correspondientes al comportamiento STF, teniendo en cuenta la influencia de la temperatura en su comportamiento.**

En los resultados del código de optimización, se observa que el salto característico de la viscosidad aparente máxima del STF (donde se encuentra el punto máximo de cada curva), se produce a mayores valores de velocidad de cizalla a medida que se aumenta el rango de temperatura, véase figura 6.7.

Sin embargo, la viscosidad aparente máxima para cada una de las curvas disminuye en relación al aumento de temperatura empleado en cada ensayo.

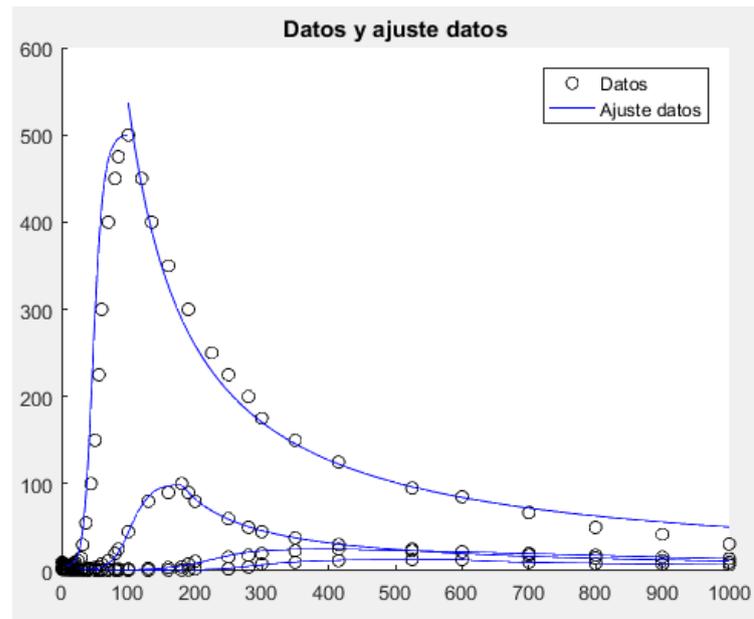


Figura 6. 7. Comparativa gráficas de los datos experimentales y curva de ajuste correspondiente a la optimización propuesta. Representación de la viscosidad aparente frente a la velocidad de cizalla del etilenglicol con 20% w/w de sílice pirogénica a :20°C, 40°C, 60°C.

La figura 6.7. representa las cuatro curvas correspondientes a los rangos de temperatura: 20°C, 40 °C, 60 °C y 80 °C , el script “graficasTEMPERATURASen1grafico” permite graficar estas cuatro curvas en un mismo reograma (Anexo A5).

## CAPITULO 7

---

# Conclusiones y trabajos futuros

---

### 7.1. Conclusiones

En este proyecto se ha desarrollado el estudio del comportamiento del fluido reo-espesante. Para ello, se analiza un modelo de viscosidad con el fin de obtener sus características reológicas, proponiendo un modelo de optimización a través del programa Matlab. El código de programación propuesto se basa en un algoritmo matemático de ajuste de los resultados obtenidos en la parte experimental realizada en el laboratorio, aplicada a las curvas no lineales pertenecientes al modelo de viscosidad analizado.

La validación del modelo de viscosidad se desarrolla focalizándose en dos aspectos: mediante la parte experimental realizada y la posterior propuesta de optimización.

En la parte experimental se realizan ensayos para obtener los parámetros de viscosidad aparente, velocidad de cizalla y tensión de corte de la suspensión fabricada de STF. La comprobación de las curvas de fluidez y viscosidad a través de estos parámetros obtenidos, alcanzan unos resultados correctos y concordantes con la teoría de este tipo de fluidos.

Complementario al punto anterior, en el modelo de optimización propuesto para el ajuste de curvas existen dos casos: la optimización no dependiente de la temperatura y la que sí depende de ella. En ambos casos se tienen como resultado unas series de curvas correctamente ajustadas a los datos experimentales dependientes o no de la temperatura.



Finalizada la validación teórica y práctica del modelo de viscosidad, cabe destacar que en el futuro se puedan utilizar los modelos empleados en este proyecto o parte de ellos para el desarrollo de modelos reológicos más complejos.

## 7.2. Futuros trabajos

El presente Proyecto Fin de Carrera desarrolla y analiza el comportamiento de un fluido reo-espesante, desde su punto de vista teórico y práctico. En base a los resultados obtenidos y teniendo en cuenta los conocimientos alcanzados en el estudio realizado, se proponen los siguientes futuros trabajos:

- Utilización de los modelos empleados o parte de ellos para el desarrollo de modelos reológicos más complejos.
- Desarrollo y análisis de este tipo de fluido en una aplicación práctica sobre un amortiguador instalado en un edificio, sometido a movimientos, esfuerzos y vibraciones sísmicas que debe mitigar y/o absorber.
- Estudio del fluido reo-espesante junto a fibras de kevlar, cuya combinación actúa como un blindaje líquido capaz de absorber los impactos de bala.



---

# Anexos

---

# A1. CARACTERÍSTICAS DEL REÓMETRO AR 2000 EX

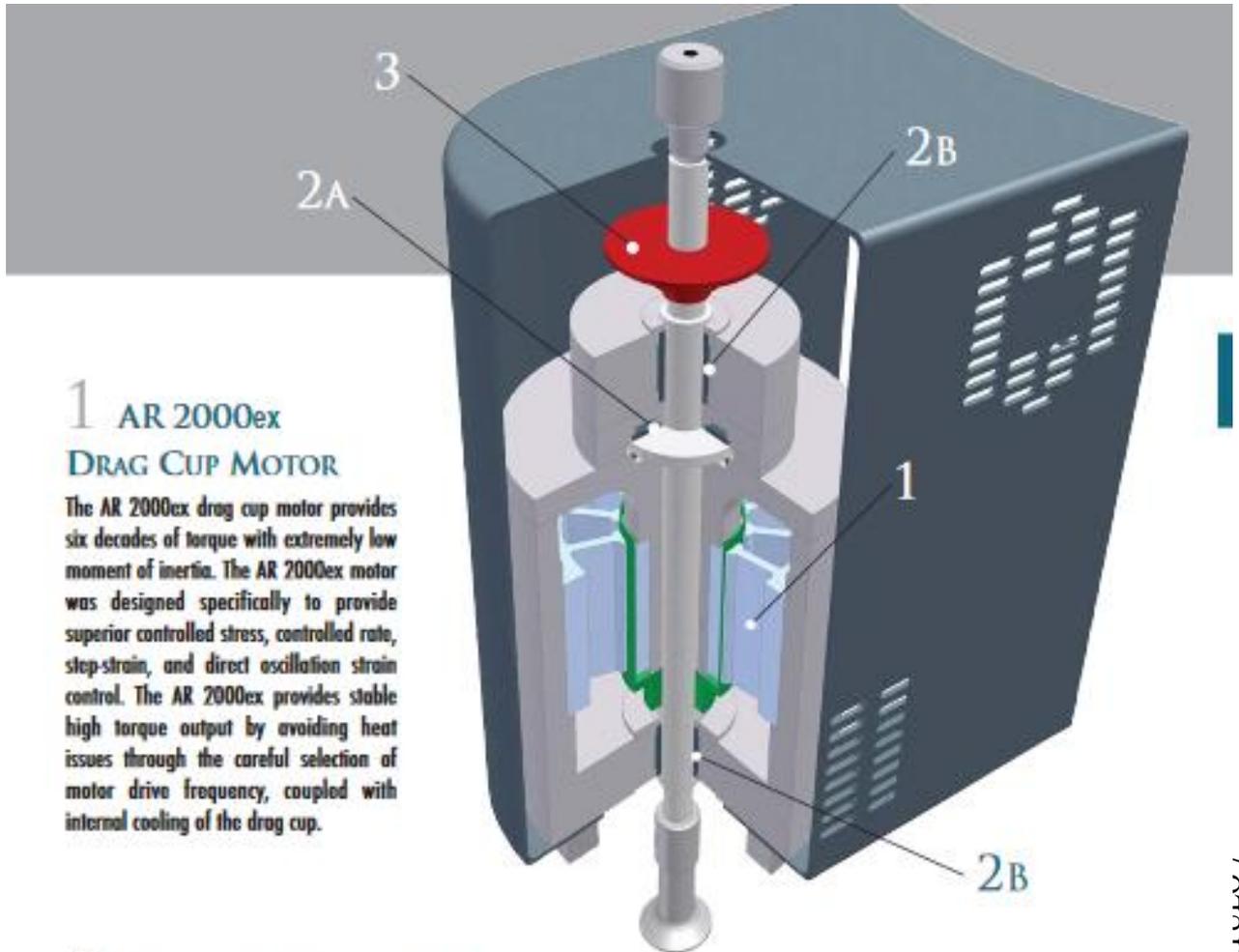
## AR 2000ex

The AR 2000ex brings an all new electronics package to the time-tested hardware of the world's best selling rheometer, further extending the long list of unique features. The AR 2000ex rheometer design includes a unique, ultra-low inertia drag cup motor and porous carbon air bearings for outstanding controlled stress, direct strain and controlled rate performance. The AR 2000ex features the original Smart Swap™ quick interchanging and self-configuring environmental systems. Enhanced features of the AR 2000ex include the new ETC with fast heating rates, ETC and Peltier Camera Viewers (with image capture software), a new Electrically Heated Plate Temperature System, and ethernet communications. The AR 2000ex is extremely versatile and appropriate for a wide variety of applications including fluids of any viscosity, polymer melts, solids and reactive materials.



Minimum Torque Oscillation CR	0.03 $\mu\text{N.m}$
Minimum Torque Oscillation CS	0.1 $\mu\text{N.m}$
Minimum Torque Steady CR	0.05 $\mu\text{N.m}$
Minimum Torque Steady CS	0.1 $\mu\text{N.m}$
Maximum Torque	200 mN.m
Torque Resolution	1 nN.m <sup>TM</sup>
Motor Inertia	15 $\mu\text{N.m.s}$
Angular Velocity Range CS	0 to 300 rad/s
Angular Velocity Range CR	1E-8 to 300 rad/s
Frequency Range	7.5E-7 to 628 rad/s
Displacement Resolution	40 nrad
Step Change in Velocity	25 ms
Step Change in Strain	60 ms
Direct Strain Control	Standard <sup>TM</sup>
Thrust Bearing	Porous Carbon Air
Normal/Axial Force Range	0.005 to 50 N
Smart Swap™	Standard
Peltier Plate	-40 to 200 °C <sup>TM</sup>
Environmental Test Chamber (ETC)	-160 to 600 °C
Concentric Cylinder	-20 to 150 °C <sup>TM</sup>
	Peltier Control
Upper Heated Plate	-30 to 150 °C <sup>TM</sup>
Electrically Heated Plate (EHP)	-80 to 400 °C

## A2. PARTES QUE COMPONEN EL REOMETRO AR 2000 EX



### 1 AR 2000ex DRAG CUP MOTOR

The AR 2000ex drag cup motor provides six decades of torque with extremely low moment of inertia. The AR 2000ex motor was designed specifically to provide superior controlled stress, controlled rate, step-strain, and direct oscillation strain control. The AR 2000ex provides stable high torque output by avoiding heat issues through the careful selection of motor drive frequency, coupled with internal cooling of the drag cup.

### 2 POROUS CARBON AIR BEARINGS

The AR 2000ex has a unique triple air bearing design. A single thrust bearing [2A] and two radial porous carbon air bearings [2B] provide maximum axial and radial stiffness. This configuration ensures confidence in measurements of high modulus materials, while providing low and uniform levels of residual torque.

### 3 OPTICAL ENCODER

The AR 2000ex measures angular deflection and speed, using a low inertia, high-resolution optical encoder. The ability of the AR 2000ex to measure small angular displacements, and low and high angular velocities adds to its versatility.



# A3. Características del material utilizado en los ensayos: Etilenglicol.

**SIGMA-ALDRICH**

[sigma-aldrich.com](http://sigma-aldrich.com)

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: [www.sigmaaldrich.com](http://www.sigmaaldrich.com)

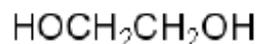
Email USA: [techserv@sigmaaldrich.com](mailto:techserv@sigmaaldrich.com)

Outside USA: [eurtechserv@sigmaaldrich.com](mailto:eurtechserv@sigmaaldrich.com)

## Product Specification

Product Name:  
Ethylene glycol - ReagentPlus<sup>®</sup>, ≥ 99%

Product Number: 102466  
CAS Number: 107-21-1  
MDL: MFCD00002885  
Formula: C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O<sub>2</sub>  
Formula Weight: 62.07 g/mol



TEST	Specification
Appearance (Color)	Colorless
Appearance (Form)	Liquid
Infrared spectrum	Conforms to Structure
Color Test	< 10 APHA
Purity (GC)	≥ 99.0 %

Specification: PRD.0.ZQ5.10000016388

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at [Sigma-Aldrich.com](http://Sigma-Aldrich.com). For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

1 of 1

# A4. Características del material utilizado en los ensayos: Fumed silica.

**SIGMA-ALDRICH®**

sigma-aldrich.com

3050 Spruce Street, St. Louis, MO 63103 USA  
Tel: (800) 521-8956 (314) 771-5765 Fax: (800) 325-5052 (314) 771-5757  
email: techservice@sigmaaldrich.com sigma-aldrich.com

## Product Information

### Silica, fumed

Catalog Numbers S5130, S5505, S2128

#### Physical Description

Silica, fumed is composed of submicron-sized spheres, which are 40-60% fused into short chains, very highly branched, 0.1-0.2 microns long. The spheres are quite uniform in size for a given product, but the chain lengths are quite variable, 10 to 30 units

in length. The surface area, which varies with the particle size, gives a good approximation of the sphere diameter. The smaller the particles, the larger the estimated surface area.<sup>2</sup>

Catalog Number	Particle size (µm)	Surface area (m <sup>2</sup> /gram)	Density (lb/cu. ft)
S5130	0.007	395 ± 25	2.3
S5505	0.2-0.3	200 ± 25	2.3
S2128	powder		

#### Method of Preparation:<sup>2</sup>

Silicon tetrachloride is burned in a flame of hydrogen and oxygen (at ~1800 °C) to produce molten spheres of silicon dioxide (and hydrogen chloride). Depending on process parameters, the size of these silica spheres can be varied and, within a given batch, show excellent uniformity (by electron micrograph). The molten spheres collide and fuse with one another to form branched, three-dimensional chain-like aggregates.

Many aggregates have chains from 10 to 30 spheres in length, or from 0.1 to 0.2 microns (µm) in length. As the aggregates cool down below the fusion temperature of silica (~ 1710 °C), further collisions result in some reversible mechanical entanglement or agglomeration. Further agglomeration occurs during the collection process; this can be reversed by proper dispersion in a suitable medium.

During the formation of the product, hydroxyl groups become attached to some of the silicon atoms on the surface of the silica particles, making the surface hydrophilic and capable of hydrogen bonding with suitable molecules. There are (estimated) 3.5-4.5 hydroxyl groups per square millimicron of silica surface, compared to a theoretical maximum of 7.65. The structure of fumed silica is amorphous (as indicated by absence of lines in its X-ray diffraction pattern.)

The surface area was determined by calculation using a nitrogen adsorption method of Brunauer<sup>2</sup>, and the value used to calculate particle diameter.

The residual hydrogen chloride on the surface of the fumed silica was reduced to less than 200 ppm by calcining.<sup>2</sup> The moisture content of the product will vary, depending on storage conditions. Moisture adsorbed on the surface can be removed by evacuation at room temperature (at 10<sup>-2</sup> mm Hg) or by heating at 110 °C. (If the product is heated above 800 °C, it sinters irreversibly.)

#### Storage / Stability As Supplied:

These products are stable indefinitely at room temperature if kept dry. Their tendency to adsorb moisture suggests an effective shelf-life of about two years, once opened.

#### Solubility / Solution Stability:<sup>2</sup>

Fumed silica will form dispersions in water, glycerin, butyl alcohol, mineral oil and a variety of other liquids, causing them to thicken or form gels. The dispersions often have thixotropic properties, i.e., viscosity that varies with rate of stirring.

For liquids with minimal hydrogen bonding, small amounts of fumed silica will increase the viscosity. Addition from 3 to 5% by weight usually suffices to cause the liquid to form a gel. After an initial thorough dispersion, increasing the mixing time has little effect on the viscosity for a given percent of silica.



For liquids with a high degree of hydrogen bonding, small amounts of fumed silica will also increase the viscosity. However, usually 10% or more (by weight) will be needed to form gels. The initial dispersion is rapid. If the dispersion is mixed too long, the result will be an irreversible decrease in viscosity.

#### **Solubility / Solution Stability:**<sup>2</sup>

Dispersions formed with fumed silica are quite stable, remaining unchanged for weeks to months, over a range of temperatures.

#### **Usage:**

Fumed silica have been used commercially in a wide range of applications to enhance viscosity of many liquids, including paints. The most common application in biochemistry is for clarifying sera by removing lipids.

Two methods are reported to be successful, each with its own limitations: dextran sulfate extraction and fumed silica precipitation. The use of dextran sulfate MW 500,000 (Catalog Number D6001) has been reported.<sup>4</sup> However, it does tend to bind blood clotting factors and, in fact, has been used to isolate factors II and X.<sup>5</sup> Use of fumed silica has generally been successful; one trade name reported is Aerosil 380; Sigma's comparable product is S5130, 0.007 micron particles.

#### **General Procedure For Delipidizing Serum:**<sup>6</sup>

Add 20 g of fumed silica, Catalog Number S5130/L serum (or 20 mg/mL serum), mix well for 2-3 hours or overnight. Centrifuge at 2000 g for 15 minutes. Wash the pelleted silica with buffer, then recentrifuge the supernatant liquid. Any pellet can be re-washed to recover as much serum as possible.

#### **Disadvantages:**

- a. About 15% of the sample volume will be irretrievably lost, adsorbed to the silica.
- b. The fumed silica is extremely fluffy and somewhat difficult to handle. The use of a fine-dust filter respirator is recommended. The fumed silica must be added as a dry powder to the serum, since once it is wet, the silica becomes very slimy and is extremely hard to handle as a heavy precipitate.
- c. The silica is suitable for serum but cannot be used on plasma. The surface will activate clotting factors.

#### **References:**

1. Sigma quality control.
2. Supplier data.
3. Brunauer, S. et al., *J. Am. Chem. Soc.*, 60, 309 (1938).
4. Agnese et al., *Clin. Biochem.*, 16, 98-100 (1983).
5. Sigma production department.

PHC 05/12-1







```
hold off
legend('Datos','Ajuste datos')
title('Datos y ajuste datos')
hold off
```

## FIN SCRIPT

### SCRIPT : “ajustezonaIgradosveinte.m”

```
%Objetivo: ajustar los datos obtenidos mediante ensayos experimentales a la
función objetivo poly1.
%Se define la ecuación que se busca ajustar.
poly1= @(p1, yzonal) p1(1)+ ((p1(2)-
p1(1))./(1+((p1(3)*((yzonal.^2)./(yzonal-p1(4))))).^ (p1(5))))))
% Punto inicial de partida de cada uno de los parámetros del vector p.
x0=[8.2 14.5 1.5 7 1]
%Límite inferior de la velocidad de cizalla en la zona 1.
lb=[8 14 1 6 1]
%Límite superior de la velocidad de cizalla en la zona 1.
ub=[9 15 2 7 2]
%Opciones establecidas para el ajuste basado en el algoritmo de
%Levenberg-Marquardt.
%Función optimización: Tolerancias y criterios de parada. "TolFUN" Si el
solucionador intenta dar un paso que es más pequeño que TolX , las
iteraciones terminan
%Función optimización: Tolerancias y criterios de parada. "TolX" tolerancia
a la terminación de x, el punto actual.
options = optimoptions('lsqcurvefit','Algorithm','levenberg-
marquardt','TolFun',0.00000000000000000000000000000001, 'MaxFunEvals', 10000,
'TolX',0.00000000000000000000000000000001)
% Se realiza el ajuste de los datos mediante el comando lsqcurvefit (solver
no lineal mediante mínimos cuadrados), donde
% se tiene como parámetros de salida (de izquierda a derecha): los valores
ajustados de los
% parámetros, la suma de los cuadrados diferencia entre la salida del
% modelo y la fuente de datos real para el algoritmo, valor de la función
% objetivo, razón por la que la solución se resolvió e nformación sobre el
% proceso de optimización.
[p,resnorm,residual,exitflag,output] =
lsqcurvefit(poly1,x0,yzonal,vapzonal,lb,ub, options)
%Se representan la curva correspondiente a la tercera zona2
grafical=plot(yzonal,vapzonal,'ko')
hold on
%Se obtienen los datos de la velocidad de cizalla de zona II
datos1 = linspace (yzonal (1), yzonal (end))
%Se representan los datos ajustados a la ecuación poly2.
graficalajustada=plot (datos1, poly1(p1,datos1),'b-')
legend('Datos','Ajuste datos')
title('Datos y ajuste datos')
hold off %Objetivo: ajustar los datos obtenidos mediante ensayos
experimentales a la función objetivo poly1.
%Se define la ecuación que se busca ajustar.
poly1= @(p1, yzonal) p1(1)+ ((p1(2)-
p1(1))./(1+abs(((p1(3)*((yzonal.^2)./(yzonal-p1(4))))).^ (p1(5))))))
% Punto inicial de partida de cada uno de los parámetros del vector p1.
x0=[8.2 14.5 1.5 7 1]
%Límite inferior de los parámetros del vector p1.
lb=[8 14 1 6 1]
%Límite superior de los parámetros del vector p1.
ub=[9 15 2 7 2]
```



```

%Opciones establecidas para el ajuste basado en el algoritmo de
%Levenberg-Marquardt.
%Función optimización: Tolerancias y criterios de parada. "TolFUN" Si el
solucionador intenta dar un paso que es más pequeño que TolX , las
iteraciones terminan
%Función optimización: Tolerancias y criterios de parada. "TolX" tolerancia
a la terminación de x, el punto actual.
options = optimoptions('lsqcurvefit','Algorithm','levenberg-
marquardt','TolFun',0.00000000000000000000000000000001, 'MaxFunEvals', 10000,
'TolX',0.00000000000000000000000000000001)
% Se realiza el ajuste de los datos mediante el comando lsqcurvefit (solver
no lineal mediante mínimos cuadrados), donde
% se tiene como parámetros de salida (de izquierda a derecha): los valores
ajustados de los
% parámetros, la suma de los cuadrados diferencia entre la salida del
% modelo y la fuente de datos real para el algoritmo, valor de la función
% objetivo, razón por la que la solución se resolvió e nformación sobre el
proceso de optimización.
[p,resnorm,residual,exitflag,output] =
lsqcurvefit(poly1,x0,yzonal,vapzonal,lb,ub, options)
%Se representan la curva correspondiente a la zona I.
grafical=plot(yzonal,vapzonal,'ko')
hold on
%Se obtienen los datos de la velocidad de cizalla de zona I.
datos1 = linspace (yzonal (1), yzonal (end))
%Se representan los datos ajustados a la ecuación poly1.
graficalajustada=plot (datos1, poly1(p1,datos1),'b-')
legend('Datos','Ajuste datos')
title('Datos y ajuste datos')
hold off

```

## FIN SCRIPT

### SCRIPT: “ajustezona2gradosveinte.m”

```

%Objetivo: ajustar los datos obtenidos mediante ensayos experimentales a la
función objetivo poly2.
%Se define la ecuación que se busca ajustar.
poly2= @(p,yzona2) p(1) +((p(2)-p(1))./(1+abs((p(3)*yzona2.*((yzona2-
p(4))./(yzona2-p(5))))).^p(6)))
% Punto inicial de partida de cada uno de los parámetros del vector p2.
x0=[500 6.5 0.027 7 100 1.7]
%Límite inferior de los parámetros del vector p2.
lb=[450 5 0.01 6 95 1]
%Límite superior de los parámetros del vector p2.
ub=[530 9 0.035 10 110 2]
%Opciones establecidas para el ajuste basado en el algoritmo de
%Levenberg-Marquardt.
options = optimoptions('lsqcurvefit','Algorithm','levenberg-
marquardt','TolFun',0.00000000000000000000000000000001, 'MaxFunEvals', 10000,
'TolX',0.00000000000000000000000000000001)
% Se realiza el ajuste de los datos mediante el comando lsqcurvefit (solver
no lineal mediante mínimos cuadrados), donde
% se tiene como parámetros de salida (de izquierda a derecha): los valores
ajustados de los
% parámetros, la suma de los cuadrados diferencia entre la salida del
% modelo y la fuente de datos real para el algoritmo, valor de la función
% objetivo, razón por la que la solución se resolvió e nformación sobre el
% proceso de optimización.

```









```

% proceso de optimización.
[p3,resnorm,residual,exitflag,output] =
lsqcurvefit(poly3,x0,yzona3,vapzona3,lb,ub, options)
%Se representan los datos correspondiente a la tercera zona
grafica3=plot(yzona3,vapzona3,'ko')
hold on
%Se obtienen los datos de la velocidad de cizalla de zona III
datos3 = linspace (yzona3 (1), yzona3 (end))
%Se representan los datos ajustados a la ecuación poly3.
grafica3ajustada=plot (datos3, poly3(p3,datos3),'b-')
hold off
legend('Datos','Ajuste datos')
title('Datos y ajuste datos')
hold off

```

## FIN SCRIPT

### SCRIPT : “ajustezonaIgradossesenta.m”

```

%Objetivo: ajustar los datos obtenidos mediante ensayos experimentales a la
función objetivo poly1.
%Se define la ecuación que se busca ajustar%Se define la ecuación que se
busca ajustar.
poly1= @(p1, yzonal) p1(1)+ ((p1(2)-
p1(1))./(1+abs(((p1(3)*((yzonal.^2)./(yzonal-p1(4))))).^p1(5))))
% Punto inicial de partida de cada uno de los parámetros del vector p1.
x0=[1.3 3 1.7 25 -1]
%Límite inferior de los parámetros del vector p1.
lb=[1 2 1.6 23 -2]
%Límite superior de los parámetros del vector p1.
ub=[1.8 4 1.8 27 2]
%Opciones establecidas para el ajuste basado en el algoritmo de
%Levenberg-Marquardt.
%Función optimización: Tolerancias y criterios de parada. "TolFUN" Si el
solucionador intenta dar un paso que es más pequeño que TolX , las
iteraciones terminan
%Función optimización: Tolerancias y criterios de parada. "TolX" tolerancia
a la terminación de x, el punto actual.
options = optimoptions('lsqcurvefit','Algorithm','levenberg-
marquardt','TolFun',0.00000000000000000000000000000001, 'MaxFunEvals', 10000,
'TolX',0.00000000000000000000000000000001)
% Se realiza el ajuste de los datos mediante el comando lsqcurvefit (solver
no lineal mediante mínimos cuadrados), donde
% se tiene como parámetros de salida (de izquierda a derecha): los valores
ajustados de los
% parámetros, la suma de los cuadrados diferencia entre la salida del
% modelo y la fuente de datos real para el algoritmo, valor de la función
% objetivo, razón por la que la solución se resolvió e nformación sobre el
% proceso de optimización.
[p1,resnorm,residual,exitflag,output] =
lsqcurvefit(poly1,x0,yzonal,vapzonal,lb,ub, options)
%Se representa la curva correspondiente a la tercera zonal.
grafical=plot(yzonal,vapzonal,'ko')
hold on
%Se obtienen los datos de la velocidad de cizalla de zona I.
datos1 = linspace (yzonal (1), yzonal (end))
%Se representan los datos ajustados a la ecuación poly1.
graficalajustada=plot (datos1, poly1(p1,datos1),'b-')
legend('Datos','Ajuste datos')
title('Datos y ajuste datos')

```











## SCRIPT : “graficasTEMPERATURASen1grafico.m”

```
g1 = hgload('80.fig'); % Cargamos el primer .FIG
g2 = hgload('60.fig'); % Cargamos el segundo .FIG
g3 = hgload('40.fig'); % Cargamos el segundo .FIG
g4 = hgload('20.fig'); % Cargamos el segundo .FIG
ax1 = get(g1, 'CurrentAxes'); % Obtenemos el axes de la 1ra gráfica
ax2 = get(g2, 'CurrentAxes'); % Obtenemos el axes de la 2da gráfica
ax3 = get(g3, 'CurrentAxes'); % Obtenemos el axes de la 3ra gráfica
ax4 = get(g4, 'CurrentAxes'); % Obtenemos el axes de la 4da gráfica
hL4 = get(ax4, 'Children'); % Obtenemos los "trazos" o "lineas" de la 4da
gráfica
hL3 = get(ax3, 'Children'); % Obtenemos los "trazos" o "lineas" de la 3da
gráfica
hL2 = get(ax2, 'Children'); % Obtenemos los "trazos" o "lineas" de la 2da
gráfica
copyobj(hL2, ax1); % Copiamos las "lineas" anteriores dentro del axes de la
primera gráfica
copyobj(hL3, ax1); % Copiamos las "lineas" anteriores dentro del axes de la
primera gráfica
copyobj(hL4, ax1); % Copiamos las "lineas" anteriores dentro del axes de la
primera gráfica
delete(g2); % Borramos la ventana de la 2da. gráfica
delete(g3); % Borramos la ventana de la 3da. gráfica
delete(g4); % Borramos la ventana de la 4da. gráfica
```

**FIN SCRIPT**



# Referencias

- [1] Martín Domingo, Martín. Apuntes de Mecánica de fluidos. Recuperado el 29 de junio de 2016, de: <http://oa.upm.es/6531/1/amd-apuntes-fluidos.pdf>
- [2].Borbones, L. Unidad I-II:Conceptos Básicos - Propiedades de los Fluidos. Recuperado el 1 de octubre del 2016, de: <http://slideplayer.es/slide/7915525/>
- [3] Çengel, A.Y.; Cimbala, J.M. (2006). Mecánica de Fluidos. Fundamentos y aplicaciones. México: Mc Graw Hill
- [4] Méndez-Sánchez, A. F., Pérez-Trejo, L. y Paniagua Mercado, A. M. (2010). *Determinación de la viscosidad de los fluidos newtonianos y no newtonianos (una revisión del viscosímetro de Couette)*. 1(1), 237-245.
- [5] Anónimo. Propiedades de los fluidos. Recuperado el 25 de marzo de 2016, de: [http://fcm.ens.uabc.mx/~fisica/FISICA\\_II/APUNTES/VISCOSIDAD.htm](http://fcm.ens.uabc.mx/~fisica/FISICA_II/APUNTES/VISCOSIDAD.htm)
- [6] Franck. A. (2013). Understanding Rheology of Structured Fluids. Recuperado el 24 de mayo de 2016, de: [http://www.tainstruments.com/pdf/literature/AAN016\\_V1\\_U\\_StructFluids.pdf](http://www.tainstruments.com/pdf/literature/AAN016_V1_U_StructFluids.pdf)
- [7] Rojas G., Orlando. Introducción a la reología. Recuperado el 29 de junio del 2016, de: <http://www.firp.ula.ve/archivos/cuadernos/S520B.pdf>
- [8] Ibarrola, E. (2009) *Introducción a los fluidos Newtonianos*. Cátedra de Mecánica de los Fluidos-UNCOR.
- [9] Anónimo. Apuntes mecánica de fluidos. Repositorio Institucional de la Universidad de Alicante (RUA). Recuperado el 30 de agosto del 2016, de: <https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/3623/1/tema2RUA.pdf>
- [10] Franck. A. (2013). Understanding Rheology of Structured Fluids. Recuperado el 24 de Mayo de 2016, de: [http://www.tainstruments.com/pdf/literature/AAN016\\_V1\\_U\\_StructFluids.pdf](http://www.tainstruments.com/pdf/literature/AAN016_V1_U_StructFluids.pdf)
- [11] Chhabra, R.P. y Richardson, J.F. (1999). Non-Newtonian flow in the process industries: fundamentals and engineering applications. Oxford: Butterworth-Heinemann.



- [12] Anónimo. Fluidos dilatantes (Shear Thickening). Recuperado el 26 de septiembre de 2016, de: <http://img.docstoccdn.com/thumb/orig/123062754.png>
- [13] Comportamiento pseudoplástico. Recuperado el día 22 de septiembre, se: <http://avibert.blogspot.com/2010/01/fluidos-no-newtonianos-reologia-y.html>
- [14] James McGovern, C. (2001). Dynamics of shear thickening Fluids in composite beam structures. University of Delaware, Newark, USA.
- [15] Kushan, M. C., Gürgen, S., Ünalir, T. y Cevik, S. (2014). A novel approach for armor applications of shear thickening fluid in aviation and defense industry. Conferencia llevada a cabo en International conference of scientific paper Afases, Brasov.
- [16] Tian, T., Weihua, L., Nakano, M. (2013). Desing and evaluation of a Linear Damper Working with MR Shear Thickening Fluids. 440-441.
- [17] Taylor Devices Inc. Recuperado el 12 de septiembre del 2016, de: <http://www.taylordevices.com/>
- [18] Coronel Benavente, D. *Montaje y estudio de un amortiguador magnetoreológico en la suspensión de un vehículo automóvil*. Proyecto fin de carrera. Universidad Carlos III de Madrid, 2010.
- [19] F.D'Ausilio, R., Stuart, J.R., Glaccherini, T. N. y Williams, F.H. *U.S. Patent No. 2008/0293436 A1*. Patent of In Orbit Space Transformations & Recovery System.  
Weihua, L.
- [20] Wagner, N.D. *U.S. Patent No.1100147.0*. Patent of Shear thickening fluid containment in polymer composites.
- [21] Ding, J., Tracey, P.J., , Grangou, P., Wallace, G.G. y Whitten, P.G. (2013). Review on shear thickening fluids and applications. *Textiles and Light Industrial Science and Technology (TLIST) Volume 2,4*.
- [22] Badenova, Smart Safety. BIV. Recuperado el 15 de octubre del 2016, de: <http://www.badenova.com/>
- [23] L. Mott, R. (2006). *Mecánica de fluidos Sexta Edición*. México: Pearson Educación
- [24] ReoTerm. Instrumentos científicos. Recuperado el 25 de septiembre, de: <http://www.reoTerm.com.br/detalhada.php?id=164>



- [25] Anónimo. Reología Fluidos no Newtonianos. Recuperado el 29 de junio del 2016, de: [http://www.efn.uncor.edu/departamentos/aero/Asignaturas/MecFluid/material/2\\_reologia.pdf](http://www.efn.uncor.edu/departamentos/aero/Asignaturas/MecFluid/material/2_reologia.pdf)
- [26] Instrumentos de laboratorio. Recuperado el día 19 de agosto del 2016, de: [http://instrumentosdelaboratorio.org/viscosimetro\\_01/08/2015](http://instrumentosdelaboratorio.org/viscosimetro_01/08/2015)
- [27] García Quesada, J.C. Tema 5: Técnicas reométricas. Universidad de Alicante. Departamento de Ingeniería Química. Recuperado el 03 de agosto del 2016, de: <http://rua.ua.es/dspace/handle/10045/3626?locale=en>
- [28] Direct Industry. Recuperado el 25 de septiembre, de: <http://www.directindustry.es/prod/lauda-dr-r-wobser-gmbh-co-kg/product-23650-501312.html>
- [29] Morés, M.P. y Mora Alfonso, M. (2010). *Implementación de una metodología para determinación de propiedades reológicas*. Proyecto fin de carrera. Escuela Universitaria Ingeniería Técnica Industrial de Zaragoza.
- [30] Galindo-Rosales, F.J., Rubio-Hernandez, F.J. y Velazquez-Navarro, J.F. (2009). Shear thickening behavior of Aerosil® R816 nanoparticles suspensions in polar organic liquids, *Rheologica Acta* , 48 , 699-708.
- [31] Manica, R. y De Bortoli, A. (2004). Simulattion of sudden expansion flows for power-law fluids. *Journal of Non-Newtonian Fluids Mechanics*, 121, 35-40.
- [32] Dawson, M., McKinley, G. y Gibson, L. (2004). The dynamic compressive response of an open-cell foam impregnated with a non-Newtonian fluid. *Journal of Applied Mechanics*, 76.
- [33] Tian,T., Weihua, L., Gurcel, A. y Haiping,D. (2013).Study of temperature effect of shear thickening fluid. Conferencia llevada a cabo en International Conference of Advanced Intelligent Mechatronics (AIM), Australia.
- [34] Tian,T., Weihua, L., Grangou, P., Ding, J. y Nakano, M. (2015). Experimental and modelling study of effect of temperature on shear thickening fluids. *Korea-Australia Rheology Journal*, 27 , 17-24.
- [35] TA Rheology Manual, Rheology Advantage.
- [36] MathWorks. Programa matemático Matlab. Recuperado el 20 de octubre del 2016, de: <https://es.mathworks.com/help/matlab/math/setting-options.html>

