



**DEPARTAMENTO DE INGENIERIA QUIMICA
CATEDRA DE FISICOQUIMICA
TRABAJO PRACTICO DE LABORATORIO N° 2**

***ENSAYOS REOLOGICOS I
VISCOSIMETROS ROTOTHINNER, BROOKFIELD Y STORMER
CINETICA DE RECUPERACION DE LA VISCOSIDAD Y ENSAYOS DE
CONSISTENCIA DE GELES TIXOTROPICOS***

Objeto de la Experiencia:

Caracterizar reológicamente un gel tixotrópico mediante el uso de diferentes equipos y técnicas:

- 1) Determinación de viscosidades de un gel tixotrópico a altas velocidades de corte (552 rpm) mediante un viscosímetro Rotothinner, a 25 °C, evaluando la viscosidad en forma instantánea y al finalizar los 5 minutos.
- 2) Determinación de la cinética de recuperación del gel tixotrópico mediante el viscosímetro Brookfield, a bajas velocidades de corte (0.5 rpm), inmediatamente después de la ruptura de la estructura en el Rotothinner.
- 3) Determinación de la viscosidad Stormer, “consistencia”, del gel tixotrópico a velocidades de corte intermedias.

Fundamento:

Para evaluar la tixotropía de un material debe considerarse no sólo la agitación a que está sometido sino también el tiempo en que se realiza la perturbación.

Tal como ha podido observarse en los resultados experimentales de la parte I de la práctica de ensayos reológicos, la viscosidad disminuye al aumentar la velocidad de deformación (figura 1, línea continua negra), y cuando la velocidad de deformación decrece la viscosidad se recupera rápidamente si el fluido es poco tixotrópico (línea negra punteada) y más lentamente si tiene mucha tixotropía (línea continua gris).

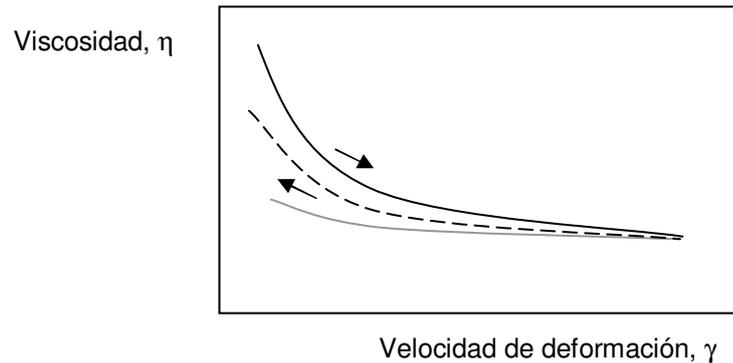


Figura 1

Esto también ha podido observarse en gráficos de esfuerzo de corte en función de la velocidad de deformación, donde las curvas resultantes tienen forma de ojal.

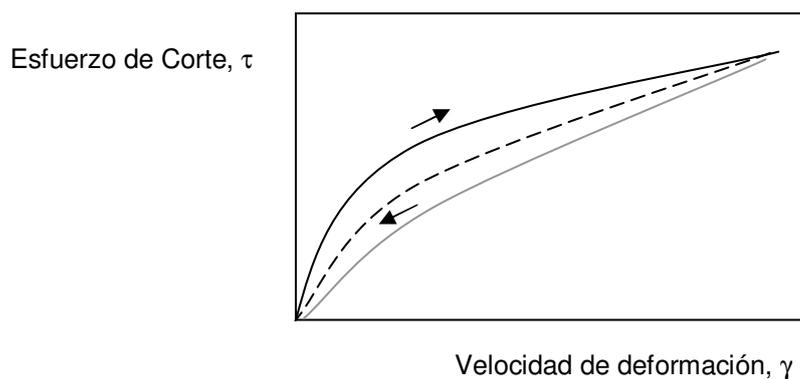


Figura 2

Utilizando diversos equipos también se puede realizar una caracterización reológica de las muestras, obteniendo puntos aislados de la curva *Viscosidad vs Velocidad de Deformación* tal como se puede observar en la figura 3, con la desventaja que los puntos determinados no pueden correlacionarse en curvas continuas como las de la figura 1, debido a que no todos los equipos empleados permiten precisar a qué valores de velocidad de corte se realizan las determinaciones de viscosidad.

Sin embargo se pueden extraer importantes conclusiones empleando dichos aparatos, aunque se pueden cometer importantes errores si se pretende comparar los valores obtenidos con los distintos equipos a diferentes velocidades de corte. E incluso el viscosímetro Stormer trabaja en “Unidades Krebs” no convertibles a Poise para fluidos no newtonianos.

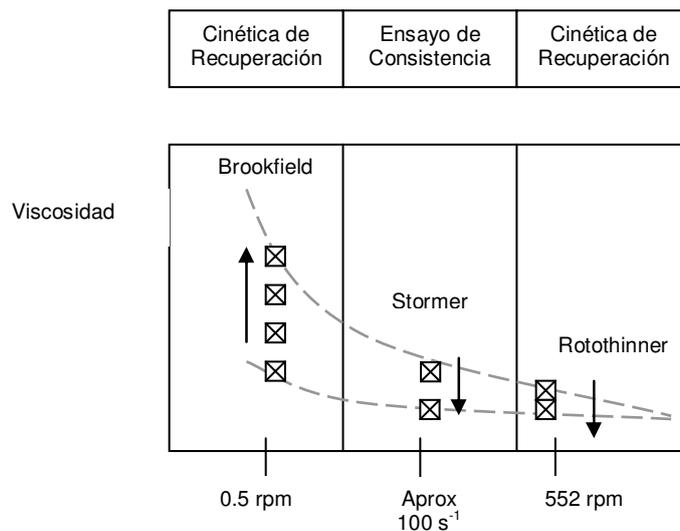


Figura 3: Velocidad de deformación

Tal es el caso de la importante información que nos brinda el ensayo de cinética de recuperación (ver figura 4), que en pinturas y geles correctamente diseñados debe alcanzar rápidamente su valor máximo de viscosidad para que no se produzca el escurrimiento “sagging” de la pintura (altas viscosidades a los 10 - 12 min de la aplicación), ni asentamientos en el envase, pero permitiendo sin embargo, que la superficie nivele (bajas viscosidades de 0.5 a 1 minuto de la aplicación). Las velocidades de corte para el nivelado “leveling” y la penetración así como para el escurrimiento son inferiores a 1 seg^{-1} .

Por otra parte la medición de la viscosidad en el Rotathinner nos da información relacionada a la facilidad de bombeo y trasvase del fluido y es el paso previo necesario para la cinética de recuperación ya que durante los 5 minutos de perturbación la estructura del gel o la pintura se destruye completamente.

La viscosidad Stormer nos da idea de la consistencia de la muestra, es muy utilizado en la industria de las pinturas y es importante desde el punto de vista comercial porque la “consistencia” es lo que evalúa subjetivamente el usuario cuando agita manualmente la pintura y percibe cierta resistencia a fluir.

Cinética de Recuperación de la Viscosidad:

En un material tixotrópico la pérdida de estructura por medición en Rotathinner durante 5 minutos es temporal (ver figura 4), cuando se interrumpe la aplicación del esfuerzo, (punto x) y el tiempo se hace suficientemente grande, la estructura retorna a su estado original, la recuperación, que se ensaya en el Brookfield a 0,5 rpm (para no perturbar la muestra) y a $25 \text{ }^\circ\text{C}$ es tanto mayor cuanto menor es la tixotropía de la muestra, la línea punteada negra ejemplifica el comportamiento de un gel poco tixotrópico (alta cinética de recuperación) y la línea continua gris ejemplifica el comportamiento de un gel con mayor tixotropía (baja cinética de recuperación).

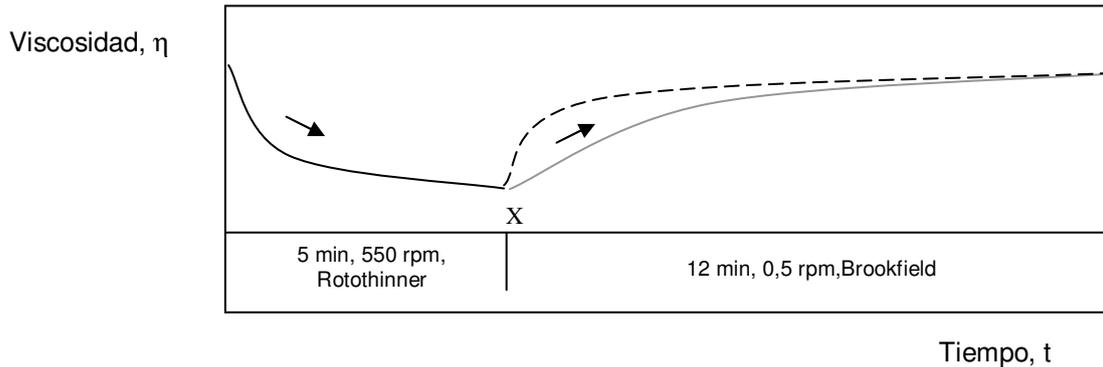


Figura 4: Medición de la Viscosidad en Rotothinner

Descripción de los Equipos empleados en el Ensayo de Recuperación:

Viscosímetro Brookfield Modelo HBT.

El viscosímetro Brookfield modelo HBT (figuras 5 y 6) es un instrumento de medición de tipo analógico.

Dispone de un tornillo selector de velocidades de deformación de 0.5 a 100 rpm.

La lectura en el dial del viscosímetro puede convertirse a cP mediante la aplicación de un factor o constante de calibración que dependerá del tipo de rotor utilizado y de la velocidad de deformación

El modelo HBT cuenta con 7 diferentes rotores de disco de acero inoxidable, que permiten medir viscosidades en un rango entre 200 y 64000000 cP.

Posee un interruptor on-off y una pequeña palanca que mientras está accionada retiene la lectura en el dial.



Figura 5: Viscosímetro Brookfield



Figura 6: Dial del Viscosímetro Brookfield

Viscosímetro Rotothinner.

El viscosímetro Rotothinner es de construcción sumamente robusta, consta de un motor que tiene adosado un rotor de disco de 58 mm de diámetro y 6 mm de espesor que gira a 552 rpm al descender la palanca de accionamiento. Su base giratoria está graduada de 0 a 15 poise, posee un resorte de torsión y una señal fija que indica la viscosidad del fluido.

Método Operativo para el Ensayo de Recuperación:

1) Preparar el gel tixotrópico al 2 % en agua destilada:

- Pesar 10 g del espesante y modificador reológico en balanza granataria.
- Pesar 490 g de agua en un envase de aproximadamente 9 cm de diámetro por 13 cm de alto.
- Colocar el envase con el agua en el equipo de alta velocidad de agitación, Vortex a 700 rpm, agregar los 10 g del espesante y mantener la velocidad de 700 rpm durante 5 minutos, para producir la humectación y, luego, otros 10 minutos a 1500 rpm hasta completar la incorporación del espesante.

2) Termostatar la muestra a 25 °C.

3) Inmediatamente después de los 5 minutos de agitación en el Rototinner y de forma apresurada se debe comenzar el ensayo en el Brookfield, por lo cual conviene colocar el rotor correspondiente y ajustar la altura del equipo previamente a la medición en el Rototinner, todos los rotores poseen una señal que indica hasta donde debe sumergirse el mismo.

4) Medir la viscosidad en el Rototinner en forma instantánea y al finalizar los 5 minutos, anotando los valores correspondientes durante ese lapso, remover con el rotor toda la masa de la muestra para causar la ruptura de toda la estructura del gel.

5) Llevar la muestra inmediatamente al Brookfield y medir inicialmente a los 30 segundos y luego cada 2 minutos, hasta los 12 minutos 30 segundos, no hace falta usar cronómetro si se toma siempre la medición exactamente en el mismo lugar ya que cada vuelta del dial tarda exactamente 2 minutos (0.5 rpm).

6) Volcar los resultados obtenidos en una planilla de cálculo (Excel) y visualizar los gráficos de recuperación de la viscosidad en función del tiempo.

Ensayo de Consistencia: Generalidades del Viscosímetro Stormer.

El viscosímetro Stormer (figura 7), desarrollado en la “Krebs Pigment and Color Corporation”, es un viscosímetro rotativo introducido en la industria de pinturas de los países anglosajones desde hace decenios.

Su construcción sumamente robusta, su fácil modo de empleo y una alta precisión de los resultados, hacen aconsejable su aplicación tanto en laboratorios industriales como en laboratorios de desarrollo. Si bien no es útil para la medición de masillas, pegamentos y productos de alta viscosidad aparente, el aparato es apto para medir la consistencia de productos en el campo de viscosidades intermedias de 50 a 5000 cP.

Principios de Medición:

Un agitador normalizado con dos paletas se sumerge en la sustancia a medir que se pone en rotación por aplicación de pesos. Con un cronómetro se determina el tiempo en que la paleta da 100 revoluciones para un peso determinado. Luego con la ayuda de la tabla 1, se determina la consistencia en las llamadas “unidades Krebs” o Krebs Units: [KU].

Descripción del Equipo:

Posee una placa base que consta de 3 columnas sobre la cual se asienta un sistema de engranajes. En el centro de este sistema, se encuentra un tambor con cable de nylon de unos 2 m de longitud y el cigüeñal. El cable circula por una roldana y lleva en su extremo un dispositivo que pesa 75 g y sirve para la carga de las pesas ranuradas.

El juego de pesas ranuradas del aparato consta de las siguientes unidades:

Cantidad de pesas	1	1	2	2	1
Pesos (g)	500	200	100	50	25

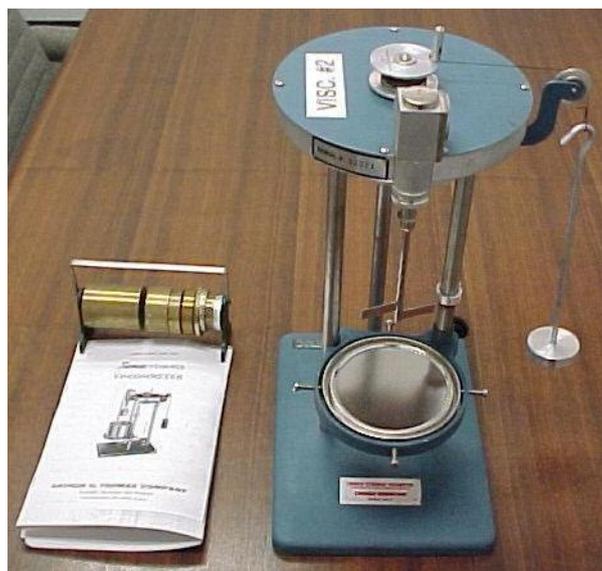


Figura 7: Viscosímetro Stormer

En la parte inferior del sistema de engranajes se encuentra un freno. El agitador se coloca desde abajo en el árbol de impulsión y se fija con un tornillo moleteado. Por encima del árbol de impulsión se encuentra el dispositivo contador. Debajo del agitador, regulable en su altura en dos columnas, está instalada una base redonda para la colocación del recipiente, este último deberá ser de al menos 8.0 cm de diámetro, a fin de evitar cualquier efecto de borde sobre la medición.

Método Operativo para el Ensayo de Consistencia:

Colocar el equipo de tal manera que el cable de nylon disponga de una distancia de caída de 1.8 m como mínimo.

Controlar que la temperatura de la muestra esté a $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.25\text{ }^{\circ}\text{C}$ y mantener la misma durante toda la operación.

Esperar al menos 1 hora desde la preparación de la muestra hasta el momento de la medición de la viscosidad. Para homogeneizar la muestra agitarla con cuidado y no permitir la entrada de aire a la misma, luego envasarla y colocarla en la plataforma del viscosímetro y elevar la misma hasta que la superficie de la muestra alcance la marca en el agitador.

Permitir que el rotor dé al menos 10 revoluciones en la muestra antes de comenzar el ensayo.

Soltar el freno girándolo ligeramente. Por descenso del sistema de pesas se impulsa el agitador y el dispositivo contador.

Usar diferentes pesos (entre 75 y 1000 g) determinando con la ayuda de un cronómetro el tiempo (en segundos) requerido para que el agitador realice 100 revoluciones. Para expresar la viscosidad en U.K. (unidades Krebs) se debe usar la tabla 1 de doble entrada “pesos” y “tiempo para realizar 100 revoluciones”, que permite establecer valores de viscosidad para tiempos de 24 a 40 segundos.

Tabla 1

Sec. for 100 revs.	75	100	125	150	175	200	225	250	275	300	325	350	375	400	425	450	475	500	525	550	575	600	625	650	675	700	725	750	775	800	825	850	875	900	950	1000															
24.....	42	52	65	75	83	90	95	99	103	108	111	115	118	122	125	128	130	132	136	137	139	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150	151	152	153	154	155	156	157	158	159	160										
25.....	45	54	66	76	84	90	95	100	104	109	112	116	119	122	125	129	131	133	137	138	140	142	144	146	148	150	152	154	156	158	160	162	164	166	168	170	172	174	176	178	180	182	184	186	188	190					
26.....	47	56	68	78	85	91	96	101	105	110	113	117	120	123	126	130	132	134	138	139	141	143	145	147	149	151	153	155	157	159	161	163	165	167	169	171	173	175	177	179	181	183	185	187	189	191					
27.....	49	57	63	69	74	79	83	86	89	92	95	97	100	102	104	106	108	111	113	114	116	118	120	121	123	124	126	127	129	130	131	132	133	134	135	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150	
28.....	51	59	65	70	75	80	84	87	90	93	96	98	100	102	105	107	110	112	114	115	117	118	120	121	123	124	126	127	129	130	131	132	133	134	135	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150	
29.....	53	60	66	71	76	81	85	88	91	94	97	99	101	103	105	107	110	112	114	115	117	119	121	122	124	125	127	128	130	131	132	133	134	135	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150		
30.....	54	61	67	72	77	82	86	89	92	95	98	100	102	104	106	108	110	112	114	116	118	120	121	122	124	125	127	128	130	131	133	134	135	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150			
31.....	55	62	68	73	78	82	86	89	92	95	98	100	102	104	106	108	111	113	115	116	118	120	122	123	125	126	128	129	131	132	133	134	135	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150			
32.....	56	63	69	74	79	83	87	90	93	96	99	101	103	105	107	109	111	113	115	116	118	120	122	123	125	126	128	129	131	132	133	134	135	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150			
33.....	57	64	70	75	80	84	88	91	94	96	99	101	103	105	107	109	112	114	116	117	119	121	122	123	125	126	128	129	131	132	134	135	136	137	138	139	140	141	142	143	144	145	146	147	148	149	150				
34.....	58	64	75	84	91	97	102	106	110	114	118	122	124	127	130	132	134	135	137	138	140	142	144	146	148	150	152	154	156	158	160	162	164	166	168	170	172	174	176	178	180	182	184	186	188	190	192	194	196	198	200
35.....	59	65	76	85	92	98	102	106	110	114	118	122	124	127	130	132	134	135	137	138	140	142	144	146	148	150	152	154	156	158	160	162	164	166	168	170	172	174	176	178	180	182	184	186	188	190	192	194	196	198	200
36.....	60	66	76	85	92	98	103	107	111	115	118	122	125	128	130	133	135	137	138	140	142	144	146	148	150	152	154	156	158	160	162	164	166	168	170	172	174	176	178	180	182	184	186	188	190	192	194	196	198	200	
37.....	61	67	77	86	93	99	103	107	111	115	119	123	125	128	131	133	136	138	140	142	144	146	148	150	152	154	156	158	160	162	164	166	168	170	172	174	176	178	180	182	184	186	188	190	192	194	196	198	200		
38.....	62	68	78	87	93	99	104	108	112	116	119	123	126	129	131	134	136	138	140	142	144	146	148	150	152	154	156	158	160	162	164	166	168	170	172	174	176	178	180	182	184	186	188	190	192	194	196	198	200		
39.....	62	68	78	88	94	100	104	108	112	116	120	124	126	129	131	134	136	138	140	142	144	146	148	150	152	154	156	158	160	162	164	166	168	170	172	174	176	178	180	182	184	186	188	190	192	194	196	198	200		
40.....	63	69	79	88	94	100	104	108	112	116	120	124	127	130	132	134	136	138	140	142	144	146	148	150	152	154	156	158	160	162	164	166	168	170	172	174	176	178	180	182	184	186	188	190	192	194	196	198	200		

Bibliografía:

- ASTM- Designation D562-42
- Fed. Test Method Std. N°141, Method 4281
- Gardner-Sward: Physical and Chemical Examinations on Paints, Varnishes, Lacquers, Colors; Bethesda 1946, página 306.
- Good Painting Practice, Volume 1; Steel Structures Painting Council 1966, página 146.
- Protección de la corrosión por medio de pinturas, Fundamentos y Aplicaciones de la Reología en Pinturas, Programa Latinoamericano de Lucha Contra la Corrosión – 1988 pág. 143.