

UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA

LA MOLINA

FACULTAD DE INDUSTRIAS ALIMENTARIAS



TITULACIÓN POR EXAMEN PROFESIONAL

Trabajo Monográfico:

**“REOLOGÍA EN GELES Y PASTAS ALIMENTARIAS:
APLICACIÓN DE LAS CURVAS DE FLUJO Y LÍMITE DE LA
ELASTICIDAD EN EMULSIONES”**

Presentado por:

JANY LUZ MARTINEZ MEDINA

Lima – Perú

2017

**UNIVERSIDAD NACIONAL AGRARIA
LA MOLINA**

**FACULTAD DE INDUSTRIAS ALIMENTARIAS
TITULACIÓN POR EXAMEN PROFESIONAL**

Trabajo Monográfico:

**“REOLOGÍA EN GELES Y PASTAS ALIMENTARIAS: APLICACIÓN DE LAS
CURVAS DE FLUJO Y LÍMITE DE LA ELASTICIDAD EN EMULSIONES”**

Presentado por:

JANY LUZ MARTINEZ MEDINA

Sustentado y aprobado ante el siguiente jurado:

**Mg.Sc. Walter Francisco Salas Valerio
PRESIDENTE**

**Mg. Sc. Fanny Ludeña Urquiza
MIEMBRO**

**Dra. Ana Aguilar Gálvez
MIEMBRO**

**Dra. Indira Betalleluz Pallardel
TUTOR**

**Lima – Perú
2017**

ÍNDICE

RESUMEN	6
ABSTRACT	7
I. INTRODUCCIÒN	1
II. REVISIÒN BIBLIOGRÁFICA	2
2.1. REOLOGÍA.....	2
2.2. REOLOGÍA EN ALIMENTOS Y SU ESTRUCTURA	2
2.3. TIPOS DE COMPORTAMIENTO DE LOS FLUIDOS.....	3
2.3.1. FLUIDO NEWTONIANO	5
2.3.2. FLUIDO NO NEWTONIANO	5
2.3.3. FLUIDO VISCOELÁSTICO	7
2.4. EMULSIONES.....	7
2.4.1. REOLOGÍA DE EMULSIONES.....	9
2.5. LÍMITE DE ELASTICIDAD.....	10
2.5.1. DEFINICIÒN	10
2.5.2. APLICACIONES DEL LÍMITE DE ELASTICIDAD EN ALIMENTOS.....	12
2.6. MEDIDAS DEL LÍMITE DE ELASTICIDAD EN ALIMENTOS	15
2.6.1. PROBLEMAS EN LA DETERMINACIÒN DEL LÍMITE DE ELASTICIDAD.....	15
2.6.2. MÉTODOS DE MEDICIÒN TRADICIONALES	16
2.7. MODELOS REOLÓGICOS.....	21
2.7.1. MODELO DE OSTWALD-DE WAELE (LEY DE LA POTENCIA).....	22
2.7.2. MODELO DE <i>HERSCHEL-BULKLEY</i>	22
2.7.3. MODELO DE <i>BINGHAM</i>	22
2.7.4. MODELO DE <i>CASSON</i>	23
III. DESARROLLO DEL TEMA	24
3.1. DESCRIPCIÒN DEL PROBLEMA	24
3.2. EVALUACIÒN DEL PROBLEMA	25
3.3. APLICACIÒN DE LA CURVAS DE FLUJO.....	25
3.4. DETERMINACIÒN DEL LÍMITE DE ELASTICIDAD	27
3.4.1. TÉCNICA DE LA PALETA O VANE	27
3.4.2. MÉTODO DE EXTRAPOLACIÒN.....	30
IV. CONCLUSIONES	33
V. RECOMENDACIONES	34
VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	35

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro 1: Número de agujas y sus rangos de viscosidad	28
Cuadro 2: Valor del límite de elasticidad	29
Cuadro 3: Tipos de agujas del adaptador para muestras pequeñas (SSA).....	31

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1: Tipos de fluidos.	4
Figura 2: Clasificación de fluidos.	4
Figura 3: Esfuerzo cortante (<i>shear stress</i>) versus velocidad de cizallamiento (<i>shear rate</i>).	5
Figura 4: Esfuerzo cortante (<i>shear stress</i>) vs velocidad de cizallamiento (<i>shear rate</i>). ..	7
Figura 5: Límite de elasticidad estático y dinámico.	12
Figura 6: Esquema de una paleta típica de cuatro cuchillas.	17
Figura 7: Curva de respuesta mediante esfuerzo cortante controlado.	18
Figura 8: Torque versus tiempo en modo velocidad de cizallamiento controlada.	19
Figura 9: Curva de tensión (<i>strain</i>) versus tiempo (<i>time</i>).	20
Figura 10: Emulsión “A” antes y después del envasado.	24
Figura 11: Viscosidad aparente versus tiempo.	26
Figura 12: Niveles de sumersión de aguja Vane.	29
Figura 13: Gráfica torque versus tiempo de la emulsión “B”.	30
Figura 14: Equipos y accesorios conectados.	31
Figura 15: Modelo de <i>Herschel-Bulkley</i>	32

RESUMEN

El presente trabajo aborda una revisión del tema de reología en emulsiones, la importancia de conocer su comportamiento reológico y las aplicaciones del parámetro límite de la elasticidad (*yield stress*) en la industria alimentaria. La etapa de envasado de un producto presenta diversos desafíos, uno de ellos es lograr que el producto sea envasado manteniendo la característica de aspecto, siendo este un atributo importante en la aceptación del consumidor. Por ello se debe diseñar este proceso de tal manera que se eviten esfuerzos excesivos, sin embargo este desafío se incrementa cuando no se conocen las características reológicas del producto. Las emulsiones no equilibradas o mal formuladas pueden ser inestables, lo que se evidencia con los cambios de viscosidad, por esta razón se propone evaluar su comportamiento a través de las curvas de la viscosidad aparente versus tiempo. Utilizando esta herramienta se comparó dos emulsiones de distinta composición “A” y “B”, la primera muestra presentó una marcada tendencia a disminuir la viscosidad y la segunda muestra mantuvo estos valores en el tiempo. Considerando que “A” tiene un historial de eventos de no calidad por aspecto a diferencia de “B”, se concluyó que muestras con marcada tendencia a disminuir la viscosidad tienen un riesgo de presentar problemas en el aspecto, como excesiva fluidez, pérdida de consistencia. La segunda metodología propuesta es la utilización del parámetro límite de elasticidad como indicador de la consistencia y grado de descomposición de la estructura de las emulsiones. Primero se seleccionó el tipo del límite de elasticidad de interés. Posteriormente se evaluó dos tipos de métodos para calcularlo: la técnica de la paleta y la extrapolación. En el presente trabajo se muestra ambas metodologías. La última etapa de esta propuesta se encuentra en estudio.

Palabras clave: Reología, alimentos, emulsión, viscosidad, límite de elasticidad, técnica de la paleta.

ABSTRACT

The present work deals with a review of the rheology topic in emulsions, the importance of knowing its rheological behavior and the applications of the limiting parameter of yield stress in the food industry. The stage of packaging of a product presents several challenges; one of them is to get the product packaged while maintaining the appearance characteristic, this being an important attribute in consumer acceptance. Therefore, this process is designed in such a way as to avoid excessive stresses, but this challenge increased when the rheology characteristic of the product is known. Unbalanced or poorly formulated emulsions may be unstable, which is evidenced by changes in viscosity, for that reason it is proposed to evaluate their behavior through the apparent viscosity versus time curves. Using the tool of two emulsions of different composition "A" and "B", the first sample showed a marked tendency to decrease the viscosity and the second sample maintained these values over time. Considering that "A" has a history of non-quality events by appearance as opposed to "B", it was concluded that samples with a marked tendency to decrease viscosity have a risk of presenting problems in appearance, such as excessive fluidity, loss of consistency. The second methodology proposed is the use of the elasticity limit parameter as an indicator of the consistency and degree of decomposition of the structure of the emulsions. First, the type of yield elasticity of interest is selected. Two types of methods are evaluated: the paddle method and the extrapolation method. In the present work, both methodologies showed. The last stage of this proposal is under study.

Keywords: Rheology, food, emulsion, viscosity, yield stress, method vane.

I. INTRODUCCIÓN

Los alimentos son estructuras complejas, formado por agua, proteínas, carbohidratos, grasas y cantidades de fibra. Todos estos componentes influyen significativamente en el comportamiento de flujo y estructura de los alimentos. Además estos constituyentes tienen la capacidad de interactuar a través de sus diferentes grupos reactivos dando como resultado la formación de una estructura tridimensional estable que se refleja en el estado físico, la apariencia y la textura global en cada producto (Badui, 1990).

El comportamiento del flujo es un campo de estudio de la reología, siendo este conocimiento de importancia en la industria de alimentos debido a que permite el estudio de la textura, consistencia y los cambios estructurales que ocurren durante un proceso. Proporcionado así información para mejorar y optimizar productos y procesos de manufactura. Asimismo el límite de la elasticidad es un parámetro clave en el desarrollo de productos, control de calidad y diseño de procesos.

En el presente trabajo se realiza una revisión del tema de reología en emulsiones, la importancia de conocer su comportamiento reológico, las aplicaciones del parámetro límite de elasticidad en la industria alimentaria y los tipos de métodos que hay para determinar este parámetro. Posteriormente se muestra una aplicación de las curvas de viscosidad aparente versus tiempo, herramienta que nos da una idea si las emulsiones están equilibradas o no. Por otra parte se muestra la fase inicial de un proyecto que pretende utilizar el parámetro del límite de elasticidad como indicador de la consistencia y grado de descomposición de la estructura de las emulsiones, en esta fase inicial se evalúan dos tipos de métodos para la determinación del límite de elasticidad.

En conclusión estas dos propuestas tienen la finalidad de brindar pautas al proceso de envasado, con el objetivo de garantizar que el producto mantenga las características de aspecto.

II. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

2.1. REOLOGÍA

Es el estudio de los cambios de forma y flujo de materia, que abarca la elasticidad, la viscosidad y la plasticidad (Brummer, 2006).

Bird, citado por Ramirez (2006) señala que, reología es la ciencia del flujo y la deformación, que estudia las propiedades mecánicas de los gases, líquidos, plásticos, substancias asfálticas, materiales cristalinos y otros. Por lo tanto, el campo de la reología se extiende, desde la mecánica de fluidos Newtonianos por una parte, hasta la elasticidad de Hooke por otra. La región comprendida entre ellas corresponde a la deformación y flujo de todos los tipos de materiales pastosos y suspensiones.

2.2. REOLOGÍA EN ALIMENTOS Y SU ESTRUCTURA

Rao (2013) señala que, muchos de los alimentos se componen principalmente de biopolímeros y soluciones acuosas que contienen azúcares disueltos e iones. Los primeros son moléculas grandes, a menudo llamadas macromoléculas, tales como proteínas, polisacáridos y lípidos de una amplia gama de plantas y fuentes animales. Además, el agua es un componente importante en muchos alimentos y juega un papel importante en la creación de estructuras comestibles y su estabilidad en almacenamiento (Rao, citado por Rao, 2013). Las respuestas reológicas medidas son aquellas a nivel macroscópico, pero están directamente afectados por los cambios y propiedades a nivel microscópico. Por lo tanto, es útil entender el papel de la estructura de los alimentos en su comportamiento reológico (Rao, 2013).

Las propiedades reológicas de los alimentos se basan en las respuestas de flujo y deformación cuando se someten a tensiones normales y tangenciales. Los estudios sobre estas propiedades son útiles e importantes para las aplicaciones, procesamiento, control de calidad y evaluación sensorial de los alimentos (Rao, citado por Rao, 2013).

Los alimentos se pueden clasificar de diferentes maneras, por ejemplo, como sólidos, geles, homogéneos líquidos, suspensiones de sólidos en líquidos y emulsiones. Los alimentos líquidos que contengan cantidades significativas de compuestos de alto peso molecular disueltos y/o sólidos suspendidos presentan un comportamiento no newtoniano (Rao, 2013). Muchos alimentos no newtonianos exhiben propiedades viscosas y elásticas, es decir, exhiben un comportamiento viscoelástico. Los alimentos líquidos y semisólidos exhiben una amplia variedad de comportamientos reológicos, newtoniana, dependiente del tiempo y viscoelástica (Rao, 2013).

2.3. TIPOS DE COMPORTAMIENTO DE LOS FLUIDOS

Ramirez (2006) señala que, un fluido es una sustancia que se deforma continuamente bajo la aplicación de esfuerzos cortantes.

Las características reológicas de un fluido son uno de los criterios esenciales en el desarrollo de productos en el ámbito industrial. Frecuentemente, éstas determinan las propiedades funcionales de algunas sustancias e intervienen durante el control de calidad, los tratamientos (comportamiento mecánico), el diseño de operaciones básicas como bombeo, mezclado y envasado, almacenamiento y estabilidad física, e incluso en el momento del consumo (Ramirez, 2006)

Los principales tipos de comportamiento del flujo de los fluidos se pueden describir mediante el diagrama de cizallamiento de velocidad de cizallamiento frente al esfuerzo cortante (Rao, 2013), como se aprecie en la figura 1.

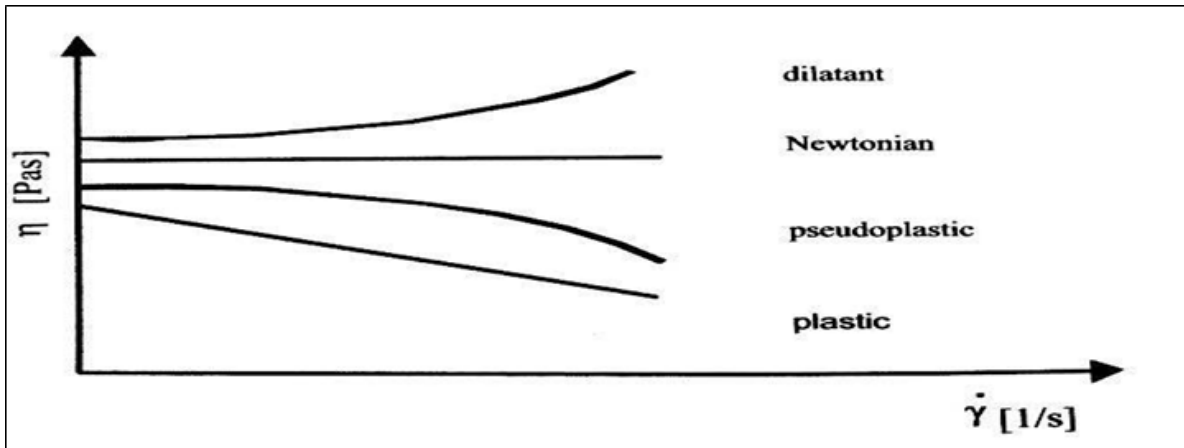


Figura 1: Tipos de fluidos.

FUENTE: Brummer (2006)

Además Ramirez (2006) señala que, existen tres tipos de fluidos: Newtonianos (proporcionalidad entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación); No Newtonianos (no hay proporcionalidad entre el esfuerzo cortante y la velocidad de deformación); y Viscoelásticos (se comportan como líquidos y sólidos, presentando propiedades de ambos).

Un esquema conciso de los diferentes tipos de fluidos en el plano esfuerzo de corte versus velocidad de corte se observa en la figura 2.

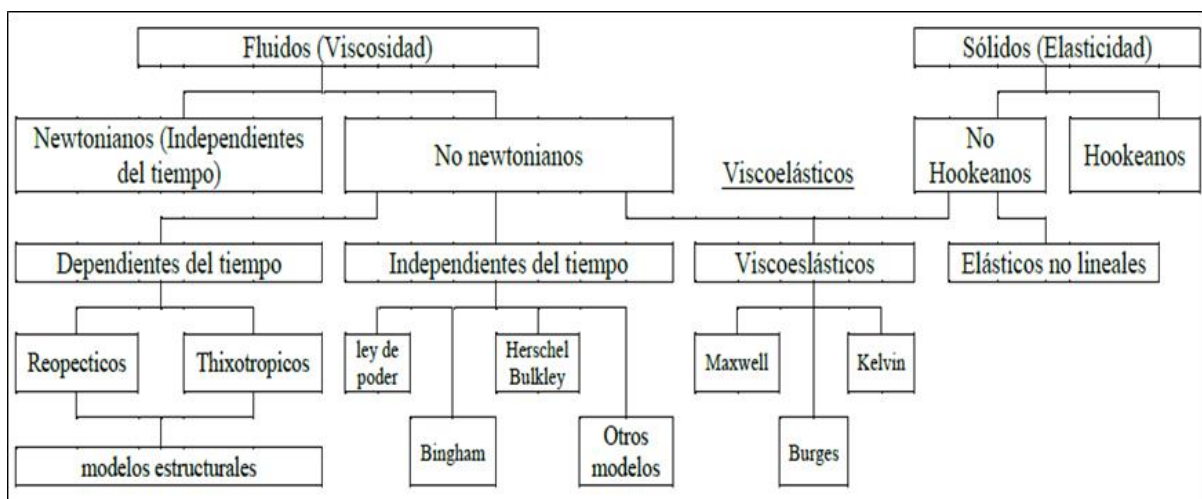


Figura 2: Clasificación de fluidos.

FUENTE: Ramírez (2006)

2.3.1. FLUIDO NEWTONIANO

Material cuyo valor de viscosidad es el mismo en todas las velocidades de cizallamiento, según Brummer (2006).

2.3.2. FLUIDO NO NEWTONIANO

Material cuyo valor de viscosidad cambia cuando la velocidad de cizallamiento cambia (Brummer, 2006).

a. FLUIDOS INDEPENDIENTES DEL TIEMPO DE APLICACIÓN

Estos fluidos se pueden clasificar dependiendo de si tienen o no esfuerzo umbral, es decir, si necesitan un mínimo valor de esfuerzo cortante para que el fluido se ponga en movimiento (Ramírez, 2006). Además se caracterizan por tener la viscosidad en función a la velocidad de cizallamiento, en la figura 3 se presenta un diagrama que los describe (Pal *et al.*, 2012).

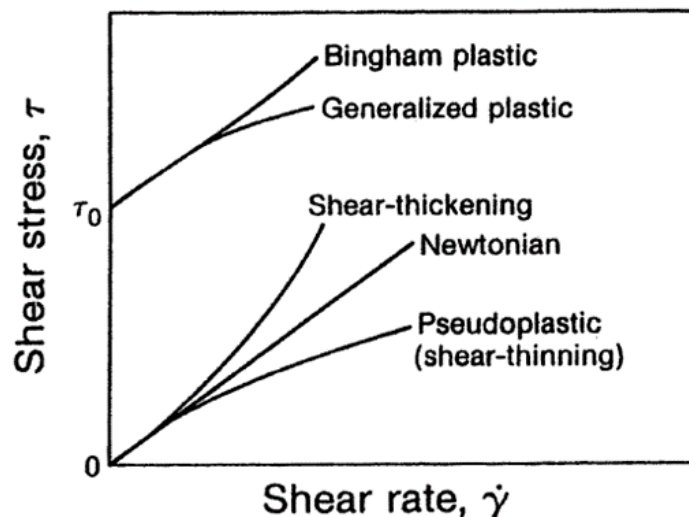


Figura 3: Esfuerzo cortante (*shear stress*) versus velocidad de cizallamiento (*shear rate*).

FUENTE: Pal *et al.* (1992)

- Fluidos sin esfuerzo umbral
 - Pseudoplástico, la viscosidad m

- Muestra comportamiento de fluido Newtoniano a bajas velocidades de cizallamiento, pero la viscosidad decrece por encima de una velocidad de cizallamiento crítica (Brummer, 2006).
 - Dilatante, la viscosidad incrementa cuando la velocidad de cizallamiento incrementa, como se observa en la figura 1 (Brummer, 2006).
- Fluidos con esfuerzo umbral o límite de elasticidad
También llamados plásticos o viscoplásticos. La viscosidad decrece cuando la velocidad de cizallamiento incrementa. Este tipo de fluido tiene límite de elasticidad, según Brummer (2006).

Estos fluidos se comporta como un sólido hasta que sobrepasa un esfuerzo cortante mínimo (esfuerzo umbral) y a partir de dicho valor se comporta como un líquido. La razón por la que se comportan así los fluidos plásticos es la gran interacción existente entre las partículas suspendidas en su interior, formando una capa llamada de solvatación. Están formados por dos fases, con una fase dispersa formada por sólidos y burbujas distribuidos en una fase continua (Ramírez, 2006).

b. FLUIDOS DEPENDIENTES DEL TIEMPO DE APLICACIÓN

- Tixotrópico
La viscosidad decrece a una constante temperatura y velocidad de cizallamiento un tiempo y retorna su estado original en un finito tiempo cuando la velocidad de cizallamiento es removido (Ramírez, 2006). En la figura 4 se observa este comportamiento.
- Reopectico
La viscosidad incrementa a una constante temperatura y velocidad de cizallamiento en un tiempo y retorna su estado original en un finito tiempo cuando la velocidad de cizallamiento es removido (Ramirez, 2006). Comportamiento graficado en la figura 4.

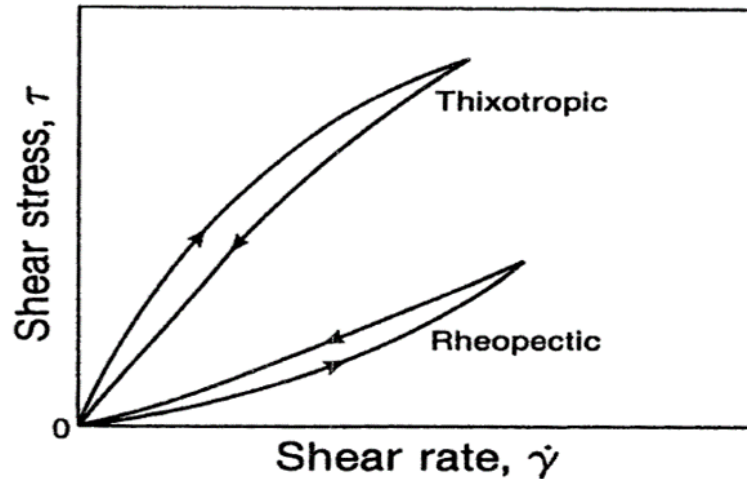


Figura 4: Esfuerzo cortante (*shear stress*) vs velocidad de cizallamiento (*shear rate*).

FUENTE: Pal *et al.* (1992)

2.3.3. FLUIDO VISCOELÁSTICO

Los fluidos viscoelásticos se caracterizan por presentar a la vez propiedades viscosas y elásticas.

Esta mezcla de propiedades puede ser debida a la existencia en el líquido de moléculas muy largas y flexibles o también a la presencia de partículas líquidas o sólidos dispersos. Ejemplos de fluidos viscoelásticos son la nata, la gelatina, los helados, etc. (Ramírez, 2006).

2.4. EMULSIONES

Muchos alimentos son emulsiones de aceite en agua o agua en aceite (o/w), con un rango de tamaño de partícula dispersado entre 0.01 a 10 μm . En una emulsión diluida, las partículas están muy separadas y las interacciones interpartículas son relativamente débiles. Sin embargo, en una emulsión concentrada, las partículas están próximas entre sí y hay fuertes interacciones interpartículas (Rao, 2013).

Para ser estable, una emulsión (o/w) debería exhibir tensión elástica y las fuerzas aplicadas a la fase continua por la fase dispersa deben ser inferiores al límite de elasticidad de la emulsión (Rao, 2013).

Las palabras estable e inestable se usan a menudo para describir emulsiones que se comportan mejor en los procesos subyacentes. El engrosamiento termodinámico de una emulsión inestable se llama coalescencia o agregación; la coalescencia es un proceso por el cual dos o más partículas se fusionan para formar una sola partícula más grande y la agregación es un proceso por el cual las partículas pequeñas se agrupan para formar agregados (Hiemenz y Rajagopalan, citados por Rao, 2013).

En una dispersión la fuerza de van der Waals entre las partículas suele ser atractiva y es muy fuerte a distancias cortas entre las partículas. Por lo tanto, la emulsión será inestable y coagulará a menos que haya interacciones repulsivas entre las partículas. Se utilizan dos métodos para superar la atracción de Van der Waals: estabilidad electrostática en la que la fuerza electrostática resultante de capas dobles eléctricas solapadas de dos partículas y estabilidad estérica o inducida por polímero en la que un polímero adecuado que está adsorbido sobre las superficies de partícula puede ser usado. En emulsiones alimentarias, generalmente la estabilidad se encuentra inducida por un polímero (Rao, 2013).

Badui (1990) señala que, la estabilidad de las emulsiones está en función de la ecuación de velocidad terminal de separación ya descrita. Los factores que más afectan dicha velocidad son el tamaño de la partícula (directamente proporcional) y la viscosidad de la fase dispersante (inversamente proporcional). Por ello las operaciones y los procedimientos para aumentar la estabilidad se basan en disminuir el tamaño de partícula (homogenización) o aumentar la viscosidad (uso de estabilizantes y de gomas). Lavaselli y Rasia (2000) mencionan que cuanto más elevada sea la viscosidad, el sistema necesitará más energía para lograr la coalescencia de los glóbulos de la fase interna, por lo que la estabilidad del mismo será mayor.

Las emulsiones son sistemas dispersos termodinámicamente inestables y debido al exceso de energía libre que presenta la superficie las gotas de la fase dispersa tienden a coalescer y destruir la emulsión. A pesar de ello pueden lograrse sistemas de alta estabilidad, cuando se eligen los emulgentes apropiados, cuando los glóbulos son pequeños y homogéneos, cuando la fracción ponderal de la fase dispersa es menor que la fase dispersante, cuando el pH es neutro o ligeramente ácido y cuando se agregan agentes estabilizadores adicionales (Lavaselli y Rasia, 2000).

El comienzo del fenómeno de inestabilidad de la emulsión está regido por la ley de Stokes. El emulgente debe disponerse en forma de película alrededor de los glóbulos de la fase dispersa y conferir a las microgotas un potencial eléctrico adecuado para asegurar la repulsión mutua, impidiendo de esta manera la coalescencia de las mismas y favoreciendo la estabilidad del sistema (Lavaselli y Rasia, 2000).

Los factores que afectan a la viscosidad de una emulsión son la viscosidad de la fase continua y dispersa, el contenido en fase dispersa, la velocidad de cizallamiento, la temperatura y el tamaño medio y la distribución del tamaño de las gotitas (Alwadani, 2009).

2.4.1. REOLOGÍA DE EMULSIONES

El comportamiento reológico de una emulsión puede ser newtoniano o no newtoniano dependiendo de su composición. A valores bajos o moderados de la concentración de la fase dispersa, las emulsiones generalmente presentan un comportamiento newtoniano. En el rango de alta concentración, las emulsiones se comportan como fluidos no Newtonianos. Probablemente a concentraciones muy altas de la fase dispersada, las emulsiones pueden desarrollar un límite de elasticidad (Pal *et al.*, 1992). La velocidad de cizallamiento influye significativamente en la viscosidad de las emulsiones cuando su comportamiento no es newtoniano.

Gallardo (2012), menciona que las propiedades reológicas de una emulsión dependen fuertemente de las propiedades de las fases individualmente, pero principalmente con la fase dispersa. El tamaño, forma, cantidad y deformabilidad de las gotas de fase dispersa, así como las interacciones que ocurren entre ellas, afectan la reología de las emulsiones. Esto no sólo cambia la viscosidad de la emulsión respecto a la viscosidad de las fases, sino también hace que el comportamiento de la emulsión difiera del caso más simple: el newtoniano.

A muy baja velocidad de cizallamiento, algunas emulsiones se comportan como un fluido Newtoniano. Esto es porque el movimiento Browniano de las especies dispersas contrarresta completamente los efectos de orientación producidos por la deformación cortante. En muchas emulsiones el efecto del flujo será reversible y después de un periodo de tiempo se

recuperará (Barnes, citado por Gallardo, 2012).

Un comportamiento típico de las emulsiones es el pseudoplástico, este tipo de comportamiento es frecuente en fluidos complejos. En este tipo de flujo, cuando se incrementa la rapidez de corte, la viscosidad de la emulsión disminuye. Tal adelgazamiento puede ser resultado de que las gotas de la fase dispersa se alinean, se estiran o deforman al ser sometidas a un esfuerzo cortante.

Asimismo Han y King, citado por Pal *et al.*, (1992), han demostrado que si las gotas de la fase dispersa son deformables, las emulsiones concentradas pueden exhibir viscoelasticidad a pesar de que sus fases sean newtonianos. Para emulsiones concentradas, las interacciones entre las gotas, con frecuencia, son las responsables de la elasticidad (Gallardo, 2012).

La elasticidad de una emulsión diluida se produce por el movimiento Browniano de las gotas. Este movimiento tiende a restaurar la configuración y grado de ordenamiento de las gotas que fueron perturbadas por la deformación cortante. También existe viscoelasticidad cuando la deformación de las gotas es significativa y éstas se observan como listones de fluido. Cuando la tensión interfacial es pequeña, es fácil producir gotas muy deformadas y elásticas. (Gallardo, 2012).

2.5. LÍMITE DE ELASTICIDAD

2.5.1. DEFINICIÓN

Es la fuerza con la cual el material empieza a deformarse plásticamente. Antes del límite de elasticidad el material puede deformarse elásticamente y puede retomar a su forma original cuando la fuerza es removida. Una vez pasado el límite de elasticidad una fracción de la deformación permanece y no es reversible. Es una propiedad importante de dispersiones de alimentos en el recubrimiento de superficies sólidas y para mantener las pequeñas partículas sólidas en suspensión (Rú diger, 2006).

Muchos materiales de importancia industrial presentan un comportamiento sólido o similar al gel en reposo, pero empiezan a fluir una vez que el cizallamiento aplicado supera un determinado valor umbral. Estos sistemas se describen como materiales que exhiben un límite de elasticidad que marca la transición del comportamiento de sólido a líquido. Si la tensión aplicada es menor que la tensión elástica, entonces el material se deforma elásticamente, como un estiramiento de resorte, pero una vez superado el límite de elasticidad, fluye como un líquido (Duffy, 2012).

Según Yoo *et al.* (1994), existen dos maneras de caracterizar el límite de elasticidad como se observa en el diagrama esfuerzo cortante vs velocidad de cizallamiento de la figura 5.

- Límite de elasticidad estático, es el límite de elasticidad medido cuando la muestra está en reposo, es decir sin perturbaciones.
- Límite de elasticidad dinámico, es el límite de elasticidad medido en una muestra con Pre-corte.

Cheng, citado por Yoo *et al.* (1994), indica que el límite de elasticidad dinámico es muy inestable y muy pequeñas perturbaciones pueden llevarlo hacia un límite de elasticidad dinámico.

Adicionalmente Sun y Gunasekaran (2009) señalan que la magnitud del límite de elasticidad estático es mayor que el dinámico. Además Duffy (2012) indica que, el tipo estático es más aplicables cuando se considera el flujo de iniciación en un material, por ejemplo, en bombeo, mientras que los valores del tipo dinámico pueden ser más aplicables en aplicaciones para mantener o detener el flujo después de la iniciación.

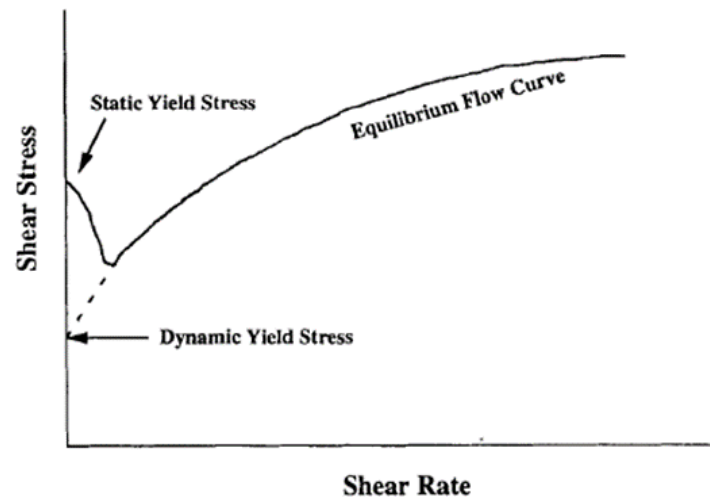


Figura 5: Límite de elasticidad estático y dinámico.

FUENTE: Yoo *et al.* (1994)

2.5.2. APLICACIONES DEL LÍMITE DE ELASTICIDAD EN ALIMENTOS

Sun y Gunasekaran (2009), señalan que, el conocimiento y estimación del límite de elasticidad es útil para alimentos fluidos, como el *ketchup* cuando drena de la botella. Hay muchas otras aplicaciones del límite de elasticidad en los alimentos como: el grosor de la capa de revestimiento (chocolate en barra de helado, glaseado en rosquillas y pasteles), sedimentación de partículas en líquidos (especias en aderezo para ensaladas, chocolate en leche chocolatada), esparcimiento (queso crema, mayonesa), sensación bucal (cremosidad de yogur) y proceso cálculos de diseño (perfiles de flujo y velocidad a través de tuberías).

Duffy (2012), indica que la adaptación del límite de elasticidad es un aspecto importante de la formulación. Para productos como mayonesa y yogurt, un límite de elasticidad mayor se asocia con una apariencia más gruesa, más cremosa y por lo tanto son sugerentes de una mejor calidad del producto, destacando el beneficio económico de un límite de elasticidad óptimo.

a. LÍMITE DE ELASTICIDAD EN EMULSIONES CONCENTRADAS

Sun y Gunasekaran (2009), menciona que las medidas comunes de la estabilidad de la emulsión son el tamaño medio de las gotas de la fase dispersa. Además, la información de la viscosidad y la elasticidad es también un dato importante para saber

cómo las gotas esféricas de la fase dispersa están empaquetadas e interactúan entre otros. Mientras que el empaque máximo de esferas uniformes consiste en el 74 por ciento del espacio con el 26 por ciento restante del espacio es vacío, a concentraciones de volumen entre 60 y 70 por ciento, el contacto entre las gotitas afecta propiedades sensibles que pueden causar inversión de fases.

El flujo de las emulsiones concentradas está restringido por las interacciones interpartículas entre las gotitas. A medida que la concentración aumenta ($\geq 70\%$), las gotitas están firmes y el flujo sólo se produce después de aplicar un esfuerzo cortante grande para superar la estructura construida. Así, el aumento tanto del límite de elasticidad como de la viscosidad aparente, está asociada al aumento de la fracción volumétrica de las partículas, la disminución del tamaño de las gotitas y el aumento de magnitud de las fuerzas interpartículas (Sun y Gunasekaran, 2009).

b. LÍMITE DE ELASTICIDAD EN MAYONESA

La mayonesa es una emulsión de aceite en agua con una fracción volumétrica de aproximadamente 65 por ciento en la mezcla en la fase dispersa. El límite de elasticidad se relaciona con la estabilidad de la mayonesa en situaciones de bajo estrés, como durante el almacenamiento y el transporte. Ma y Barbosa-Cánovas, citado por Sun y Gunasekaran (2009), informaron que el límite de elasticidad de la mayonesa aumentó significativamente con el aumento de aceite añadido y goma xathan. El aceite añadido promovió una formación compacta de la red entre las moléculas de proteína de huevo y gotas absorbidas de la fase dispersa absorbidas, mientras que la goma xathan añadida aumentó la estabilidad de la emulsión de mayonesa a través de la formación de grandes agregados.

Tabilo y Barboza, citados por Sun y Gunasekaran (2009), reporta que también a través del límite de elasticidad se ha evaluado la estabilidad estructural de la mayonesa con contenido alto y bajo de grasas.

c. LÍMITE DE ELASTICIDAD EN YOGUR

El límite de elasticidad en los yogures se asocia a las características estructurales de los geles de yogur. En algunos tipos de yogures, como los tipos de frutales, se desea una firmeza considerable para evitar la interrupción y descomposición de la estructura, la separación del suero y mejor textura general. Harte *et al.*, citados por Sun y Gunasekaran (2009), examinaron la firmeza inicial del yogur sobre la base de las mediciones del límite de elasticidad con la técnica de las paletas y las respuestas de los panelistas entrenados. El límite de elasticidad se correlacionó significativamente con la firmeza sensorial inicial para los yogures de venta al por mayor y menor con los yogures de laboratorio a diferentes cantidades de goma añadida. Las medidas del límite de elasticidad y las respuestas sensoriales mostraron que el aumento de la concentración de goma aumentó la firmeza inicial del yogur. El límite de elasticidad también se utilizó como parámetro para evaluar las características de los yogures como una función del proceso de fabricación. Harte *et al.*, citados por Sun y Gunasekaran (2009), encontró diferencias en la firmeza del gel para los yogures hechos de leche cruda y de leche sometida a tratamiento térmico (85 °C durante 30 min) o con un proceso de alta presión hidrostática (193 ó 676 MPa durante 5 o 30 min).

Los geles de yogur hechos de leche tratada a alta presión durante 30 minutos y procesados térmicamente tenían valores de límite de elasticidad similares y ambos formaron geles más firmes en contraste con los yogures hechos de leche a baja presión y no procesada térmicamente. Los valores del límite de elasticidad de los yogures elaborados con leche de los dos últimos procesos fueron similares. En resumen, el efecto de variaciones en el tratamiento de la leche en el reordenamiento de las proteínas de la leche y microestructura del gel de yogur se reflejó en el límite de elasticidad (Sun y Gunasekaran, 2009).

d. LÍMITE DE ELASTICIDAD EN CHOCOLATE

Durante la manufactura de recubriendo de los productos en chocolate, el límite de elasticidad del chocolate determina el grosor y la uniformidad del revestimiento del chocolate (Baker, 2006).

El chocolate derretido presenta un comportamiento de flujo no Newtoniano que se caracteriza convencionalmente por un límite de elasticidad, que es determinado mediante experimentos reológicos de cizallamiento y generalmente se utiliza el modelo de *Casson* (De Graef, 2011).

2.6. MEDIDAS DEL LÍMITE DE ELASTICIDAD EN ALIMENTOS

El método más común para obtener el límite de elasticidad es extrapolar el esfuerzo cortante frente a la curva de velocidad de cizallamiento a una velocidad de cizallamiento cero. Sin embargo, los valores del límite de elasticidad extrapolados están fuertemente influenciados por el modelo reológico elegido. Una alternativa a esto es medir el límite de elasticidad directamente, que se basa en una evaluación independiente de la tensión en el que el material comienza a fluir. Mediciones directas con reómetros convencionales implican la prueba de un material con fluencia/recuperación (*creep/recovery*), relajación del estrés y técnicas de crecimiento del estrés. Otros métodos tales como penetración del cono, técnica de la paleta (*vane*) y oscilatorio dinámico las mediciones también se han estudiado. Un aparato modificado de compresión del flujo, las pruebas de asentamiento y las mediciones del límite de elasticidad de suspensiones utilizando un dispositivo de placa ranurada se encuentran entre otros métodos (Sun y Gunasekaran, 2009).

2.6.1. PROBLEMAS EN LA DETERMINACIÓN DEL LÍMITE DE ELASTICIDAD

Dos de los principales problemas encontrados en la determinación del límite de elasticidad están en la reproducibilidad de los datos experimentales y sobre los valores del límite de elasticidad muy diferentes obtenidos de diferentes técnicas (Sun y Gunasekaran, 2009). Como se indica por Cheng, citado por Sun y Gunasekaran (2009), el límite de elasticidad es una propiedad dependiente del tiempo; por lo tanto, una escala de tiempo adecuada del experimento debe seleccionarse para minimizar la discrepancia entre las mediciones. Además, la mayoría de las suspensiones muestran características tixotrópicas, que causan el desarrollo de una estructura más ordenada o una recuperación estructural si la velocidad de deformación aplicada es pequeña (es decir, tiempo de medición largo).

Sun y Gunasekaran (2009) señalan que, fluidos que exhiben límite de elasticidad son a menudo más difíciles de medir y el tipo de viscosímetro puede imponer limitaciones adicionales debido a posibles deslizamientos. Estos efectos están asociados con el desplazamiento de la fase dispersa hasta el límite sólido, con hidrodinámica, viscoelasticidad, efectividad química y gravitacional efectivo. Como resultado, el líquido cerca de las paredes se agota de partículas y conduce a mayores tasas de cizallamiento. Existen mejores métodos y se han desarrollado nuevos métodos para obtener información fiable y las mediciones de tensión en los alimentos.

2.6.2. MÉTODOS DE MEDICIÓN TRADICIONALES

a. MÉTODO DE LA EXTRAPOLACIÓN

Esta es la técnica indirecta más común para medir el estrés de rendimiento. La extrapolación se da mediante las gráficas de esfuerzo cortante versus la velocidad de cizallamiento, estas son obtenidos por reómetros convencionales. Los datos experimentales, también denominados curvas de flujo de equilibrio, pueden interpretarse con o sin un modelo reológico como el *Bingham*, el Herchel-Bulkley o el *Casson*. La extrapolación de los datos experimentales a una velocidad de cizallamiento cero y la obtención del valor de límite de elasticidad en el intercepto de esfuerzo cortante es un procedimiento fácil y rápido; sin embargo, sólo se puede hacer para los datos lineales (Sun y Gunasekaran, 2009).

Una técnica numérica alternativa consiste en trazar la viscosidad aparente frente al esfuerzo cortante y determinar el valor del límite de elasticidad en el punto donde la velocidad aparente tiende al infinito. Del mismo modo, Nguyen y Boger, citado por Sun y Gunasekaran (2009) señalan que, una pendiente de menos uno para un gráfico logarítmico de viscosidad aparente frente a la curva de velocidad de cizallamiento y a un intervalo de baja velocidad de cizallamiento a menudo indica la presencia de un límite de elasticidad (por ejemplo, fluidos *Bingham*).

El uso de los modelos reológicos es útil para una extrapolación adecuada. Sin embargo es importante reiterar que la selección de un modelo en particular depende del intervalo de velocidad de cizallamiento (Sun y Gunasekaran, 2009).

b. TÉCNICA DE LA PALETA O VANE

El método de las paletas se empleó originalmente para eliminar resbalones de la muestra, mientras se estudiaba la coagulación de geles de sodio de arcilla; fue muy desarrollado para medir las propiedades de flujo y la resistencia al corte de los suelos (Sun y Gunasekaran, 2009).

La geometría de las paletas consiste en un huso de paletas típicamente de cuatro a ocho hojas delgadas dispuestas en ángulos iguales, centradas en un eje cilíndrico estrecho de un reómetro o viscosímetro (Sun y Gunasekaran, 2009). La figura 6 muestra un esquema de una paleta típica de cuatro paletas y cómo se usa durante la medición.

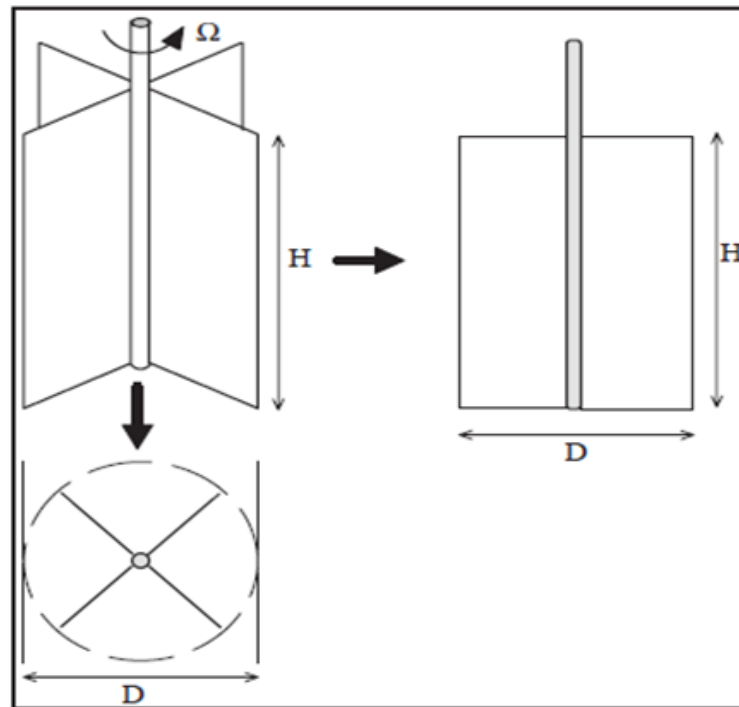


Figura 6: Esquema de una paleta típica de cuatro cuchillas.

FUENTE: Sun y Gunasekaran (2009)

El método de la paleta perturba mínimamente la muestra tras la inserción del husillo de la paleta, que es crítico cuando se mide materiales débilmente y delicadamente estructurados tales como espumas y emulsiones. Las alteraciones de la muestra se pueden minimizar con el uso de los recipientes originales del producto (Sun y Gunasekaran, 2009).

La paleta puede ser operada bajo el modo de velocidad de cizallamiento controlada o modo de esfuerzo cortante controlado, en ambos el límite de elasticidad es la tensión mínima requerida para rotación de la paleta.

En el modo esfuerzo cortante controlado, se aplica una tensión constante en pasos a la paleta sumergida en la muestra. Los datos resultantes corresponden al ángulo de rotación en función del tiempo para cada paso de esfuerzo incrementado. El límite de elasticidad es determinado como la tensión correspondiente al punto en el que hay un rápido aumento del ángulo de fluencia o deformación, tal como las tensiones t_4 y t_5 de la figura 7 (Sun y Gunasekaran, 2009).

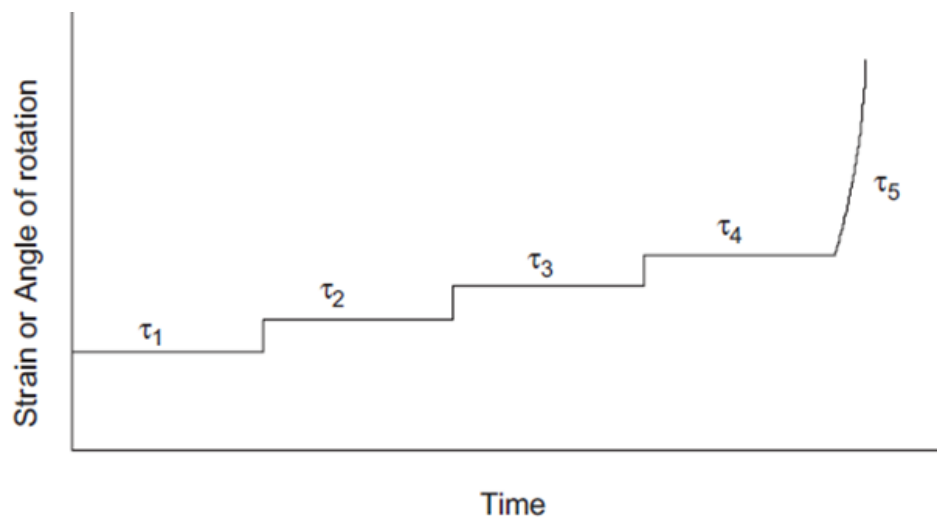


Figura 7: Curva de respuesta mediante esfuerzo cortante controlado.

FUENTE: Sun y Gunasekaran (2009).

En el modo de velocidad de cizallamiento controlada, se aplica una velocidad de rotación constante a la paleta, y el par resultante se mide en función del tiempo (figura 8). En este método se plotea el torque versus time, donde el máximo torque es usado para calcular el límite de elasticidad y que es obtenido a velocidad de rotación bajas, por ejemplo a 0.4 RPM, como se observa en la figura 8 (Rao, 2013).

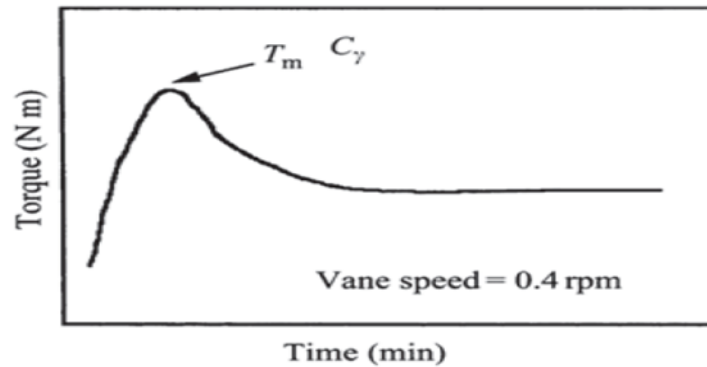


Figura 8: Torque versus tiempo en modo velocidad de cizallamiento controlada.

FUENTE: Rao (2013).

c. PRUEBA DE ESTRÉS RELAJACIÓN

En esta prueba el material fluido se corta primero a cualquier velocidad de cizallamiento o esfuerzo cortante constante en un viscosímetro rotacional convencional, seguidamente el material se pone en reposo de forma gradual o repentina. El límite de elasticidad, llamado también estrés de relajación, se mide como la tensión límite o residual que queda en el fluido al cesar el flujo. Nguyen y Boger, citado por Sun y Gunasekaran (2009) señalan que, durante la prueba es importante asegurarse de que la tensión aplicada es mayor que la tensión elástica. Cuando el esfuerzo de cortantes en el estado relajado disminuye a un nivel constante esto representa el valor del límite de elasticidad.

Este método ha sido principalmente aplicado para estudiar la viscoelasticidad lineal de los materiales alimenticios. Una de las razones es la pre-corte requerido daña la estructura del material. Por lo tanto, la técnica de relajación por estrés sólo es adecuada para fluidos el límite de elasticidad no depende de la historia de corte (Sun y Gunasekaran, 2009).

d. PRUEBA DE RESPUESTA DE FLUENCIA/RECUPERACIÓN

La prueba consiste en aplicar un esfuerzo cortante constante en pasos al material fluido como se ilustra en la figura 9. Si las tensiones aplicadas están por debajo del límite de elasticidad, el material de ensayo se comporta como un sólido elástico con una recuperación completa después de la eliminación del estrés y no fluirá. Esto es

observado por un curva horizontal con pendiente casi cero (t_1 y t_2). Cuando las tensiones aplicadas son mayores que el valor del límite de elasticidad, la deformación o deformación aumenta indefinidamente con el tiempo y viscoso se produce el flujo (t_4). El punto de rendimiento se puede detectar a partir de un cambio drástico de pendiente en el tiempo frente a la curva de deformación por esfuerzo cortante; a veces es difícil identificar el cizallamiento crítico estrés a medida que se aproxima a la tensión de rendimiento. Puede verse en la figura 9 que el límite de elasticidad se encuentra entre t_2 y t_3 . En general, la prueba de fluencia/recuperación es una prueba más sensible y menos destructiva que otros métodos para medir el límite de elasticidad. Sin embargo, la duración de la medición puede ser muy largo, esto influye en la exactitud de los valores debido a la historia de corte y tixotropía y posiblemente causan algún efecto fisicoquímico (Sun y Gunasekaran, 2009).

e. PRUEBA DE RAMPA DE ESFUERZO CORTANTES

Este método es una alternativa a la técnica de fluencia/recuperación para acortar la duración de la medición. La prueba se realiza aplicando gradualmente aumentando las tensiones sobre la muestra. La viscosidad instantánea (o aparente) se controla para la presencia de un punto de inflexión, que indica el inicio del flujo, y el límite de elasticidad es dada en la tensión de cizalla correspondiente. Posibles errores implicados son el deslizamiento de la muestra y los efectos debido al tamaño del hueco (Sun y Gunasekaran, 2009).

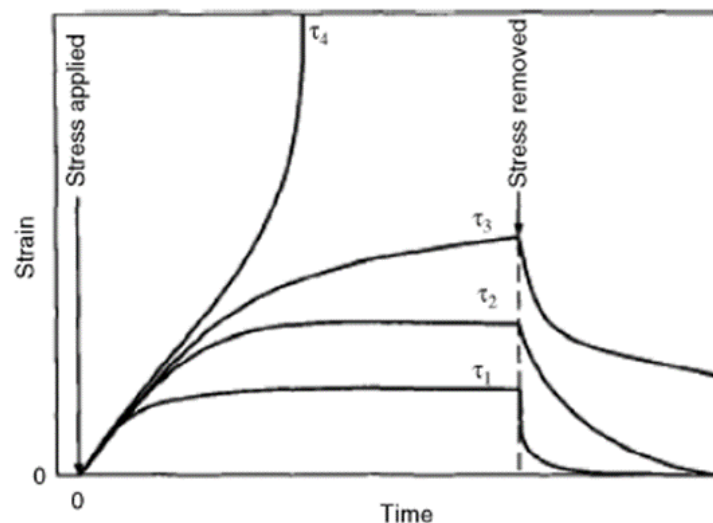


Figura 9: Curva de tensión (*strain*) versus tiempo (*time*).

FUENTE: Liddell, citado por Sun y Gunasekaran (2009)

f. MÉTODO DEL CONO PENETROMÉTRICO

La penetración del cono es una técnica popular utilizada para las pruebas propiedades de resistencia de los suelos y otros materiales de alta consistencia. En este tipo de ensayo, un metal cono de dimensiones específicas es forzado en un plano y la superficie horizontal lisa de la probeta (Sun y Gunasekaran, 2009).

g. PRUEBAS DINÁMICAS OSCILATORIAS

La medición mecánica dinámica es un método alternativo, ya que proporciona información el comportamiento estructural y de deformación de fluidos viscoplásticos por debajo o cerca del límite de elasticidad. Durante la prueba oscilatoria, el material se somete a una deformación sinusoidal y la tensión resultante se mide como una función de tiempo y frecuencia. Dependiendo de amplitud de deformación, se producen pequeñas deformaciones dentro de la región viscoelástica lineal, mientras que grandes deformaciones se dan en la región no lineal (Sun y Gunasekaran, 2009).

Las mediciones dinámicas no se usan popularmente para la determinación del esfuerzo elástico, porque es difícil lograr la amplitud extremadamente pequeña requerida para que el estrés y deformación sinusoidal están completamente en fase. Por otro lado, podría ser un procedimiento ventajoso ya que la pequeña deformación causa perturbaciones mínimas a la estructura del material (Sun y Gunasekaran, 2009).

2.7. MODELOS REOLÓGICOS

Un modelo de flujo puede ser considerado como una ecuación matemática que puede describir datos reológicos, tales como la velocidad de cizallamiento frente al esfuerzo cortante, en un diagrama de cizallamiento básico y que logra de una manera conveniente y concisa describir los datos (Rao, 2013).

Numerosos factores influyen en la selección del modelo reológico usado para describir el flujo de partículas. Muchos modelos se han utilizado para representar la conducta de flujo de fluidos no Newtonianos, además de la ley de potencia, plástico de *Bingham* y modelo de *Herschel-Bulkley* (Ramirez, 2006).

2.7.1. MODELO DE OSTWALD-DE WAELE (LEY DE LA POTENCIA)

Esta ley sirve para modelar el comportamiento de los fluidos pseudoplástico y dilatantes, los cuales presentan una tasa de deformación ($\dot{\gamma}$) que aumenta a medida que aumenta el esfuerzo de corte (Carrillo, 2011).

$$\tau = m \left(\frac{dv}{dy} \right)^n$$

Donde “m” se conoce comúnmente como coeficiente de consistencia con unidades Pa.sn y “n” se conoce como índice de comportamiento de flujo, que carece de unidades.

El fluido Newtoniano es un caso particular de este modelo, donde $n = 1$ y m es la viscosidad dinámica. Si $n < 1$, el fluido es pseudoplástico, si $n > 1$, es Dilatante (Ramírez, 2006).

2.7.2. MODELO DE *HERSCHEL-BULKLEY*

Este modelo es capaz de explicar el comportamiento de fluidos Newtonianos plásticos y se basa en el modelo de la ley de potencia (Carrillo, 2011).

$$\tau = m \left(\frac{dv}{dy} \right)^n + \tau_0$$

Donde τ_0 es el esfuerzo mínimo para que el material fluya, que describe el comportamiento plástico y el plástico tipo *Casson* (Ramírez, 2006).

2.7.3. MODELO DE *BINGHAM*

Es un modelo de dos parámetros muy usado en la industria. La ecuación que lo define es:

$$\tau = \tau_y + \mu_p \cdot \dot{\gamma}$$

Un fluido Plástico de *Bingham* no comienza a fluir hasta que el esfuerzo de corte aplicado exceda el valor mínimo τ_y . A partir de este punto el cambio en el esfuerzo de corte es proporcional a la tasa de corte y la constante de proporcionalidad es la viscosidad plástica (μ_p) (Bedoya y Cardona, 2009).

2.7.4. MODELO DE CASSON

$$\tau^{0.5} = m \left(\frac{dv}{dy} \right)^{0.5} + \tau_0^{0.5}$$

La curva de esfuerzo cortante contra velocidad de corte puede transformarse en una línea recta elaborando una gráfica de la raíz cuadrada del esfuerzo cortante contra la raíz cuadrada de la velocidad de corte (Bedoya y Cardona, 2009).

La Oficina Internacional del Cacao y el Chocolate ha tomado este modelo como oficial para representar la conducta de flujo del Chocolate (Ramírez, 2006).

La curva de esfuerzo cortante contra velocidad de corte puede transformarse en una línea recta elaborando una gráfica de la raíz cuadrada del esfuerzo cortante contra la raíz cuadrada de la velocidad de corte (Bedoya y Cardona, 2009).

La Oficina Internacional del Cacao y el Chocolate ha tomado este modelo como oficial para representar la conducta de flujo del Chocolate (Ramírez, 2006).

III. DESARROLLO DEL TEMA

3.1. DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

En el área de envasado uno de objetivos es lograr que el producto mantenga las características de aspecto (consistencia) y conforme especificaciones. Sin embargo se han presentado eventos de no calidad como la pérdida de consistencia y excesiva fluidez del producto, debido a los esfuerzo excesivos al que son sometidos.

En la figura 10 se presenta un evento de no calidad de la emulsión “A”, al lado derecho de esta figura se observa que la emulsión ha cambiado de aspecto luego de ser envasado, observándose una pérdida de consistencia y mayor fluidez. Este defecto es crítico ya que la característica de esta emulsión es tener gran consistencia y no tenga movilidad dentro del frasco. Asimismo al tornase más fluida afecta la presentación del producto final, cuando se abre el frasco y se observa que la zona interior de la tapa se encuentra manchada con la emulsión. Otras de las razones para que el producto se requiera sin movilidad al interior del frasco, es que en una etapa posterior al envasado se colocan los frascos boca abajo por lo que se requiere mayor consistencia y una resistencia al flujo de modo que cuando el producto llegue al consumidor este no presente un defecto de calidad como la presencia del mismo en la tapa.



Figura 10: Emulsión “A” antes y después del envasado.

Otro problema que presenta el área de envasado es al momento de la selección del tipo de bombas, el área sólo conoce el valor de viscosidad del producto, pero desconoce cuánto de presión se requiere para que el producto fluya. Esta selección de bombas se realiza mediante pruebas de ensayo y error. Dando como resultado que en ocasiones se selecciona bombas pero que no tiene la presión necesaria para que el producto sea bombeado o caso contrario se utilizan bombas que modifican las características reológicas deseadas.

3.2. EVALUACIÓN DEL PROBLEMA

Por ser la viscosidad un factor que contribuye a la estabilidad de las emulsiones, se propone evaluar su comportamiento mediante las curvas de flujo de la viscosidad aparente versus tiempo. Este análisis pretende ser una herramienta que permita evaluar la tendencia de la viscosidad e identificar si existe riesgo de presentar problemas en el aspecto de la emulsión (excesiva fluidez, pérdida de consistencia).

Una segunda propuesta es la utilización del parámetro límite de elasticidad como indicador de la consistencia y grado de descomposición de la estructura de las emulsiones. Duffy (2012) señala que, este parámetro nos da una idea respecto a la apariencia y consistencia del producto, valores del límite de elasticidad mayores se asocian con una apariencia más gruesa, más cremosa y por lo tanto sugieren una mejor calidad del producto. Con este parámetro se podría evaluar el efecto de los tipos de bombeo en los valores del límite de elasticidad, donde bombas que ejerzan grandes variaciones en este valor se podrían descartar, debido a que están afectado la estabilidad estructural y la resistencia a grandes fuerzas (Korhonen *et al.*, 2000).

3.3. APLICACIÓN DE LA CURVAS DE FLUJO

Para evaluar el comportamiento de la viscosidad a través del tiempo se construye una curva viscosidad aparente versus tiempo.

a. MATERIALES Y MÉTODOS

• Preparación de la muestra

Se utilizaron las emulsiones “A” y “B” que tienen diferente composición. Siendo la emulsión “A” un producto con historial de varios eventos de no calidad por aspecto (excesiva fluidez) y la emulsión “B” sin eventos de no calidad por aspecto. Estas muestras fueron recolectadas antes de ser envasadas, se colocaron en frascos de vidrio y posteriormente fueron puestas en reposo por 30 minutos en la bañó de agua a 25 °C.

• Construcción de la curvas de flujo

Para la construcción de la curva se utilizó un reómetro rotacional Brookfield modelo DV3T. Se utilizó una misma aguja y velocidad para evaluar ambas muestras. Durante 5 minutos se tomaron los valores de viscosidad cada 10 segundos y para la recolección de los datos se realizó mediante el *software* rheocalc T 1.2.19.

b. RESULTADOS Y DISCUSIONES

La figura 11 muestra el comportamiento de las emulsiones “A” y “B”, donde la primera emulsión tiene una tendencia mayor a disminuir la viscosidad en comparación con la emulsión “B”.

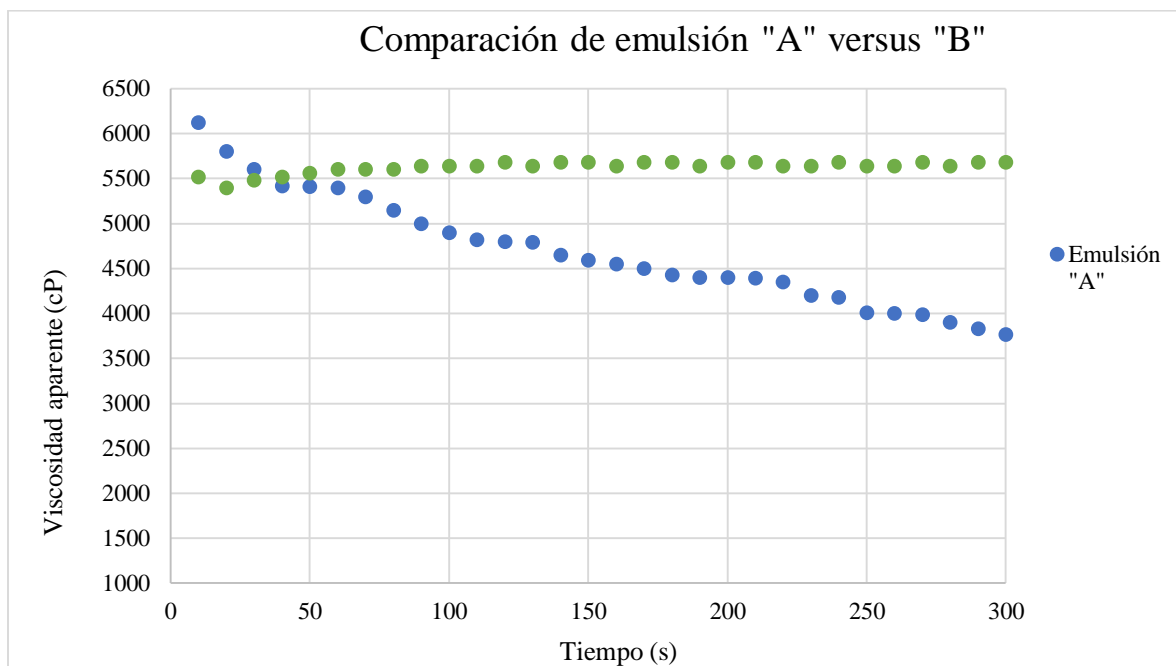


Figura 11: Viscosidad aparente versus tiempo.

Se revisó los eventos de no calidad del área de envasado, encontrándose que la emulsión “A”, ha presentado problemas de aspecto no conforme por pérdida de la consistencia y excesiva fluidez. Mientras que la muestra “B” no tiene casos de no calidad por aspecto. Por lo que una tendencia a disminuir la viscosidad puede implicar un riesgo de presentar problemas en el aspecto, como excesiva fluidez, pérdida de consistencia. Por este motivo se recomienda que para productos que presenten similar tendencia se eviten esfuerzos excesivos durante el envasado. También se debe seleccionar un tipo de bomba y llenadora adecuada para que el producto no sufra grandes esfuerzos que afecten su aspecto.

Otra de las recomendaciones sería que no se debería fabricar emulsiones cerca al límite inferior del rango de viscosidad, ya que durante el proceso de envasado sufre esfuerzos ocasionando que la viscosidad disminuya y finalmente se encuentre fuera de especificación. Badui (2009) menciona que uno de los factores que afecta la estabilidad de las emulsiones es la viscosidad. Caso contrario se debe solicitar al área de investigación y desarrollo ajustar los rangos de viscosidad hacia valores mayores. Este análisis se hace importante en la empresa, ya que la planta de fabricación no puede modificar la fórmula de la emulsión, sólo puede tomar ciertas condiciones en el proceso.

3.4. DETERMINACIÓN DEL LÍMITE DE ELASTICIDAD

A continuación se describe la primera fase de la propuesta al área de envasado, que es utilizar el parámetro límite de elasticidad como indicador de la consistencia y grado de descomposición de la estructura de las emulsiones. Para ello primero se seleccionó el tipo de límite de elasticidad que se desea estudiar y posteriormente se realizaron las medidas aplicando dos métodos: Técnica de la paleta y el método de la extrapolación. Para esta prueba se utilizó como muestra la emulsión “B”. A continuación se muestran los avances realizados de la propuesta, la determinación del valor del límite de elasticidad mediante dos metodologías.

3.4.1. TÉCNICA DE LA PALETA O VANE

Esta técnica se aplica debido a que esta metodología ha sido ampliamente utilizado en la ciencia de alimentos para medir suspensiones o emulsiones concentrada tales como el

ketchup, salsa de manzana, alimento para bebés. El consenso general es que es un método confiable y fácil para evaluar propiedades reológicas de suspensiones o emulsiones concentradas (Perneli *et al.*, 2000). Además Perneli *et al.* (2000) menciona que esta técnica ofrece la ventaja de que la superficie del material se encuentra bien definida por las paletas, estas paletas son muy delgadas y tienen poca área en sección transversal, por lo que el daño es mínimo de la estructura de la muestra.

a. MATERIALES Y MÉTODOS

- Preparación de la muestra

Se utilizó la emulsión “B”, que fue recolectada antes de ser envasada, colocada en frascos de vidrio y posteriormente fueron puestas en reposo por 30 minutos en la bañera de agua a 25 °C.

- Medidas reológicas

Los valores del límite de elasticidad de la emulsión “B” fueron determinados usando el reómetro rotacional Brookfield modelo DV3-T y con rango de viscosidad media (RV). Se seleccionó la aguja V-73 en función al cuadro 1.

Cuadro 1: Número de agujas y sus rangos de viscosidad

Spindle	Torque Range	Shear Stress Range (Pa)	Viscosity Range cP (mPa·s)
V-71	NOT RECOMMENDED FOR USE ON LV TORQUE		
V-72	LV	.188-1.88	104.04-1.04K
V-73	LV	.938-9.38	502-5.02K
V-74	LV	9.38-93.8	5.09K-50.9K
V-75	LV	3.75-37.5	1.996K-19.96K
V-71	RV	.5-5	262-2.62K
V-72	RV	2-20	1.11K-11.1K
V-73	RV	10-100	5.35K-53.5K
V-74	RV	100-1K	54.3K-543K
V-75	RV	40-400	21.3K-213K

Note: 1. 1 Pa = 10 dyne/cm²
 2. Viscosity Range is given at rotational speed of 10 RPM
 3. 5xHB is the highest torque range available
 4. Not for use with DV-E Viscometers

M = 1 million
 K = 1 thousand
 Pa = Pascal
 cP = Centipoise
 mPa·s = Millipascal·seconds

FUENTE: Brookfield (2013)

Se sumergió la aguja en la emulsión “B” hasta la segunda marca, como se aprecia en la figura 12. Posteriormente mediante el *Software Rheocalc T 1.2.19*, se programó la prueba a una velocidad de rotación de 0.1 RM.

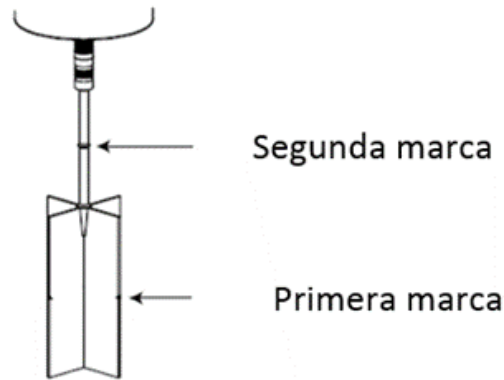


Figura 12: Niveles de sumersión de aguja Vane.

FUENTE: Brookfield (2013).

b. RESULTADOS Y DISCUSIONES

Luego de correr la muestra a una velocidad de rotación de 0.5 RPM, el valor del límite de elasticidad fue calculado al término de la prueba, como se muestra en el Cuadro 2.

Cuadro 2: Valor del límite de elasticidad

Yield	
<input type="button" value="Calculate Yield"/>	
Results	
Yield Stress	<input type="text" value="960.0"/> dyn/cm ²
Torque at Yield	<input type="text" value="48.0"/> %

La curva de torque versus tiempo se muestra en la figura 13. Esta prueba es del modo de velocidad de cizallamiento controlada, en donde se aplica una velocidad de rotación constante a la paleta. En esta gráfica el torque máximo es usado para calcular el límite de elasticidad, como se puede apreciar la figura 9 (Rao, 2013).

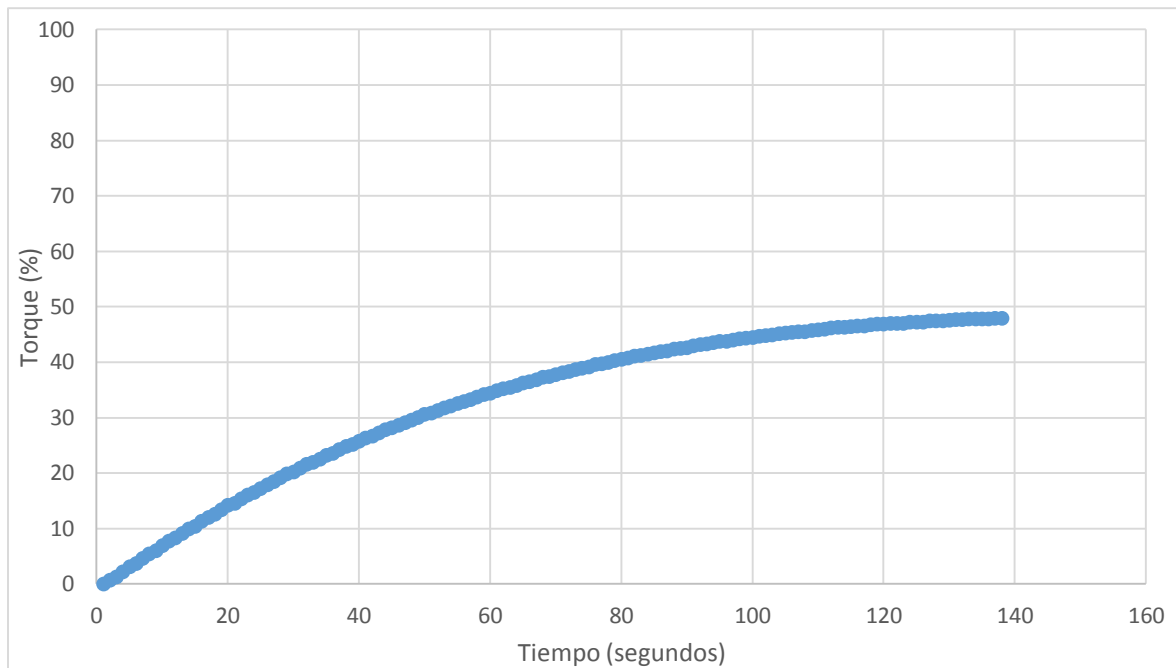


Figura 13: Gráfica torque versus tiempo de la emulsión “B”.

3.4.2. MÉTODO DE EXTRAPOLACIÓN

En esta técnica primero se realiza la gráfica de esfuerzo cortante versus velocidad de cizallamiento y posteriormente se interpreta utilizando el modelo Herschel-Bulkley. Brümmer (2006) menciona el modelo de Herschel-Bulkley es el que mejor describe este tipo de gráfica.

a. MATERIALES Y MÉTODOS

- Preparación de las muestras

La emulsión “B” fue recolectada antes de ser envasada, colocada en frascos de vidrio y posteriormente fueron puestas en reposo por 30 minutos en la baño de agua a 25 °C.

- Medidas reológicas

Los valores del límite de elasticidad de la emulsión “B” fueron determinados usando el reómetro rotacional Brookfield modelo DV3-T y un adaptador para muestras pequeñas (SSA), equipos que se muestran en la figura 14. Para definir los parámetros

del tipo de aguja y velocidad se realizaron pruebas de ensayo y error con las agujas del cuadro 3. Posteriormente se seleccionó la combinación de aguja y velocidad de mayor torque. Brookfield (2013) indica que, se deben descartar combinaciones con torques debajo del 10 por ciento.

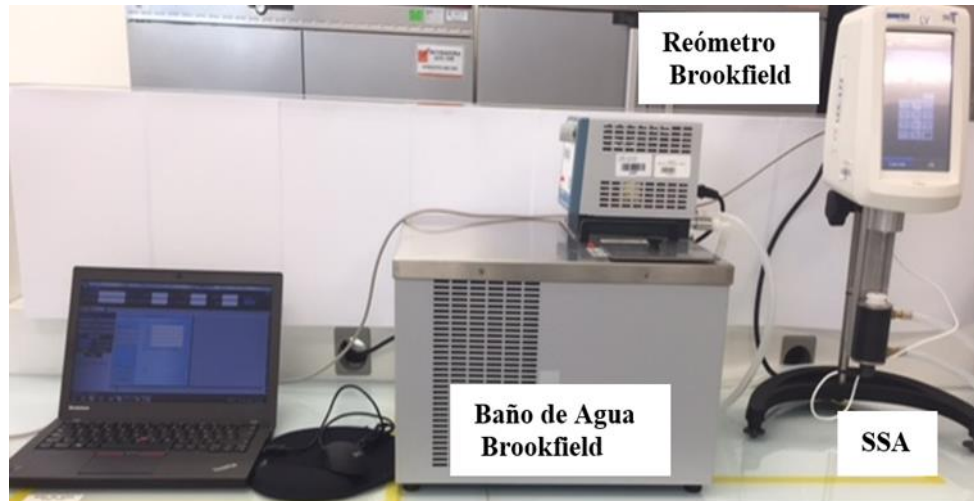


Figura 14: Equipos y accesorios conectados.

Cuadro 3: Tipos de agujas del adaptador para muestras pequeñas (SSA)

AGUJA	VISCOSIDAD (CP)		VOLUMEN APROXIMADO DE LA MUESTRA (mL)
	Modelo DV3TLV	Modelo DV3TRV	
SCA-18*	1.5 a 30 000	16 a 320 000	6.7
SCA-21**	2.4 a 46 865	25 a 50 000	7.1
SCA-25Z**	240 a 4 790 000	2560 a 51 200 000	16.1
SCA-29*	46.9 a 937 300	500 a 10 000 000	13.5
SCA-31*	15 a 300 000	160 a 32 000	9.0

* Se recomienda trabajar con LV

** Se recomienda trabajar con RV

FUENTE: Brookfield (2013).

Para la construcción de la gráfica de esfuerzo cortante versus velocidad de cizallamiento, se crearon 81 pasos y se aumentó la velocidad en 1.0 RPM en cada paso. La recolección de los datos se realizó cada 10 segundos. Luego se seleccionó el modelo matemático *Herschel-Bulkley*.

b. RESULTADOS Y DISCUSIONES

El *software* calcula los siguientes valores de los componentes de la ecuación del modelo matemático *Herschel-Bulkley*, en la figura 15 se muestra la ecuación. El valor del esfuerzo cortante fue 168 149 dyn/cm², índice de flujo igual a 0.001 e índice de consistencia igual a 16 902 077 cP. El nivel de confianza de ajustes de 98.8 por ciento lo que nos podría indicar este modelo describe bien el comportamiento de la emulsión “B”. Sin embargo el valor del límite de elasticidad es muy alto respecto al obtenido por método de las paletas, lo que podría suponer un error al momento de programar la prueba. Sun y Gunasekaran (2009) menciona que se debe toma en cuenta que los efectos de deslizamiento, fractura y expulsión de la muestra son algunos de los problemas encontrados utilizando los reómetros convencionales y que no solo pueden afectar a la extrapolación el valor del límite de elasticidad, sino también el comportamiento del flujo reológico.

Asimismo Nguyen y Boger, citados por Sun y Gunasekaran (2009) señalan que, el límite de elasticidad extrapolado no puede considerarse como una propiedad material absoluta o límite de elasticidad verdadero. El límite de elasticidad extrapolado se utiliza a menudo como una estimación rápida y para comparar resultados de otros métodos.

$$\tau = \tau_0 + k\dot{\gamma}^n$$

Donde: τ =Esfuerzo cortante; τ_0 = Limite de elasticidad; $\dot{\gamma}$ =Velocidad de cizallamiento
 n =Índice de flujo; k =Índice de consistencia

Figura 15: Modelo de *Herschel-Bulkley*.

FUENTE: Ramirez (2006).

IV. CONCLUSIONES

- Las curvas viscosidad aparente versus tiempo es una herramienta preventiva, de fácil diseño y uso, que puede ser utilizada por el área de envasado debido a que permite tener una idea general de la estabilidad del producto en cuanto al aspecto. Los productos con una tendencia marcada a bajar la viscosidad en el tiempo tienen un riesgo de ser inestables durante el proceso de envasado.
- El límite de elasticidad (*yield stress*) es un valor altamente susceptible a la manipulación de la muestra, por ello se deben evitar cizallamientos adicionales, como el llenado, trasvasado. Asimismo se debe conocer y uniformar el historial de cizallamiento o esfuerzos al que ha sido sometido.
- La técnica de la paleta es una prueba muy utilizada en los alimentos como yogures, chocolate, mayonesa, suspensiones concentradas u otras emulsiones concentradas; debido a la facilidad de su uso, daño mínimo a la muestra y bajo costo respecto a otros métodos modernos.
- Los valores obtenidos en el método de la extrapolación pueden verse afectados por la manipulación de la muestra al momento del llenado en el accesorio de muestras pequeñas, sumersión de aguja. Comparado con la técnica de la paleta este presenta mayor manipulación de la muestra.
- No existe un solo método o un mejor método para determinar el límite de elasticidad en los diferentes alimentos, es común obtener valores del límite de elasticidad muy diferentes para un producto medido bajo diferentes técnicas.

V. RECOMENDACIONES

- El método más apropiado para medir el límite de elasticidad no sólo depende de la disponibilidad del equipo requerido, sino también se debe evaluar el que mejor se adapte a la aplicación y al entorno del trabajo.
- La reproducibilidad de los resultados para ambos tipos de análisis (curva viscosidad aparente versus tiempo y límite de elasticidad) está en función a uniformizar su historial de cizallamiento, es decir es importante en esta del proceso se debe recolectar las muestras.
- Para la aplicación de la técnica de la paleta se recomienda iniciar con velocidades bajas e ir aumentando hasta obtener la curva característica según el modo empleado (modo esfuerzo controlado o velocidad de cizallamiento controlado).

VI. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alwadani, M. 2009. Characterization and rheology of water-in-oil emulsion from deepwater fields. Tesis Mg. Sc. Estados Unidos, Rice University.
- Badui, S. 1990. Química de los alimentos. 2 ed. México, Alhambra.
- Baker, B; Brown, D; Anantheswaran, R. 2006. Measurement of yield stress in dark chocolate using controlled stress vane method. *Journal of Texture Studies* 37.
- Bedoya, M; Cardona, N. 2009. Estudios comparativos de modelos reológicos para lodos de perforación. Tesis Ing. Colombia, Universidad Nacional de Colombia.
- Brookfield. 2013. Operating instructions. Manual N° M13-2100.
- Brummer, R. 2006. Rheology essentials of cosmetic and food emulsions. 1 ed. Alemania, Springer.
- Carrillo, D. 2011. Arrastre incipiente de partículas en flujos de fluidos no newtonianos (en línea). Tesis Ing. Chile, Universidad de Chile. Consultado 3 set. 2017. Disponible en http://repositorio.uchile.cl/tesis/uchile/2011/cf-carrillo_dp/pdfAmont/cf-carrillo_dp.pdf.
- De Graef, V; Depypere, F; Minnaert, M; Dewettinck. 2011. Chocolate yield stress as measured by oscillatory rheology.
- Derkach, S. 2009. Advances in colloid and interface science. Rusia.
- Duffy, J. 2012. Materials science. USA (en línea). Consultado 3 set. 2017. Disponible en https://www.malvern.com/en/assets/AR120926-MRK1849-01_tcm22-21870.pdf.
- Gallardo, J. 2012. Reología de una emulsión de aceite en agua. Tesis Ing. México, Universidad Nacional Autónoma de México.
- Korhonen, M; Hellen, L; Hirvonen, J; Yliruusi, J. 2000. Rheological properties of creams with four different surfactant combinations. *International Journal of Pharmaceutics* 221.
- Lascano, A. 2010. Estudio reológico de mezclas de harinas de cereales: Cebada (*Hordeum vulgare*), maíz (*Zea mays*), quinua (*Chenopodium quinoa*), trigo (*Triticum vulgare*) y tubérculo: papa (*Solanum tuberosum*) nacionales con trigo (*Triticum vulgare*)

- importado para orientar su uso en la elaboración de pan y pastas alimenticias. Tesis Ing. Ecuador, Universidad Técnica de Ambato.
- Lavaselli, S; Rasia, R. 2000. Reología y estabilidad de excipiente para productos dermatológicos elaborados con concentraciones variables del mismo emulgente. Argentina.
- Pal, R.; Yan, Y.; Masliyah, J. 1992. Rheology of emulsions. American chemical society. Canada.
- Pernell, C; Foegeding, E; Daubert, C. 2000. Measurement of the yield stress of protein foams by vane rheometry. *Journal of Food Science* 65.
- Ramirez, J. 2006. Introducción a la reología de los alimentos (en línea). Colombia, Universidad del Valle-Colombia. Consultado 03 set. 2017. Disponible en https://www.researchgate.net/profile/Juan_Ramirez-Navas/publication/259620275_Introduccion_a_la_Reologia_de_Alimentos/links/556112fe08ae6f4dcc93c383/Introduccion-a-la-Reologia-de-Alimentos.pdf
- Rao, M. 2014. Rheology of fluid, semisolid, and solid foods. 1 ed. Estados Unidos, Springer.
- Sun, A; Gunasekaran, S. 2009. Yield stress in foods: measurements and applications. *International Journal of Food Properties*.
- Regalado, A; Noriega, O. 2008. Comportamiento reológico de un fluido. México. Consultado 2 set. 2017. Disponible en http://www.umar.mx/revistas/36/comportamiento_reologico.pdf
- Yoo, B; Rao, M; Steffe, J. 1994. Yield stress of food dispersion with the vane method at controlled shear rate and shear stress. *Journal of Texture Studies* 26.