

# Viscosímetro de cilindros concéntricos de extremadamente bajos esfuerzos de corte

R. Rodríguez T., Raúl Montiel C. y A. Romo U.

*Departamento de Física, Universidad Autónoma Metropolitana-Iztapalapa,  
Apartado postal 55-534, 09340 México, D.F.*

(Recibido el 2 de agosto de 1988; aceptado el 13 de enero de 1989)

**Resumen.** En este trabajo se describe el diseño y construcción de un viscosímetro del tipo Zimm-Crothers, el cual permite medidas de viscosidad muy precisas a varios valores de esfuerzos de corte extremadamente pequeños usando solamente un rotor.

**PACS:** 06.90.+v; 47.15.Gf; 61.30.Eb; 61.41.+e

## 1. Introducción

Una de las técnicas más antiguas y utilizadas en la caracterización de materiales poliméricos en solución es la viscosimetría. Esta se basa en el hecho de que la presencia de grandes partículas disueltas o suspendidas en un líquido producen un cambio radical en la propiedad de flujo del sistema.

Una ventaja muy importante de esta técnica es que la cantidad que se determina experimentalmente, ya sea la torca viscosa o el tiempo de flujo, es directamente proporcional a la viscosidad.

Puede suceder, sin embargo, que la viscosidad de la solución polimérica dependa de las condiciones de flujo del instrumento utilizado: en estos casos se dice que la viscosidad es no-newtoniana. Este tipo de comportamiento se encuentra principalmente en soluciones de moléculas rígidas muy asimétricas o en soluciones de moléculas flexibles de muy alto peso molecular.

El viscosímetro capilar ha probado ser un equipo versátil y barato, sin embargo, debido al progreso en el estudio de macromoléculas biológicas, se ha encontrado que muchas de estas moléculas se degradan aún bajo la acción de pequeños esfuerzos de corte de los encontrados en los viscosímetros capilares. Además, algunas moléculas biológicas y sintéticas tienen comportamiento no-newtoniano cuando están sujetas a esfuerzos de corte experimentados en capilares de tamaño ordinario.

En vista de esto, existe la necesidad de un viscosímetro comparable en conveniencia y disponibilidad al de un viscosímetro capilar, pero que opere a esfuerzos de corte de varios órdenes de magnitud menores al del capilar.

El instrumento que aquí se describe es barato, pone a la solución en contacto con vidrio únicamente, funciona a diferentes esfuerzos de corte y se ha utilizado en esfuerzos de corte desde 0.003 hasta 0.0008 dinas/cm<sup>2</sup>, los cuales son varios órdenes de magnitud menor que viscosímetros capilares de uso común.

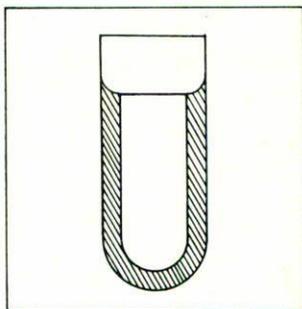


FIGURA 1. El diagrama muestra la posición del rotor en el estator.

## 2. Diseño y construcción

El viscosímetro del tipo Zimm-Crothers [1], es un viscosímetro de cilindros concéntricos, el cual está fabricado totalmente en vidrio; esta característica nos proporciona la facilidad de poder trabajar con casi cualquier solvente.

El cilindro exterior (llamado estator) permanece fijo, mientras que el cilindro interior (llamado rotor) es el que gira (Fig. 1).

En la parte inferior del estator se colocó un tubo para que la introducción de la muestra sea desde la parte inferior del viscosímetro. Este dispositivo, además de facilitar el llenado, permite ajustar con mucha precisión la altura del rotor respecto de la base del estator, para tener reproducibilidad en las medidas de viscosidad; en general, las medidas de viscosidad relativa tienen una precisión no mayor al 0.2%.

Todo el viscosímetro es introducido en una chaqueta de calentamiento (Fig. 2) lo cual permite que el aparato funcione a diferentes temperaturas. Como control de temperaturas se utilizó un baño recirculante marca Haake con control de resistencia de platino, el cual controla con precisión de  $\pm 0.05^{\circ}\text{C}$ .

El viscosímetro debe montarse rígidamente para preservar la geometría del sistema. Para esto es sostenido con un anillo de nylon, el cual es montado sobre un soporte que permite cinco movimientos: primero, la posición del viscosímetro respecto al campo magnético externo es efectuado mediante tres plataformas que se mueven en las direcciones  $x - y - z$ ; segundo, la orientación del mismo respecto al imán se lleva a cabo a través de tres tornillos colocados en el anillo de nylon los cuales permiten movimiento cenital y azimutal ( $\theta, \phi$ ), (Fig. 2). Es importante hacer notar que la alineación del viscosímetro respecto del campo magnético externo es vital para evitar cualquier movimiento de precesión del rotor.

La viscosidad por determinar es directamente proporcional al tiempo de revolución del rotor como se ve en la siguiente expresión:

$$\eta_r = \frac{P - P_m}{P_0 - P_m}$$

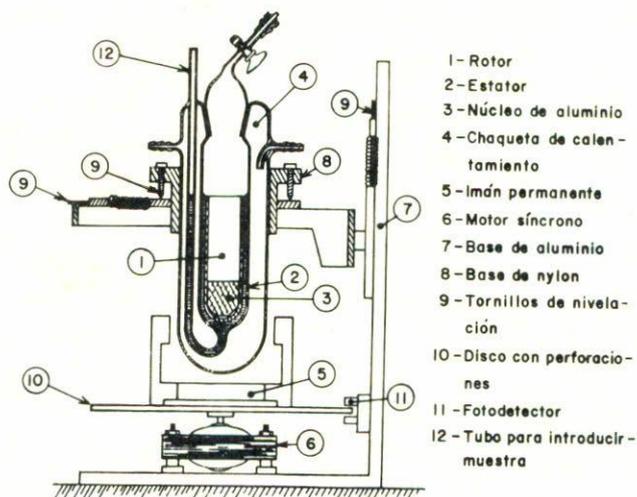


FIGURA 2. La figura muestra un corte transversal del viscosímetro de cilindros concéntricos y la descripción de sus componentes.

siendo  $P$  el periodo de revolución para la solución,  $P_0$  para el solvente y  $P_m$  para el campo magnético externo. En nuestro caso tenemos que  $P_m = .1$  seg, por lo tanto es una cantidad despreciable respecto a  $P$  que es del orden de 300 seg y  $P_0$  que es del orden de 90 seg.

Para determinar este periodo de revolución se efectuó una pequeña marca en el aluminio la cual se observa con ayuda de un catetómetro, el cual se encuentra fijo a la mesa de trabajo. Se utilizó adicionalmente un sistema electrónico de conteo, el cual funciona de la siguiente manera: se montó un disco con perforaciones regularmente espaciadas sobre el motor síncrono, y mediante un optoacoplador montado en la base del viscosímetro (Fig. 2), se midió la frecuencia angular de giro del disco que resultó ser de 16.4 Hz; la señal obtenida al girar el disco se manda a un contador electrónico, la lectura de éste es proporcional a la viscosidad de la solución colocada en el viscosímetro. En la Fig. 3 se muestra una fotografía de instrumento, y en las Figs. 4a y 4b se muestran diagramas esquemáticos de la electrónica involucrada en este dispositivo.

Es muy importante que se tenga una limpieza cuidadosa en el manejo del rotor, esto es, no debe tocarse con los dedos mientras es colocado en el viscosímetro, ya que ocasionará problemas en la flotación y centrado.

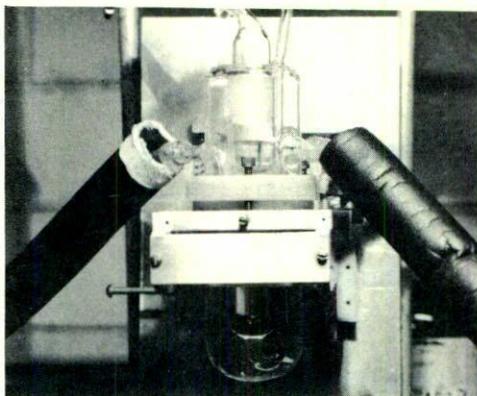


FIGURA 3. La fotografía muestra el viscosímetro montado en su base.

Debe hacerse notar que la densidad del líquido es muy importante en el uso de este viscosímetro, debido a que el rotor es soportado por flotación únicamente, sólo puede usarse un mismo rotor con líquidos cuyas densidades varían en un rango de menos de cinco por ciento. La Fig. 5 muestra un diagrama esquemático del equipo experimental y las Figs. 6 y 7 muestran las gráficas de las curvas de calibración del viscosímetro para tolueno y tetracloruro de carbono, respectivamente. En las tablas I, II, III se resumen algunas de las características físicas del instrumento.

Se han hecho varios intentos, por otros autores [2,3], con el fin de automatizar este instrumento agregando dispositivos ópticos, los cuales permiten mayor precisión en las medidas.

### 3. Resultados experimentales

Como se mencionó anteriormente, algunos de los sistemas apropiados para ser usados en este tipo de viscosímetros son aquellos en los cuales las moléculas son asimétricas, o sea moléculas de polímero las cuales tienen forma de varillas rígidas; esto es debido a que el análisis viscosimétrico de este tipo de soluciones tiene que ser hecho a rapidez de corte extremadamente baja.

Debido a esto, se usó este tipo de viscosímetro en soluciones de poli-(butil isocianato) en tetracloruro de carbono (PBIC en  $\text{CCl}_4$ ). Las moléculas de poli-(butil isocianato), para pesos moleculares no muy altos (menores que  $10^5$ ) tienen la forma de varillas rígidas.

Debido a la forma asimétrica de las moléculas, éstas presentan una transición de fase, la cual fue predicha por Flory [4], de un estado isotrópico en el cual todas las moléculas tienen orientaciones al azar a un estado nemático en el cual hay una dirección privilegiada a lo largo de la cual las cadenas poliméricas tienden a alinearse. Esta transición de fase modifica la viscosidad de la solución, y se pretende detectar ésta mediante medidas viscosimétricas. Sin embargo, el viscosímetro debe

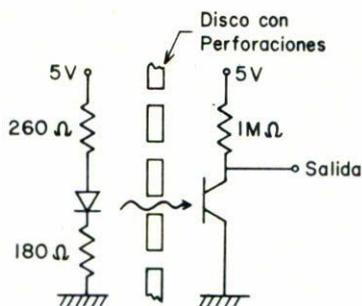


FIGURA 4a. La salida del fotodetector es una señal tipo cuadrada de 0-5 V.

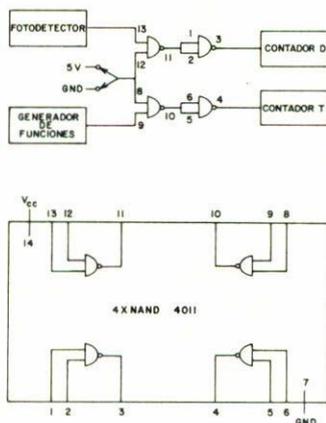


FIGURA 4b. Electrónica para viscosímetros de cilindros concéntricos.

tener muy bajos esfuerzos de corte para que el campo de velocidad no induzca la transición de fase.

Se prepararon dos soluciones de PBIC en  $\text{CCl}_4$ . Se analizó cada una de estas soluciones a diferentes temperaturas en el rango de  $18^\circ\text{C}$  a  $42^\circ\text{C}$ .

En la Fig. 8a se muestra una gráfica de parte de los resultados experimentales obtenidos para el sistema PBIC en  $\text{CCl}_4$ . Se observa claramente que hay una discontinuidad en la viscosidad cuando cambiamos la temperatura. Esta gráfica fue hecha a una concentración de  $8.6 \times 10^{-4} \text{g/g}$ . En la Fig. 8b se muestra el detalle de la transición para el mismo sistema a una concentración de  $9 \times 10^{-4} \text{g/g}$ .

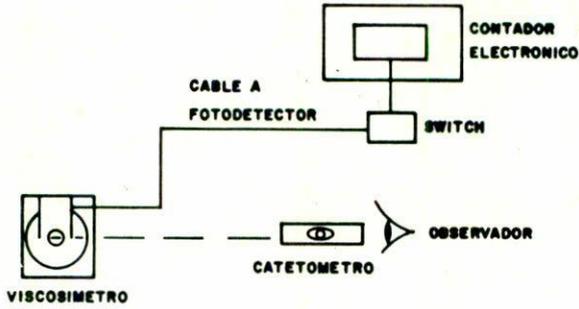


FIGURA 5. La figura muestra el arreglo experimental utilizado.

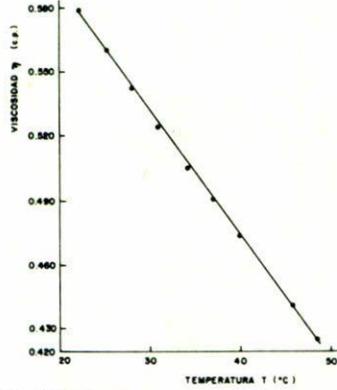


FIGURA 6. Curva de calibración del tolueno.

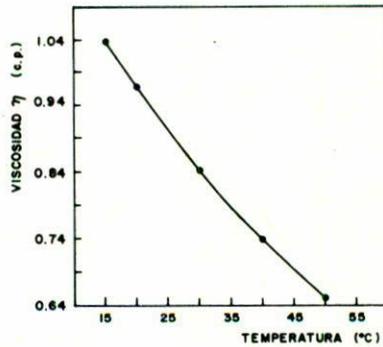


FIGURA 7. Curva de calibración para tetracloruro de carbono.

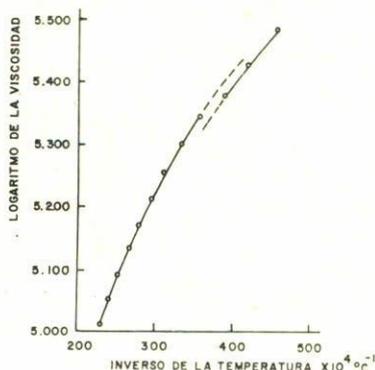


FIGURA 8A. Gráfica de logaritmo de la viscosidad vs. inverso de la temperatura para la solución PBIC-CCl<sub>4</sub> a la concentración de  $8.6 \times 10^{-4}$  g/g.

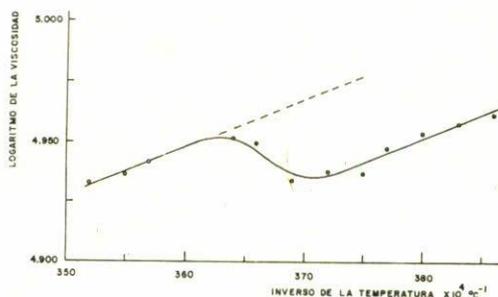


FIGURA 8B. Gráfica de logaritmo de la viscosidad vs. inverso de la temperatura para la solución PBIC-CCl<sub>4</sub> a la concentración  $9.0 \times 10^{-4}$  g/g.

	ROTOR	ESTATOR
Diámetro	1.500 cm	1.84 cm
Longitud	4.92 cm	
Peso	3.7946 gr	—

TABLA I. Datos físicos del estator y rotor que componen el viscosímetro de cilindros concéntricos.

NUCLEO DE ALUMINIO	
Diámetro	1.336 cm
Longitud	2.61 cm
Peso	9.360 gr

TABLA II. Datos del núcleo de aluminio del rotor.

VISCOSIMETRO TIPO ZIMM		VISCOSIMETRO CAPILAR	
Diámetro Rotor	1.500 cm	Diámetro Capilar	0.08 cm
Diámetro Estrator	1.84 cm	Longitud Capilar	30.0 cm
Rapidez de Corte	$0.08 \text{ seg}^{-1}$	Rapidez de Corte	$165 \text{ seg}^{-1}$
Esfuerzo de Corte	$0.0008 \text{ dina/cm}^2$	Esfuerzo de Corte	$1.6 \text{ dina/cm}^2$

TABLA III. Datos comparativos entre el viscosímetro de cilindros concéntricos y un viscosímetro capilar típico.

#### 4. Conclusiones

El viscosímetro de cilindros concéntricos presentado aquí, a pesar de ser un poco más difícil de usar que un viscosímetro capilar, prácticamente no perturba al sistema bajo estudio; los esfuerzos de corte tan pequeños que pueden ser obtenidos con este instrumento lo hacen, en algunos casos, el único mediante el cual puede medirse la viscosidad de soluciones o suspensiones de grandes partículas.

#### Referencias

1. H.H. Zimm & C.M. Crothers, *Proc. Nat. Acad. Sci.* **48** (1962) 905.
2. W.H.J. Stork & H. Vroome, *J. Phys. E: Sci Inst* **5** (1972) 314.
3. H.J. Scherr, H.C. Vautine & L.P. Witnauer, *J. Phys E: Sci Inst* **3** (1970) 322.
4. P.J. Flory, *Proc. Roy. Soc. London* **A234** (1956) 73.

**Abstract.** We describe the design and construction of a Zimm-Crothers type viscosimeter which permits us to get very accurate measurements of viscosity at several values of the extremely low shear stress, using only one rotor.