

8.- PRÁCTICA: DETERMINACIÓN DE LA VISCOSIDAD

1. OBJETIVOS

1. Conocer el funcionamiento de dos viscosímetros al realizar la calificación de instalación y operación de ellos.
2. Determinar experimentalmente la *viscosidad* de muestras de fluidos y demostrar su confiabilidad.

2. ANTECEDENTES

Los fluidos son sistemas de partículas mantenidas juntas mediante sus propias fuerzas o por las fuerzas de fijación que ejercen las paredes de un contenedor. En el movimiento de los fluidos, la *viscosidad* juega un papel fundamental, su transporte genera fuerzas tangenciales tan grandes que algunas veces el movimiento se lleva a cabo con gran dificultad. Esto sucede por ejemplo con aceites muy pesados o la miel. Por el contrario, otras veces estas fuerzas son muy pequeñas y el líquido fluye entonces fácilmente como sucede con el agua o el alcohol. Este “grado de fluidez” se caracteriza por un coeficiente típico de cada sustancia que se llama coeficiente de viscosidad o *viscosidad* dinámica. Un sólido amorfo no es en realidad más que un líquido cuya *viscosidad* dinámica es enormemente grande. “Las mediciones de *viscosidad* se utilizan en la industria para apoyar los cálculos de flujo de líquidos, la determinación de coeficientes de transferencia de calor y en el control de procesos químicos. El valor de *viscosidad* es un punto de referencia exacto en la formulación de muchos materiales, optimizando la reproducción de la consistencia de un lote a otro. Como indicador cuantitativo de calidad, la *viscosidad* se utiliza en la industria de aceites, la petroquímica, la de alimentos, la farmacéutica, la textil y de pinturas, entre otras. [Referencia 3]. Cualquiera que haya adquirido aceite lubricante de automóvil, observa la diferencia de *viscosidad* que puede haber entre unos y otros, es importante señalar que la *viscosidad* varía con la temperatura. Existen diversos instrumentos para determinar esta propiedad, de los métodos más conocidos se tienen:

- Los que miden el flujo del líquido a través de tubos, como los viscosímetros capilares, los más comunes son el de Ostwald, el Cannon-Fenske y el Ubbelohde.
- Los viscosímetros rotacionales como el de Brookfield.

La *viscosidad* dinámica o absoluta se mide en *poise* o *centipoise* y la *viscosidad* cinemática se mide en stoke o en centistoke.

Cualquier laboratorio metrológico debe realizar al adquirir instrumentos nuevos, diversas actividades previas y/o durante su uso, una de ellas es la confirmación metrológica [Referencia 2] y la otra es la Calificación del Equipo de Instrumentos Analíticos (CEIMA), que establece que la especificación operacional del instrumento es apropiada y que el instrumento se desempeña de acuerdo a esa especificación. La CEIMA también establece que el instrumento es y será conservado en un estado de mantenimiento y calibración consistente con su uso. [Ref. 2]. Cabe aclarar que los términos “*validación*” y “*calificación*” no significan lo mismo, el primero es una actividad relacionada a un método o a un proceso de medición específico, mientras que la *calificación* está orientada y relacionada primariamente a la especificación operacional del equipo [Ref. 2].

Sólo dos etapas de CEIMA se verán en esta práctica:

- Calificación de Instalación (CI): se realiza de acuerdo a como se diseñó y recibió.
- Calificación de Operación (CO): se demuestra que funciona de acuerdo a la especificación operacional [Ref. 2].

Para comprobar el cumplimiento se determinarán viscosidades de diversas muestras, con dos viscosímetros de los instrumentos del almacén de Metrología, uno capilar y el Brookfield.

3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.

PARTE 1.

Realizar por equipo de acuerdo a la Referencia 2 la CI y CO de dos viscosímetros, uno capilar y otro el Brookfield (considerar que sólo se tiene uno en almacén).

1. Realizar a cada instrumento (Los viscosímetros de vidrio no son instrumentos de medida, son dispositivos que permiten medir indirectamente la viscosidad de un fluido, ya que no tienen una escala de comparación), la CI que confirme la revisión formal de que el instrumento, sus módulos y accesorios se suministraron como se solicitaron. Nota 1: si en instrumento no cuenta con manual acudir a información electrónica sobre características del instrumento, en la tabla se debe identificar inequívocamente el instrumento.

2. Realizar también para cada instrumento la CO donde se demuestre a través de evidencia documentada que el instrumento funciona de acuerdo a la especificación operacional en el ambiente seleccionado.

PARTE 2

3. Realizar las mediciones de viscosidad de algunas muestras seleccionadas. Ver Referencia 6 y Anexo 1.

4. TRATAMIENTO DE DATOS EXPERIMENTALES

PARTE 1

1. Elaborar para cada instrumento, una tabla de CI para demostrar evidencia de la calificación.
2. Elaborar también para cada instrumento una tabla de CO para demostrar evidencia de la calificación.

PARTE 2

Desarrollar en la bitácora los siguientes aspectos de la medición.

Nota: revisar las Referencias 4 y 5:

3.1 Definición del mensurando

3.2 Intervalo de trabajo de los métodos de medición.

3.3 Sistema de medición.

3.4 Método de Medición

3.5 Procedimiento de medición

- Preparación de la muestra
 - Realizar una verificación y/o ajuste previo al uso de los instrumentos.
 - Material de referencia (calibrante).
 - Controles de calidad si aplican y comprobación de que los valores de medición son detectados por el instrumento utilizado.
 - Temperatura de medición.
- 3.6 Estimación de la incertidumbre de Medición.
- Modelo matemático para la medición.
 - Lista de las fuentes de incertidumbre significativas.
 - Mención de fuentes de incertidumbre que no aportan significativamente, pero que pueden ser importantes en las condiciones en las que se realiza la medición.
 - Una tabla con los componentes de incertidumbre que contenga al menos, para cada uno de ellos, su variabilidad, la distribución de probabilidad que se le asocie, el coeficiente de sensibilidad y su contribución a la incertidumbre estándar combinada de la medición. La tabla también debe mostrar la incertidumbre estándar combinada y expandida.
 - Se puede tener una nota relativa a la distribución de probabilidad del mensurando.
 - Para la estimación de incertidumbre es recomendable seguir la Referencia [7] o algunos documentos relacionados como la Referencia [8]. Como alternativa, la contribución de algunas fuentes de incertidumbre a la incertidumbre de un resultado de medición puede estimarse mediante simulación numérica, para lo cual puede consultarse la referencia [9].

3.7 Demostrar la trazabilidad. Los criterios a considerar son:

- El resultado de la medición cuya trazabilidad se desea mostrar;
- las referencias determinadas, preferentemente patrones nacionales o internacionales;
- cadena de comparaciones, la comparación con el material de referencia, que conecta el resultado de la medición con las referencias determinadas;
- el valor de la incertidumbre de las mediciones, en cada eslabón;
- la referencia al procedimiento de calibración, en cada eslabón,
- la referencia al organismo responsable de la calibración en cada eslabón.

4. Construir una tabla final donde se informe la viscosidad de cada material elegido y si es posible se compare el resultado en cada instrumento.

5. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Contestar las siguientes preguntas:

1. ¿Cuál es la diferencia entre un fluido newtoniano y el no newtoniano?
2. ¿cómo se explica la trazabilidad del mensurando a un patrón primario Nacional?
3. ¿Cómo expresarías la incertidumbre de la medición en la determinación de la viscosidad de las muestras que mediste?

6. BIBLIOGRAFÍA.

- [1] Ohanian O., Markert J.T. Física para Ingeniería y Ciencias, Ed. McGraw-Hill, 2009.
- [2] Guía sobre la calificación de equipo de instrumentos analíticos. DI-2-PTC-620-RAT-001. Marzo de 2004. CENAM, El Marqués, Qro. México.
- [3] Patrón Nacional de Viscosidad Cinemática CNM-PNM-09, Centro Nacional de Metrología, El Marqués, Qro. México.
- [4] Guía genérica para la elaboración de guías técnicas en mediciones físicas, Octubre 2003. CENAM, El Marqués, Qro. México.
- [5] Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en las mediciones analíticas que emplean la técnica de medición de pH / Abril 2008, revisión 01
- [6] Schmid, W. A., Lazos, M.R.J., Trujillo J. S. Incertidumbre en la calibración de viscosímetros capilares. Julio 2000. El Marqués, Qro. México.
- [7] NMX-CH-140-IMNC-2002 Guía para la expresión de la incertidumbre de las mediciones; equivalente al documento Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML, 1995.
- [8] W. Schmid, R. Lazos, Guía para estimar la incertidumbre de la medición, www.cenam.org/2000.

[9] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. Supplement 1. Numerical Methods for the Propagation of Distributions. Preparado por miembros de JCGM/WG1/SC1, Diciembre 2002.

ANEXO 1

FUNCIONAMIENTO DEL VISCOSÍMETRO DE BROOKFIELD

El viscosímetro de Brookfield es un dispositivo electrónico que de forma directa mide el coeficiente de viscosidad, captando el par de torsión necesario para hacer girar a una velocidad constante un husillo inmerso en la muestra de fluido. El par de torsión es proporcional a la resistencia viscosa sobre el eje sumergido, y en consecuencia, a la viscosidad del fluido (principio la viscosimetría rotacional).

FUNCIONES Y DISPOSITIVOS:

El Brookfield está provisto como equipo principal, un set de 7 ejes, un cable para conéctalo, un protector de eje, es importante conocer para que sirve cada botón que posee el equipo, se explican como sigue:

Selectdisplay. Al apretar este botón se puede modificar qué es lo que mostrará la pantalla, RPM, % de torque, viscosidad, tiempo.

Options/tab. Permite cambiar las unidades en las que se muestran los resultados de las mediciones.

Motor On-Off-Scap. Permite encender el motor, es decir para iniciar la medición este es el botón que debe apretar. También le permite al momento de ingresar al menú del equipo salir del mismo.

Set speed. Permite seleccionar las revoluciones por minuto RPM, al apretarlo y en seguida apretar alguna de las flechas rojas (ascendente o descendente) se mostrará en la pantalla una serie de posibilidades para seleccionar las RPM que más le convenga. Entre menos viscoso sea el líquido que va a medir mayor deben ser las RPM para evitar que las mediciones fluctúen.

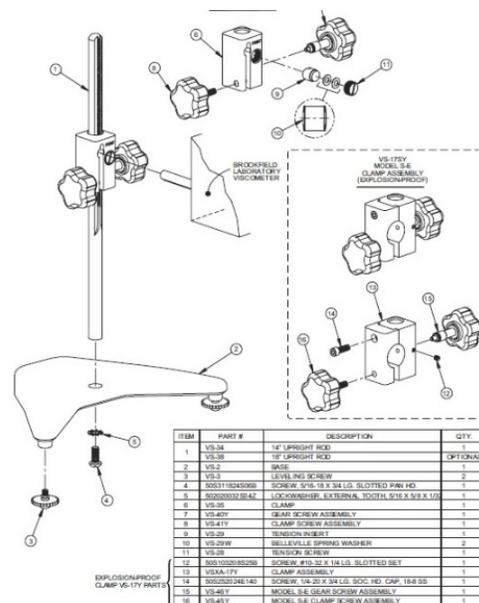
Select spindle. Permite ingresar el código del eje que se está utilizando.

Enter/auto-range. Cuando haya seleccionado una posibilidad, por ejemplo, el cambiar las unidades al apretar este botón quedara establecida su selección. También le brinda la posibilidad de visualizar el rango del eje que está utilizando.

Para tener una mejor explicación vaya a la sig. pág. de internet.

http://www.youtube.com/watch?v=bMGoQ_Xoame

La siguiente figura nos muestra el equipo, el diagrama original se encuentra en el manual del equipo:



MODO DE INSTALACIÓN DEL BROOKFIELD:

El primer paso es el armado correcto del soporte que mantendrá al equipo con seguridad, se observa en la imagen siguiente los pasos necesarios para conseguir el montado adecuado. Aun cuando ya esté armado el soporte asegúrese que las conexiones estén perfectamente acopladas, para observar cómo se arma este dispositivo vaya a la sig. pág. de internet.

<http://www.youtube.com/watch?v=dEgaG7k0-h4>

Tome el equipo por la parte de abajo (la parte gris), asegurándose que esté resguardado el pivote por el protector blanco. Coloque el equipo en el soporte. En la parte superior del mismo se encuentra una burbuja, la cual debe encontrarse en el círculo predeterminado, utilice los tornillos que se encuentran en la parte inferior del soporte para nivelar el equipo. Antes de conectar el equipo asegúrese que se encuentre apagado, el interruptor está en la parte trasera del equipo. Retire el protector blanco del pivote y conecte el equipo, se escuchará un sonido característico, la pantalla parpadeará un par de veces y en seguida se mostrará la leyenda “**Press any button to start**”, se prosigue apretando cualquier botón y comenzará la autonivelación del equipo, es decir, el pivote rotará por algunos segundos. Aparecerá de nueva cuenta la leyenda en la pantalla, este es el momento adecuado para seleccionar el eje que utilizará para realizar la medición.

El equipo cuenta con 7 ejes, que van desde el 02 (código del eje) hasta el 08, el código se encuentra grabado en la parte superior del eje, entre más delgado sea el eje mayor es el código asignado y mayor el intervalo de medición que posee, la elección del eje es por medio de prueba y error, si medirá un líquido muy viscoso utilice un eje de mayor número, es decir el más delgado. El intervalo se visualiza al colocar el eje en el equipo y presionar el botón **Range** para colocar un eje correctamente es necesario tomarlo con una mano y con la otra sujetar el pivote proyectándolo ligeramente hacia arriba de la forma que se encuentre lo más inmóvil posible, en seguida se coloca el eje seleccionado simplemente enroscándolo suavemente. La siguiente liga le permite visualizar cómo se debe realizar esta operación.

http://www.youtube.com/watch?v=FojO_dtc_9s

Antes de realizar una medición debe asegurarse de que la muestra no contenga burbujas de aire y debe estar a una temperatura constante y uniforme. Esto puede verificarse tomando la temperatura en varios puntos de la muestra. Antes de tomar la medida de viscosidad, la muestra, la aguja y el **Guard Leg** deben estar a la misma temperatura. Mantener la homogeneidad de la muestra es fundamental, especialmente en sistemas dispersos donde las partículas pueden sedimentar.

Una vez colocada la aguja o eje este debe sumergirse hasta su marca de inmersión. En algunos casos la muestra se altera al sumergirse la aguja, por lo que es recomendable sumergirla primero en un punto diferente al que se quiere medir, y luego mover la muestra horizontalmente hasta el punto seleccionado.

• **Sensibilidad y exactitud**

Los viscosímetros Brookfield tienen una exactitud de $\pm 1\%$ del rango a fondo de escala para cada combinación de aguja/velocidad, y una repetitividad de $\pm 0.2\%$. La exactitud de una lectura particular depende del porcentaje de torque leído. En general, la exactitud de la medida aumenta cuando nos aproximamos al 100%.

• **¿Cómo obtener una lectura del viscosímetro?**

Una vez conseguido el equilibrio ("auto-cero"), el porcentaje de torque puede variar entre 0.1 y 0.2 %.

Algunas pruebas para verificar el ajuste del viscosímetro:

Prueba de Oscilación: sirve para verificar si el soporte y el eje pivote están gastados, marcados o rotos. Los pasos a seguir son:

1 - El viscosímetro debe estar en su pie y perfectamente nivelado con el motor en "off" en el caso de viscosímetros digitales.

2 - Colocar una aguja y girarla hasta que el display o marque de 5 a 10, y soltarlo para que vuelva a la posición inicial.

3 - Si la oscilación es libre y vuelve a cero todas las veces que repetimos la operación, el soporte y eje pivote están en buenas condiciones. Si la oscilación no es libre o si no vuelve a cero, el viscosímetro necesita ajuste técnico.

Calificación del equipo (para observar la parte práctica visite la sig. pág.:

<http://www.youtube.com/watch?v=A7tT89gioic>)

Los patrones de viscosidad Brookfield son ideales para esta prueba, tienen una exactitud de $\pm 1\%$ y poseen certificado de calibración trazable al NIST. No se recomienda el uso de otros patrones de viscosidad, ya que no se puede predecir su comportamiento reológico. El primer paso es elegir la combinación de aguja/velocidad adecuada para el patrón de viscosidad seleccionado, asegurándose que dicha combinación permita realizar la prueba de viscosidad a diferentes velocidades.

Procedimiento de calibración de viscosímetro LV

(# 1-4) y la RV, HA, HB (# 1-7) Brookfield Husillos.

1. Coloque el fluido de viscosidad estándar (en el recipiente adecuado) en el baño de agua.
2. Baje el DV -II + en posición de medición (con la pierna guardia si se utiliza o RV LV series viscosímetro).
3. Coloque el cabezal en el viscosímetro. Si está utilizando un huso en forma de disco, evitar las burbujas de aire atrapado debajo del disco por primera inmersión del cabezal en un ángulo, y luego conectarlo al viscosímetro.
4. El fluido de viscosidad estándar, junto con el husillo, se tiene que sumergir en el baño durante un mínimo de 1 hora, removiendo el fluido periódicamente, antes de tomar mediciones.
5. Después de 1 hora, verifique la temperatura del fluido de viscosidad estándar con un termómetro preciso.
6. Si el líquido está a la temperatura de prueba ($\pm 0,1$ ° C de la temperatura especificada, normalmente 25 °C), medir la viscosidad y registre la lectura del viscosímetro. Nota : El eje debe girar al menos cinco
7. La lectura de la viscosidad debe ser igual al valor cP en el estándar de fluido dentro de las precisiones de los combinados del viscosímetro y el estándar de viscosidad.

Interpretación de los resultados de la prueba de calibración:

Cuando la verificación de la calibración del DV - II +, el error estándar del fluido de instrumento y de la viscosidad debe ser combinado para calcular el error total permisible.

El DV -II + es exacto (\pm) 1 % de cualquier rango de viscosidad husillo / velocidad de escala completa. Brookfield Viscosidad Fluidos normas tienen una precisión de (\pm) 1 % de su valor declarado.

Ejemplo:

Calcular el rango aceptable de viscosidad usando RVDV - II + con husillo RV- 3 a 2 rpm ;
Brookfield estándar fluido 12500 con una viscosidad de 12.257 cP a 25 ° C :

Si el viscosímetro pasa las pruebas detalladas anteriormente significa que está funcionando bajo las especificaciones de Brookfield; en caso contrario, el equipo necesita servicio técnico.

Como con cualquier instrumento de medición, hay variables que pueden afectar a una medición del viscosímetro. Estas variables pueden estar relacionados con el instrumento (viscosímetro), o el fluido de ensayo. Por ejemplo:

Temperatura de la muestra.

El tamaño del contenedor en el que se realizó la muestra.

El volumen de la muestra utilizado

El modelo del Brookfield utilizado.

El eje utilizado.

Referencias

[1] Manual de Brookfield. Brookfield Engineering Laboratories, Inc. Middleboro, MA 0246 USA.

[2] Funcionamiento del Viscosímetro de Brookfield. Gamiño G. D.A., Huerta Z.H.D., Monroy G. J. R.; Vázquez S. L.I. Alumnos de Metrología del semestre 2014-1,