



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E
INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**



**SECCIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E
INVESTIGACIÓN
POSGRADO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA**

***“Reo-Velocimetría por Imágenes de Partículas de
Fluidos Complejos en Flujo de Couette”***

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
DOCTOR EN CIENCIAS EN INGENIERÍA QUÍMICA

Presenta:

M. en C. Esteban Francisco Medina Bañuelos

Directores de tesis:

Dr. Benjamín Marcos Marín Santibáñez

Dr. José Pérez González

Ciudad de México, enero 2021



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

SIP-14
 REP 2017

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad de siendo las horas del día el mes de del se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de la Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Posgrado de: para examinar la tesis titulada:

del (la) alumno (a):

Apellido Paterno:	MEDINA	Apellido Materno:	BAÑUELOS	Nombre (s):	ESTEBAN FRANCISCO
-------------------	--------	-------------------	----------	-------------	-------------------

Número de registro:

Aspirante del Programa Académico de Posgrado:

Una vez que se realizó un análisis de similitud de texto, utilizando el software antiplagio, se encontró que el trabajo de tesis tiene 9 % de similitud. **Se adjunta reporte de software utilizado.**

Después que esta Comisión revisó exhaustivamente el contenido, estructura, intención y ubicación de los textos de la tesis identificados como coincidentes con otros documentos, concluyó que en el presente tra o SI **NO SE CONSTITUYE UN POSIBLE PLAGIO.**

JUSTIFICACIÓN DE LA CONCLUSIÓN: *(Por ejemplo, el % de similitud se localiza en metodologías adecuadamente referidas a fuente original)*
El porcentaje de similitud reportado por TURNITIN para esta tesis es del 9%, el cual resulta de las publicaciones del estudiante como primer autor y de términos y expresiones bien establecidas y utilizadas frecuentemente en la jerga científica, como nombres de materiales, compuestos y técnicas experimentales, las cuales son mencionadas en un gran número de referencias bibliográficas y páginas de internet.

****Es responsabilidad del alumno como autor de la tesis la verificación antiplagio, y del Director o Directores de tesis el análisis del % de similitud para establecer el riesgo o la existencia de un posible plagio.**

Finalmente y posterior a la lectura, revisión individual, así como el análisis e intercambio de opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR** **SUSPENDER** **NO APROBAR** la tesis por **UNANIMIDAD** o **MAYORÍA** en virtud de los motivos siguientes:
La tesis cumple con la calidad y los criterios establecidos en el Reglamento de Estudios de Posgrado del Instituto Politécnico Nacional para una tesis de doctorado.

COMISIÓN REVISORA DE TESIS

DR. BENJAMÍN MARCOS MARÍN
 SANTIBÁNEZ
 DIRECTOR DE TESIS
 13040-EC-18
 COLEGIADO TITULAR

DR. OCTAVIO ELIZALDE SOLÍS
 13078-EC-18
 COLEGIADO TITULAR

DR. FRANCISCO RODRÍGUEZ GONZÁLEZ
 CEPROBI
 EXTERNO TITULAR

DR. JOSÉ PÉREZ GONZÁLEZ
 EXTERNO ESFM
 2º DIRECTOR DE TESIS

DR. ARTURO MANZO ROBLEDO
 13079-EB-18
 COLEGIADO TITULAR

SECRETARÍA DE
 DRA. GUADALUPE SILVA OLIVER
 PRESIDENTA DEL COLEGIO DE
 PROFESORES
 INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
 ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA
 E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS
 DIRECCIÓN



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

CARTA CESION DE DERECHOS

En la **Ciudad de México** el día **17** del mes de **enero** del año **2021**, el que suscribe **Esteban Francisco Medina Bañuelos** alumno del Programa de **Doctorado en Ciencias en Ingeniería Química** con número de registro **A170506**, adscrito a **Sección de Estudios de Posgrado e Investigación de la ESIQIE**, manifiesta que es autor intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del **Dr. Benjamín Marcos Marín Santibáñez** y del **Dr. José Pérez González**, y cede los derechos del trabajo intitulado **“Reo-Velocimetría por Imágenes de Partículas de Fluidos Complejos en Flujo de Couette”** al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección **Unidad Profesional Adolfo López Mateos, s/n ESIQIE, Edif. 8 3er. Piso SEPI, Col. San Pedro Zacatenco, Alcaldía Gustavo A. Madero C.P. 07738 Teléfonos: (55) 57 29 60 00, Ext. 55113 / 55124** o a los correos esteban.medinab@gmail.com, bmarin@ipn.mx y jperezgo@ipn.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Esteban Francisco Medina Bañuelos
Nombre y firma

D E D I C A T O R I A

A MIS PADRES

RODRIGO MEDINA RODRÍGUEZ

Y

GREGORIA BAÑUELOS MORENO

A MI HERMANA

KAREN ZULEIMA MEDINA BAÑUELOS

Y A MI ESPOSA

BLANCA ESTHELA PEÑA LÓPEZ

AGRADECIMIENTOS

A Dios por brindarme salud y bienestar para concluir esta tesis

A José Pérez González por estar ahí hasta el final, cada día tratando y haciendo de mí una persona más fuerte. Gracias por recordarme una y otra vez la manera en la que las cosas pueden salir mejor y por todos los valiosos consejos que me dio. Por empujarme tanto para hacer de mí un estudiante sobresaliente. Gracias por enseñarme nuevamente la dedicación y amor que tiene por su trabajo. Gracias por ser un gran amigo

A Benjamín Marcos Marín Santibáñez por confiar en mí, por pedirme que me enseñara a pensar e imaginar. Gracias por todo el tiempo que dedicó para hacer de mí una mejor persona y estudiante. Por mostrarme la humildad y alegría con las que se desempeña en su trabajo. Gracias por los ánimos y el gran apoyo que me brindó durante estos años. Por seguir ahí despejando mis dudas. Gracias por ser tan amigo

Al Dr. Dilhan M. Kalyon y al Dr. Moinuddin Malik por sus contribuciones hechas para el enriquecimiento este trabajo

A mi esposa Blanca por brindarme su apoyo incondicional y creer en mí

A mis compañeros y amigos de laboratorio por hacer de estos años agradables y divertidos. En especial a Guadalupe por tantos “pleitos” que tuvimos

Al Dr. Francisco Rodríguez González por el tiempo dedicado a nuestras pláticas

A los miembros de la Comisión Revisora y del Comité Tutorial: al Dr. Benjamín Marcos Marín Santibáñez, Dr. José Pérez González, Dr. Octavio Elizalde Solís, Dr. Francisco Rodríguez González, Dr. Arturo Manzo Robledo y Dr. Sergio Odín Flores Valle por el tiempo dedicado y las sugerencias para hacer de esta tesis un mejor trabajo

Al personal de la Sección de Estudios de Posgrado e Investigación de la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas por atenderme siempre amablemente durante mi estancia en el posgrado

Al Instituto Politécnico Nacional por darme la oportunidad de crecer profesionalmente

Al Programa Institucional de Formación de Investigadores del Instituto Politécnico Nacional y al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por las becas otorgadas para realizar y terminar este proyecto de tesis

AGRADECIMIENTOS



Este trabajo se realizó en el Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda de la Escuela Superior de Física y Matemáticas y en la Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas del Instituto Politécnico Nacional



ÍNDICE

RESUMEN.....	1
ABSTRACT.....	3
INTRODUCCIÓN	5
CAPÍTULO 1 ANTECEDENTES.....	8
1.1 Fluidos viscoplásticos o con esfuerzo de cedencia.....	9
1.2 Geles y su clasificación	13
1.2.1 Hidrogeles	14
1.2.2 Hidrogeles de Carbopol®	15
1.3 Caracterización reológica de fluidos con esfuerzo de cedencia	18
1.3.1 Caracterización reológica de fluidos viscoplásticos en presencia de deslizamiento usando diferentes geometrías de flujo.....	22
1.3.2 Caracterización reológica de fluidos con esfuerzo de cedencia usando la geometría de propela en copa.....	29
CAPÍTULO 2 TEORÍA DEL FLUJO DE COUETTE.....	35
2.1 Reómetros torsionales o de Couette	36
2.2 Flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley con deslizamiento.....	36
2.3 Geometría de propela en copa y su analogía de Couette.....	46
CAPÍTULO 3 METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	51
3.1 Preparación del hidrogel.....	52
3.2 Descripción y diseño de distintas celdas de flujo de Couette.....	53
3.3 Caracterización reológica del hidrogel	54
3.3.1 Reometría de platos paralelos	54
3.3.2 Reometría de cilindros concéntricos	55
3.4 Velocimetría por imágenes de partículas.....	56

3.4.1	Velocimetría por imágenes de partículas usando diferentes celdas de flujo de Couette.....	57
3.4.2	Velocimetría por imágenes de partículas usando una geometría de propela en copa	58
3.5	Adquisición y análisis de imágenes.....	59
CAPÍTULO 4 RESULTADOS Y DISCUSIONES.....		62
4.1	Reometría del hidrogel empleando una geometría de Couette con superficies diferentes	63
4.2	Perfiles de velocidad del hidrogel en una geometría de Couette con superficies diferentes	64
4.3	Cálculo del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de los perfiles de velocidad.....	68
4.4	Efecto del tipo de superficie sobre el deslizamiento del hidrogel en la pared... ..	71
4.5	Perfiles de velocidad del hidrogel en geometrías de Couette con razones de radios diferentes.....	72
4.6	Efecto de la razón de radios κ sobre el deslizamiento del hidrogel en la pared.. ..	75
4.7	Determinación del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de los datos de velocidad de deslizamiento.....	78
4.8	Comparación de las curvas de flujo reométricas y real del hidrogel para geometrías de Couette con valores de κ diferentes.....	82
4.9	Perfiles de velocidad teóricos y experimentales del hidrogel en flujo de Couette con deslizamiento.....	83
4.10	Perfiles de velocidad de un fluido newtoniano en una geometría de propela en copa y su analogía de Couette.....	86
4.11	Perfiles de velocidad del hidrogel en una geometría de propela en copa y su analogía de Couette	88

4.12	Curvas de flujo real y de propela en copa del hidrogel	94
CONCLUSIONES		97
REFERENCIAS		99
APÉNDICE A. FUNDAMENTOS DE REOLOGÍA		106
A.1	Introducción a la reología	106
A.2	Tensor de esfuerzos	106
A.3	Tensor rapidez de deformación	108
A.4	Flujo de corte simple	109
A.5	Ecuaciones de conservación	110
A.5.1	Ecuación de continuidad o de conservación de masa	110
A.5.2	Ecuación de conservación de cantidad de movimiento.....	111
A.6	Ecuaciones constitutivas y tipos de fluidos	112
A.6.1	Sólido elástico	112
A.6.2	Fluidos newtonianos.....	114
A.6.3	Fluidos no newtonianos.....	114
A.6.3.1	Fluidos adelgazantes y espesantes	115
A.6.3.2	Fluidos viscoplásticos o con esfuerzo de cedencia	116
A.7	Reometría	118
APÉNDICE B. FLUJO DE COUETTE DE FLUIDOS SIN DESLIZAMIENTO... 119		
B.1	Flujo sin deslizamiento de un fluido newtoniano en la geometría de cilindros concéntricos o de Couette.....	119
B.2	Flujo sin deslizamiento en el reómetro de Couette de un fluido no newtoniano que sigue el modelo de ley de potencias.....	127
APÉNDICE C. FLUJO DE COUETTE DE UN FLUIDO DE HERSCHEL-BULKLEY CON DESLIZAMIENTO APARENTE		132

C.1	Flujo de Couette de un fluido de Herschel-Bulkley con deslizamiento aparente.....	132
C.1.1	Flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley con deslizamiento aparente para $\omega_i > \omega_o$	134
C.1.1.1	Plásticos de Bingham en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$	138
C.1.1.2	Fluidos de Ostwald-de Waele en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$	141
C.1.1.3	Fluidos newtonianos en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$	144
C.1.2	Flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley con deslizamiento aparente para $\omega_o > \omega_i$	145
C.1.2.1	Plásticos de Bingham en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$	150
C.1.2.2	Fluidos de Ostwald-de Waele en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$	152
C.1.2.3	Fluidos newtonianos en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$	155
	APÉNDICE D. PRODUCTOS DERIVADOS DE ESTA TESIS	157

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1. Fluidos con esfuerzo de cedencia. a) Pasta dental, b) Acondicionador para el cabello, c) Salsa cátsup, y d) Líneas de Saffman-Taylor de un gel de Carbopol®	9
Figura 1.2. Representación esquemática de perfiles de velocidad de un fluido viscoplástico localizado entre dos placas paralelas, la placa superior se mueve a una velocidad constante, v , mientras que la inferior está fija: a) flujo homogéneo, b) fractura de la muestra o flujo en bandas, c) deslizamiento real y d) deslizamiento aparente, en este caso el espesor de las capas de deslizamiento está exagerado. Adaptado de Cloitre and Bonnecaze (2017).	12
Figura 1.3. Arreglo de las microesponjas o microgeles sugerido por Piau (2007) para los hidrogeles de Carbopol® como una función de la concentración del ácido poliacrílico. a) $C < 0.035\%$ p/p, b) $0.035 < C < 0.12\%$ p/p, c) $0.12 < C < 0.21\%$ p/p y d) $C > 0.21\%$ p/p.	18
Figura 2.1. Representación esquemática del reómetro de Couette. La vista superior muestra el campo de flujo de un fluido viscoplástico con deslizamiento en la pared.	37
Figura 2.2. Representación esquemática de la distribución del esfuerzo de corte en un reómetro de Couette con radio interno $R_i = 0.014$ m y externo $R_o = 0.018$ m.	38
Figura 2.3. Perfil de velocidad teórico de un fluido newtoniano en el reómetro de Couette para $\kappa = 0.92$, $R_o = 0.015$ m y $\omega_i = 1$ rad/s.	40
Figura 2.4. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley bajo diferentes condiciones de flujo en un reómetro de Couette con deslizamiento. En este caso solamente rota el cilindro interno con velocidad angular ω_i , mientras que el externo se mantiene fijo, $\omega_o = 0$. La magnitud de las flechas indica la diferencia entre la velocidad angular del fluido adyacente a cada uno de los cilindros y la velocidad angular del cilindro correspondiente, mientras que la línea vertical punteada indica la posición radial R_y para cuando $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$	41
Figura 2.5. Representación esquemática de una geometría de propela en copa con seis palas. Las líneas punteadas representan el cilindro de fluido formado por las palas. La vista superior muestra el campo de flujo de un fluido viscoplástico con deslizamiento.	47

- Figura 2.6.** Perfiles de velocidad teóricos para un fluido newtoniano en una geometría de propela a medida que se incrementa su velocidad angular, ω_V . La pendiente de las líneas punteadas representa el valor de ω_V . La línea discontinua vertical indica el radio de la propela, R_V 48
- Figura 2.7.** Perfiles de velocidad teóricos para un fluido de Herschel-Bulkley en una geometría de propela en copa a medida que se incrementa la velocidad angular de la propela, ω_V , para: a) Flujo tapón en todo el espacio cuando $\tau_{iw} < \tau_y$, b) Flujo de corte y flujo tapón separados por R_y si $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$, y c) Flujo de corte solamente cuando $\tau_{ow} > \tau_y$. La pendiente de las líneas punteadas representa el valor de ω_V . La línea discontinua vertical indica el radio de la propela, R_V , mientras que la línea punteada vertical indica la posición radial de cedencia para el perfil b). La velocidad de deslizamiento en la copa, v_{so} , se indica por el tamaño de la flecha para el perfil c). 49
- Figura 3.1.** Representación esquemática del acoplamiento de la técnica de VIP a la geometría de cilindros concéntricos. 58
- Figura 3.2.** Representación esquemática del acoplamiento de la técnica de VIP a la geometría de propela en copa. 59
- Figura 4.1.** Curvas de flujo del hidrogel obtenidas en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ y con la geometría de platos paralelos con lija. La línea continua representa el ajuste del modelo de Herschel-Bulkley a la curva de flujo obtenida con los platos paralelos con lija, mientras que la línea horizontal discontinua indica el valor del esfuerzo de cedencia. 63
- Figura 4.2.** Perfiles de velocidad del hidrogel en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ para condiciones de flujo tales que $\tau_{iw} < 30 Pa$. Las flechas en la figura indican la magnitud de v_{si} y v_{so} para $\tau_{iw}=14.55$ y $4.95 Pa$, respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad. 65
- Figura 4.3.** Perfiles de velocidad del hidrogel en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ para $30 Pa < \tau_{iw} < 50 Pa$. La línea vertical punteada indica la posición R_y para $\tau_{iw}=35.72 Pa$. Las flechas en la figura representan la magnitud de v_{si} y v_{so} para $\tau_{iw}=35.72$ y 31.47

- Pa , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad..... 66
- Figura 4.4.** Perfiles de velocidad del hidrogel en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ para $\tau_{iw}>50 Pa$. La magnitud de las flechas en la figura indica la velocidad de deslizamiento v_{si} y v_{so} para $\tau_{iw}=73.27$ y $80.16 Pa$, respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad..... 67
- Figura 4.5.** Primera derivada del perfil de la velocidad angular, $d(v_{\theta}/r)/dr$, para un esfuerzo de corte en el cilindro interno de $\tau_{iw}=35.72 Pa$. La línea punteada vertical indica la posición R_y . Las barras de error representan la desviación estándar del promedio de la primera derivada obtenido de 50 perfiles de velocidad. 69
- Figura 4.6.** Curva de flujo real del hidrogel reconstruida a partir de los perfiles de velocidad en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ (círculos rellenos) y las curvas de flujo obtenidas en las geometrías de platos paralelos con lija y de cilindros concéntricos, estrellas y círculos huecos, respectivamente. La línea continua representa el ajuste del modelo de Herschel-Bulkley a la curva de flujo real del hidrogel, mientras que la línea horizontal discontinua indica el valor del esfuerzo de cedencia..... 70
- Figura 4.7.** Velocidad de deslizamiento del hidrogel como función del esfuerzo de corte en la pared. Las líneas sólida y discontinua indican un ajuste de ley de potencia a los datos experimentales para v_{so} y v_{si} , respectivamente. La línea punteada indica el valor del esfuerzo de cedencia. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio de la velocidad de deslizamiento obtenida de 50 perfiles de velocidad. 71
- Figura 4.8.** Perfil de velocidad del hidrogel para $\tau_{iw}=63.88 Pa$ en la celda de Couette con $\kappa=0.33$. Los valores de $|v_{si}|$ y $|v_{so}|$ para esta condición de flujo se encuentran en la figura y están representados por el tamaño de las flechas. 73
- Figura 4.9.** Perfil de la velocidad angular, $v_{\theta}(r)/r$, del hidrogel para $\tau_{iw}=63.88 Pa$. La línea continua es la distribución del esfuerzo de corte, $\tau_{r\theta}(r)$, en la celda de Couette con $\kappa=0.33$. La línea punteada vertical indica el valor del esfuerzo de cedencia, $\tau_y=27$

	<i>Pa</i> . La magnitud de la flecha vertical indica la diferencia entre la velocidad angular del cilindro interno, ω_i , y del fluido.....	74
Figura 4.10.	Perfiles de velocidad del hidrogel en la celda de Couette con $\kappa=0.93$ para esfuerzos de corte en la pared en el intervalo $15 < \tau_{iw} < 47 Pa$. La magnitud de las flechas indica la velocidad de deslizamiento v_{si} y v_{so} para $\tau_{iw}=38.82$ y $22.65 Pa$, respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.....	75
Figura 4.11.	Velocidad de deslizamiento del hidrogel en función del esfuerzo de corte en la pared cuando τ_{iw} y τ_{ow} son menores que τ_y . La línea continua, discontinua y de puntos representan el mejor ajuste de ley de potencias a los datos. $\beta=1.2 \times 10^{-5}$, 6.94×10^{-6} y $5.2 \times 10^{-5} m/Pa^{sb}$ y $s_b=1.86$, 2.11 y 1.45 para $\kappa=0.93$, 0.75 y 0.33 , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio de la velocidad de deslizamiento obtenido a partir de 50 perfiles de velocidad.....	76
Figura 4.12.	Velocidad de deslizamiento del hidrogel en función del esfuerzo de corte en la pared cuando τ_{iw} y τ_{ow} son mayores que τ_y . La línea continua, discontinua y de puntos indican el mejor ajuste de ley de potencias a los datos. $\beta=4.12 \times 10^{-6}$, 7.86×10^{-5} y $2.74 \times 10^{-8} m/Pa^{sb}$ y $s_b=2.09$, 1.24 y 3.74 para $\kappa=0.93$, 0.75 y 0.33 , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio de la velocidad de deslizamiento obtenido a partir de 50 perfiles de velocidad.....	77
Figura 4.13.	Determinación del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de las ecuaciones (2.21) y (2.22) en la celda de Couette con $\kappa=0.33$	79
Figura 4.14.	Determinación del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de la ecuación (2.20) en las tres celdas de Couette: a) $\kappa=0.33$, b) $\kappa=0.75$ y c) $\kappa=0.93$. La línea vertical punteada indica el valor del esfuerzo de cedencia.....	81
Figura 4.15.	Curvas de flujo reométricas del hidrogel y curva de flujo real reconstruida a partir de los perfiles de velocidad en las celdas de Couette con κ entre 0.33 y 0.93 . La línea continua representa el modelo de Herschel-Bulkley.	83
Figura 4.16.	Perfiles de velocidad del hidrogel, teóricos y experimentales, en flujo de Couette con deslizamiento para: a) $\kappa=0.33$, b) $\kappa=0.75$ y c) $\kappa=0.93$. Las líneas	

continuas representan a las ecuaciones (2.17) y (2.18), para $\tau_y=27 Pa$, $m=5.5 Pa \cdot s^n$ y $n=0.43$. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.....	85
Figura 4.17. Perfiles de velocidad de un fluido newtoniano en la geometría de propela en copa para ω_V (representada por la pendiente de las líneas discontinuas) entre 0.67 y $11.45 rad/s$. Las líneas discontinuas y punteadas verticales indican los valores de R_{eq} y R_V , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.	87
Figura 4.18. Perfiles de velocidad del hidrogel en la geometría de propela en copa para ω_V (representada por la pendiente de las líneas discontinuas) entre 0.014 y $0.076 rad/s$. La línea continua representa la ecuación (2.25). La línea vertical punteada indica el valor de R_V . Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.....	89
Figura 4.19. Perfiles de velocidad del hidrogel en la geometría de propela en copa para ω_V (representada por la pendiente de las líneas discontinuas) entre a) 0.48 y $1.7 rad/s$ y b) 4 y $25 rad/s$. Las líneas iscontinuas y punteadas verticales indican los valores de R_{max} y R_V , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.	91
Figura 4.20. Radio equivalente, R_{eq} , como una función de la torca, M , aplicada sobre la propela. Las líneas punteadas verticales indican los valores de torca para los cuales ocurren la transición de flujo tapón del hidrogel al flujo de corte acompañado por el flujo tapón, y la transición del flujo de corte acompañado por el flujo tapón al flujo de corte solamente.....	93
Figura 4.21. Curva de flujo real del hidrogel obtenida usando los perfiles de velocidad en la geometría de propela en copa. La línea continua representa el modelo de Herschel-Bulkley.	94
Figura 4.22. Curvas de flujo del hidrogel en la geometría de propela en copa en ausencia de mediciones de VIP. La línea continua representa el modelo de Herschel-Bulkley.....	96

Figura A.1. Representación esquemática del estado de esfuerzos en un volumen infinitesimal de un material.	107
Figura A.2. Representación esquemática del flujo de corte simple.	109
Figura A.3. Representación esquemática de la deformación de un sólido elástico debido a esfuerzos normales.....	113
Figura A.4. Representación esquemática de la deformación por corte en un sólido elástico.	113
Figura A.5. Curvas de flujo típicas de diferentes fluidos.	115
Figura B.1. Distribución del esfuerzo de corte en un reómetro de Couette, $R_i=0.014\text{ m}$ y $R_o=0.018\text{ m}$, para $M=0.001\text{ Nm}$ y $L=0.042\text{ m}$	122
Figura B.2. Perfil de velocidad en el reómetro de Couette de un fluido newtoniano para $\kappa=0.92$, $R_o=0.015\text{ m}$ y $\omega_i=1\text{ rad/s}$	126
Figura B.3. Perfiles de velocidad teóricos de un fluido newtoniano y de un fluido de Ostwald-de Waele ($n=0.43$).	131
Figura C.1. Representación esquemática de la distribución de velocidad, $v(r)$, de un fluido con esfuerzo de cedencia en flujo de Couette con deslizamiento aparente para $\omega_i > \omega_o$	133
Figura C.2. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley, con $\tau_y=27\text{ Pa}$, $m=5.5\text{ Pa}\cdot\text{s}^n$ y $n=0.4$, a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro interno, $\omega_o=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$. Para todos los casos $\omega_o=0.05\omega_i$	137
Figura C.3. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Bingham, con $\tau_y=27\text{ Pa}$ y $\mu_p=5.5\text{ Pa}\cdot\text{s}$, a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro interno, $\omega_o=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$. Para todos los casos $\omega_o=0.05\omega_i$	141
Figura C.4. Perfiles teóricos de la velocidad angular para varios fluidos de Ostwald-de Waele, con $m=5.5\text{ Pa}\cdot\text{s}^n$ y $n=0.3, 0.43$ y 0.5 , a diferentes condiciones de flujo en	

el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro interno, $\omega_o=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$. Para todos los casos $\omega_o = 0.2\omega_i$. Las líneas continua y discontinua representan los perfiles de un fluido newtoniano cuando $\omega_o=0$ y cuando $\omega_i > \omega_o$, respectivamente. 143

Figura C.5. Representación esquemática de la distribución de velocidad, $v(r)$, de un fluido con esfuerzo de cedencia en flujo de Couette con deslizamiento aparente para $\omega_o > \omega_i$ 145

Figura C.6. Distribución del esfuerzo de corte en el reómetro de Couette cuando $\omega_o > \omega_i$ para $M=0.001 Nm$ y $L=0.042 m$ 146

Figura C.7. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley, con $\tau_y=27 Pa$, $m=5.5 Pa \cdot s^n$ y $n=0.43$, a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro externo, $\omega_i=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$. Para todos los casos $\omega_i=0.05\omega_o$ 149

Figura C.8. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Bingham, con $\tau_y=27 Pa$ y $\mu_p=5.5 Pa \cdot s$, a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro externo, $\omega_i=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$. Para todos los casos $\omega_i=0.05\omega_o$ 152

Figura C.9. Perfiles teóricos de la velocidad angular de varios fluidos de Ostwald-de Waele, con $m=5.5 Pa \cdot s^n$ y $n=0.3, 0.43$ y 0.5 , a la misma condición de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro externo, $\omega_i=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$. Para todos los casos $\omega_i=0.2\omega_o$. Las líneas continua y discontinua representan los perfiles de un fluido newtoniano cuando $\omega_i=0$ y cuando $\omega_o > \omega_i$, respectivamente. 154

NOMENCLATURA

A	Área de diferentes geometrías de flujo: geometría de cilindros concéntricos o de Couette, geometría de propela en copa y geometría de placas paralelas
E	Módulo de Young o módulo elástico
F	Fuerza aplicada sobre alguna superficie
F_{θ}	Fuerza tangencial a la superficie lateral del cilindro interno de la geometría de Couette en la dirección θ
G	Módulo elástico en corte
\vec{g}	Vector aceleración de la gravedad
h	Distancia entre placas o platos paralelos
L	Longitud del cilindro interno o longitud de la propela
l_0	Longitud inicial de un sólido
l_f	Longitud final de un sólido
m	Índice de consistencia
M	Torca aplicada sobre el cilindro interno o sobre la propela
M_y	Torca de cedencia aplicada sobre la propela
N_1	Primera diferencia de esfuerzos normales
N_2	Segunda diferencia de esfuerzos normales
p	Presión termodinámica
r	Coordenada radial
R	Radio de la copa de una geometría de propela en copa
R_{eq}	Radio equivalente de la analogía de Couette para una geometría de propela en copa
R_{eqN}	Radio equivalente de la analogía de Couette obtenido por calibración con un fluido newtoniano
R_i	Radio del cilindro interno
R_{max}	Posición radial de la velocidad máxima en la geometría de propela en copa
R_o	Radio del cilindro externo
R_V	Radio de la propela de una geometría de propela en copa
R_y	Posición radial de cedencia
s_b	Exponente de deslizamiento
s_{bl}	Exponente de deslizamiento en el cilindro interno

s_{b2}	Exponente de deslizamiento en el cilindro externo
T	Temperatura
t	Tiempo
v	Velocidad del fluido
\vec{v}	Vector velocidad
v_s	Velocidad de deslizamiento
v_x	Componente x de la velocidad del fluido
v_θ	Componente θ de la velocidad o velocidad tangencial del fluido
z	Coordenada axial
β	Coefficiente de deslizamiento dinámico
β_1	Coefficiente de deslizamiento dinámico en el cilindro interno
β_2	Coefficiente de deslizamiento dinámico en el cilindro externo
γ	Deformación por corte
$\dot{\gamma}$	Rapidez de corte o valor escalar del tensor rapidez de deformación
$\dot{\boldsymbol{\gamma}}$	Tensor rapidez de deformación
δ	Espesor de una capa de deslizamiento aparente
δ_1	Espesor de la capa de deslizamiento aparente adyacente al cilindro interno
δ_2	Espesor de la capa de deslizamiento aparente adyacente al cilindro externo
$\boldsymbol{\delta}$	Tensor identidad
ε	Deformación extensional unitaria
η	Viscosidad de un fluido no newtoniano
η_p	Viscosidad plástica
θ	Ángulo causado por una deformación cortante o coordenada azimutal
κ	Razón de radios del cilindro interno y externo en la geometría de Couette (R_i/R_o)
μ	Viscosidad de un fluido newtoniano
π	Número pi
$\boldsymbol{\pi}$	Tensor de esfuerzos total
π_{ij}	Componentes del tensor de esfuerzos total
ρ	Densidad del material
σ	Esfuerzo normal
$\boldsymbol{\tau}$	Tensor de esfuerzos viscoso

τ	Esfuerzo de corte o valor escalar del tensor de esfuerzo viscoso
τ_{ij}	Componentes del tensor de esfuerzo viscoso
τ_w	Esfuerzo de corte en la pared
τ_{iw}	Esfuerzo de corte en la pared del cilindro interno
τ_{ow}	Esfuerzo de corte en la pared del cilindro externo
τ_y	Esfuerzo de cedencia
ω_f	Velocidad angular del fluido
ω_i	Velocidad angular del cilindro interno
ω_o	Velocidad angular del cilindro externo
ω_V	Velocidad angular de la propela
$\nabla \vec{v}$	Tensor gradiente de velocidad
$\nabla \vec{v}^T$	Transpuesta del tensor gradiente de velocidad
ψ_1	Primer coeficiente de esfuerzos normales
ψ_2	Segundo coeficiente de esfuerzos normales

RESUMEN

Los fluidos con esfuerzo de cedencia o viscoplásticos son materiales que no fluyen a menos que un esfuerzo de corte crítico, llamado esfuerzo de cedencia, sea superado. Ejemplos de este tipo de fluidos son espumas, pastas, cremas, emulsiones y suspensiones concentradas, la cátsup, la mayonesa y los geles, entre otros. Uno de los aparatos más utilizados para determinar las propiedades reológicas de fluidos viscoplásticos es el reómetro de cilindros concéntricos o de Couette. Sin embargo, los fluidos viscoplásticos exhiben deslizamiento en los cilindros, lo cual afecta la confiabilidad de las medidas reológicas con este reómetro. Para eliminar el deslizamiento, con frecuencia se usa la geometría de propela en copa en la caracterización de fluidos viscoplásticos, pero el uso de esta geometría se basa en la analogía con el flujo de Couette y hasta la fecha no se ha probado fehacientemente su validez.

Con base en lo anterior, en esta investigación se analizó el flujo de Couette y el caso particular del flujo de propela en copa bajo condiciones isotérmicas y en estado estacionario de un fluido modelo con esfuerzo de cedencia, a saber, un hidrogel de ácido poliacrílico (Carbopol[®] 940) al 0.12% *p/p*, en presencia del deslizamiento mediante mediciones simultáneas de reometría y de velocimetría por imágenes de partículas (reo-VIP). Las mediciones se llevaron a cabo utilizando geometrías de Couette con razones de radios, κ , en el intervalo de 0.33 a 0.93 y diferentes tipos de superficie, así como una geometría de propela en copa. Para el flujo del hidrogel en la geometría de Couette, se encontró que la velocidad de deslizamiento es una función creciente del esfuerzo de corte y que el deslizamiento del hidrogel es afectado por el tipo de superficies de los cilindros, así como por el valor de κ de la celda. Como resultado de estas observaciones, en este trabajo se propuso un método nuevo para describir el comportamiento de fluidos viscoplásticos en flujo de Couette con deslizamiento, el cual consiste en el uso de modelos constitutivos fenomenológicos junto con la velocidad de deslizamiento como un término aditivo. Esta nueva metodología se validó mediante mediciones de reo-VIP. Para ello, los perfiles de velocidad obtenidos usando VIP se compararon con la predicción del modelo de Herschel-Bulkley con deslizamiento. Los perfiles teóricos y los obtenidos experimentalmente para todas las celdas de Couette están en excelente acuerdo, lo cual valida el método propuesto en este trabajo para la determinación

de las propiedades reológicas y de la cinemática de flujo de fluidos viscoplásticos en reómetros de Couette con espacios anulares grandes y pequeños.

Por otra parte, el comportamiento en flujo del hidrogel en la geometría de propela en copa fue en general similar al observado en el reómetro de Couette y los perfiles de velocidad experimentales fueron descritos adecuadamente por el modelo propuesto en este trabajo para describir el flujo de Couette de los fluidos de Herschel-Bulkley. Sin embargo, los perfiles de velocidad fueron complejos y mostraron que, una vez en flujo, la propela solamente arrastra una parte de la muestra entre sus palas como a un sólido en rotación. Se observó que la posición donde termina el movimiento como cuerpo rígido fue menor que el radio de la propela. Lo anterior permitió demostrar que el valor del radio equivalente de la analogía de Couette cambia para el hidrogel al variar la velocidad angular de la propela, sugiriendo que dicho radio puede cambiar también para otros fluidos no newtonianos dependiendo de las condiciones de flujo en una geometría de propela en copa dada. Por lo tanto, no hay un método bien definido para determinar el radio equivalente y aplicar la analogía de Couette en la caracterización reológica de fluidos no newtonianos. Finalmente, se mostró que el uso del radio de la propela o del radio equivalente obtenido mediante la calibración con un fluido newtoniano para construir las curvas de flujo de fluidos no newtonianos puede conducir a errores significativos.

ABSTRACT

Yield-stress or viscoplastic fluids are materials that do not flow unless a critical shear stress, which is called yield stress, is overcome. Examples of this sort of fluids are foams, pastes, creams, concentrated emulsions and suspensions, ketchup, mayonnaise, and gels, among others. One of the most utilized devices to determine the rheological properties of viscoplastic fluids is the concentric cylinder or Couette rheometer. However, viscoplastic fluids exhibit slip at the cylinders, which affects the reliability of rheological measurements with this rheometer. In order to eliminate slip, the vane in cup geometry is frequently used in the characterization of viscoplastic fluids, but the use of this geometry is based on the analogy with the Couette flow and so far, its validity has not been reliably demonstrated.

Based on the above statements, in this investigation the Couette flow and the particular case of the vane in cup flow of a model yield stress fluid, namely, a hydrogel of polyacrylic acid (Carbopol[®] 940) at 0.12 wt.%, were analyzed in the presence of slip by simultaneous rheometrical and particle image velocimetry measurements (Rheo-PIV) under isothermal and steady state conditions. The measurements were carried out using Couette geometries with radii ratios, κ , in the range from 0.33 to 0.93 and different kinds of surfaces, as well as a vane in cup geometry. For the flow of the hydrogel in the Couette geometry, the slip velocity was found to be an increasing function of the shear stress and the slip of the hydrogel is affected by the type of cylinder surface, as well as by the κ value of the cell. As a result of these observations, in this work a new method to describe the behavior of viscoplastic fluids in Couette flow with slip was proposed, which involves the use of phenomenological constitutive models with the slip velocity as an additive term. This new methodology was validated by Rheo-PIV measurements. For this, the velocity profiles obtained by using PIV were compared with the prediction of the Herschel-Bulkley model with slip. The theoretical profiles and those experimentally obtained for all the Couette cells are in excellent agreement, which validates the method proposed in this work for the determination of the rheological properties and flow kinematics of viscoplastic fluids in Couette rheometers with wide and narrow gaps.

On the other hand, the flow behavior of the hydrogel in the vane in cup geometry was, in general, similar to that observed in the Couette rheometer and the experimental velocity

profiles were properly described by the model proposed in this work to describe the Couette flow of Herschel-Bulkley fluids. However, the velocity profiles were complex showing that, once under flow, the vane drags only part of the sample between its blades as a solid in rotation. The position where the rigid body like motion ends was observed to be shorter than the vane radius. From this, it is shown that the value of the equivalent radius from the Couette analogy changes for the hydrogel when varying the angular velocity of the vane, suggesting that such a radius can also change for other non-Newtonian fluids depending on the flow conditions for a given vane in cup geometry. Therefore, there is not a definite method to determine the equivalent radius and to apply the Couette analogy in the rheological characterization of non-Newtonian fluids. Finally, it was shown that the use of the vane radius or the equivalent radius obtained by calibration with a Newtonian fluid to make the flow curves of non-Newtonian fluids may lead to significant errors.

INTRODUCCIÓN

En la vida diaria es natural encontrarse con los fluidos, muchos de ellos, como el agua, la miel, el jarabe de maíz, los alcoholes, los metales fundidos, entre otros, son líquidos de bajo peso molecular que cuando se encuentran sometidos a flujo cortante, bajo determinadas condiciones, obedecen la ley de Newton de la viscosidad. A estos fluidos se les conoce comúnmente como fluidos newtonianos. Sin embargo, hoy en día es bien sabido que existen tantos fluidos que no siguen la ley de Newton de la viscosidad que no es exagerado pensar que el comportamiento newtoniano es más una excepción que la regla [Deshpande (2010)]. A estos materiales se les conoce de manera general como fluidos no newtonianos, aunque también son conocidos como fluidos complejos o no lineales. A diferencia de los fluidos newtonianos, los no newtonianos presentan diferentes comportamientos cuando están sometidos a flujo cortante, como el adelgazamiento o espesamiento por corte, la reopexia o tixotropía, así como la viscoelasticidad o viscoplasticidad. En particular, a los fluidos que exhiben viscoplasticidad se les conoce como fluidos viscoplásticos o con esfuerzo de cedencia, y son materiales que no fluyen a menos que un esfuerzo de corte crítico, llamado esfuerzo de cedencia τ_y , sea superado. Por debajo de dicho esfuerzo estos materiales se comportan como sólidos elásticos. Algunos ejemplos de materiales viscoplásticos son espumas, pastas, cremas, emulsiones y suspensiones concentradas, la catsup, la mayonesa y los geles, entre otros. Dada la importancia práctica y tecnológica de los fluidos viscoplásticos, el conocimiento de sus propiedades reológicas juega un papel muy importante en su procesamiento y transporte, así como en el control de calidad y en la formulación de tales productos.

Los reómetros torsionales o rotacionales se han utilizado ampliamente en las mediciones reológicas de los fluidos con esfuerzo de cedencia. Entre este tipo de reómetros, algunos de los más usados con este propósito son el reómetro de Couette, conformado por dos cilindros concéntricos sólidos, y la geometría de propela en copa. En particular, la geometría de propela en copa es una variante del reómetro de cilindros concéntricos que consiste en una propela, con 4, 6 u 8 palas rectas de radio R_I , que reemplaza al cilindro interno de un reómetro de Couette con el propósito de evitar el deslizamiento que exhiben algunos fluidos viscoplásticos en las fronteras sólidas de las geometrías de medición. El uso de esta geometría para realizar medidas reométricas se basa en una analogía con el flujo en

el reómetro de Couette. Sin embargo, el deslizamiento es un fenómeno que puede ocurrir en ambas superficies en un reómetro torsional, lo cual puede afectar significativamente la determinación de las propiedades reológicas de los fluidos. Además, debido al deslizamiento y a otros factores, como la propia viscoplasticidad de los fluidos con esfuerzo de cedencia, el comportamiento en flujo predicho por el movimiento de las partes mecánicas de un reómetro torsional puede diferir en gran medida del que ocurre realmente en el volumen de este tipo de fluidos [Magnin and Piau (1990)]. Por lo anterior, el entendimiento del flujo de los fluidos con esfuerzo de cedencia que ocurre en las geometrías mencionadas anteriormente es de suma importancia en la determinación de sus propiedades reológicas.

Para tratar de describir el comportamiento en flujo de los fluidos viscoplásticos se han utilizado diferentes ecuaciones constitutivas, como el modelo de Bingham, el de Casson y el de Herschel-Bulkley, entre otros, en conjunto con la condición de frontera de deslizamiento. A pesar de la popularidad de este enfoque para describir el comportamiento reológico de fluidos viscoplásticos existen pocas investigaciones experimentales que prueban su validez [Aktas *et al.* (2014); Ortega-Avila *et al.* (2016)].

Por lo anterior, en esta investigación se analizó el flujo de Couette y su caso particular de propela en copa bajo condiciones isotérmicas y en estado estacionario de un fluido modelo con esfuerzo de cedencia, a saber, un hidrogel de Carbopol[®] 940 al 0.12% *p/p*, en presencia de deslizamiento mediante reo-VIP. Para el flujo del hidrogel en la geometría de Couette, se muestra que la velocidad de deslizamiento es una función creciente del esfuerzo de corte y que el deslizamiento del hidrogel es afectado por el tipo de superficies de los cilindros, así como por el tamaño del espacio entre ellos. Como resultado de estas observaciones, en este trabajo se propuso un método nuevo para describir el comportamiento de fluidos viscoplásticos en flujo de Couette con deslizamiento, el cual consiste en el uso de modelos constitutivos fenomenológicos junto con la velocidad de deslizamiento como un término aditivo. Dicho método se validó mediante mediciones de reo-VIP, lo cual justifica el uso de ecuaciones constitutivas fenomenológicas en conjunción con la condición de frontera de deslizamiento para describir el flujo de fluidos viscoplásticos.

Por otra parte, el comportamiento en flujo del hidrogel en la geometría de propela en copa fue en general similar al observado en el reómetro de Couette y los perfiles de velocidad

experimentales fueron descritos adecuadamente por el modelo propuesto en este trabajo para describir el flujo de Couette de los fluidos de Herschel-Bulkley. Sin embargo, se muestra que no hay un método bien definido para aplicar la analogía de Couette en la caracterización reológica de fluidos no newtonianos y que su uso basado en información obtenida con fluidos newtonianos puede conducir a errores significativos cuando se caracterizan fluidos no newtonianos. Así, los resultados presentados en este trabajo y su análisis aportan información nueva y relevante acerca de la caracterización de fluidos viscoplásticos con reómetros de Couette y de propela en copa.

A continuación, se describe brevemente el contenido de este trabajo.

En el capítulo 1 se mencionan las principales características de los fluidos con esfuerzo de cedencia, con un énfasis en los hidrogeles de Carbopol[®], así como diferentes metodologías empleadas en su caracterización reológica. Además, se muestran los antecedentes de este trabajo y algunas de las contribuciones dedicadas al entendimiento del flujo de fluidos con esfuerzo de cedencia en diferentes geometrías de flujo y en presencia del deslizamiento. En el capítulo 2 se presenta el análisis teórico del problema del flujo de Couette con deslizamiento en la pared para fluidos de Herschel-Bulkley, así como la derivación de un método nuevo para determinar el esfuerzo de cedencia de fluidos viscoplásticos. También se presenta la derivación del modelo nuevo que describe la cinemática de flujo de fluidos de Herschel-Bulkley en flujo de Couette con deslizamiento, así como las bases empleadas para el uso de la geometría de propela en copa junto con la analogía de Couette en la caracterización reológica de diferentes fluidos. En el capítulo 3 se describen los materiales y métodos usados para desarrollar esta investigación. En el capítulo 4 se discuten detalladamente los resultados obtenidos en este trabajo y se comparan con los reportados en la literatura. Finalmente, se presentan las conclusiones obtenidas a partir del análisis de los resultados de esta investigación.

Por otra parte, en el apéndice A se describen algunos conceptos básicos de reología que se utilizaron en este trabajo. En el apéndice B, se presenta la solución al problema del flujo de Couette de fluidos newtonianos y de Ostwald-de Waele sin deslizamiento. Finalmente, en el apéndice C, se deriva detalladamente y de forma general un modelo nuevo que describe el flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley con deslizamiento aparente.

CAPÍTULO 1

ANTECEDENTES

1.1 Fluidos viscoplásticos o con esfuerzo de cedencia

Los fluidos viscoplásticos o con esfuerzo de cedencia son materiales que se encuentran en la vida diaria y con los cuales interactuamos a menudo, por ejemplo, al presionar el tubo de una pasta de dientes, al untar mantequilla o mermelada sobre un pan, al aplicar cremas cosméticas o geles sobre la piel o el cabello, al retirar el lodo de los zapatos, y cuando nos deshacemos de algunas secreciones corporales [Balmforth *et al.* (2014)]. Además, los fluidos viscoplásticos se encuentran involucrados en muchos procesos industriales, por ejemplo, en la industria del petróleo donde se utilizan estos materiales como fluidos de perforación para la extracción del crudo o de gas, en la construcción, en la fabricación de chocolate y sus extrudidos, en la industria cosmética, y también en la fabricación del papel, por mencionar algunos.

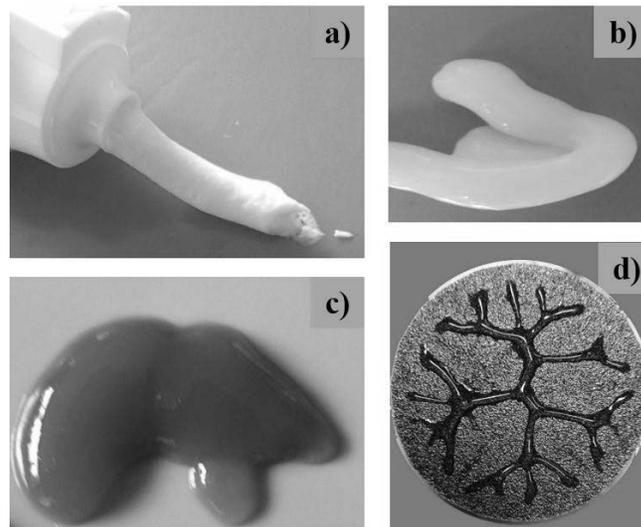


Figura 1.1. Fluidos con esfuerzo de cedencia. a) Pasta dental, b) Acondicionador para el cabello, c) Salsa cátsup, y d) Líneas de Saffman-Taylor de un gel de Carbopol[®].

A simple vista, los materiales viscoplásticos tienden a mantener su forma (ver figura 1.1), de la misma manera que los sólidos, cuando se encuentran en reposo y fuera del recipiente que los contiene, es decir cuando solamente están bajo el efecto de la gravedad. Sin embargo, estos materiales son capaces de fluir al ser sometidos a esfuerzos que se encuentren por encima de un valor crítico, conocido como esfuerzo de cedencia. Cuando no existe ninguna reacción química en el volumen del fluido, la transición entre los

comportamientos como el de un sólido y el de un líquido es perfectamente reversible y sin que ocurran cambios en sus propiedades mecánicas intrínsecas [Coussot (2014b)]. En este sentido, los fluidos viscoplásticos tienen la peculiaridad de que pueden deformarse de manera finita como lo hacen los sólidos cuando el esfuerzo aplicado es menor que el de cedencia, o de manera irreversible como lo hacen los líquidos si el esfuerzo aplicado sobre ellos es mayor que el de cedencia.

El comportamiento complejo que exhiben los fluidos viscoplásticos tiene origen en su estructura, es decir, en las partes que conforman al fluido viscoplástico y en la manera en la que éstas interactúan entre sí. Los fluidos con esfuerzo de cedencia pueden ser referidos de manera general como dispersiones, siendo una dispersión un sistema en el cual partículas de cualquier naturaleza, a saber, gas, líquido o sólido, son dispersadas en una fase continua líquida [Tropea *et al.* (2007)]. Las partículas, de acuerdo con la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry), son entonces la fase dispersa. Por lo tanto, cuando existe una cantidad suficiente de dichas partículas dispersas en una fase continua, éstas pueden llegar a interactuar entre ellas y formar una red tridimensional mediante atracciones como fuerzas electrostáticas, de van der Waals o a través de puentes de hidrógeno, las cuales le confieren al material una estructura en reposo y dan lugar al esfuerzo de cedencia [Coussot (2014a)], además de que la dispersión adquiere un comportamiento viscoso completamente diferente al del líquido o fase continua. El esfuerzo de cedencia del fluido estará entonces asociado a la magnitud de las fuerzas de interacción que existan entre las partículas que conforman el volumen del fluido y a los arreglos que la red tridimensional permita [Vermant and Solomon (2005)].

Debido a la estructura compleja que tienen los fluidos con esfuerzo de cedencia y a que éstos pueden presentar diferentes regímenes de flujo cuando se encuentran sometidos a esfuerzos cortantes, la determinación de sus propiedades o parámetros reológicos se vuelve complicada. La situación es incluso más compleja cuando las propiedades de estos materiales dependen de su historia de flujo, es decir del tiempo, cuando esto sucede se dice que el fluido viscoplástico exhibe tixotropía. Por lo anterior, los materiales viscoplásticos pueden clasificarse de manera general en dos grupos: fluidos con esfuerzo de cedencia simples y fluidos con esfuerzo de cedencia tixotrópicos [Cloitre and Bonnecaze (2017)]. La tixotropía

es la dependencia de la viscosidad con el tiempo y se debe a los cambios graduales que ocurren en la microestructura del material como resultado de la aplicación de un esfuerzo, mayor que el de cedencia, capaz de romper la estructura inicial del material e inducir el flujo. Una vez que cesa la acción del esfuerzo, el fluido comienza a reestructurarse local y gradualmente en escalas de tiempo macroscópicas, minutos u horas, hasta alcanzar algunas veces la estructura inicial que tenía en reposo [Dimitriou and McKinley (2014)]. Los fluidos con esfuerzo de cedencia simples se definen como aquellos que recuperan su estructura inicial inmediatamente después de retirar el esfuerzo aplicado sobre ellos. Algunos ejemplos de fluidos tixotrópicos con esfuerzo de cedencia son las suspensiones de bentonita y las suspensiones de fibra de pulpa ampliamente utilizadas en la industria petrolera y del papel.

Además de tixotropía, los materiales viscoplásticos pueden exhibir otros fenómenos como el deslizamiento real y el deslizamiento aparente en la pared, así como la fractura de la muestra cuando se encuentran sometidos a flujos cortantes. En la figura 1.2 se muestra una representación esquemática de varios perfiles de velocidad asociados con los tres fenómenos anteriores para un fluido viscoplástico en flujo de corte simple, así como el caso en el que ocurre un flujo homogéneo para propósitos de comparación (véase el apéndice A). En la figura 1.2a se muestra la forma del perfil de velocidad en flujo homogéneo, en este caso la velocidad varía linealmente entre las placas y la rapidez de corte local coincide con la macroscópica. La fractura de la muestra que se presenta debido a la pérdida de cohesión del material en su volumen y que es observada algunas veces en las suspensiones densas, puede verse también como un caso particular del flujo en bandas de corte (figura 1.2b), el cual ocurre cuando un material que está sujeto a una deformación homogénea exhibe al menos dos regiones localizadas con razones de corte diferentes [Dimitriou *et al.* (2012)]. Por otra parte, el deslizamiento real se refiere a una falla de adhesión entre el fluido y la superficie de corte (ver figura 1.2c), mientras que el deslizamiento aparente es el resultado de la formación de una capa de fluido de espesor finito y de baja viscosidad localizada entre la superficie de corte y el seno del fluido (ver figura 1.2d), dicha capa se conoce comúnmente como capa de deslizamiento aparente o “capa de Vand” [Vand (1948)]. Ambos, tanto el deslizamiento real como el aparente, causan una discontinuidad en la rapidez de corte y con ello errores en la determinación de las propiedades de los fluidos cuando son ignorados.

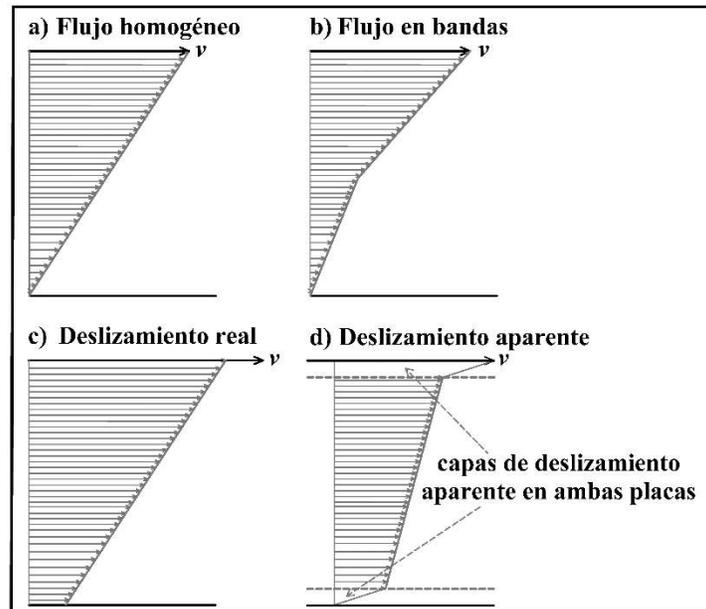


Figura 1.2. Representación esquemática de perfiles de velocidad de un fluido viscoplástico localizado entre dos placas paralelas, la placa superior se mueve a una velocidad constante, v , mientras que la inferior está fija: a) flujo homogéneo, b) fractura de la muestra o flujo en bandas, c) deslizamiento real y d) deslizamiento aparente, en este caso el espesor de las capas de deslizamiento está exagerado. Adaptado de Cloitre and Bonnecaze (2017).

Debido a la amplia gama de aplicaciones que tienen los fluidos con esfuerzo de cedencia, el entendimiento de su comportamiento en flujo es de suma importancia en la obtención de sus propiedades reológicas, las cuales juegan un papel importante en el diseño de equipo para su procesamiento y transporte, así como en el control de calidad y en la formulación de algunos productos. Por lo anterior, materiales como las suspensiones y emulsiones concentradas, medios granulares, pastas, espumas y geles, entre otros, se han convertido en objeto de estudio de muchos investigadores [Dzuy and Boger (1983); Coussot *et al.* (2009); Derakhshandeh *et al.* (2010a-b); Seth *et al.* (2011); Cohen-Addad and Höhler (2014); Dimitriou and McKinley (2014)]. En particular, los geles de Carbopol[®], usados también en este trabajo, se han empleado como fluidos modelo con esfuerzo de cedencia para conseguir información general acerca del comportamiento en flujo de los fluidos viscoplásticos, debido a que son estables y transparentes [Oppong *et al.* (2006)], carecen de

efectos tixotrópicos y son relativamente fáciles de preparar, baratos y no tóxicos [Piau (2005); Ovarlez *et al.* (2013)].

A continuación, se presenta una descripción detallada sobre lo que conforma a un gel, y particularmente se describen algunas de las características principales de la estructura de los geles de Carbopol® y los factores que influyen en sus propiedades, así como en su comportamiento reológico.

1.2 Geles y su clasificación

En general, hoy en día una sustancia se puede clasificar como un gel si tiene una estructura microscópica continua y si su comportamiento reológico es también como el de un sólido a pesar de estar conformado en su mayoría por un líquido [Escuder and Miravet (2014)]. Específicamente, los geles poliméricos son materiales compuestos por dos componentes, una red polimérica y un solvente, que tienen la capacidad de formar estructuras en forma de redes tridimensionales por medio de entrecruzamientos que ocurren entre las moléculas o cadenas poliméricas, y que se pueden hinchar en presencia de un solvente, pero son insolubles en el mismo. El grado de hinchamiento de los geles está limitado entonces por su estructura en forma de red tridimensional. Los geles hinchados que han absorbido una gran cantidad de solvente se encuentran en un estado intermedio entre los líquidos puramente viscosos y los sólidos elásticos [Osada and Kajiwarra (1997)], es decir, pueden ser viscoelásticos dependiendo de su composición y otros factores, como por ejemplo el pH y la concentración. Por lo tanto, se puede decir que los geles son redes poliméricas tridimensionales entrecruzadas que absorben solventes y que se hinchan hasta un grado limitado sin disolverse, existiendo en un estado viscoelástico [Escuder and Miravet (2014)].

Los geles se pueden clasificar con base en el tipo de entrecruzamientos que crea su red tridimensional (químicos o físicos), si son naturales o sintéticos, con base en la forma y el tamaño de la configuración del gel (microgeles o macrogeles) y en el tipo de solvente o medio de dispersión. Generalmente el medio de dispersión es un líquido (agua o un aceite), aunque también puede ser un gas [Osada and Kajiwarra (1997)]. En lo que sigue se presentan solo las propiedades de los geles que tienen agua como solvente, hidrogeles, en particular, de los hidrogeles de ácido poliacrílico (Carbopol®).

1.2.1 Hidrogeles

Los hidrogeles sintéticos, como los geles de Carbopol[®], son considerados como sistemas de al menos dos componentes que consisten en una estructura polimérica reticulada y tridimensional que se hincha debido a la absorción de grandes cantidades de agua. El agua absorbida se localiza en los espacios que existen entre las macromoléculas del polímero que forma la red. En el estado hinchado de los hidrogeles la fracción en peso del agua suele ser mucho más alta que la del polímero. Por otro lado, el grado de hinchamiento dependerá de las propiedades del polímero que se usa, así como de la naturaleza y de la densidad de los entrecruzamientos que existan en la red [Ahmed (2015)]. Por ejemplo, la densidad de entrecruzamientos es uno de los factores que más afecta el grado de hinchamiento de los hidrogeles, mientras más alta sea la densidad de entrecruzamientos la estructura reticulada será más compacta y en consecuencia el hidrogel se hinchará menos debido a que los espacios en los cuales se puede absorber el agua tienden a reducirse; por el contrario, cuando la densidad de entrecruzamientos es menor, la movilidad de la red polimérica se incrementa y con ello la capacidad de hinchamiento del hidrogel [Peppas *et al.* (2000)]. Además, la densidad de entrecruzamientos también afecta las propiedades mecánicas de los hidrogeles, cuando el número de entrecruzamientos es grande se forman hidrogeles más fuertes, aunque con una estructura más frágil.

Los entrecruzamientos no son una propiedad de los hidrogeles, sino la causa de muchas de sus propiedades [Chirani *et al.* (2015)]. De hecho, los hidrogeles se pueden considerar como geles físicos o geles químicos dependiendo de la naturaleza de los puntos de entrecruzamiento presentes en la red. Cuando los entrecruzamientos de la red son debidos a enlaces covalentes, los hidrogeles se consideran como geles químicos permanentes o irreversibles. En este caso, las redes tridimensionales se forman por enlaces químicos, las ramificaciones de las cadenas poliméricas se enlazan covalentemente y es ahí donde se forman los puntos de entrecruzamientos. Por otro lado, se tienen hidrogeles físicos o reversibles cuando los entrecruzamientos ocurren debido a que dos o más cadenas poliméricas se entrelazan físicamente, es decir como ocurre en una sopa de espaguetis. Los hidrogeles físicos también se pueden formar a partir de interacciones físicas entre cadenas poliméricas, como las iónicas y los puentes de hidrógeno [Osada and Kajiwara (1997)].

Por otra parte, la capacidad que tienen los hidrogeles para absorber grandes cantidades de agua se atribuye a las características hidrofílicas que poseen los grupos funcionales que se encuentran localizados a lo largo de la cadena polimérica, los cuales pueden ser grupos amino (-NH₂), amida (-CONH₂), carboxilo (-COOH), hidroxilo (-OH), o sulfónico (-SO₃H), mientras que su resistencia a disolverse se atribuye a una fuerza de retracción originada por la elasticidad de los puntos de entrecruzamiento que existen en la red polimérica [Ullah *et al.* (2015)]. En el caso de los hidrogeles de Carbopol[®], la capacidad de absorción de agua se debe a los grupos carboxilos.

1.2.2 Hidrogeles de Carbopol[®]

Los Carbopoles son una familia de polímeros comerciales consistentes en cadenas lineales o ramificadas y entrecruzadas de ácido poliacrílico. El Carbopol[®], como comúnmente se le llama, es un producto que se ha utilizado desde hace aproximadamente 60 años [Barry and Meyer (1979)] como modificador reológico de productos cosméticos y farmacéuticos, es decir para incrementar su viscosidad o para obtener productos con esfuerzo de cedencia [Ketz *et al.* (1988)]. Lo anterior se puede lograr empleando concentraciones relativamente bajas del polímero (unas cuantas décimas de porcentaje en peso). Debido a la importancia práctica del Carbopol[®], se ha realizado un gran número de investigaciones acerca de sus propiedades y su comportamiento reológico [Barry and Meyer (1979); Piau (2005); Coussot *et al.* (2009); Ovarlez *et al.* (2013)]. Ya que en este trabajo el Carbopol[®] solo se usa para preparar un fluido modelo, en lo subsecuente se presenta un breve resumen de sus propiedades y su comportamiento.

Físicamente, el Carbopol[®] es un polvo blanco con un diámetro de partícula micrométrico que puede incrementar hasta diez veces su tamaño inicial o aumentar hasta mil veces su volumen cuando se hincha completamente [Shafiei *et al.* (2018)]. Este polímero sintético es el más simple y común de la familia de los ácidos carboxílicos y se puede producir mediante diferentes mecanismos en sus formas atáctica o estéreo-regulares (sindiotáctica e isotáctica). Por ejemplo, el ácido poliacrílico en su forma atáctica se puede sintetizar mediante la polimerización del ácido acrílico, ya sea concentrado o diluido en agua, butanona o dioxano, usando radicales libres convencionales como iniciadores de la reacción de

polimerización [Molyneux (1985)]. Cuando la polimerización ocurre en las soluciones de butanona el ácido poliacrílico precipita durante la reacción, por su parte, las soluciones acuosas conducen a la formación de ciertas cantidades de polímero entrecruzado. Por otro lado, se puede obtener una mezcla de ácido poliacrílico atáctico y sindiotáctico, mediante la polimerización inducida por irradiación de rayos gama del monómero puro en su estado líquido o cristalino. El mecanismo por el cual ocurre la formación de ácido poliacrílico entrecruzado en soluciones acuosas usando irradiación de rayos gama es explicado detalladamente por Jabbari y Nozari (1999) y por Ahmed (2015). Por otra parte, la forma sindiotáctica del ácido poliacrílico se puede obtener mediante la polimerización fotoquímica del ácido acrílico en una solución de etanol a $-78\text{ }^{\circ}\text{C}$ usando luz UV y sensibilizando la reacción con benzoe. Además, el ácido poliacrílico se encuentra disponible de manera comercial en su forma atáctica como un polímero lineal, aunque una forma ramificada fue introducida en el mercado por la corporación B. F. Goodrich bajo el nombre de Carbopol[®] [Molyneux (1985)].

Cuando el Carbopol[®] se dispersa en agua se forman dispersiones ácidas y turbias con una viscosidad relativamente baja, la cual en un principio dependerá de la concentración del polímero. La acidez de la dispersión en este punto se debe a que una pequeña parte de los grupos carboxilos que se encuentran a lo largo de la cadena polimérica se disocian para formar algunos iones carboxilatos (COO^-) y protones de hidrógeno (H^+), los cuales a su vez forman cationes hidronio con el agua (H_3O^+) [Barry and Meyer (1979)]. Esto provoca repulsiones electrostáticas debidas a los iones COO^- que hacen que la cadena polimérica inicialmente anudada comience a desenredarse localmente y por lo tanto a hincharse unas cuantas veces con respecto a su tamaño inicial. Se puede decir entonces que la turbidez de la dispersión en este punto se debe a los anudamientos físicos que aún existen entre las cadenas poliméricas. La disociación completa de los grupos carboxilos se logra mediante la neutralización de la dispersión usando una base, como por ejemplo el hidróxido de sodio (NaOH). Cuando se adiciona el NaOH en la dispersión se forman aniones hidróxidos (OH^-), los cuales reaccionan con los cationes H_3O^+ para formar agua, y cationes Na^+ que en un principio se interponen entre los iones carboxilatos fijos en las cadenas para neutralizarlos y al mismo tiempo hacer que el grado de hinchamiento de las cadenas poliméricas se incremente. Además, el incremento paulatino en el pH de la dispersión hasta su

neutralización, causado por la adición de la base, obliga la ionización de los grupos carboxilos faltantes provocando un incremento en las repulsiones electrostáticas entre cadenas y la subsecuente incorporación de los cationes Na^+ entre los iones carboxilatos para neutralizarlos hasta lograr el hinchamiento completo de las cadenas poliméricas y formar un hidrogel físico y transparente con una viscosidad relativamente alta [Peppas *et al.* (2000)].

Está reportado en la literatura que las propiedades reológicas de los hidrogeles de Carbopol[®] dependen en gran medida de la concentración y del pH de la dispersión [Taylor and Bagley (1974); Roberts and Barnes (2001); Lee *et al.* (2011)]. Piau (2007) sugirió que los hidrogeles de Carbopol[®] se pueden definir como microgeles individuales deformables, a los cuales se refirió como microesponjas, que se hinchan tanto como pueden al absorber el agua que los rodea hasta un grado limitado por su estructura reticulada y tridimensional. Piau (2007) también señaló que el comportamiento reológico de las dispersiones de Carbopol[®], previamente neutralizadas, será función de la concentración del ácido poliacrílico debido a que el solvente que rodea a las microesponjas puede o no encontrarse en exceso cuando se considera la capacidad máxima de hinchamiento de los microgeles.

Piau (2007) dividió entonces a los hidrogeles de Carbopol[®] en las siguientes cuatro categorías de acuerdo con su concentración en peso C (figura 1.3):

I $C < 0.035\% \text{ p/p}$: En este intervalo de concentraciones, las dispersiones se consideran viscoelásticas con microgeles completamente hinchados debido a que el solvente se encuentra en exceso. Estas dispersiones no exhiben plasticidad, es decir no tienen un esfuerzo de cedencia (figura 1.3a).

II $0.035 < C < 0.12\% \text{ p/p}$: En este intervalo de concentraciones se observan dispersiones elástico-viscosas percoladas con microgeles hinchados completamente. Las interacciones partícula-partícula incrementan y los hidrogeles tienen esfuerzo de cedencia (figura 1.3b).

III $0.12 < C < 0.21\% \text{ p/p}$: En este caso se obtienen dispersiones percoladas de fase invertida con microgeles completamente hinchados, las dispersiones exhiben plasticidad en las cuales el solvente, atrapado entre los dominios de los microgeles, todavía se encuentra en exceso (figura 1.3c).

IV $C > 0.21\%$ p/p: En este último caso claramente se obtienen dispersiones viscoplásticas en las que los microgeles se encuentran estrechamente empaçados y desordenados debido a la polidispersidad del Carbopol®. Los microgeles comparten la cantidad de solvente que se encuentra disponible (figura 1.3d).

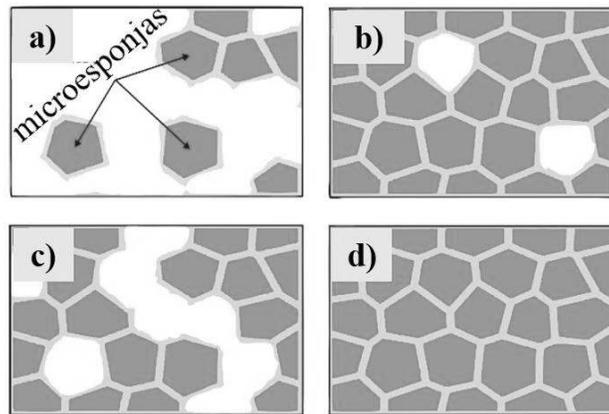


Figura 1.3. Arreglo de las microesponjas o microgeles sugerido por Piau (2007) para los hidrogeles de Carbopol® como una función de la concentración del ácido poliacrílico. a) $C < 0.035\%$ p/p, b) $0.035 < C < 0.12\%$ p/p, c) $0.12 < C < 0.21\%$ p/p y d) $C > 0.21\%$ p/p.

En las siguientes subsecciones se presenta una revisión de los diferentes métodos que se han utilizado para caracterizar el comportamiento reológico y para describir el flujo de fluidos viscoplásticos, incluyendo a los hidrogeles de Carbopol®, usando diferentes geometrías de flujo.

1.3 Caracterización reológica de fluidos con esfuerzo de cedencia

Para representar el comportamiento reológico de los fluidos viscoplásticos se han utilizado diferentes ecuaciones o modelos constitutivos, como el de Bingham, el de Casson y el de Herschel-Bulkley, junto con la condición de no deslizamiento [Jiang *et al.* (1986); Aral and Kalyon (1994); Jana *et al.* (1995); Meeker *et al.* (2004a-b); Ahuja *et al.* (2015)]. Debido a que los fluidos con esfuerzo de cedencia exhiben deslizamiento en fronteras sólidas, las ecuaciones constitutivas mencionadas anteriormente también se han empleado para

describir el flujo de estos materiales en diferentes geometrías con deslizamiento en la pared [Lawal and Kalyon (1999); Kalyon (2010); Ferrás *et al.* (2012); Kalyon and Malik (2012)].

En general, la caracterización reológica de los fluidos con esfuerzo de cedencia se ha realizado con base en mediciones reométricas usando diferentes tipos de geometrías de flujo o reómetros para construir la curva de flujo del material, y posteriormente ajustar los datos obtenidos a alguno de los modelos constitutivos mencionados previamente. Entre los reómetros más utilizados se encuentran el reómetro de capilar, y los torsionales como el de platos paralelos, el de cono y plato y el de cilindros concéntricos o de Couette. Las mediciones hechas en estas geometrías de flujo se han llevado a cabo la mayoría de las veces en estado estacionario, ya sea considerando o no el deslizamiento en fronteras sólidas.

Entre los métodos anteriores, el uso del reómetro de Couette en la caracterización reológica de los fluidos viscoplásticos, incluyendo a los hidrogeles de Carbopol[®], se ha convertido en uno de los métodos más empleados por los investigadores debido a que ofrece algunas ventajas importantes sobre los demás, es decir, es relativamente fácil de utilizar, requiere poco volumen de muestra y limita su evaporación. Además, su uso se prefiere en la caracterización reológica de fluidos de baja viscosidad. Cuando se utilizan las geometrías de flujo mencionadas anteriormente en la caracterización de los fluidos con esfuerzo de cedencia, la influencia del deslizamiento se desprecia frecuentemente o el deslizamiento se trata de suprimir mediante el uso de superficies rugosas, ranuradas o texturizadas. Sin embargo, se ha reportado que para suspensiones de partículas rígidas el uso de tales superficies puede causar algunos problemas, como la obtención de valores imprecisos en el cálculo de las variables dinámicas, la fractura de la muestra o la aparición de bandas de corte a través del espacio entre las superficies de corte [Aral and Kalyon (1994); Kalyon (2005)].

Por otro lado, para eliminar el deslizamiento que exhiben los fluidos viscoplásticos en fronteras sólidas también se sugirió el uso de una geometría de propela en copa, la cual consiste en una propela con δ u 8 palas rectas de radio R_V y altura L sumergida en una copa cilíndrica de radio R que contiene a la muestra. Para el análisis se supone que el fluido atrapado entre las palas forma un cilindro con radio equivalente al de la propela y que dicho fluido se mueve como un sólido en rotación junto con la propela [Dzuy and Boger (1983)], eliminando de esta forma la interacción superficie-fluido y con ello el deslizamiento. Para

realizar la medición la propela se hace rotar, primero lentamente, a una velocidad angular constante mientras que la torca, M , requerida para mantener la rotación de la propela se mide como función del tiempo. El esfuerzo de cedencia del fluido se relaciona entonces con la torca máxima, M_m , registrada en la curva torca vs tiempo asumiendo que el fluido comienza a fluir instantáneamente a lo largo de la superficie cilíndrica una vez alcanzado el valor de M_m y que el esfuerzo de corte, τ_w , evaluado en R_V es igual al esfuerzo de cedencia del fluido viscoplástico. Así, el valor del esfuerzo de cedencia se determina directamente a partir del valor de M_m y de las dimensiones geométricas de la propela [Dzuy and Boger (1983); Dzuy and Boger (1985)]. Por lo anterior la geometría de propela en copa se convirtió en una herramienta ampliamente utilizada en la caracterización reológica de muchos fluidos viscoplásticos, incluyendo a los tixotrópicos [Barnes and Carnali (1990); Nguyen and Boger (1992); Barnes and Nguyen (2001)].

En contraste con el hecho de tratar de suprimir el deslizamiento usando superficies rugosas, ranuradas o texturizadas, o mediante el uso de la geometría de propela en copa, algunos autores propusieron métodos para corregir datos reométricos afectados por el deslizamiento en una frontera sólida que involucran el uso de los reómetros de capilar, platos paralelos y de cilindros concéntricos [Mooney (1931), Yoshimura and Prud'homme (1988), Tejero y de Vargas (1990)]. La idea principal en estos métodos consiste en determinar la velocidad de deslizamiento, v_s , definida como la diferencia de velocidades relativas que existe entre la velocidad del fluido adyacente a la superficie de la geometría de medición (pared) y la velocidad de la pared. Para aplicar estos métodos se supone que la velocidad de deslizamiento solamente es función del esfuerzo de corte aplicado en la pared, τ_w , y no del espacio entre las superficies de corte, es decir, de la distancia entre los cilindros concéntricos cuando se usa la geometría de Couette, o de la distancia entre los platos paralelos. El conocimiento de la velocidad de deslizamiento a diferentes condiciones de flujo permite la obtención de la rapidez de corte que realmente experimenta el seno del fluido, lo cual lleva a la construcción de una curva de flujo libre de deslizamiento a partir de la cual se pueden obtener las propiedades del fluido viscoplástico mediante el ajuste de los datos a un modelo constitutivo.

A pesar de todos los métodos que se han empleado para caracterizar fluidos con esfuerzo de cedencia, hoy en día el hecho de que la posición en la cual ocurre la transición del comportamiento como el de un líquido al de un sólido en las diferentes geometrías no se conoce *a priori* causa complicaciones para la obtención de los parámetros reológicos del fluido viscoplastico. Además, la determinación del esfuerzo de cedencia en presencia del deslizamiento, y la proposición de modelos que describan el comportamiento en flujo con deslizamiento de este tipo de materiales en las diferentes geometrías son problemas que aún requieren solución. Recientemente, se han desarrollado técnicas de velocimetría que se han acoplado a los diferentes reómetros para describir el comportamiento en flujo con o sin deslizamiento de varios fluidos viscoplasticos. Estas técnicas acopladas a los diferentes reómetros, incluyendo la geometría de propela en copa [Raynaud *et al.* (2002); Derakhshandeh *et al.* (2010a-b); Derakhshandeh *et al.* (2011); Ovarlez *et al.* (2011)] y de anulo [Ortega-Avila *et al.* (2016)], se han empleado para obtener perfiles de velocidad y a partir de ellos obtener la distribución real de la rapidez de corte, así como para obtener el esfuerzo de cedencia a través de la identificación de diferentes zonas de flujo, independientemente del deslizamiento en la pared. Entre las técnicas de velocimetría que se han utilizado en la caracterización reológica de fluidos viscoplasticos se encuentra la velocimetría por imágenes de resonancia magnética (VIRM) y la velocimetría por ultrasonido Doppler (VUD), ambas usadas para caracterizar el flujo de varios materiales viscoplasticos no transparentes [Raynaud *et al.* (2002); Coussot *et al.* (2009); Derakhshandeh *et al.* (2010a-b); Rabideau *et al.* (2010)], y la técnica de velocimetría por imágenes de partículas empleada para describir el flujo de algunos fluidos viscoplasticos transparentes, incluyendo a los hidrogeles de Carbopol[®] [Pérez-González *et al.* (2012); Aktas *et al.* (2014); Ortega-Avila *et al.* (2016)].

En la siguiente sección se presenta una revisión de los trabajos que diferentes investigadores han realizado con respecto a la caracterización reológica de los fluidos con esfuerzo de cedencia y se describen brevemente sus aportaciones al entendimiento del comportamiento en flujo de dichos materiales. En particular, en la sección 1.3.2 se presenta una revisión de los trabajos acerca del uso de la geometría de propela en copa en la caracterización de fluidos viscoplasticos.

1.3.1 Caracterización reológica de fluidos viscoplásticos en presencia de deslizamiento usando diferentes geometrías de flujo

Jiang *et al.* (1986) caracterizaron el comportamiento reológico de dos hidrogeles de hidroxipropil goma guar (HPG) al 0.5% *p/p* usando reometría de capilar en presencia del deslizamiento en la pared. Jiang *et al.* (1986) utilizaron capilares con diferentes razones de longitud a diámetro, así como con superficies rugosas y lisas reportando diferencias significativas en los valores de la rapidez de corte para un mismo valor del esfuerzo de corte en la pared. Atribuyeron dicha diferencia al deslizamiento de los hidrogeles en los capilares con superficies lisas. Estos autores determinaron la velocidad de deslizamiento mediante el método de Mooney (1931) y encontraron una relación del tipo de ley de potencias entre la velocidad de deslizamiento v_s y el esfuerzo de corte. Finalmente, Jing *et al.* usaron el modelo de Herschel-Bulkley junto con los datos de deslizamiento para reconstruir el perfil de velocidad de uno de los hidrogeles de HPG y encontraron que la contribución del deslizamiento al flujo total a través del capilar, es decir al gasto volumétrico, fue mucho mayor que la contribución del flujo de corte del hidrogel, concluyendo que el mecanismo por el cual ocurre el deslizamiento en la pared debe ser estudiado detalladamente, además del posible efecto que pudiera tener el diámetro del capilar sobre el deslizamiento.

Más tarde, Kiljanski (1989) desarrolló un método para corregir curvas de flujo afectadas por el deslizamiento que exhiben algunos fluidos complejos, como la sangre humana, el cual requiere del uso de dos geometrías de Couette con razones de radios diferentes, suponiendo que el fluido en el espacio anular es newtoniano o de Ostwald-de Waele. Para derivar su método, supuso que el esfuerzo de corte y los valores de las velocidades de deslizamiento en los cilindros interno y externo son aproximadamente iguales si se considera una geometría de Couette con un espacio anular pequeño. El método consiste en construir curvas de flujo en un par de geometrías de Couette y calcular valores de una rapidez de corte característica como si no ocurriera el deslizamiento a diferentes esfuerzos de corte. Una vez conocida dicha rapidez de corte se puede calcular el valor de la velocidad de deslizamiento para un esfuerzo de corte dado, y posteriormente la rapidez de corte que realmente experimenta el seno del fluido. Kiljanski (1989) comprobó su método usando los

datos reportados previamente por Schlegel (1980) para muestras de sangre humana obtenidos en geometrías de Couette con espacios anulares diferentes.

Por su parte, Yeow *et al.* (2004) propusieron un método numérico, con bases similares a las propuestas por Kiljanski (1989), para calcular las velocidades de deslizamiento y la rapidez de corte de fluidos complejos que exhiben deslizamiento en la pared, incluyendo a los viscoplásticos como las suspensiones de arcilla, el cual involucra el uso de la geometría de Couette con espacios anulares pequeños. Para el cálculo de las velocidades de deslizamiento y de la rapidez de corte el método requiere de los datos experimentales de la velocidad angular del cilindro interno rotatorio, ω_i , de los esfuerzos de corte en la pared de los cilindros interno y externo, τ_{iw} y τ_{ow} , respectivamente, y de la suposición de que las velocidades de deslizamiento en ambos cilindros son prácticamente iguales, $v_{si}=v_{so}$. Además, estos autores supusieron que, si se trata de algún fluido con esfuerzo de cedencia, todo el material en el espacio anular se encuentra sometido a flujo de corte solamente. Al igual que Kiljanski (1989), Yeow *et al.* (2004) comprobaron su método mediante el uso de los datos reportados por Schlegel (1980) para muestras de sangre humana y por Yoshimura y Prud'homme (1988) para una suspensión de arcilla de bentonita al 1.96% *p/p*, obtenidos usando varias geometrías de Couette con razones de radios, κ , diferentes o iguales, respectivamente, y lo compararon con los métodos usados por dichos autores para corregir datos reométricos afectados por el deslizamiento. Yeow *et al.* (2004) concluyeron que al usar un conjunto de datos obtenidos en una geometría de Couette con un espacio anular apropiado es posible determinar el esfuerzo de cedencia de fluidos viscoplásticos en presencia del deslizamiento.

Por otra parte, Aral y Kalyon (1994) estudiaron el comportamiento en flujo de una suspensión concentrada de partículas de vidrio al 63% en volumen contenidas en una matriz polimérica (un copolímero de butadieno, acrilonitrilo y ácido acrílico) usando reometría rotacional de platos paralelos junto con una técnica de visualización del flujo. Aral y Kalyon (1994) se enfocaron en estudiar el efecto del tiempo y de la temperatura sobre el deslizamiento de la suspensión y analizaron la influencia de la rugosidad de las superficies de corte sobre el deslizamiento en la pared. Aral y Kalyon (1994) determinaron el esfuerzo de cedencia de la suspensión sin ajustar los datos reométricos a una ecuación constitutiva y

encontraron que el valor del esfuerzo de cedencia disminuyó con el incremento de la temperatura. También, estos autores demostraron que el deslizamiento en la pared puede ser suprimido al incrementar la rugosidad de las superficies de corte, aunque al mismo tiempo puede provocar la fractura de la muestra a valores muy bajos de la rapidez de corte aparente, en contraste con el uso de superficies lisas. De acuerdo con lo anterior, Aral y Kalyon (1994) señalaron que la caracterización reológica de este tipo de materiales se debería llevar a cabo usando técnicas que ayuden a identificar directamente estos fenómenos, como por ejemplo técnicas de visualización del flujo o de velocimetría, de otra manera la viscosidad de las suspensiones concentradas y de otros fluidos viscoplásticos podría ser fácilmente subestimada si se ignora el hecho de la existencia del deslizamiento o la posible fractura de la muestra.

Kalyon (2005) analizó el flujo de varias suspensiones concentradas de partículas rígidas a través de varias geometrías de flujo, a saber, una geometría de canal, una de capilar y una de placas paralelas con longitud y ancho infinitos (donde ocurre el flujo plano de Couette), con base en el deslizamiento aparente (ver figura 1.2d). Kalyon (2005) derivó ecuaciones que describen los perfiles de velocidad de fluidos viscoplásticos a través de las geometrías de flujo mencionadas en presencia del deslizamiento, además, mostró que los valores de la velocidad de deslizamiento se pueden obtener como una función del esfuerzo de corte en la pared si se conocen las propiedades reológicas del fluido que conforma la capa de deslizamiento aparente, es decir de la fase continua del fluido viscoplástico, así como el espesor de dicha capa. Con base en el análisis del flujo de las suspensiones en presencia del deslizamiento aparente, Kalyon (2005) sugirió que el esfuerzo de cedencia de estos materiales y de otros fluidos viscoplásticos se podría calcular cuando ocurre la transición del flujo tipo tapón a flujo de corte cuando la razón v_s/v_w es menor que 0.5, donde v_w es la velocidad de la placa en movimiento, o cuando la razón Q_s/Q es menor que la unidad, donde Q_s es la contribución al gasto volumétrico debida al deslizamiento y Q es el gasto total a través de la sección transversal del canal o del capilar. Finalmente, Kalyon (2005) concluyó que se podrían desarrollar métodos nuevos para obtener la viscosidad de las suspensiones concentradas, y por lo tanto de otros fluidos viscoplásticos, con base en el mecanismo por el cual ocurre el deslizamiento aparente.

Por otro lado, Ovarlez *et al.* (2008) emplearon la técnica de VIRM acoplada a un reómetro de cilindros concéntricos con un espacio anular grande para estudiar el flujo de Couette sin deslizamiento de varias emulsiones densas de aceite en agua con tamaños de gotas de 0.3, 1, 6.5 y 40 μm , cuyas fracciones en volumen fueron de 73, 75, 75 y 88%, respectivamente. Para eliminar el deslizamiento estos autores pegaron lija en ambos cilindros del reómetro de Couette. Mediante el uso de dicha técnica Ovarlez *et al.* (2008) obtuvieron perfiles de velocidad que mostraron el comportamiento viscoplástico de las emulsiones a partir de dos regiones de flujo diferentes separadas por una posición radial crítica, la posición de cedencia R_y , en la cual se alcanza el esfuerzo de cedencia. En la primera región, localizada entre el cilindro interno y R_y , se encontró que la muestra estaba sometida al flujo de corte, mientras que en la región comprendida entre R_y y el cilindro externo la velocidad del fluido fue cero, es decir ausencia del flujo. También, Ovarlez *et al.* (2008) mostraron que la región sin flujo disminuyó en tamaño a medida que se incrementó la velocidad de rotación del cilindro interno para todas las emulsiones, lo cual es característico del comportamiento en flujo de los fluidos con esfuerzo de cedencia en el reómetro de Couette. Por otra parte, estos autores reconstruyeron la curva de flujo real de las emulsiones a partir de los perfiles de velocidad (ver por ejemplo las secciones 4.2 y 4.3 de este trabajo), y mediante el ajuste de los datos al modelo de Herschel-Bulkley determinaron el esfuerzo de cedencia de las emulsiones. Finalmente, Ovarlez *et al.* (2008) compararon las curvas de flujo reales con las obtenidas mediante reometría de Couette convencional, es decir usando los datos de torca vs la velocidad angular del cilindro interno, y encontraron un excelente acuerdo entre ambos grupos de datos, lo cual mostró que las emulsiones densas pueden ser consideradas como fluidos con esfuerzo de cedencia simples.

Por otra parte, Coussot *et al.* (2009) analizaron el flujo de Couette sin deslizamiento de un hidrogel de Carbopol[®] usando la técnica de VIRM, acoplada al reómetro de Couette con un espacio anular grande. Estos autores obtuvieron distribuciones de velocidad del hidrogel en el espacio anular de la geometría de Couette para diferentes valores de la rapidez de rotación del cilindro interno en el intervalo de 2 a 100 *rpm*. Para valores bajos de la rapidez de rotación, es decir entre 2 y 15 *rpm*, estos autores encontraron dos zonas de flujo diferentes, a saber, una donde se observó el desarrollo del flujo de corte desde el cilindro interno hasta la posición R_y , la cual fue localizada dentro del espacio anular de la geometría de Couette, y

otra donde no se encontró evidencia de flujo. En esta última zona, localizada entre R_y y el cilindro externo, la velocidad del hidrogel fue cero. Para velocidades de rotación más altas, entre 50 y 100 rpm, Coussot *et al.* (2009) mostraron que el hidrogel se encontró sometido al flujo de corte en todo el espacio anular sin mostrar evidencia de la existencia de R_y . Este comportamiento fue similar al exhibido por las emulsiones viscoplásticas estudiadas previamente por Ovarlez *et al.* (2008). Por otra parte, Coussot *et al.* (2009) reconstruyeron la curva de flujo real del hidrogel a partir de los perfiles de velocidad, la cual fue bien ajustada por el modelo de Herschel-Bulkley, y la compararon con las curvas de flujo obtenidas mediante el uso de los reómetros de cono y plato y de cilindros concéntricos, respectivamente. Estos autores encontraron un excelente acuerdo entre todas las curvas de flujo y con base en dichos resultados señalaron que el hidrogel de Carbopol[®] es un fluido con esfuerzo de cedencia simple que no exhibe bandas de corte ni tixotropía.

Más tarde, Pérez-González *et al.* (2012) analizaron el comportamiento en flujo con deslizamiento de un hidrogel de Carbopol[®] al 0.2% p/p en la geometría de capilar acoplada con la técnica de VIP, es decir mediante reo-VIP. Pérez-González *et al.* (2012) obtuvieron perfiles de velocidad del hidrogel que evidenciaron el deslizamiento en la pared y la viscoplasticidad del fluido a través de dos regímenes de flujo diferentes, a saber, flujo tapón solamente, el cual ocurrió debido al deslizamiento en la pared para esfuerzos de corte por debajo del de cedencia, así como flujo de corte y flujo tapón para esfuerzos de corte mayores al de cedencia. El segundo régimen se caracterizó por una posición radial crítica, conocida como la posición de cedencia R_y , que delimita la región del flujo tapón y la del flujo de corte adyacente a la pared del capilar, con la región del flujo tapón disminuyendo al incrementar el valor de τ_w . Además, Pérez-González *et al.* (2012) determinaron directamente la velocidad de deslizamiento a partir de los perfiles de velocidad, la cual se incrementó al aumentar el valor de τ_w de acuerdo con una ley de potencias. Más aún, estos autores determinaron un valor confiable del esfuerzo de cedencia del hidrogel independientemente del deslizamiento en la pared mediante la localización de R_y en los perfiles de velocidad, posición que no se conoce *a priori* cuando se realizan mediciones reométricas convencionales. Finalmente, Pérez-González *et al.* (2012) mostraron que el esfuerzo de cedencia del hidrogel se puede calcular justo cuando $Q_s/Q < 1$, corroborando lo sugerido por Kalyon (2005).

Posteriormente, Aktas *et al.* (2014) analizaron el comportamiento en flujo con deslizamiento en la pared de un hidrogel de Carbopol[®] 940 al 0.2% *p/p* usando el reómetro de platos paralelos y el de capilar. La reometría de platos paralelos fue acoplada con una técnica de visualización del flujo (trazado con tinta) y con la técnica del seguimiento de partículas, mientras que la reometría de capilar fue acoplada con la técnica de VIP. Aktas *et al.* (2014) demostraron que el comportamiento en flujo del hidrogel fue caracterizado por la presencia del deslizamiento en la pared, el cual dio lugar a la aparición del flujo tapón para valores del esfuerzo de corte menores al de cedencia en ambas geometrías, y determinaron directamente los valores de la velocidad de deslizamiento, con la velocidad de deslizamiento incrementándose como una ley de potencias en función de τ_w . También, Aktas *et al.* (2014) demostraron que el flujo tapón del hidrogel ocurrió siempre que la razón v_s/v_l fue igual a 0.5 (donde v_l es la velocidad del plato inferior rotatorio) y cuando la razón Q_s/Q fue igual a la unidad, en las geometrías de platos paralelos y de capilar, respectivamente, consistente con lo sugerido por Kalyon (2005). Aktas *et al.* determinaron adicionalmente los parámetros reológicos del hidrogel con base en el análisis del mecanismo por el cual ocurre el deslizamiento aparente y en la detección de la transición del flujo tapón al flujo de corte mediante el uso de los datos de v_s vs τ_w . Finalmente, estos autores compararon distribuciones de velocidad teóricas que incluyen la contribución del deslizamiento al perfil de velocidad con las obtenidas experimentalmente usando reo-VIP y validaron por primera vez la aplicación de modelos constitutivos a flujos reométricos con deslizamiento en la pared para describir completamente la cinemática de flujo de estos materiales.

Dos años más tarde, Ortega-Avila *et al.* (2016) analizaron por primera vez el flujo anular axial de un hidrogel de Carbopol[®] 940 al 0.12% *p/p* entre dos tubos concéntricos usando la técnica de velocimetría por imágenes de partículas. Las distribuciones de velocidad obtenidas por Ortega-Avila *et al.* (2016) al usar reo-VIP mostraron la viscoplasticidad del hidrogel a través de la aparición del flujo tapón para valores de τ_w menores que el esfuerzo de cedencia y de la coexistencia del flujo tapón y del flujo de corte a esfuerzos de corte mayores que el de cedencia, con el flujo de corte ocurriendo en la vecindad de la pared de cada tubo. La aparición del flujo tapón ocurrió debido a la presencia del deslizamiento. Ortega-Avila *et al.* (2016) encontraron que los valores de las velocidades de deslizamiento medidas en la pared de cada tubo fueron prácticamente iguales, indicando que los valores

absolutos del esfuerzo de corte en la pared de dichos tubos también son iguales. De acuerdo con lo anterior Ortega-Avila *et al.* (2016) declararon que el flujo anular axial puede ser utilizado como un flujo viscosimétrico cuando la razón de radios es relativamente grande, $\kappa=0.79$. En esta aportación, Ortega-Avila *et al.* (2016) utilizaron métodos para obtener los parámetros reológicos del hidrogel similares a los empleados por Aktas *et al.* (2014). Así, Ortega-Avila *et al.* (2016) determinaron de manera confiable el esfuerzo de cedencia del hidrogel, y los otros dos parámetros reológicos del modelo de Herschel-Bulkley, el índice de consistencia, m , y el de adelgazamiento, n . Finalmente, Ortega-Avila *et al.* (2016) compararon las distribuciones de velocidad obtenidas experimentalmente con perfiles de velocidad teóricos que incluyen la contribución del deslizamiento y encontraron buena concordancia entre ambos grupos de datos, mostrando una vez más que la cinemática de flujo de fluidos viscoplásticos se puede describir por completo si se aplican los modelos constitutivos a los flujos viscosimétricos con deslizamiento en la pared.

De acuerdo con la revisión bibliográfica, está claro que a pesar de que existen varios métodos para caracterizar a los fluidos con esfuerzo de cedencia en presencia de deslizamiento, existen pocas investigaciones que validan la aplicación de este tipo de metodologías para obtener los parámetros reológicos de los fluidos viscoplásticos, en particular cuando se usan las geometrías de capilar y de ánulo [Aktas *et al.* (2014); Ortega-Avila *et al.* (2016)]. Sin embargo, no existen metodologías que hayan sido validadas para caracterizar el comportamiento reológico de los fluidos viscoplásticos en presencia del deslizamiento usando alguno de los reómetros torsionales, como por ejemplo el reómetro de Couette, el cual es ampliamente utilizado en la práctica. Por lo anterior, en este trabajo se proponen métodos nuevos, similares a los propuestos por Aktas *et al.* (2014) y Ortega-Avila *et al.* (2016), para describir el flujo de fluidos viscoplásticos con deslizamiento en la geometría de Couette.

En el Capítulo 2 se presenta el análisis del problema del flujo de fluidos viscoplásticos en el reómetro de Couette con deslizamiento en la pared, así como las derivaciones de los métodos propuestos para caracterizar fluidos con esfuerzo de cedencia en presencia del deslizamiento y del modelo para describir completamente su cinemática de flujo.

1.3.2 Caracterización reológica de fluidos con esfuerzo de cedencia usando la geometría de propela en copa

Como se discutió en las secciones previas, existen diferentes métodos que se han utilizado para caracterizar fluidos con esfuerzo de cedencia, entre ellos, el uso de la geometría de Couette y una variante de éste que es la geometría de propela en copa. Esta última geometría fue desarrollada en un principio para la caracterización de la resistencia de suelos [Flodin and Broms (1981)] y más tarde su uso se propuso para caracterizar fluidos complejos, incluidos los viscoplásticos, con base en la analogía de Couette.

Como se mencionó en la sección 1.3, Dzuy y Boger (1983) fueron los primeros en proponer el uso de la geometría de propela en copa para realizar mediciones reométricas. Estos autores propusieron un método directo, conocido como “*vane method*”, para obtener el esfuerzo de cedencia de fluidos viscoplásticos y lo probaron en la determinación del esfuerzo de cedencia de suspensiones concentradas de bauxita (barro rojo) y de una suspensión de dióxido de titanio al 37.3% *p/p*. Además, estos autores estudiaron el efecto que tienen la altura L y diámetro de la propela D , así como su velocidad angular ω_V , sobre el valor del esfuerzo de cedencia. Dicho valor lo compararon con el obtenido empleando algunos de los métodos mencionados en las secciones previas, a saber, con la extrapolación directa de los datos reológicos de una curva de flujo construida mediante reometría de capilar, y con la extrapolación de los datos de la curva de flujo asumiendo los modelos de Bingham, de Casson y de Herschel-Bulkley. Dzuy y Boger (1983) demostraron la reproducibilidad del valor obtenido del esfuerzo de cedencia de las suspensiones y señalaron entonces que la geometría de propela en copa puede ser utilizada para calcular el esfuerzo de cedencia de fluidos viscoplásticos, independientemente de las dimensiones geométricas de la propela si las mediciones se llevan a cabo en un intervalo de velocidades angulares de 0.1 a 8 rpm.

Dos años más tarde, Dzuy y Boger (1985) consideraron el efecto de la contribución a la torca debida a las superficies circulares formadas en la parte superior e inferior de la propela en el cálculo del esfuerzo de cedencia de suspensiones concentradas. Para analizar el problema, Dzuy y Boger (1985) supusieron una distribución de esfuerzos del tipo de ley de potencias en dichas superficies y otra simplemente desconocida. Al hacer tales suposiciones surgieron dos métodos diferentes para calcular el valor del esfuerzo de cedencia, aunque ambos requerían de varias mediciones usando propelas con dimensiones geométricas

diferentes. Dzuy y Boger (1985) compararon los resultados obtenidos al emplear dichos métodos y los hallaron consistentes con los obtenidos al emplear el método convencional propuesto en su trabajo anterior [Dzuy and Boger (1983)]. De tal manera que estos autores recomendaron el uso de una sola geometría de propela en copa para determinar el esfuerzo de cedencia empleando el método convencional, “*vane method*”, propuesto dos años atrás.

Con estas contribuciones, el uso de la geometría de propela en copa rápidamente se convirtió en una herramienta muy utilizada en las mediciones reológicas de fluidos complejos. Sin embargo, con el paso del tiempo los investigadores comenzaron a cuestionar la analogía de Couette, es decir, se preguntaban si el cilindro de fluido formado por la propela y el fluido atrapado entre sus palas era en efecto un cilindro de fluido con un radio equivalente al de las palas de la propela, con toda la muestra atrapada entre las palas moviéndose como un cuerpo rígido en rotación. Por lo anterior, algunos autores dirigieron su atención al estudio de la cinemática del flujo que ocurre en tal geometría y simularon y/o visualizaron el campo de flujo de fluidos newtonianos y no newtonianos en dicha geometría. Por ejemplo, Barnes y Carnali (1990) calcularon las líneas de corriente en una geometría de propela en copa para varios fluidos que siguen el modelo de ley de potencias (ver Apéndice A), con valores del índice de adelgazamiento, n , en el intervalo de $0.1-1$, y para un mismo valor del índice de consistencia, $m=1$. Estos autores reportaron líneas de corriente en forma de polígonos con una tendencia clara a formar círculos en la vecindad de las puntas de las palas de la propela cuando el valor del índice de adelgazamiento fue menor o igual a 0.5 . Con base en sus resultados, Barnes y Carnali (1990) señalaron que la geometría de propela en copa podría tratarse como una geometría de cilindros concéntricos al caracterizar fluidos con un comportamiento adelgazante cuando $n \leq 0.5$, validando con estos resultados el uso de la geometría de propela en copa con base en la analogía de Couette.

Por otra parte, diversos investigadores utilizaron técnicas de velocimetría acopladas a la geometría de propela en copa para obtener los perfiles de velocidad y estudiar el flujo de fluidos viscoplásticos que ocurre en la región anular de dicha geometría, reportando la mayoría de las veces perfiles de velocidad semejantes a los que ocurren en una geometría de cilindros concéntricos. Por ejemplo, Raynaud *et al.* (2002) estudiaron el flujo sin deslizamiento de suspensiones tixotrópicas concentradas de bentonita en fracciones de volumen de 3.2 y 4.6% *p/p* en una geometría de Couette y en otra de propela en copa con

dimensiones geométricas similares. Para ello, estos autores acoplaron la técnica de velocimetría por imágenes de resonancia magnética (VIRM) a ambas geometrías para obtener perfiles de velocidad de las suspensiones. En general Raynaud *et al.* (2002) mostraron que los perfiles de velocidad estaban compuestos por dos regiones diferentes en el espacio anular, una región donde se desarrollaba el flujo en la vecindad del cilindro interno de la geometría de Couette o en la vecindad de la propela, y otra donde no existía ningún desarrollo del flujo adyacente al cilindro externo o copa. Ambas regiones se encontraron separadas por una posición radial crítica, la posición de cedencia R_y , la cual fue asociada con el esfuerzo de cedencia de las suspensiones. Raynaud *et al.* (2002) encontraron que el valor de la posición radial de cedencia se incrementó al aumentar la velocidad angular del cilindro interno, haciendo que la región en la cual no existía el flujo tendiera a desaparecer. Además, estos autores también mostraron que la posición R_y se movía hacia radios más grandes al aumentar el tiempo de reposo de las suspensiones antes de su caracterización (es decir para diferentes historias de flujo de las muestras), lo cual reveló el carácter tixotrópico de las suspensiones. Por otra parte, Raynaud *et al.* (2002) compararon perfiles de velocidad obtenidos para la suspensión de bentonita al 3.2% en volumen en la geometría de propela en copa con los obtenidos en la geometría de Couette y encontraron que la velocidad del fluido en la punta de las palas de la propela, es decir en $r=R_V$, fue menor que la velocidad de la propela en tal posición, argumentando que lo anterior se debía a posibles flujos secundarios. Además, estos autores mostraron que el fluido atrapado entre las palas de la propela solamente se comportó como un sólido en rotación hasta una posición radial menor que R_V y observaron que los perfiles de velocidad obtenidos en la geometría de propela en copa tenían una pendiente menos pronunciada que la del perfil obtenido en la geometría de Couette a la misma velocidad angular, resultados que cuestionan por sí mismos el uso de la geometría de propela en copa con base en la analogía de Couette.

Más tarde, Derakhshandeh *et al.* (2010a) utilizaron la técnica de velocimetría por ultrasonido Doppler (VUD) para determinar el esfuerzo de cedencia de varias suspensiones de fibra de pulpa comerciales en concentraciones de masa desde 0.5% p/p hasta 5% p/p empleando una geometría de propela en copa con cuatro palas y bajo condiciones de no deslizamiento en la frontera de la copa. Derakhshandeh *et al.* (2010a) calcularon los valores del esfuerzo de cedencia a partir de los perfiles de velocidad obtenidos con la técnica de

VUD. Los perfiles de velocidad evidenciaron la viscoplasticidad de las suspensiones a través de una región localizada en la vecindad de las puntas de las palas de la propela donde se desarrolló el flujo de corte y de otra donde no ocurrió el flujo, ambas separadas por la posición de cedencia R_y . Para el cálculo del esfuerzo de cedencia de las suspensiones, Derakhshandeh *et al.* (2010a) asumieron que se cumple la analogía de Couette y entonces localizaron la posición R_y en el espacio anular, a partir de la cual pudieron calcular el esfuerzo de cedencia de las suspensiones empleando la distribución de esfuerzos que ocurre en una geometría de Couette con dimensiones geométricas equivalentes a las de la propela (ver por ejemplo la ecuación 4.1 en la sección 4.3). Por otra parte, Derakhshandeh *et al.* (2010a) mostraron que la velocidad de las suspensiones en la posición $r=R_V$ fue igual a la velocidad de la propela en dicha posición, hecho que está de acuerdo con la analogía de Couette, aunque en contraste con los perfiles de velocidad reportados por Raynaud *et al.* (2002) en una geometría de propela en copa.

Un año más tarde, Derakhshandeh *et al.* (2011) estudiaron el fenómeno de tixotropía en suspensiones concentradas de fibra de pulpa al 6% *p/p* a través de mediciones reométricas y empleando la técnica de VUD acoplada a una geometría de propela en copa con un espacio anular grande y despreciando el deslizamiento en la copa. En particular estos autores determinaron el esfuerzo de cedencia a partir de los perfiles de velocidad obtenidos con la técnica de VUD, de manera similar a como lo hicieron Derakhshandeh *et al.* (2010a). Derakhshandeh *et al.* (2011) describieron los perfiles de velocidad empleando el modelo de Herschel-Bulkley y también reportaron que el máximo de la velocidad del fluido se localizó en la punta de las palas de la propela, es decir en $r=R_V$.

Por otra parte, Derakhshandeh *et al.* (2010b) estudiaron el efecto de la concentración, del pH y de lignina (con y sin) en el comportamiento reológico de varias suspensiones de fibra de pulpa comerciales (1-5% *p/p*) utilizando la técnica de VUD acoplada a una geometría de propela en copa con espacio anular grande, por lo que despreciaron el deslizamiento en la copa. A partir de los perfiles de velocidad obtenidos bajo diferentes condiciones de flujo, estos autores encontraron que el esfuerzo de cedencia se incrementó al aumentar la concentración de las suspensiones de fibra de pulpa, así como al aumentar el pH de éstas de un valor de 8 a 10. Además, Derakhshandeh *et al.* (2010b) mostraron que los perfiles experimentales de las suspensiones de fibra de pulpa fueron bien descritos por el modelo de

Herschel-Bulkley, encontrando las dos regiones de flujo características de los fluidos viscoplásticos en la geometría de propela en copa separadas por la posición de cedencia R_y . Finalmente, estos autores reportaron la presencia del deslizamiento de las suspensiones en la vecindad de la posición $r=R_V$ para velocidades angulares relativamente bajas, en contraste con la suposición de que la geometría de propela en copa previene el deslizamiento.

A pesar de que existe una gran cantidad de trabajos que involucran el uso de la geometría de propela en copa en las mediciones reológicas de fluidos complejos, todavía no hay suficientes investigaciones que se enfoquen en analizar la cinemática de flujo que ocurre en esta geometría como para justificar la validez de la analogía de Couette. Además, en la mayoría de los trabajos realizados se asume la condición de no deslizamiento en la copa, o el deslizamiento se trata de suprimir empleando copas con superficies rugosas o ranuradas. A la fecha, el único trabajo detallado acerca de la cinemática del flujo que ocurre en una geometría de propela en copa fue publicado por Ovarlez *et al.* (2011). Estos autores reportaron perfiles de velocidad para diferentes fluidos en una geometría de propela en copa acoplada con la técnica de VIRM, a saber, de un fluido newtoniano (aceite de silicona), de un fluido con esfuerzo de cedencia simple (una emulsión concentrada de agua en aceite), y de una suspensión de partículas no coloidales (40% en volumen de partículas rígidas suspendidas en la emulsión). En general, Ovarlez *et al.* (2011) mostraron que solamente una parte del fluido atrapado entre las palas de la propela se mueve como un cuerpo rígido en rotación, con la posición donde termina este comportamiento menor que el radio de la propela, R_V . En el caso del fluido newtoniano, estos autores reportaron que la posición radial donde termina el movimiento como el de un cuerpo rígido se mantuvo constante independientemente de las condiciones de flujo, es decir de la velocidad angular de la propela, y demostraron que el valor del radio equivalente R_{eq} se puede obtener directamente de los perfiles de velocidad del fluido newtoniano, resultados que están de acuerdo con la analogía de Couette para fluidos newtonianos. Por otro lado, para el caso del fluido con esfuerzo de cedencia simple, Ovarlez *et al.* (2011) reportaron un cambio en la posición radial donde termina el movimiento como el de un cuerpo rígido en rotación al variar la velocidad angular de la propela, y sugirieron una posible dependencia del valor de R_{eq} con las condiciones de flujo. Finalmente, para el caso de la suspensión concentrada de partículas no coloidales, al igual que lo reportado por Derakhshandeh *et al.* (2010b) para las suspensiones

de fibra de pulpa, Ovarlez *et al.* (2011) también reportaron la presencia del deslizamiento alrededor de la posición $r=R_V$. Con base en sus resultados, Ovarlez *et al.* (2011) señalaron que la analogía de Couette difícilmente puede ser definida para analizar las propiedades reológicas de fluidos con esfuerzo de cedencia usando la geometría de propela en copa.

Con base en la revisión presentada anteriormente, en este trabajo también se analizó el flujo de un fluido newtoniano (glicerina) y de un fluido modelo con esfuerzo de cedencia (un hidrogel de Carbopol 940[®] al 0.12% p/p) en una geometría de propela en copa acoplada con la técnica de velocimetría por imágenes de partículas para probar la validez de la analogía de Couette.

CAPÍTULO 2

TEORÍA DEL FLUJO DE COUETTE

2.1 Reómetros torsionales o de Couette

Los reómetros torsionales o rotacionales son geometrías de flujo que se han utilizado ampliamente en la caracterización reológica de diferentes tipos de fluidos, incluyendo a los viscoplásticos. Entre este tipo de reómetros se encuentran el reómetro de Couette, de platos paralelos, de cono y plato, y la geometría de propela en copa. Cuando se utilizan estos reómetros en la caracterización reológica se genera un flujo de corte debido al movimiento relativo de las superficies que conforman la geometría de medición. En particular, el reómetro de Couette fue el primer reómetro torsional que se utilizó en la práctica y fue propuesto por Maurice Couette en 1890 para la caracterización reológica tanto de fluidos newtonianos como no newtonianos. Así, al reómetro de cilindros concéntricos se le conoce comúnmente como reómetro de Couette, en honor a Maurice Couette. Hoy en día, el reómetro de Couette y la geometría de propela en copa son quizás las más utilizadas por los investigadores en la caracterización reológica de los fluidos con esfuerzo de cedencia, por lo que el estudio de la cinemática del flujo que ocurre en dichas geometrías para este tipo de fluidos es relevante en la obtención de sus propiedades reológicas.

A continuación, se presenta una solución analítica al problema del flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley considerando el deslizamiento en la pared. La validez de dicha solución se prueba directamente con mediciones experimentales de VIP y se discute detalladamente en el capítulo 4. Por su parte, en la sección 2.3 se presentan las bases teóricas para el uso de la geometría de propela en copa junto con la analogía de Couette para la caracterización reológica de fluidos complejos.

2.2 Flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley con deslizamiento

En la figura 2.1 se muestra una representación esquemática del reómetro de Couette, el cual consiste en dos cilindros concéntricos, un cilindro interno de radio R_i y longitud L y uno externo de radio R_o , de tal manera que la razón de radios de la geometría está dada por $\kappa=R_i/R_o$. La vista superior de dicha figura muestra el campo de flujo de un fluido con esfuerzo de cedencia localizado en el espacio anular para el caso en el cual ocurre deslizamiento en la pared. La muestra se coloca en el espacio entre los cilindros y mediante la imposición de una

torca M , el cilindro interno se hace rotar a una velocidad angular ω_i para generar el flujo mientras el externo se mantiene fijo ($\omega_o=0$).

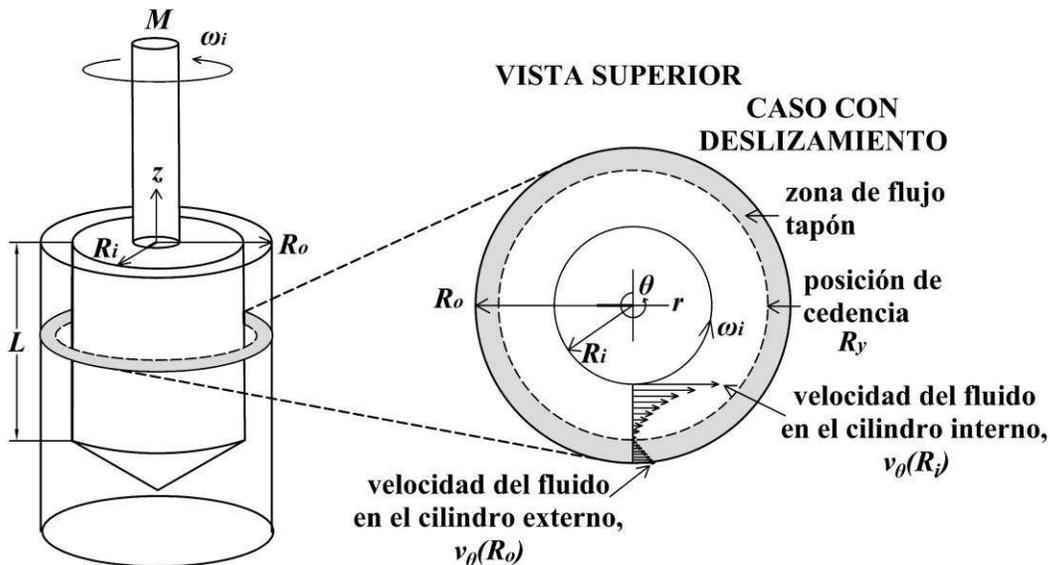


Figura 2.1. Representación esquemática del reómetro de Couette. La vista superior muestra el campo de flujo de un fluido viscoplástico con deslizamiento en la pared.

Para analizar el flujo de Couette y encontrar el perfil de velocidad del fluido entre los cilindros, las ecuaciones de conservación de masa y de movimiento se resuelven en coordenadas cilíndricas asumiendo que a) el flujo es estacionario (para condiciones de flujo reptante), laminar e isotérmico, b) el flujo es simétrico con efectos de extremos despreciables, c) la influencia de la gravedad es despreciable, d) el fluido es incompresible y finalmente, e) no existe deslizamiento en la pared. Cuando las ecuaciones de conservación de masa y de movimiento se resuelven bajo todas estas consideraciones, la única componente del campo de velocidad diferente de cero está dada por $v_\theta=v_\theta(r)$ (velocidad tangencial) y a partir de la integración de la componente θ de la ecuación de movimiento se obtiene una expresión para el esfuerzo de corte:

$$\tau_{r\theta} = \frac{C}{r^2} \tag{2.1}$$

Donde $C=M/2\pi L$ se obtiene de un balance de torca realizado sobre el cilindro interno, M es la torca aplicada sobre dicho cilindro y L es su longitud (véase la sección B.1 del apéndice B). Por lo tanto, la ecuación (2.1) puede escribirse de la siguiente forma:

$$\tau_{r\theta} = \frac{M}{2\pi L r^2} \quad (2.2)$$

Es importante mencionar que la ecuación (2.2) es independiente del tipo de fluido. En la figura 2.2 se ilustra la distribución del esfuerzo entre los cilindros interno y externo de un reómetro de Couette, donde puede verse que el esfuerzo de corte es más alto en el cilindro interno y que el esfuerzo es mayor que cero en el externo.

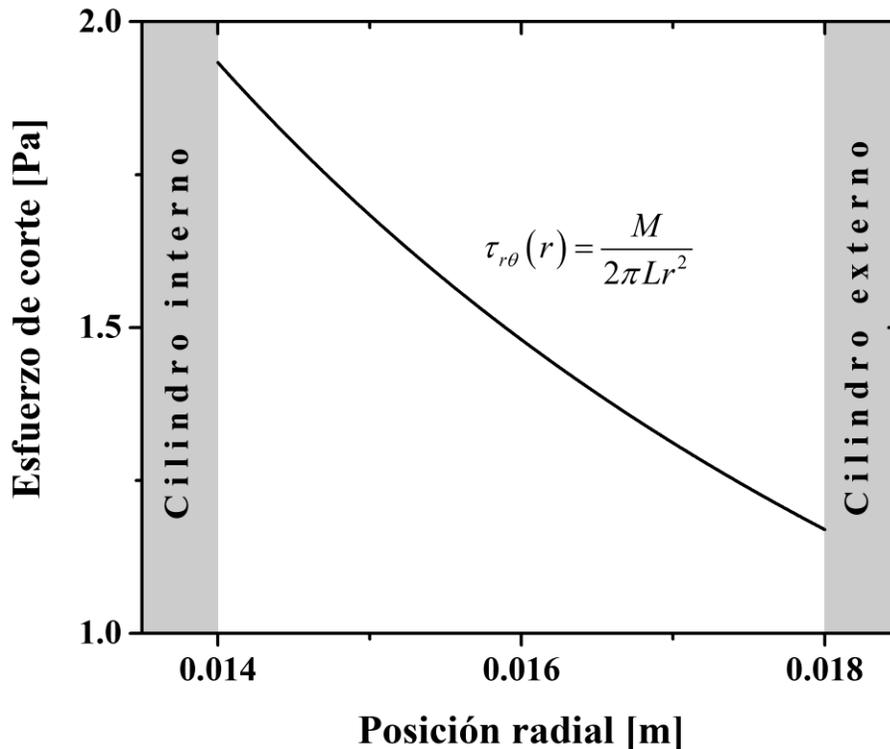


Figura 2.2. Representación esquemática de la distribución del esfuerzo de corte en un reómetro de Couette con radio interno $R_i=0.014$ m y externo $R_o=0.018$ m.

Por otra parte, cuando se rota el cilindro interno, la rapidez de corte $\dot{\gamma}_{r\theta}$ está dada por:

$$\dot{\gamma}_{r\theta} = -r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (2.3)$$

Para un fluido newtoniano, la ecuación constitutiva es la siguiente:

$$\tau_{r\theta} = -\mu r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (2.4)$$

Por lo tanto, si se considera la condición de no deslizamiento, se obtiene el perfil de velocidad $v_\theta(r)$ para un fluido newtoniano en el reómetro de Couette como (los detalles de la solución se pueden revisar en la sección B.2 del apéndice B):

$$v_\theta(r) = \omega_i r \left[\frac{\left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2 - \kappa^2}{1 - \kappa^2} \right] \quad (2.5)$$

El perfil de velocidad de la ecuación (2.5) se aproxima a uno lineal cuando la razón de radios κ se encuentra entre 0.92 y uno [Macosko (1994)], como se muestra en la figura 2.3. Por otra parte, la ecuación constitutiva en forma escalar para un fluido de Herschel-Bulkley está dada por:

$$\begin{aligned} \tau_{r\theta} &= \pm \tau_y - m \left| r \frac{d(v_\theta/r)}{dr} \right|^{n-1} \left(r \frac{d(v_\theta/r)}{dr} \right) \quad ; \quad |\tau_{r\theta}| > \tau_y \\ \dot{\gamma}_{r\theta} &= -r \frac{d(v_\theta/r)}{dr} = 0 \quad ; \quad |\tau_{r\theta}| \leq \tau_y \end{aligned} \quad (2.6)$$

En la ecuación (2.6), τ_y , m y n son el esfuerzo de cedencia, el índice de consistencia y el índice de adelgazamiento del material, respectivamente. En la ecuación (2.6) el valor negativo de τ_y se usa cuando $d(v_\theta/r)/dr > 0$, es decir para $\tau_{r\theta} < 0$. Cuando se tiene el caso en el cual existe deslizamiento en ambos cilindros de la geometría de Couette para un fluido de Herschel-Bulkley, se deben de considerar tres regímenes de flujo diferentes, a saber, un régimen de flujo en el cual todo el fluido entre los cilindros concéntricos se comporta como un sólido en rotación, es decir $v_\theta(r) = r\omega_i$, otro en el que existen simultáneamente el flujo de corte y el movimiento como el de un sólido en rotación, y por último, uno en el cual el fluido se encuentra bajo flujo cortante en todo el espacio anular. La vista superior en la figura 2.1 muestra el campo de flujo de un fluido con esfuerzo de cedencia en la geometría de Couette con deslizamiento para el caso en el que ocurren simultáneamente el flujo de corte y el movimiento como el de un cuerpo rígido.

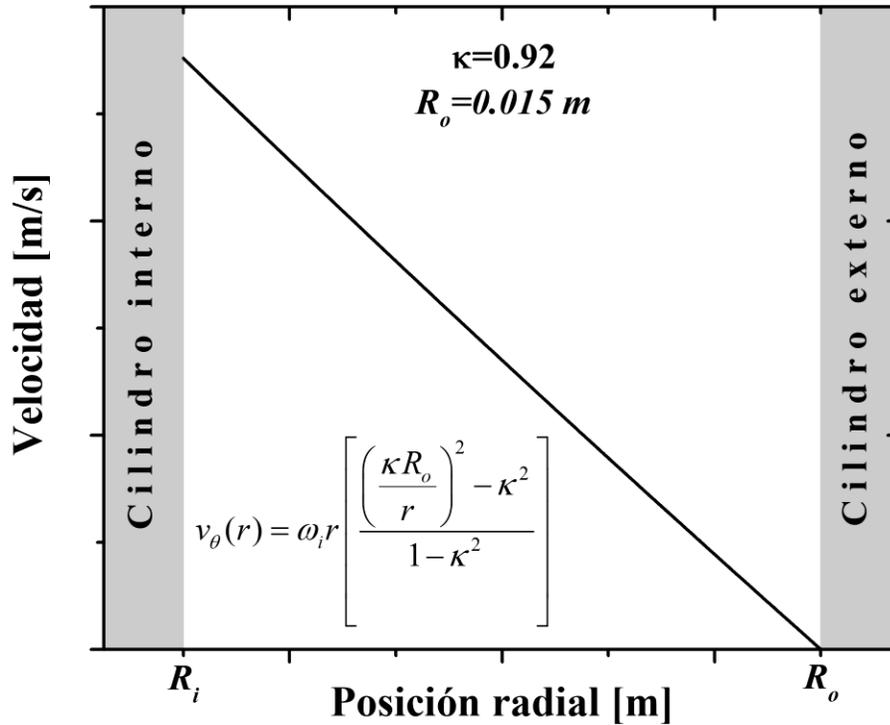


Figura 2.3. Perfil de velocidad teórica de un fluido newtoniano en el reómetro de Couette para $\kappa=0.92$, $R_o=0.015 \text{ m}$ y $\omega_i=1 \text{ rad/s}$.

El comportamiento como el de un sólido en rotación debe ocurrir para esfuerzos de corte aplicados sobre el cilindro interno, τ_{iw} , menores que el de cedencia, es decir, $\tau_{iw} < \tau_y$. Parte del fluido estará sometido a flujo cortante y el resto se comportará como un sólido en rotación si $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$, donde τ_{ow} es el esfuerzo de corte en el cilindro externo. Finalmente, todo el fluido estará sometido a flujo cortante cuando $\tau_{ow} > \tau_y$. En la figura 2.4 se pueden apreciar perfiles de velocidad que ilustran los tres casos anteriores. Por otra parte, cuando existe deslizamiento en la pared se debe de considerar la velocidad de deslizamiento, la cual se define como la diferencia entre la velocidad del fluido adyacente a la pared y la velocidad de la pared. Está reportado en la literatura [Kalyon (2005); Aktas *et al.* (2014)] que la velocidad de deslizamiento, v_s , es una función del esfuerzo de corte en la pared, τ_w , del tipo de ley de potencias:

$$v_s = \pm \beta \tau_w^{s_b} \tag{2.7}$$

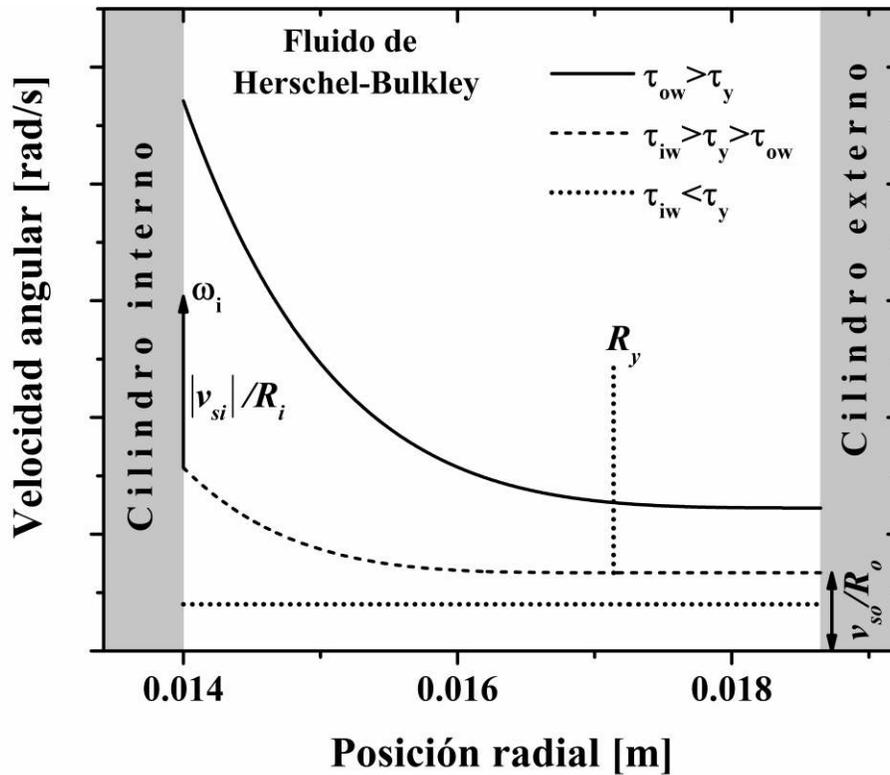


Figura 2.4. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley bajo diferentes condiciones de flujo en un reómetro de Couette con deslizamiento. En este caso solamente rota el cilindro interno con velocidad angular ω_i , mientras que el externo se mantiene fijo, $\omega_o=0$. La magnitud de las flechas indica la diferencia entre la velocidad angular del fluido adyacente a cada uno de los cilindros y la velocidad angular del cilindro correspondiente, mientras que la línea vertical punteada indica la posición radial R_y para cuando $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$.

Donde β y s_b son el coeficiente y el exponente de deslizamiento, respectivamente, los cuales dependen del fluido y de los materiales de construcción, así como de las características de la superficie de la geometría de medición [Meeker *et al.* (2004a); Meeker *et al.* (2004b); Aktas (2014)]. Por lo tanto, para el flujo de Couette deben existir dos velocidades de deslizamiento, a saber, una en el cilindro interno v_{si} , y otra en el externo v_{so} , las cuales de acuerdo con la definición de velocidad de deslizamiento se pueden escribir como sigue:

$$v_{si} = v_{\theta}(R_i) - \omega_i R_i \quad (2.8)$$

$$v_{so} = v_{\theta}(R_o) - \omega_o R_o \quad (2.9)$$

En las ecuaciones (2.8) y (2.9), $v_{\theta}(R_i)$ y $v_{\theta}(R_o)$ son las velocidades tangenciales del fluido en los cilindros interno y externo, respectivamente, y ω_i y ω_o son las velocidades angulares de los cilindros interno y externo, respectivamente. Nótese que, en las ecuaciones (2.8) y (2.9), para el caso en el cual se rota el cilindro interno mientras el externo se mantiene fijo se tiene que $v_{si} < 0$ y $v_{so} > 0$. Las ecuaciones (2.8) y (2.9), de acuerdo con la ecuación (2.7), también se pueden escribir de la siguiente manera:

$$v_{si} = -\beta_1 \tau_{iw}^{s_{b1}} \quad (2.10)$$

$$v_{so} = \beta_2 \tau_{ow}^{s_{b2}} \quad (2.11)$$

Donde β_1 y β_2 son los coeficientes de deslizamiento en el cilindro interno y externo, respectivamente, los cuales únicamente dependen de la interacción pared-fluido, y s_{b1} y s_{b2} son los exponentes de deslizamiento en el cilindro correspondiente.

Es importante mencionar en este punto, que para muchos fluidos viscoplásticos el deslizamiento en la pared se atribuye a la formación de la “capa de Vand” [Vand (1948)]. En el apéndice C se presenta la solución general al problema del flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley cuando ocurre el deslizamiento aparente, considerando la rotación simultánea y en la misma dirección de ambos cilindros, ya sea que el cilindro interno rote con mayor rapidez que el externo, $\omega_i > \omega_o$, o viceversa, $\omega_o > \omega_i$. Tales soluciones se pueden reducir a ecuaciones que describen los perfiles de velocidad de fluidos de Bingham, de Ostwald-de Waele y newtonianos en dicho reómetro para ambos casos. Dada la importancia práctica que tiene el reómetro de Couette, la consideración de estas situaciones podría ser de utilidad en investigaciones futuras. Sin embargo, debido a que el espesor de la capa de deslizamiento aparente es tan pequeño y mucho menor en comparación con las dimensiones geométricas de la geometría de medición, en este caso el espacio entre los cilindros concéntricos, en lo subsecuente se presentan ecuaciones que corresponden al caso específico en el cual el deslizamiento que ocurre en los cilindros es real, es decir, que dicho fenómeno toma lugar únicamente debido a una falla de adhesión entre el fluido y la superficie de los cilindros. Además, dichas ecuaciones pertenecen al caso específico en el que solamente se rota el cilindro interno mientras el externo se mantiene fijo.

Por lo tanto, para obtener el perfil de velocidades de un fluido de Herschel-Bulkley en el reómetro de Couette con deslizamiento real cuando solamente rota el cilindro interno con velocidad angular ω_i , se puede comenzar escribiendo a la ecuación (2.1) de la siguiente manera:

$$\tau_{r\theta}(r) = \frac{C}{r^2} = -\eta(r) \frac{rd(v_\theta / r)}{dr} \quad (2.12)$$

Donde $\eta(r)$ es la distribución de viscosidad de corte de un fluido en el espacio anular. Al considerar el deslizamiento en el cilindro interno, la integración de la ecuación (2.12) desde dicho cilindro hasta cualquier posición radial, r , conduce a la siguiente expresión:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - C \int_{R_i}^r \frac{dr}{\eta(r)r^3} \quad (2.13)$$

La ecuación (2.13) describe de manera general el perfil de la velocidad angular de algún fluido en flujo de Couette con deslizamiento. Esta ecuación toma la siguiente forma al considerar la condición de deslizamiento en el cilindro externo (en $r=R_o$):

$$\omega_i = \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{v_{si}}{R_i} + C \int_{R_i}^{R_o} \frac{dr}{\eta(r)r^3} \quad (2.14)$$

Usando la distribución del esfuerzo de corte (ecuación (2.1)) y la rapidez de deformación (ecuación (2.3)), las ecuaciones (2.13) y (2.14) toman, respectivamente, la siguiente forma:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \int_{R_i}^r \frac{\dot{\gamma}_{r\theta}(r) dr}{r} \quad (2.15)$$

$$\omega_i = \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{2} \int_{\tau_{Ro}}^{\tau_{Ri}} \frac{\dot{\gamma}_{r\theta}(\tau_{r\theta})}{\tau_{r\theta}} d\tau_{r\theta} \quad (2.16)$$

Así, cuando se trata del flujo de Couette con deslizamiento real de un fluido de Herschel-Bulkley, la ecuación (2.15) se convierte en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad ; \quad R_i \leq r \leq R_y \quad (2.17)$$

Donde $R_y = (C/\tau_y)^{1/2}$ es la posición radial de cedencia y la constante C se puede determinar utilizando los datos en estado estacionario de la torca, M , versus la velocidad angular del cilindro interno, ω_i . Nótese que la ecuación (2.17) describe el perfil de la velocidad angular

de un fluido de Herschel-Bulkley sometido a flujo cortante, por lo que dicha ecuación es válida hasta R_y , posición en la cual el esfuerzo alcanza al esfuerzo de cedencia, $\tau_{r\theta}(R_y)=\tau_y$. De acuerdo con la distribución del esfuerzo de corte, para una condición de flujo dada, R_y podría caer entre los cilindros, es decir, $R_i \leq R_y \leq R_o$, o más allá del cilindro externo, $R_y \geq R_o$. Para este último caso, la ecuación (2.17) puede describir por sí sola el perfil de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley en el reómetro de Couette en presencia de deslizamiento real (ver el perfil teórico en la figura 2.4 representado por la línea continua). Sin embargo, tal ecuación no describe completamente el perfil que ocurre cuando R_y se localiza entre los cilindros, es decir cuando el fluido se encuentra sometido parcialmente al flujo cortante. Cuando R_y cae entre los cilindros, para el caso en el que la condición de no deslizamiento se cumple en la geometría de Couette, se deduce fácilmente que $v_\theta(r)/r=0$ para $R_y \leq r \leq R_o$, de tal manera que existe una región de flujo y otra donde no lo hay, ambas delimitadas por R_y [ver por ejemplo Chatzimina *et al.* (2009)]. Sin embargo, cuando existe deslizamiento en las fronteras del reómetro de Couette, se espera que la velocidad del fluido sea diferente de cero para $R_y \leq r \leq R_o$. De acuerdo con el modelo de Herschel-Bulkley y con la distribución del esfuerzo de corte, se sabe que $\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = -r d(v_\theta/r)/dr = 0$ para $R_y \leq r \leq R_o$, esto implica que $v_\theta(r)/r$ debe ser constante en dicha región. Por lo tanto, cuando el fluido se encuentra parcialmente bajo flujo cortante, la velocidad del fluido más allá de la posición de cedencia está dada por:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i}^{R_y} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} = \frac{v_{so}}{R_o} \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o \quad (2.18)$$

Vale la pena mencionar que las ecuaciones (2.17) y (2.18) se presentan por primera vez en este trabajo para describir el flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley en presencia de deslizamiento. Así, las ecuaciones (2.17) y (2.18), juntas, describen el perfil de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley en el reómetro de Couette con deslizamiento cuando $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$ (ver por ejemplo el perfil teórico de la velocidad angular en la figura 2.4 representado por la línea discontinua). Finalmente, la ecuación (2.18) describe el perfil de la velocidad angular del fluido de Herschel-Bulkley cuando $\tau_{iw} < \tau_y$, como se muestra en la figura 2.4 a través del perfil representado por la línea de puntos. Nótese, que dichas ecuaciones no se pueden resolver a menos que se conozcan tanto los parámetros reológicos del fluido, es decir τ_y , m y n , como las velocidades de deslizamiento en ambos cilindros, v_{si} y v_{so} . Por otra

parte, cuando se trata de un fluido de Herschel-Bulkley, la ecuación (2.16) toma la siguiente forma:

$$\omega_i = \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i}^{R_y} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad (2.19)$$

Para un fluido viscoplástico, cuando el esfuerzo de corte en el espacio anular es menor que el de cedencia, de la ecuación (2.6) se tiene que $\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = 0$. En consecuencia, el último término del lado derecho de las ecuaciones (2.16) y (2.19) también es igual a cero, por lo tanto, estas ecuaciones se reducen a:

$$\omega_i = \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{v_{si}}{R_i} \quad ; \quad \tau_{r\theta} < \tau_y \quad (2.20)$$

Nótese que la ecuación (2.20) se puede utilizar para calcular el valor de la velocidad angular del cilindro interno como una función del esfuerzo de corte en la pared si se conocen los valores de v_{si} y v_{so} obtenidos a partir de condiciones de flujo en las cuales $\tau_{iw} < \tau_y$. Así, de acuerdo con la ecuación (2.20), si para una condición de flujo determinada todo el fluido entre los cilindros concéntricos se comporta como un sólido en rotación, el valor de la velocidad angular del cilindro interno calculado por dicha ecuación debe ser igual al medido experimentalmente por el reómetro. Por lo tanto, la ecuación (2.20) sugiere que el esfuerzo de corte medido en el cilindro interno, para el cual el valor de ω_i teórico se desvía del experimental, debe ser igual al esfuerzo de cedencia.

Finalmente, al sustituir las ecuaciones (2.10) y (2.11) en la ecuación (2.20), se obtienen las siguientes expresiones para los esfuerzos de corte en el cilindro interno y externo, respectivamente:

$$\tau_{iw} = \left(\frac{\omega_i R_o}{\beta \left(1 + \frac{1}{\kappa^{1+2s_b}} \right)} \right)^{1/s_b} \frac{1}{\kappa^2} \quad ; \quad \tau_{r\theta} < \tau_y \quad (2.21)$$

$$\tau_{ow} = \left(\frac{\omega_i R_o}{\beta \left(1 + \frac{1}{\kappa^{1+2S_b}} \right)} \right)^{1/S_b} ; \quad \tau_{r\theta} < \tau_y \quad (2.22)$$

Las ecuaciones (2.21) y (2.22) se pueden utilizar para calcular los valores del esfuerzo de corte, tanto en el cilindro interno como en el externo, si se conocen los parámetros de deslizamiento β y s_b obtenidos a partir de condiciones de flujo tales que $\tau_{iw} < \tau_y$, es decir, en las cuales el fluido se comporta como un sólido en rotación en todo el espacio anular. Por lo tanto, estas ecuaciones sugieren que el esfuerzo de cedencia es igual al esfuerzo de corte en la pared, para el cual los valores teóricos de τ_{iw} o τ_{ow} se desvían de los medidos experimentalmente.

Vale la pena resaltar que, como se discutió previamente, las ecuaciones (2.17) a (2.22) se pueden utilizar para determinar los parámetros reológicos de este tipo de materiales. La validez de estas ecuaciones para el cálculo del esfuerzo de cedencia se discute detalladamente en el capítulo de resultados usando mediciones de reo-VIP.

2.3 Geometría de propela en copa y su analogía de Couette

La geometría de propela en copa, como se muestra en la figura 2.5, consiste en dos partes concéntricas, una propela con 4, 6 u 8 palas rectas de radio R_V y longitud L y una copa cilíndrica de radio R . La propela se sumerge en una muestra contenida en una copa cilíndrica y se hace rotar bajo condiciones de rapidez de deformación o esfuerzo controlado, es decir controlando la velocidad angular de la propela ω_V o la torca M .

Para hacer la analogía de Couette se supone que la propela arrastra la muestra contenida entre sus palas como a un cilindro sólido en rotación de radio equivalente $R_{eq}=R_i$ [Bousmina *et al.* (1999); Aït-Kadi *et al.* (2002); Estellé *et al.* (2008)], el cual a su vez arrastra al resto de la muestra localizada entre las puntas de las palas y la copa mientras rota en la dirección azimutal para generar un flujo cortante, de tal manera que el campo de flujo entre el cilindro de fluido arrastrado por las palas de la propela y la copa se asume similar al que ocurre entre dos cilindros concéntricos sólidos (ver figura 2.5). De acuerdo con lo anterior, la distribución del esfuerzo de corte $\tau_{r\theta}(r)$ y la rapidez de corte dados por las ecuaciones (2.2) y (2.3)

respectivamente, son válidas en el espacio anular entre las puntas de las palas de la propela y la copa para el flujo isotérmico, laminar y en estado estacionario de fluidos incompresibles. Por lo tanto, para un fluido newtoniano en la geometría de propela en copa cuando no existe deslizamiento, de acuerdo con la analogía de Couette y la ecuación (2.5), el perfil de velocidad se puede expresar como:

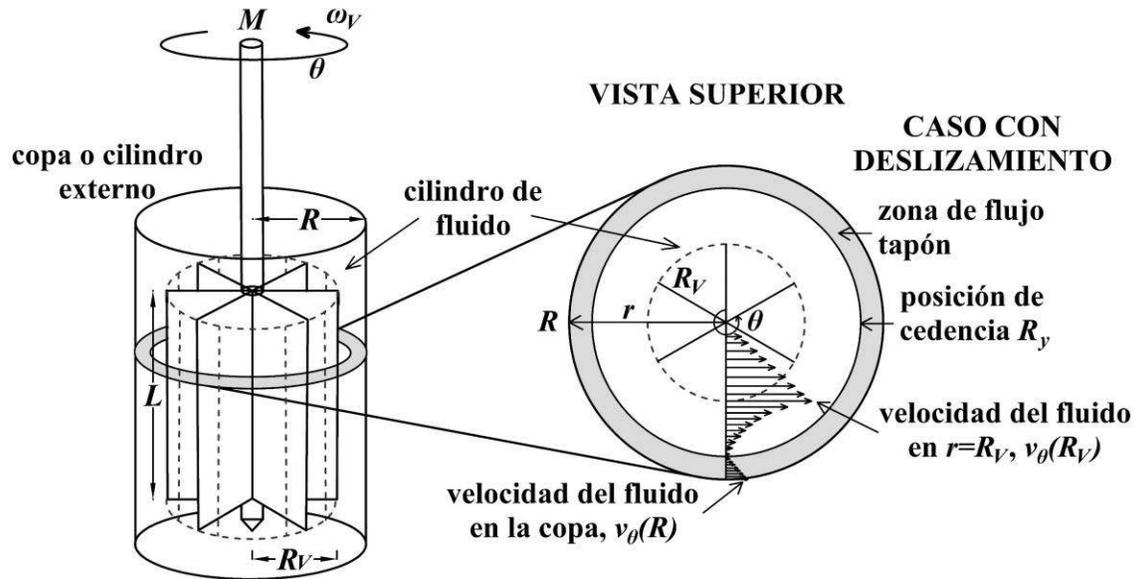


Figura 2.5. Representación esquemática de una geometría de propela en copa con seis palas. Las líneas punteadas representan el cilindro de fluido formado por las palas. La vista superior muestra el campo de flujo de un fluido viscoplastico con deslizamiento.

$$v_{\theta}(r) = \omega_V r + \frac{\omega_V r}{1 - \kappa^2} \left[\left(\frac{R_{eq}}{r} \right)^2 - 1 \right] ; \quad R_{eq} < r < R \quad (2.23)$$

En la figura 2.6 se presentan algunos perfiles de velocidad para un fluido newtoniano en una geometría de propela en copa a medida que se incrementa la velocidad angular de la propela, considerando que se cumple la analogía de Couette, es decir que $R_{eq} = R_V$. Puede verse que la velocidad del fluido es una función lineal de la posición radial desde el eje de la propela hasta el valor de R_V , cuya pendiente es la velocidad angular de la propela, ω_V , lo cual indica que todo el fluido atrapado entre las palas de la propela se mueve como un sólido en rotación, de acuerdo con la analogía de Couette. También, se puede observar que el perfil de

velocidad que ocurre entre las puntas de las palas de la propela y la copa tiene la misma forma que el que ocurriría entre dos cilindros concéntricos con $R_i=R_V$ y $R_o=R$ para $\omega_i=\omega_V$, lo cual se espera cuando se cumple la analogía de Couette.

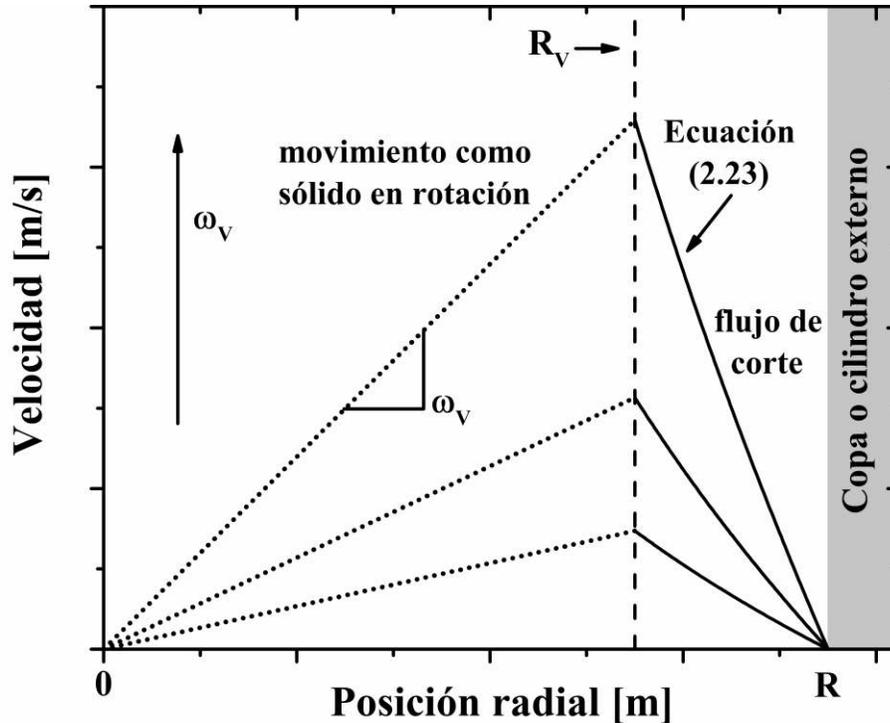


Figura 2.6. Perfiles de velocidad teóricos para un fluido newtoniano en una geometría de propela a medida que se incrementa su velocidad angular, ω_V . La pendiente de las líneas punteadas representa el valor de ω_V . La línea discontinua vertical indica el radio de la propela, R_V .

Por otra parte, las ecuaciones que describirían el perfil de la velocidad angular para un fluido de Herschel-Bulkley en la geometría de propela en copa en presencia del deslizamiento, de acuerdo con la analogía de Couette y con las ecuaciones (2.17) y (2.18), son:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_{eq}} + \omega_V - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_{eq}}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad ; \quad R_{eq} \leq r \leq R_y \quad (2.24)$$

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_{eq}} + \omega_V - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_{eq}}^{R_y} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} = \frac{v_{so}}{R_o} \quad ; \quad R_y \leq r \leq R \quad (2.25)$$

La ecuación (2.24) describe por sí sola el perfil de la velocidad angular del fluido de Herschel-Bulkley entre las puntas de las palas de la propela y la copa, es decir en $R_{eq} \leq r \leq R$, cuando $\tau_{ow} > \tau_y$, las ecuaciones (2.24) y (2.25), juntas, describen el perfil de la velocidad angular si $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$ y finalmente la ecuación (2.25) describe el perfil de la velocidad angular cuando $\tau_{iw} < \tau_y$.

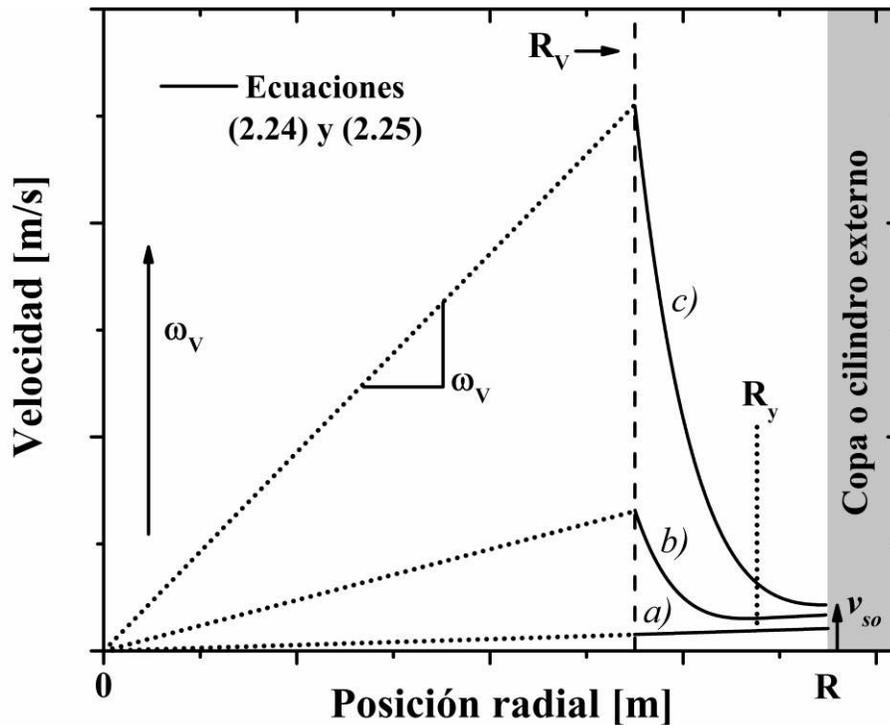


Figura 2.7. Perfiles de velocidad teóricos para un fluido de Herschel-Bulkley en una geometría de propela en copa a medida que se incrementa la velocidad angular de la propela, ω_V , para: a) Flujo tapón en todo el espacio cuando $\tau_{iw} < \tau_y$, b) Flujo de corte y flujo tapón separados por R_y si $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$, y c) Flujo de corte solamente cuando $\tau_{ow} > \tau_y$. La pendiente de las líneas punteadas representa el valor de ω_V . La línea discontinua vertical indica el radio de la propela, R_V , mientras que la línea punteada vertical indica la posición radial de cedencia para el perfil b). La velocidad de deslizamiento en la copa, v_{so} , se indica por el tamaño de la flecha para el perfil c).

En la figura 2.7 se muestran varios perfiles en términos de la velocidad tangencial del fluido que ilustran las tres situaciones anteriores para el caso en el cual solamente ocurre el deslizamiento en la copa, $r=R$. Al igual que en el caso del fluido newtoniano, se observa que cuando se cumple la analogía de Couette, toda la muestra atrapada entre las palas se mueve como un sólido en rotación desde el eje hasta el valor de R_V . Por otro lado, nótese que en la región comprendida entre las puntas de las palas y la copa, el fluido viscoplástico se comporta de la misma forma en la que lo haría entre dos cilindros concéntricos dependiendo de los niveles de esfuerzo que existan en el espacio anular. En otras palabras, se observa flujo tapón o movimiento como el de un cilindro sólido en rotación desde el eje de la propela hasta el valor de R para $\tau_{iw} < \tau_y$, coexistencia del flujo de corte y flujo tapón cuando $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$, y flujo de corte solamente si $\tau_{ow} > \tau_y$, ver los perfiles de velocidad *a)*, *b)* y *c)* en la figura 2.7, respectivamente. Vale la pena mencionar que cuando se cumple la analogía de Couette, $R_{eq}=R_V$, tanto para el fluido newtoniano como para el viscoplástico, se espera que todo el fluido atrapado entre las palas de la propela se mueva como un cilindro sólido en rotación y que la velocidad máxima del fluido se alcance en la posición $r=R_V$.

En el siguiente capítulo se presentan los materiales y métodos empleados para evaluar la validez de estas aproximaciones teóricas en la descripción del comportamiento reológico del fluido viscoplástico modelo.

CAPÍTULO 3

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1 Preparación del hidrogel

En este trabajo se utilizó un hidrogel como fluido modelo con esfuerzo de cedencia, el cual se preparó dispersando 0.6g de ácido poliacrílico comercial (Carbopol® 940 de Lubrizol) en 499.4g de agua bidestilada grado reactivo (MEYER®) para obtener el hidrogel en una concentración de 0.12% p/p. La metodología que se siguió para preparar el hidrogel se describe a continuación y es similar a la reportada por Pérez-González *et al.* (2012), López-Durán (2013), Aktas *et al.* (2014) y Ortega-Avila *et al.* (2016). El Carbopol® 940 se pesó utilizando una balanza analítica (NA164, Oertling) con una resolución de $\pm 0.0001g$, mientras que el agua bidestilada se pesó en un vaso de precipitados empleando una balanza granataria de triple brazo (OHAUS®) con una resolución de $\pm 0.1g$. La dispersión del Carbopol® 940 se realizó utilizando un agitador de velocidad controlada (BDC 2002, Caframo®), al cual se le acopló un impulsor de polipropileno tipo propela con un radio de 0.026 m. El impulsor se colocó a una profundidad de 5 cm medida desde el fondo del vaso de precipitados y se rotó a una velocidad de 500 rpm durante 3 horas hasta dispersar homogéneamente la muestra. Una vez homogeneizada la dispersión, se añadieron partículas esféricas de vidrio de borosilicato huecas (Spherichel 110P8, Potters) con un diámetro promedio de 10 μm en una concentración de 0.06% p/p, las cuales sirvieron como trazadores de flujo. La agitación se mantuvo durante una hora más hasta dispersar las partículas y entonces la dispersión se neutralizó con una solución acuosa 5M de hidróxido de sodio (J. T. Baker) para obtener el hidrogel. El pH se midió usando un potenciómetro (pH11, OAKTON®) previamente calibrado a 25 °C. Se obtuvieron valores del pH de 3.15 ± 0.2 para cada solución después de la dispersión del Carbopol® 940 y de 7.02 ± 0.2 para el hidrogel. Finalmente, el hidrogel con partículas se dejó en reposo a temperatura ambiente durante 36 horas antes de su caracterización reológica. Es importante mencionar que el hidrogel empleado en este trabajo está libre de efectos tixotrópicos y que la presencia de las partículas trazadoras en la concentración utilizada no afecta el comportamiento reológico del hidrogel [ver por ejemplo Ortega-Avila (2016) y Medina-Bañuelos (2017)].

3.2 Descripción y diseño de distintas celdas de flujo de Couette

En este trabajo se utilizó un reómetro rotacional de esfuerzo controlado (UDS 200, Paar Physica) con varias celdas de Couette para estudiar el flujo del hidrogel con deslizamiento usando la técnica de reo-VIP. Las celdas de cilindros concéntricos se diseñaron y se construyeron en el Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda (ESFM).

En primer lugar, se construyó una celda de Couette con un cilindro interno de radio $R_i=13.8\text{ mm}$ y de longitud $L=41.4\text{ mm}$ y uno externo con $R_o=18.65\text{ mm}$, resultando una razón de radios $\kappa=R_i/R_o=0.74$. El cilindro interno se construyó de aluminio y se pintó de negro usando pintura acrílica (hidrofóbica), mientras que el externo se construyó de vidrio de borosilicato (hidrofilico, Borosilicate glass 3.3 Duran[®], SCHOTT). Esta celda de Couette se utilizó para estudiar el efecto del tipo de superficie, hidrofóbica e hidrofílica, sobre el deslizamiento que exhiben fluidos con esfuerzo de cedencia.

Por otra parte, se construyeron tres celdas de Couette con razones de radio diferentes. Para esto, se utilizó un cilindro interno con $R_i=14.0\text{ mm}$ y $L=42.0\text{ mm}$ y tres externos con $R_o=15.00, 18.65$ y 42.50 mm , para obtener celdas de Couette con valores de $\kappa=0.93, 0.75$, y 0.33 , respectivamente. Estas celdas se utilizaron con la finalidad de estudiar el efecto del espacio anular o de la razón de radios sobre el deslizamiento, así como para describir la cinemática de flujo de fluidos con esfuerzo de cedencia en espacios anulares grandes y estrechos. Todos los cilindros, el interno y los externos de estas celdas fueron construidos con vidrio de borosilicato. El vidrio de borosilicato tiene una transmitancia del 92% aproximadamente y un índice de refracción de 1.473, es altamente resistente al agua y a las soluciones neutras y ácidas. Por lo tanto, es un material adecuado para llevar a cabo los experimentos de reo-VIP, cuyos métodos se describen detalladamente en la sección 3.4.

Para eliminar el efecto de curvatura de los cilindros y realizar los experimentos de reo-VIP, a cada celda de Couette se le acopló un prisma rectangular como corrector de aberración, el cual se llenó con glicerina pura (J. T. Baker) con un índice de refracción de 1.474. El diseño y la construcción de las celdas de Couette se llevaron a cabo de acuerdo con lo especificado en la norma DIN 53019 parte 1 o su equivalente ISO 3219 [ISO-3219 (1993); DIN-53019 (2008)]. En el caso de las celdas con razones de radios $\kappa=0.74, 0.75$ y 0.33 , el esfuerzo de corte aplicado sobre el cilindro interno se corrigió experimentalmente usando un

fluido newtoniano, glicerina (Drogueria Cosmopolita), como está señalado por las normas antes mencionadas.

Los experimentos que se realizaron para estudiar el comportamiento reológico del microgel usando cada una de las celdas de Couette, se describen de manera detallada en las siguientes secciones.

3.3 Caracterización reológica del hidrogel

La caracterización reológica del hidrogel se realizó con el reómetro rotacional UDS 200 en conjunto con diferentes geometrías de flujo, a saber, platos paralelos con lija, cilindros concéntricos y una geometría de propela en copa. La resolución de la torca en este reómetro es de $0.01 \mu Nm$, los valores de torca mínimo y máximo son de $0.1 \mu Nm$ y $150 mNm$, respectivamente, mientras que la rapidez de rotación se puede controlar de 10^{-4} hasta $1000 rpm$.

3.3.1 Reometría de platos paralelos

Previo a los experimentos de reo-VIP, el comportamiento reológico del hidrogel se estudió mediante la construcción de curvas de flujo usando una geometría de platos paralelos de acero inoxidable con diámetro de $50 mm$. Con el propósito de suprimir el deslizamiento se pegó lija #150 (FANDELI) con un diámetro de partícula promedio de $92 \mu m$ sobre la superficie de los platos. La muestra de hidrogel, de aproximadamente $2.5 mL$, se colocó en el espacio entre los platos utilizando una cuchara. Posteriormente, el plato superior se llevó lentamente hasta una altura de $1.05 mm$ entre los platos, en la cual se retiró el exceso de muestra utilizando una espátula pequeña. Posteriormente, el plato superior se llevó a la posición de medición de $1 mm$ de distancia entre las placas. Para disminuir los efectos de evaporación del solvente, la vecindad de la superficie libre de la muestra se cubrió con un papel húmedo. Los experimentos se llevaron a cabo a una temperatura de $25 \pm 0.5 ^\circ C$, la cual se controló utilizando un sistema para el control de temperatura (TC 20 Temperature Control Unit, Paar Physica). Las curvas de flujo con platos paralelos se obtuvieron a partir de rampas de esfuerzo, las cuales se construyeron controlando el esfuerzo de corte en el intervalo de $1-$

100 Pa. Para ello, se incrementó el esfuerzo paso a paso de tal manera que se obtuvieron 60 puntos. El intervalo de tiempo entre puntos fue de 20 segundos para asegurar que las mediciones se realizaran en estado estacionario. Una vez alcanzado el estado estacionario para cada condición de flujo se registró el valor correspondiente de la rapidez de corte. A partir de las curvas de flujo resultantes se obtuvieron las propiedades reológicas del hidrogel de acuerdo con lo reportado en la literatura [López-Durán (2013); Rangel-Olivares (2014); Ortega-Avila (2015); Medina-Bañuelos (2017); Siles-Guevara (2018)].

3.3.2 Reometría de cilindros concéntricos

La caracterización reológica del hidrogel en flujo de Couette se llevó a cabo empleando cada una de las celdas de flujo que se describieron en la sección 3.2. En este caso el volumen de muestra (21.2, 49.6, 48.2 y 369 mL para las celdas con $\kappa=0.933$, 0.74, 0.75 y 0.33, respectivamente) se colocó en el cilindro externo o copa correspondiente y entonces el cilindro interno se llevó lentamente hasta la posición de medida, de tal manera que la muestra quedó en el espacio entre los cilindros concéntricos. Para evitar los efectos de evaporación de la muestra, la copa se llenó en cada caso hasta una altura de 7 cm, es decir 1.4 cm aproximadamente por encima de la superficie superior del cilindro interno. Para el control de temperatura, la muestra se mantuvo en un baño maría a 25 ± 0.1 °C previo a su caracterización reológica usando un recirculador (9101, PolyScience). Además, la temperatura del laboratorio se mantuvo a 25 ± 1 °C durante la realización de los experimentos. Las curvas de flujo con cilindros concéntricos se construyeron de la misma forma que las obtenidas usando la geometría de platos paralelos, es decir, mediante rampas de esfuerzo en el intervalo de 1-100 Pa. Las mediciones se llevaron a cabo en estado estacionario y el análisis de los datos se realizó de acuerdo con lo reportado en la literatura [López-Durán (2013); Rangel-Olivares (2014); Ortega-Avila (2015); Medina-Bañuelos (2017); Siles-Guevara (2018)]. En este caso, se realizaron mediciones de reo-VIP mediante el acoplamiento de la técnica de VIP a las diferentes celdas de Couette y a la geometría de propela en copa.

3.4 Velocimetría por imágenes de partículas

La velocimetría por imágenes de partículas es una técnica que permite determinar mapas de velocidad en tiempo real en una región de interés del flujo. En esta técnica un fluido transparente se siembra con partículas trazadoras en concentraciones tales que no afecten el comportamiento reológico del fluido. Las partículas deben tener una densidad similar a la del fluido, deben de ser lo suficientemente grandes para dispersar la luz, de tal manera que dicha luz se pueda capturar por la cámara CCD, y suficientemente pequeñas para que no perturben el flujo y puedan moverse con la misma velocidad que el fluido [Raffel *et al.* (2007)]. Las partículas que comúnmente se usan en los experimentos de VIP son de forma esférica con un diámetro entre 0.1 y $50 \mu\text{m}$. Además, las partículas deben ser químicamente inertes, no tóxicas y no corrosivas [Durst *et al.* (1981); van de Hulst (1981)].

El estudio de la cinemática de flujo del fluido modelo con esfuerzo de cedencia en flujo de Couette se realizó utilizando un sistema de velocimetría por imágenes de partículas en dos dimensiones de Dantec Dynamics. El sistema de VIP que se utilizó consiste en una cámara CCD HiSense MKII de alta velocidad y 72% de sensibilidad al verde ($\lambda=532 \text{ nm}$) con una resolución de $1344 \text{ píxeles} \times 1024 \text{ píxeles}$, en dos láseres Nd:YAG acoplados de $50 \text{ mJ} (\pm 4\%)$ con una longitud de onda $\lambda=532 \text{ nm}$ y el software DynamicStudio 2015a para adquisición y procesamiento de imágenes.

En el equipo de velocimetría por imágenes de partículas utilizado en este trabajo, dos láseres se pulsan en diferentes tiempos para emitir dos haces de luz consecutivos, ambos con una duración de aproximadamente 3 a 5 ns. Los haces de luz se hicieron pasar a través de una lente cilíndrica para formar hojas o planos de luz con un espesor promedio de 3.5 mm inicialmente. El espesor de las hojas de luz se disminuyó hasta $1000 \mu\text{m}$ aproximadamente empleando una lente biconvexa con una longitud focal de 20 cm. Posteriormente, las hojas de luz se utilizaron para iluminar la región del flujo de interés, en este caso, el plano $r\theta$ formado por la dirección del gradiente de velocidades y la dirección del flujo. La luz dispersada por las partículas previamente sembradas en el fluido es capturada por la cámara CCD, la cual se colocó perpendicularmente al plano $r\theta$. Como la cámara CCD está sincronizada con los láseres, se obtiene una imagen de la luz dispersada por las partículas trazadoras cada vez que se pulsa el láser. Una vez obtenidas dos imágenes consecutivas, éstas

se correlacionan entre sí aplicando el tratamiento de correlación adaptiva para obtener un mapa de desplazamientos promedio y, posteriormente, conociendo el tiempo entre pulsos, se obtiene el mapa de velocidades promedio correspondiente. Finalmente, con el propósito de incrementar la resolución espacial, a la cámara CCD se le acopló un microscopio de distancia focal variable (InfiniVar CFM-2/S, Infinity). En la sección 3.5 se describe detalladamente el procedimiento seguido para la adquisición y el análisis de las imágenes.

3.4.1 Velocimetría por imágenes de partículas usando diferentes celdas de flujo de Couette

En la figura 3.1 se muestra una representación esquemática de la configuración experimental de reo-VIP con la geometría de cilindros concéntricos. Los datos de VIP se tomaron en el plano $r\theta$ localizado en una posición axial lo suficientemente lejos tanto de la superficie libre del hidrogel como del fondo de la geometría, es decir aproximadamente 5 mm por encima de la superficie de la sección cónica del cilindro interno, con el propósito de hacer despreciables los efectos de extremos.

Las imágenes tomadas con el sistema de VIP cubrieron un área aproximada de $0.00260\text{ m} \times 0.00198\text{ m}$, $0.01080\text{ m} \times 0.00822\text{ m}$ y $0.03022\text{ m} \times 0.02303\text{ m}$ resultando resoluciones espaciales de $15.5\ \mu\text{m}$, $66.5\ \mu\text{m}$ y $183\ \mu\text{m}$ para las diferentes celdas de Couette con espacios anulares de 1 mm , 4.65 mm y 28.5 mm , respectivamente. Dichas áreas cubrieron en su totalidad la región de flujo de interés entre los cilindros concéntricos. Los perfiles de velocidad se obtuvieron bajo condiciones de torca, M , controlada una vez alcanzado el estado estacionario. Para ello, se aplicaron diferentes valores de torca sobre el cilindro interno, los cuales se incrementaron lenta y gradualmente en forma de rampa, mientras simultáneamente se midió la velocidad angular correspondiente, ω_i . Es importante mencionar en este punto, que el uso de la técnica de velocimetría por imágenes de partículas acoplada a la geometría de cilindros concéntricos para analizar el flujo de fluidos viscoplásticos ya ha sido validado por Medina-Bañuelos (2017) usando un fluido newtoniano, glicerina (Droguería Cosmopolita). Para ello, Medina-Bañuelos (2017) mostró que los perfiles de velocidad del fluido newtoniano obtenidos experimentalmente con la técnica de reo-VIP fueron consistentes con los perfiles teóricos dados por la ecuación (2.5).

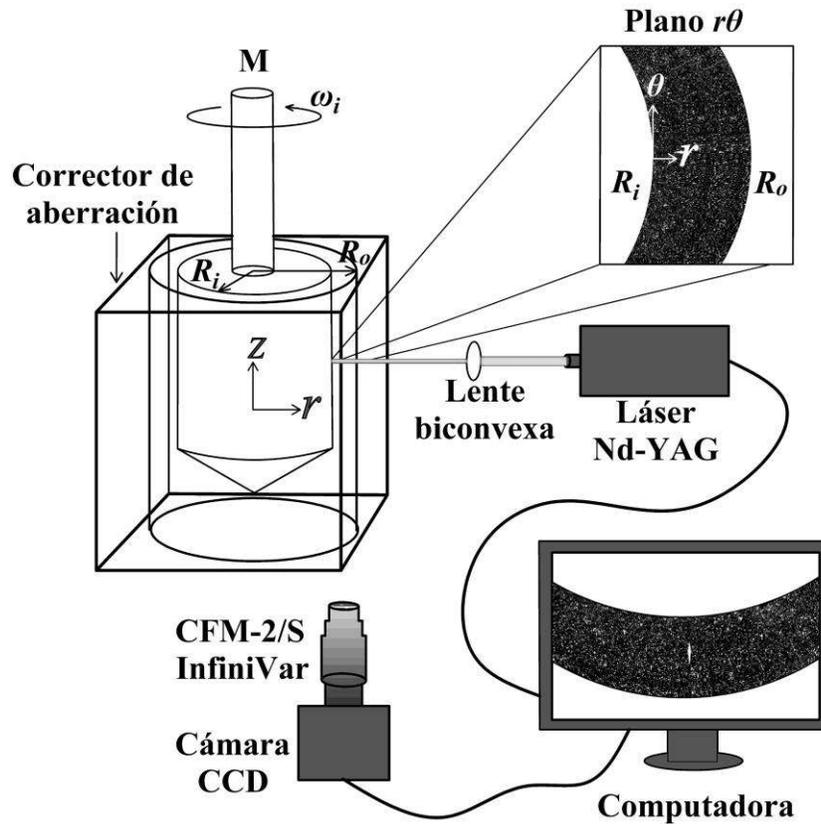


Figura 3.1. Representación esquemática del acoplamiento de la técnica de VIP a la geometría de cilindros concéntricos.

3.4.2 Velocimetría por imágenes de partículas usando una geometría de propela en copa

En la figura 3.2 se muestra un esquema de la configuración experimental de reo-VIP, en la que se puede apreciar el acoplamiento del sistema de VIP a una geometría de propela en copa. Esta geometría consiste en una propela de acero inoxidable con 6 palas rectas de radio $R_V=11 \text{ mm}$ y altura $L=16 \text{ mm}$, la cual fue sumergida en una copa de vidrio de borosilicato de radio $R=15 \text{ mm}$. La altura del fondo de la copa hasta la parte inferior de la propela fue de 15 mm , y la copa se llenó con hidrogel hasta una altura de 7 cm . En este caso los datos de VIP se tomaron localizando el plano $r\theta$ en la altura media de la propela, es decir en $z=L/2$, para asegurar que los efectos de extremos fueran despreciables. Las imágenes tomadas cubrieron un área de $15.8 \times 12.1 \text{ mm}^2$ resultando una resolución espacial de $66.5 \mu\text{m}$ aproximadamente. Dicha región cubrió una rebanada entre dos palas adyacentes y se extendió

desde la copa hasta una posición radial localizada a 5.9 mm medida desde el eje de la propela, comprendiendo por completo la región anular entre las puntas de la propela y la copa, así como una porción en el interior de dos palas adyacentes (ver zum del plano $r\theta$ en la figura 3.2). Los perfiles de velocidad se obtuvieron en estado estacionario bajo condiciones de torca controlada y midiendo simultáneamente la velocidad angular de la propela, ω_V .

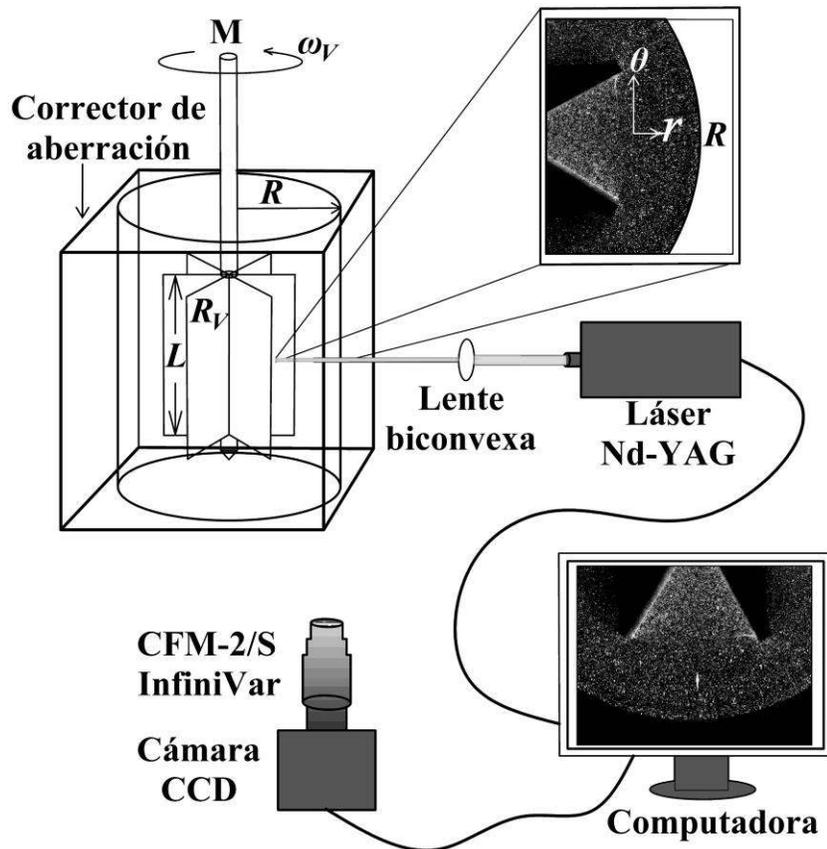


Figura 3.2. Representación esquemática del acoplamiento de la técnica de VIP a la geometría de propela en copa.

3.5 Adquisición y análisis de imágenes

El sistema de VIP de Dantec Dynamics que se empleó en este trabajo para la adquisición de imágenes cuenta con dos modos de operación, a saber, el modo de adquisición de una imagen y el modo de imagen doble. El primero se utilizó para tomar imágenes de condiciones de flujos lentos y el segundo para flujos rápidos. En el modo de una imagen el láser se hace pulsar repetidamente en intervalos de tiempo, Δt , iguales. Por su parte, en el

modo de imagen doble el láser es pulsado dos veces en el intervalo de tiempo Δt requerido, y posteriormente este par de pulsos se repite con una frecuencia de 6.1 Hz , es decir cada 0.16 s aproximadamente, hasta obtener la cantidad de pares de imágenes deseadas. En el modo de imagen simple el tiempo entre pulsos se podía variar desde 0.08264 hasta 20 s , mientras que en el modo de imagen doble el intervalo de tiempo entre pulsos podía ajustarse desde $50 \mu\text{s}$ hasta $81680 \mu\text{s}$, siendo 6.1 Hz la frecuencia más alta en la cual cada par de pulsos podía repetirse. Así, dependiendo de la velocidad máxima esperada del fluido, v_{max} , la cual se calculó a partir de la velocidad angular del cilindro interno, $v_{max}=\omega_i R_i$, o de la propela, $v_{max}=\omega_V R_V$, medidas por el reómetro, se determinó el tiempo entre pulsos requerido para una determinada condición de flujo usando la siguiente expresión:

$$\Delta t \leq \frac{N_{int} d_p S}{4v_{max}} \quad (3.1)$$

Donde N_{int} es la longitud en píxeles del área de interrogación en la dirección del flujo, d_p es el tamaño de los píxeles con unidades en $\text{m}/\text{píxeles}$, S es el factor de escala que relaciona el tamaño real con el tamaño en píxeles que tiene la imagen. Por lo tanto, dependiendo del tiempo entre pulsos, se selecciona el modo de operación apropiado para la captura de las imágenes.

Una vez capturadas las imágenes, 100 para flujos lentos o 50 pares de imágenes para flujos rápidos, se seleccionó la región de interés en cada imagen capturada (ROI, por sus siglas en inglés). Posteriormente, del grupo de imágenes capturadas se obtuvo una imagen promedio, la cual se substrajo de cada imagen para eliminar el fondo o ruido e incrementar el contraste de éstas. Enseguida, cada imagen se dividió en pequeñas regiones de interrogación con dimensiones de $128 \text{ píxeles} \times 32 \text{ píxeles}$. El patrón de intensidades de la luz dispersada por las partículas localizado en una región de interrogación de la imagen 1 se correlacionó con su correspondiente en la imagen 2 aplicando el tratamiento de correlación adaptiva. Haciendo lo mismo para todas las regiones de interrogación se obtuvieron los mapas de vectores de desplazamiento y velocidad promedio, respectivamente. Para multiplicar el número de vectores de velocidad hasta por cuatro, se utilizó un traslape horizontal y vertical del 75% durante el proceso de correlación maximizando la información de cada par de imágenes. Así, se obtuvieron 50 mapas de velocidad para cada condición de

flujo, los cuales fueron post-procesados aplicando el tratamiento de filtrado promedio con el propósito de reemplazar los vectores erróneos que pudieron haber sido calculados durante la correlación, dado el caso, dichos vectores se reemplazaron por el promedio de sus vecinos mediante interpolación. Finalmente, se obtuvo el promedio temporal de los 50 mapas de vectores calculados y su desviación estándar correspondiente.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1 Reometría del hidrogel empleando una geometría de Couette con superficies diferentes

En la figura 4.1 se muestra la curva de flujo del hidrogel obtenida con la celda de Couette ($\kappa=0.74$) que se construyó con un cilindro interno con superficie hidrofóbica y uno externo con superficie hidrofílica, junto con la curva de flujo obtenida usando la geometría de platos paralelos con lija. A esta última curva se le ajustó el modelo de Herschel-Bulkley dando como resultado los siguientes parámetros reológicos para el hidrogel $\tau_y=28.8 Pa$, $m=5.75 Pa \cdot s^n$ y $n=0.42$ cuyo error en el esfuerzo de cedencia fue de aproximadamente el 3%.

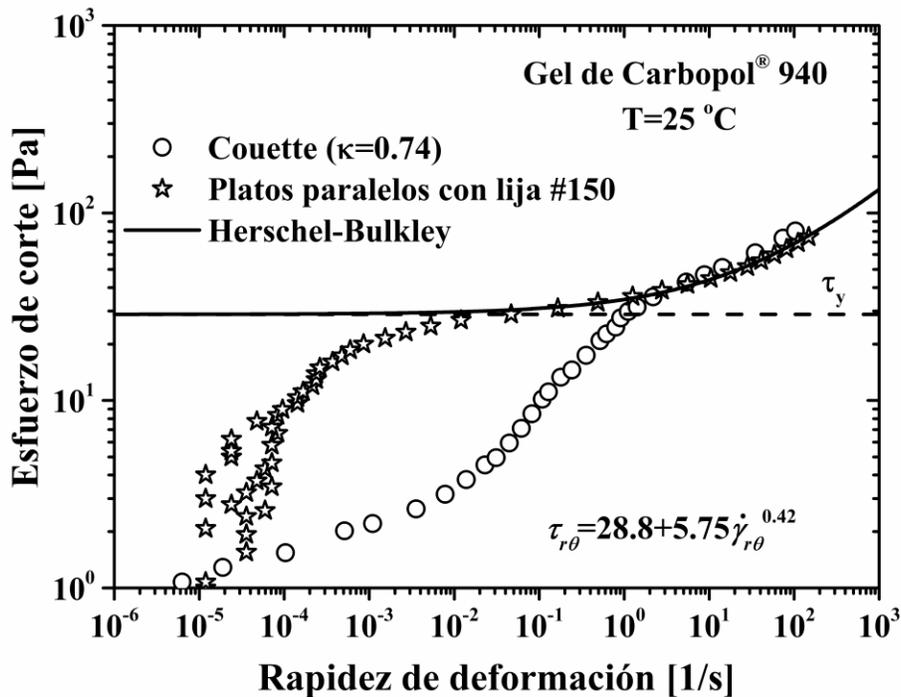


Figura 4.1. Curvas de flujo del hidrogel obtenidas en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ y con la geometría de platos paralelos con lija. La línea continua representa el ajuste del modelo de Herschel-Bulkley a la curva de flujo obtenida con los platos paralelos con lija, mientras que la línea horizontal discontinua indica el valor del esfuerzo de cedencia.

En la figura 4.1 puede verse claramente que las curvas de flujo obtenidas con la celda de Couette y con los platos paralelos difieren significativamente entre ellas para valores del esfuerzo de corte menores que el de cedencia ($\tau_{r\theta} < \tau_y$). Se observa que los valores de la rapidez de

de corte obtenidos con la celda de Couette son más altos que los obtenidos con la geometría de platos paralelos con lija para $\tau_{r\theta} < \tau_y$, lo cual puede ser atribuido al deslizamiento que ocurre en la celda de Couette. Además, se encontró que el uso de una superficie rugosa apropiada, como la de las lijas utilizadas en la geometría de platos paralelos, ayuda a suprimir el deslizamiento, hecho que se corroborará en la sección 4.3. Sin embargo, el uso de superficies rugosas puede causar algunos problemas con respecto a la obtención de las propiedades reológicas del fluido, como por ejemplo conducir a valores imprecisos en el cálculo de las variables dinámicas, así como a la fractura de la muestra o a la aparición de bandas de corte a través del espacio entre las superficies de corte, como se ha reportado para las suspensiones de partículas rígidas [Aral and Kalyon (1994); Kalyon (2005)]. Además, aún puede ocurrir el deslizamiento si la rugosidad de la superficie de corte no es la apropiada [Aral and Kalyon (1994)]. Por lo anterior, en este trabajo se estudió la cinemática del flujo de Couette del hidrogel de Carbopol[®] 940 en la geometría de cilindros concéntricos usando la técnica de reo-VIP.

4.2 Perfiles de velocidad del hidrogel en una geometría de Couette con superficies diferentes

En la figura 4.2 se muestran los perfiles de velocidad, $v_{\theta}=v_{\theta}(r)$, del hidrogel obtenidos en la sección anular de la celda de Couette con superficies distintas y razón de radios $\kappa=0.74$, para valores del esfuerzo de corte en el cilindro interno, τ_{iw} , menores que $21 Pa$. Se observa que, para todos los casos, la velocidad del fluido es una función lineal y creciente de la posición radial cuya pendiente es la velocidad angular, ω_f . Por lo tanto, para las condiciones de flujo que se muestran en la figura 4.2, de acuerdo con la ecuación (2.3), el valor de la rapidez de corte es cero, lo cual implica que no existe flujo de corte y que todo el fluido se comporta como un sólido en rotación. Este comportamiento muestra claramente que el fluido tiene un esfuerzo de cedencia, el cual no ha sido rebasado para estas condiciones de flujo.

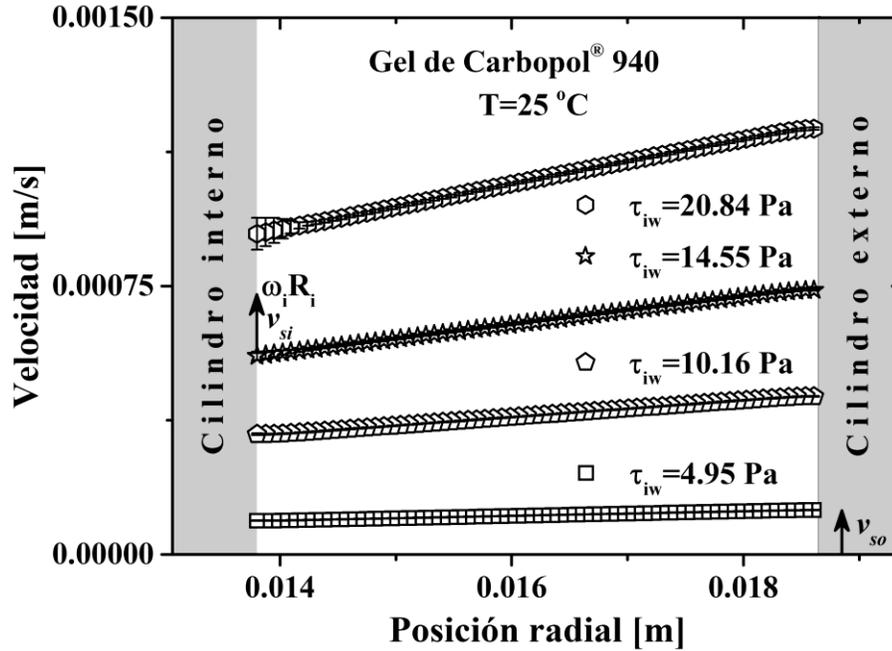


Figura 4.2. Perfiles de velocidad del hidrogel en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ para condiciones de flujo tales que $\tau_{iw} < 30$ Pa. Las flechas en la figura indican la magnitud de v_{si} y v_{so} para $\tau_{iw}=14.55$ y 4.95 Pa, respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

Por otra parte, en la figura 4.2 también puede verse que la velocidad del fluido en el cilindro externo, $v_{\theta}(R_o)$, es diferente de cero, lo cual evidencia la presencia del deslizamiento en dicho cilindro. Además, se encontró que la velocidad del fluido en el cilindro interno $v_{\theta}(R_i)$, es diferente a la velocidad del propio cilindro $\omega_i R_i$, lo cual indica que el deslizamiento también ocurrió en la pared del cilindro interno. La magnitud de las flechas en las figuras 4.2 a 4.4 representa la diferencia de velocidades entre el fluido adyacente a cada cilindro y el cilindro correspondiente para algunas condiciones de flujo, dicha diferencia se conoce como velocidad de deslizamiento y se denota por v_{si} y v_{so} según se trate de deslizamiento en la pared interna o externa, respectivamente. Nótese que de acuerdo con esta definición v_{si} es negativa y v_{so} es positiva [ver ecuaciones (2.8) y (2.9)]. Vale la pena mencionar que los perfiles de velocidad de la figura 4.2 ocurren debido a la presencia del deslizamiento en la pared y son similares a los reportados por Pérez-González *et al.* (2012) y Ortega-Ávila *et al.* (2016) para el flujo de fluidos con esfuerzo de cedencia a través de geometrías de capilar y

ánulo en presencia de deslizamiento, respectivamente. A los perfiles de velocidad reportados por dichos autores se les conoce como flujo tapón.

En la figura 4.3 se muestran los perfiles de velocidad para $\tau_{iw} > 30 \text{ Pa}$. En este caso ocurrió un cambio en la forma de los perfiles de velocidad en una región cercana al cilindro interno, en la cual la velocidad del fluido disminuye de manera aproximadamente hiperbólica hasta la posición radial de cedencia R_y , más allá de dicha posición la velocidad del fluido tiende a incrementar de manera lineal como en el caso de la figura 4.2.

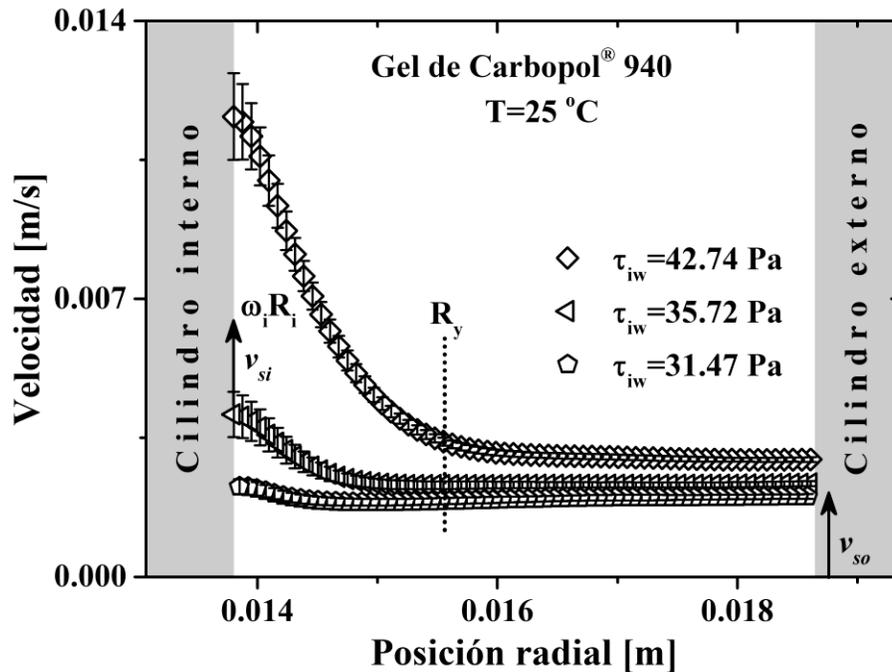


Figura 4.3. Perfiles de velocidad del hidrogel en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ para $30 \text{ Pa} < \tau_{iw} < 50 \text{ Pa}$. La línea vertical punteada indica la posición R_y para $\tau_{iw}=35.72 \text{ Pa}$. Las flechas en la figura representan la magnitud de v_{si} y v_{so} para $\tau_{iw}=35.72$ y 31.47 Pa , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

Así, los perfiles de la figura 4.3 muestran claramente que el esfuerzo de cedencia del fluido ha sido rebasado en la región comprendida entre el cilindro interno y R_y , esto implica la presencia de flujo cortante en dicha región. Sin embargo, más allá de R_y se aprecia el flujo tapón. Nótese, que a medida que τ_{iw} aumenta, R_y se desplaza hacia el cilindro externo

haciendo que el flujo tapón, comprendido en la región $R_y < r < R_o$, tienda a desaparecer, lo cual es un comportamiento típico de los fluidos con esfuerzo de cedencia y está de acuerdo con la distribución del esfuerzo dada por la ecuación (2.2).

Por otra parte, para valores de $\tau_{iw} > 50 \text{ Pa}$ se observó que la velocidad del fluido disminuye de manera hiperbólica en toda la región anular, indicando que toda la muestra está sometida a flujo cortante y, por lo tanto, que el valor del esfuerzo de cedencia ha sido rebasado en todo el espacio anular (ver figura 4.4), y que existe deslizamiento en la pared para todas las condiciones de flujo estudiadas en esta celda de Couette. Es importante mencionar que para estos perfiles de velocidad R_y cae más allá del cilindro externo.

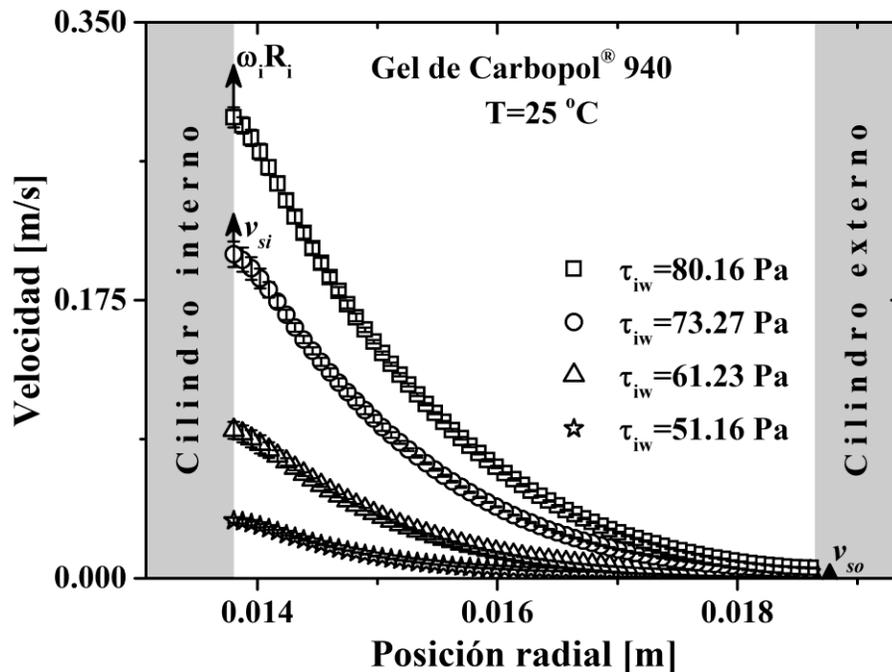


Figura 4.4. Perfiles de velocidad del hidrogel en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ para $\tau_{iw} > 50 \text{ Pa}$. La magnitud de las flechas en la figura indica la velocidad de deslizamiento v_{si} y v_{so} para $\tau_{iw}=73.27$ y 80.16 Pa , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

Aunque claramente los perfiles de velocidad de las figuras 4.2 a 4.4 muestran que los fluidos con esfuerzo de cedencia exhiben un comportamiento reológico complejo que incluye el deslizamiento del fluido en las superficies lisas de las geometrías de medición y que en

consecuencia dificulta el análisis de las curvas de flujo de este tipo de materiales, y por lo tanto la obtención de sus parámetros reológicos (ver figura 4.1), en particular, los perfiles de las figuras 4.3 y 4.4 pueden utilizarse para obtener tanto el esfuerzo de cedencia como la viscosidad del fluido independientemente del deslizamiento. En la siguiente sección se presentan algunos métodos para el cálculo de las propiedades reológicas del hidrogel. Por otra parte, el análisis del efecto del tipo de superficie y el de la razón de radios sobre el deslizamiento se discuten detalladamente en secciones posteriores.

4.3 Cálculo del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de los perfiles de velocidad

Para continuar con el análisis de los perfiles de velocidad del hidrogel obtenidos en la celda de Couette con $\kappa=0.74$, el esfuerzo de cedencia se calculó a partir de los perfiles de la figura 4.3 empleando el método propuesto por Pérez-González *et al.* (2012) y López-Durán *et al.* (2013). Este método consiste en determinar la posición R_y , dentro de la región anular, en esta posición el valor de la rapidez de corte es igual a cero. Así, R_y se localiza donde la primera derivada del perfil de velocidad angular es cero (ver ecuación (2.3)). Una vez encontrada tal posición, el esfuerzo de cedencia se puede conocer evaluando la ecuación (2.2) en la posición R_y para obtener:

$$\tau_y = \tau_{Ri} \left(\frac{R_i}{R_y} \right)^2 \quad (4.1)$$

En la figura 4.5 se muestra la primera derivada del perfil de velocidad angular, $d(v_\theta/r)/dr$, la cual se calculó utilizando el método de las diferencias centrales finitas, para una condición de flujo en la que el esfuerzo de corte aplicado en el cilindro interno fue de $\tau_{iw}=35.72 Pa$. En la figura se muestra que la derivada tiene un valor de cero para $R_y=0.0155 m$, el cual, de acuerdo con la ecuación (4.1) da como resultado un valor del esfuerzo de cedencia de $28.12 Pa$.

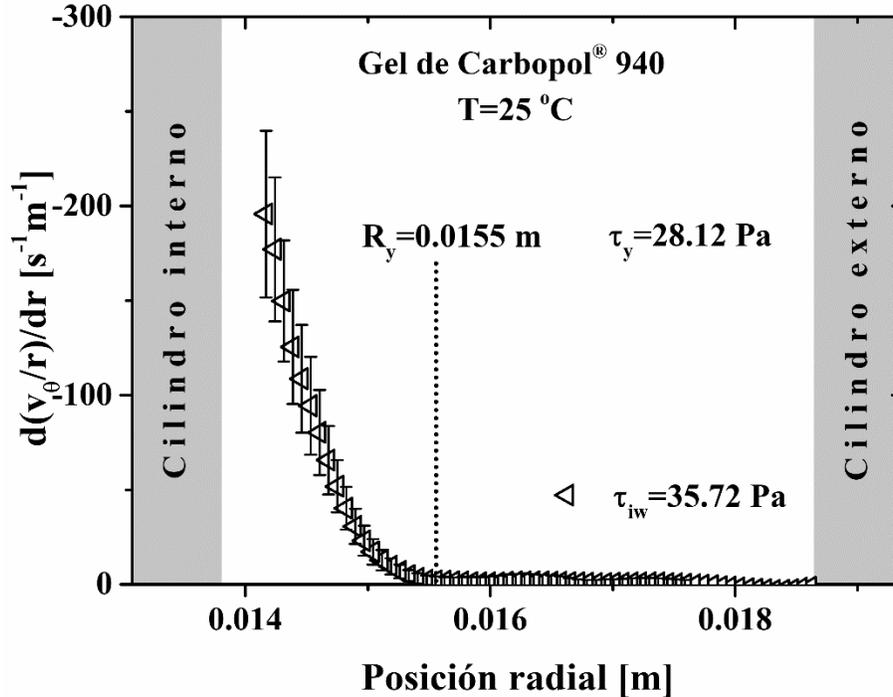


Figura 4.5. Primera derivada del perfil de la velocidad angular, $d(v_{\theta}/r)/dr$, para un esfuerzo de corte en el cilindro interno de $\tau_{iw}=35.72$ Pa. La línea punteada vertical indica la posición R_y . Las barras de error representan la desviación estándar del promedio de la primera derivada obtenido de 50 perfiles de velocidad.

El procedimiento descrito en el párrafo anterior se realizó para cinco condiciones de flujo, en las cuales la posición de cedencia cayó dentro de la región anular y se obtuvo un valor promedio de 26.9 ± 1.9 Pa para el esfuerzo de cedencia. Por otra parte, los perfiles de las figuras 4.3 y 4.4 también fueron utilizados para calcular la rapidez de corte como una función de la posición radial a partir de la ecuación (2.3). Los valores de la rapidez de corte obtenidos se graficaron contra el esfuerzo de corte de acuerdo con la ecuación (2.2) para construir la curva de flujo real del hidrogel y libre de deslizamiento, ésta se representa en la figura 4.6 por los círculos rellenos y se compara con las curvas de flujo obtenidas con las geometrías de platos paralelos con lija y de cilindros concéntricos.

En la figura 4.6 se observa que la curva de flujo real obtenida mediante reo-VIP se superpone con la obtenida con los platos paralelos con lijas, lo cual indica que el uso de estas superficies rugosas fue suficiente para suprimir el deslizamiento. Lo anterior junto con los

perfiles de velocidad demuestran claramente que la curva de flujo obtenida con los cilindros concéntricos está afectada por el deslizamiento. Nótese también que el modelo de Herschel-Bulkley, incluido en la figura 4.6, se ajustó adecuadamente a la curva de flujo real del hidrogel, y que mediante el ajuste de tal modelo se obtuvo un valor del esfuerzo de cedencia de $26.80 \pm 0.49 \text{ Pa}$, el cual es consistente con el obtenido a partir de los perfiles de velocidad y con el obtenido a partir del ajuste del modelo de Herschel-Bulkley a la curva de flujo construida con los platos paralelos con lija, lo cual válida las mediciones de VIP realizadas en la geometría de Couette.

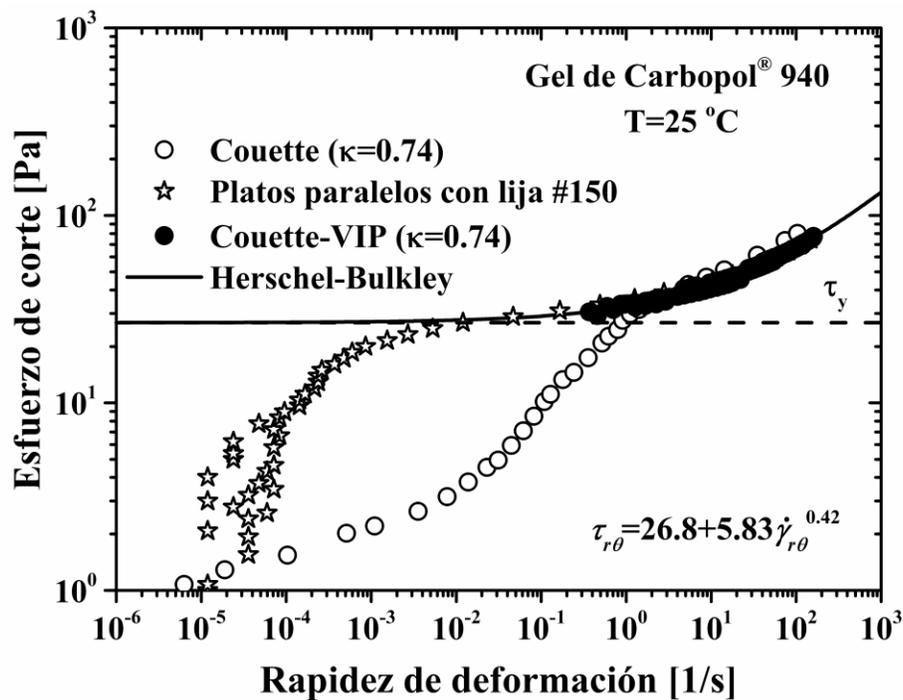


Figura 4.6. Curva de flujo real del hidrogel reconstruida a partir de los perfiles de velocidad en la celda de Couette con $\kappa=0.74$ (círculos rellenos) y las curvas de flujo obtenidas en las geometrías de platos paralelos con lija y de cilindros concéntricos, estrellas y círculos huecos, respectivamente. La línea continua representa el ajuste del modelo de Herschel-Bulkley a la curva de flujo real del hidrogel, mientras que la línea horizontal discontinua indica el valor del esfuerzo de cedencia.

4.4 Efecto del tipo de superficie sobre el deslizamiento del hidrogel en la pared

En la figura 4.7 se muestran los valores absolutos de la velocidad de deslizamiento, v_{si} y v_{so} , obtenidos en la celda de Couette con superficies diferentes y razón de radios $\kappa=0.74$ como una función de τ_w . Es importante recalcar que para el caso en el cual el cilindro interno rota mientras el externo se mantiene fijo el valor de v_{si} es negativo mientras que el de v_{so} es positivo, de acuerdo con la definición de velocidad de deslizamiento, ecuaciones (2.8) y (2.9).

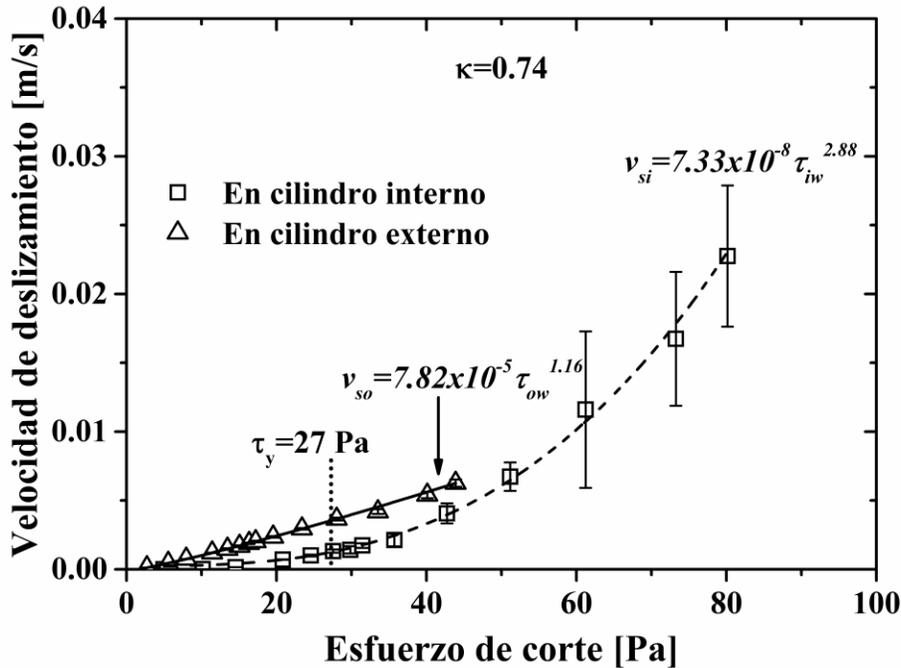


Figura 4.7. Velocidad de deslizamiento del hidrogel como función del esfuerzo de corte en la pared. Las líneas sólida y discontinua indican un ajuste de ley de potencia a los datos experimentales para v_{so} y v_{si} , respectivamente. La línea punteada indica el valor del esfuerzo de cedencia. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio de la velocidad de deslizamiento obtenida de 50 perfiles de velocidad.

En la figura 4.7 se observa que las magnitudes de v_{si} y v_{so} siguen tendencias diferentes y que $|v_{si}| < |v_{so}|$ para $\tau_{iw} < 50$ Pa, aproximadamente. Esto último puede ser atribuido al comportamiento como el de un sólido en rotación que exhibe el fluido siempre y cuando el esfuerzo de cedencia no sea superado en el cilindro externo. Además, se observó que para

todo el intervalo de esfuerzos los mecanismos de deslizamiento que actúan en ambos cilindros son diferentes debido a las propiedades hidrofóbicas e hidrofílicas de los cilindros interno y externo, respectivamente. Nótese también, que la velocidad de deslizamiento es una función creciente del esfuerzo de corte, lo cual está en contraste con lo reportado por Marchesini *et al.* (2015), quienes señalaron que la velocidad de deslizamiento tiende a cero cuando se incrementa el esfuerzo de corte en la pared. Por otra parte, también se sabe de la existencia de la capa de Vand [Vand (1948)], por lo que el hecho de que los valores absolutos de la velocidad de deslizamiento medidos en el cilindro externo sean más altos que en el interno se puede atribuir a la formación de una capa de solvente adyacente al cilindro externo con un espesor mayor que el de la formada en el interno, debido a las características hidrofílicas del cilindro externo.

Los resultados de la figura 4.7 acerca de la influencia que el tipo de superficie tiene sobre el deslizamiento, sugieren que el análisis del efecto que tiene la razón de radios sobre tal fenómeno se debe de llevar a cabo en geometrías de Couette cuyos cilindros, interno y externo, estén contruidos con el mismo tipo de material. Así, las celdas de Couette contruidas únicamente con vidrio de borosilicato y razones de radios $\kappa=0.33$, 0.75 y 0.93 , respectivamente, se utilizaron para obtener perfiles de velocidad del hidrogel a diferentes condiciones de flujo y estudiar el efecto que tiene κ sobre el deslizamiento. En la siguiente sección se muestran algunos de los perfiles de velocidad obtenidos en estas tres celdas de Couette para el hidrogel y posteriormente en la sección 4.6 se presentan los datos de la velocidad de deslizamiento para las diferentes celdas como una función del esfuerzo de corte en la pared.

4.5 Perfiles de velocidad del hidrogel en geometrías de Couette con razones de radios diferentes

En la figura 4.8 se muestra un perfil de velocidad típico del hidrogel para la celda de Couette con el espacio anular más grande, es decir para $\kappa=0.33$. Como puede verse, el perfil de velocidad se caracteriza por la presencia de deslizamiento en ambos cilindros. En la figura se muestran los valores de las magnitudes de v_{si} y v_{so} del hidrogel determinados cuando $\tau_{iw}=63.88 Pa$.

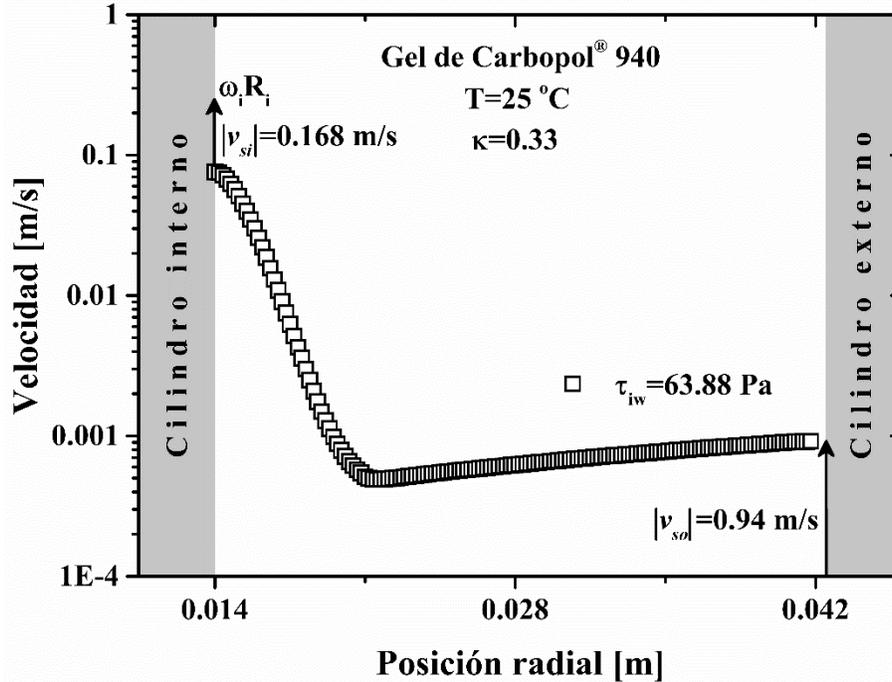


Figura 4.8. Perfil de velocidad del hidrogel para $\tau_{iw}=63.88$ Pa en la celda de Couette con $\kappa=0.33$. Los valores de $|v_{si}|$ y $|v_{so}|$ para esta condición de flujo se encuentran en la figura y están representados por el tamaño de las flechas.

Por otra parte, el perfil de velocidad de la figura 4.8 se encuentra graficado en términos de la velocidad angular, $v_{\theta}(r)/r$, junto con la distribución de esfuerzos, $\tau_{r\theta}(r)$, en la figura 4.9. En dicha figura, se puede apreciar la coexistencia del flujo de corte y el movimiento como el de un sólido en rotación, lo cual se discutió de forma detallada en la sección 4.2. Además, de acuerdo con el método propuesto por Pérez-González *et al.* (2012) para el cálculo del esfuerzo de cedencia a partir de los perfiles de velocidad, la posición R_y , que se muestra en la figura 4.9, conduce a un valor del esfuerzo de cedencia del hidrogel de aproximadamente 27 Pa, el cual es consistente con el valor de 26.9 ± 1.9 Pa que se obtuvo previamente para el hidrogel. Así, los resultados mostrados en las figuras 4.8 y 4.9 junto con el valor obtenido para el esfuerzo de cedencia del hidrogel validan las mediciones de VIP que se realizaron en la geometría de Couette con el espacio anular más grande, $\kappa=0.33$.

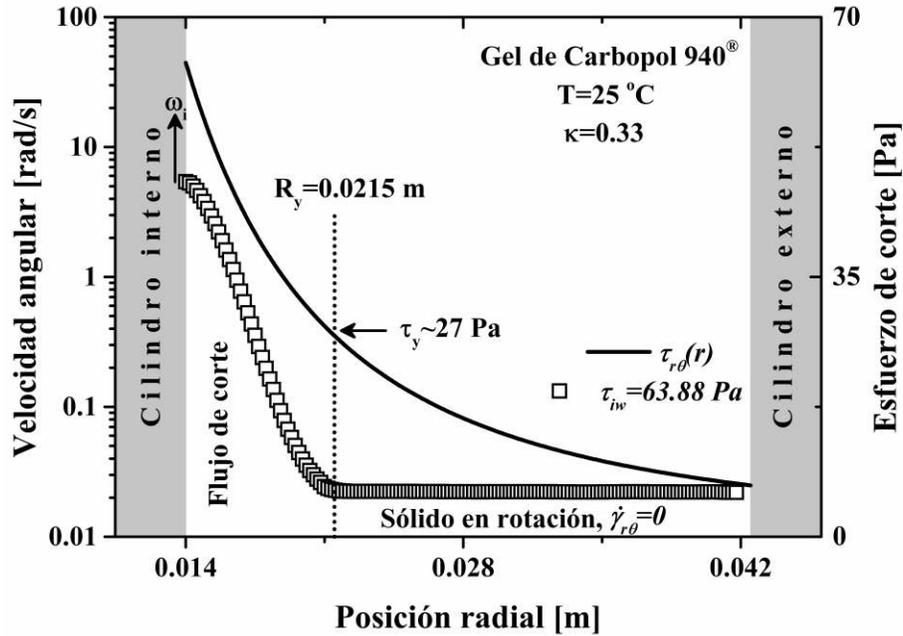


Figura 4.9. Perfil de la velocidad angular, $v_{\theta}(r)/r$, del hidrogel para $\tau_{iw}=63.88$ Pa. La línea continua es la distribución del esfuerzo de corte, $\tau_{r\theta}(r)$, en la celda de Couette con $\kappa=0.33$. La línea punteada vertical indica el valor del esfuerzo de cedencia, $\tau_y=27$ Pa. La magnitud de la flecha vertical indica la diferencia entre la velocidad angular del cilindro interno, ω_i , y del fluido.

En la figura 4.10 se muestran los perfiles de velocidad del hidrogel obtenidos en la celda de Couette con $\kappa=0.93$ para condiciones de flujo en las que el fluido se comporta como un sólido en rotación, $\tau_{iw}<\tau_y$, y para otras en las que solo existe flujo de corte, $\tau_{ow}>\tau_y$. Como era de esperarse debido al espacio anular pequeño, todos los perfiles de velocidad se caracterizan por la presencia de deslizamiento en ambos cilindros de la geometría de Couette. Para cada una de las celdas de Couette con $\kappa=0.33$, 0.75 y 0.93 se obtuvieron entre 13 y 15 perfiles de velocidad y para todos ellos se observó deslizamiento en ambos cilindros en el intervalo de esfuerzos de $1-100$ Pa, correspondiente a velocidades angulares del cilindro interno entre 0.009 y 24 rad/s. Esto indica claramente que el deslizamiento prevalece tanto en espacios anulares grandes como en pequeños, y que por lo tanto el hecho de utilizar geometrías de Couette con espacios anulares grandes no suprime el deslizamiento como se ha sugerido por algunos autores. A continuación, se presenta el análisis de los datos de la

velocidad de deslizamiento que se colectaron en las celdas de Couette con valores de κ diferentes.

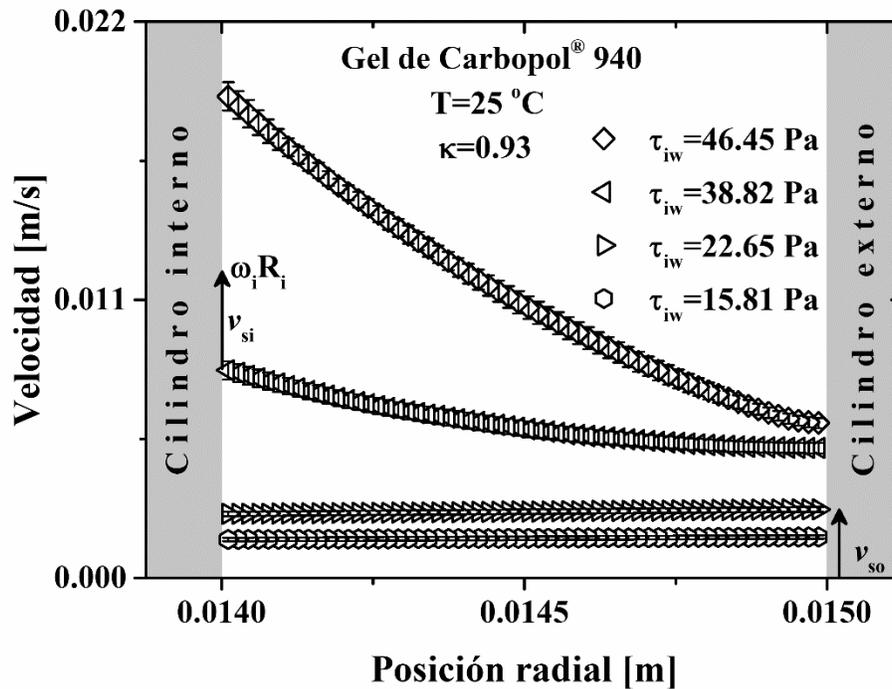


Figura 4.10. Perfiles de velocidad del hidrogel en la celda de Couette con $\kappa=0.93$ para esfuerzos de corte en la pared en el intervalo $15 < \tau_{iw} < 47$ Pa. La magnitud de las flechas indica la velocidad de deslizamiento v_{si} y v_{so} para $\tau_{iw}=38.82$ y 22.65 Pa, respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

4.6 Efecto de la razón de radios κ sobre el deslizamiento del hidrogel en la pared

Varios investigadores han reportado que los parámetros de deslizamiento para los fluidos con esfuerzo de cedencia dependen de la existencia de flujo de corte o tipo tapón en la pared [Yaras *et al.* (1994); Aktas *et al.* (2014); Ortega-Ávila *et al.* (2016)]. Por lo tanto, es importante separar los datos de la velocidad de deslizamiento asociados a estas dos condiciones de flujo.

En la figura 4.11 se encuentran graficados los valores absolutos de la velocidad de deslizamiento como función del esfuerzo de corte en la pared para condiciones de flujo en las que el fluido se comportó como un sólido en rotación adyacente tanto al cilindro interno como al externo, es decir cuando $\tau_{iw} < 27 \text{ Pa}$ y cuando $\tau_{ow} < 27$.

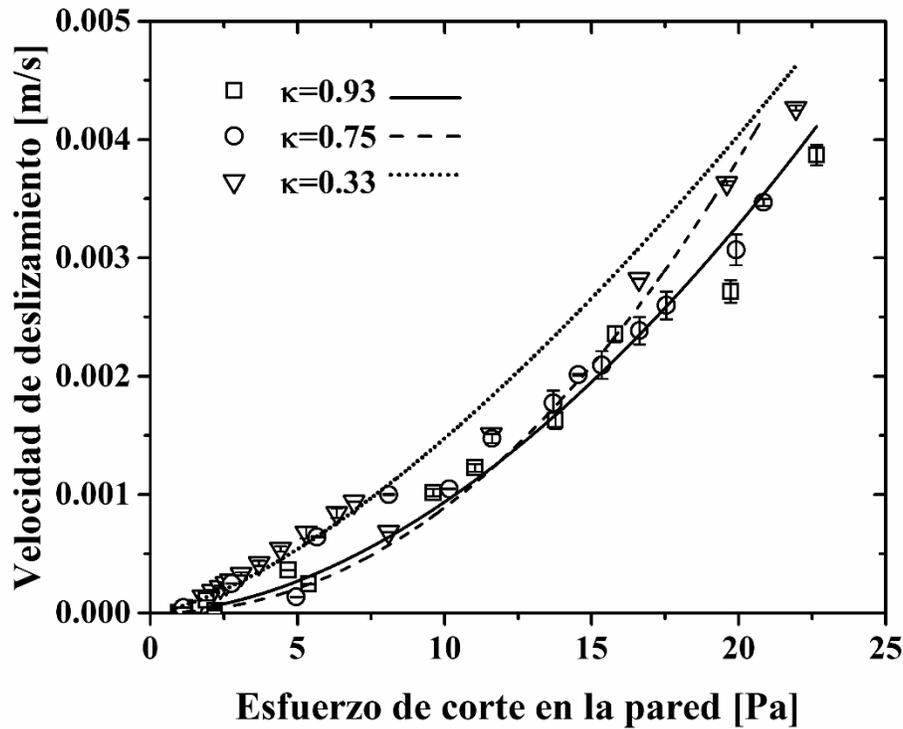


Figura 4.11. Velocidad de deslizamiento del hidrogel en función del esfuerzo de corte en la pared cuando τ_{iw} y τ_{ow} son menores que τ_y . La línea continua, discontinua y de puntos representan el mejor ajuste de ley de potencias a los datos. $\beta=1.2 \times 10^{-5}$, 6.94×10^{-6} y $5.2 \times 10^{-5} \text{ m/Pa}^{s_b}$ y $s_b=1.86$, 2.11 y 1.45 para $\kappa=0.93$, 0.75 y 0.33 , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio de la velocidad de deslizamiento obtenido a partir de 50 perfiles de velocidad.

En tal figura se observa, como se esperaba, que la velocidad de deslizamiento es una función creciente del esfuerzo de corte en la pared y que los datos se ajustan adecuadamente a una ecuación del tipo de ley de potencias, $v_s = \beta \tau_w^{s_b}$. La línea continua, discontinua y de puntos en la figura 4.11 representan el mejor ajuste de los datos a una ecuación de potencia para $\kappa=0.93$, 0.75 y 0.33 , respectivamente. A partir del ajuste se encontró que los parámetros

β y s_b que mejor describen el deslizamiento del hidrogel cuando éste se comporta como un sólido en rotación adyacente a los cilindros son: $\beta=1.2 \times 10^{-5}$, 6.94×10^{-6} y $5.2 \times 10^{-5} \text{ m/Pa}^{s_b} \text{ s}$ y $s_b=1.86$, 2.11 y 1.45 para $\kappa=0.93$, 0.75 y 0.33 , respectivamente.

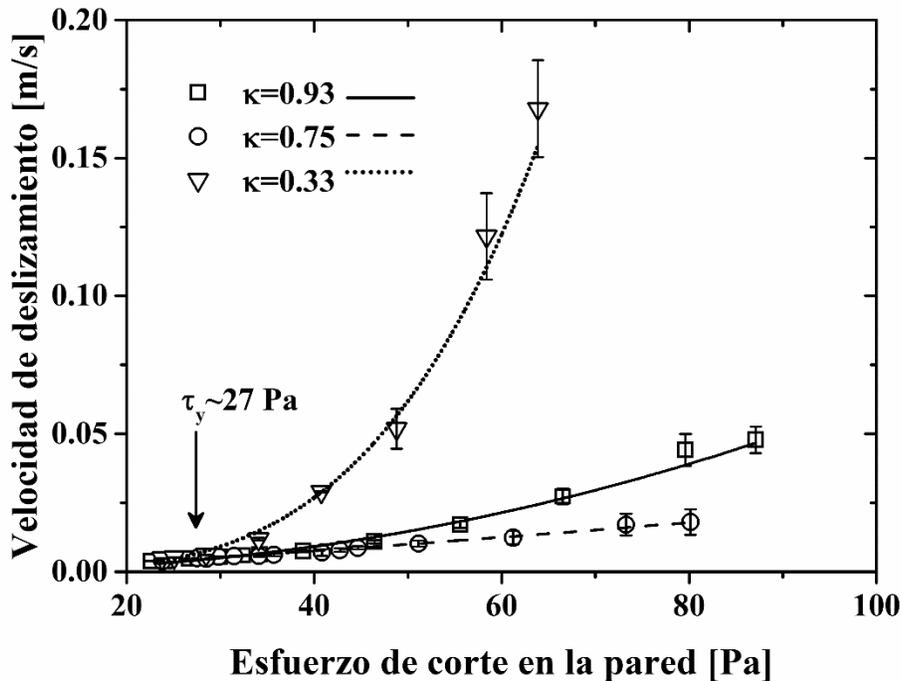


Figura 4.12. Velocidad de deslizamiento del hidrogel en función del esfuerzo de corte en la pared cuando τ_{iw} y τ_{ow} son mayores que τ_y . La línea continua, discontinua y de puntos indican el mejor ajuste de ley de potencias a los datos. $\beta=4.12 \times 10^{-6}$, 7.86×10^{-5} y $2.74 \times 10^{-8} \text{ m/Pa}^{s_b} \text{ s}$ y $s_b=2.09$, 1.24 y 3.74 para $\kappa=0.93$, 0.75 y 0.33 , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio de la velocidad de deslizamiento obtenido a partir de 50 perfiles de velocidad.

Por otra parte, en la figura 4.12 se muestran los valores absolutos de la velocidad de deslizamiento *versus* el esfuerzo de corte para τ_{iw} y τ_{ow} mayores que 27 Pa . Nuevamente se observó que la velocidad de deslizamiento es una función creciente del esfuerzo de corte y que los datos se pueden ajustar por una ecuación de ley de potencias. Además, se encontró que los valores de los parámetros β y s_b que mejor describen el deslizamiento del hidrogel cuando éste se encuentra sometido a flujo cortante, ya sea adyacente al cilindro interno o al externo, son $\beta=4.12 \times 10^{-6}$, 7.86×10^{-5} y $2.74 \times 10^{-8} \text{ m/Pa}^{s_b} \text{ s}$ y $s_b=2.09$, 1.24 y 3.74 para $\kappa=0.93$,

0.75 y 0.33, respectivamente. Nótese que los parámetros de deslizamiento son afectados significativamente por la razón de radios κ , tanto para condiciones de flujo en las cuales el fluido adyacente a los cilindros se comporta como sólido en rotación como para aquellas en las que ocurre flujo de corte. Puesto que los cilindros se construyeron del mismo material, lo anterior se puede atribuir principalmente a los diferentes niveles de esfuerzos que experimenta el fluido en cada celda de Couette y en consecuencia a los diferentes comportamientos que éste exhibe para valores del esfuerzo de corte por debajo y por encima de su esfuerzo de cedencia.

Aunque no se observó una tendencia clara de los parámetros de deslizamiento como función de la razón de radios, lo cual deja una brecha abierta para futuras investigaciones, los datos del deslizamiento del hidrogel mostrados en las figuras 4.11 y 4.12 junto con las mediciones de torca y de velocidad angular colectados en estas tres celdas de Couette pueden ser utilizados para probar la validez de las ecuaciones (2.17) a (2.22). Estas ecuaciones se pueden utilizar para obtener el esfuerzo de cedencia de fluidos viscoplásticos en flujo de Couette con deslizamiento. A continuación, se presentan detalladamente los métodos utilizados para el cálculo del esfuerzo de cedencia del hidrogel asociados con las ecuaciones (2.17) a (2.22) para $\kappa=0.93$, 0.75 y 0.33.

4.7 Determinación del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de los datos de velocidad de deslizamiento

Una vez obtenidas las velocidades y los parámetros de deslizamiento en cada una de las celdas de Couette para τ_{iw} y/o τ_{ow} menores que τ_y , como se discutió en la sección 2.2, las ecuaciones (2.20) a (2.22) se pueden utilizar para determinar su esfuerzo de cedencia. En la figura 4.13 se muestran los valores de los esfuerzos de corte τ_{iw} y τ_{ow} calculados usando las ecuaciones (2.21) y (2.22), respectivamente, y los obtenidos experimentalmente a partir de los datos de torca en la celda de Couette con $\kappa=0.33$ como una función de la velocidad angular del cilindro interno, ω_i . Nótese que para esta celda $\beta=5.2 \times 10^{-5} \text{ m/Pa}^{s_b}$ y $s_b=1.45$.

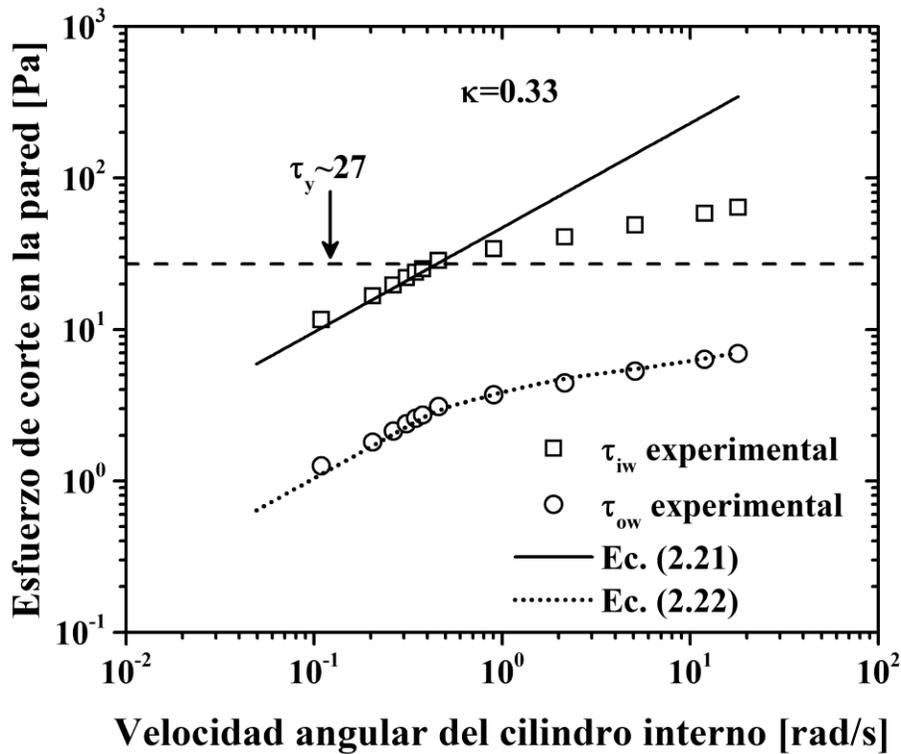
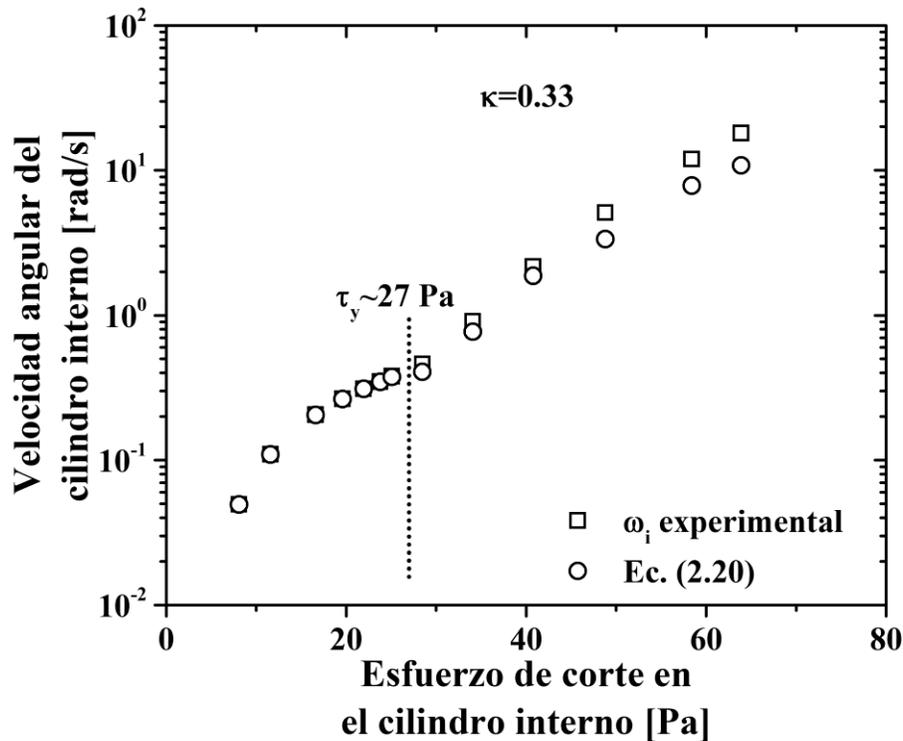


Figura 4.13. Determinación del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de las ecuaciones (2.21) y (2.22) en la celda de Couette con $\kappa=0.33$.

En la figura 4.13 se aprecia que para $\tau_{ow} < 7 \text{ Pa}$, prácticamente no hay diferencia entre los valores de τ_{ow} calculados con la ecuación (2.22) y los experimentales, indicando que el hidrogel se comporta como un sólido en rotación para esfuerzos de corte menores que 7 Pa . Por otra parte, también se observa que los valores de τ_{iw} experimentales y los calculados con la ecuación (2.21) se superponen entre sí hasta un valor de aproximadamente 27 Pa , pero difieren entre ellos significativamente para esfuerzos de corte mayores que dicho valor, lo cual sugiere que el hidrogel se comporta como un sólido en rotación para esfuerzos de corte por debajo de 27 Pa y que se encuentra sometido a flujo cortante para esfuerzos por encima de este valor crítico. Lo anterior es consistente con el perfil de velocidad mostrado en las figuras 4.8 y 4.9, así como con los perfiles de velocidad de las figuras 4.2 a 4.4, y sugiere que el esfuerzo de cedencia del hidrogel se encuentra alrededor de 27 Pa .

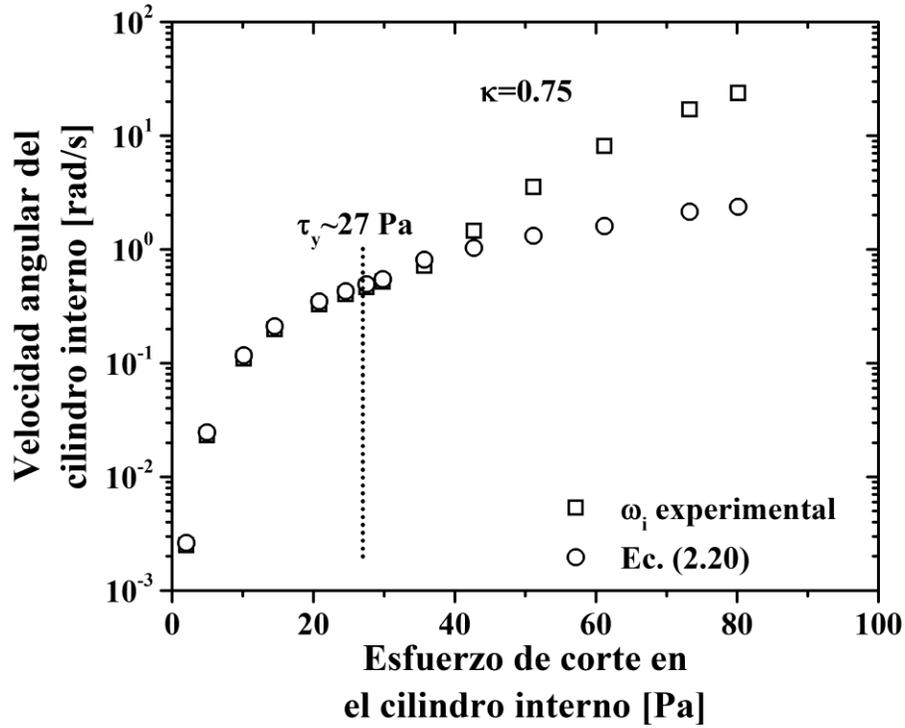
De forma similar al método anterior, el esfuerzo de cedencia del hidrogel también se puede calcular si se conocen los valores de las velocidades de deslizamiento v_{si} y v_{so} mediante

el uso de la ecuación (2.20). De acuerdo con esta ecuación, el esfuerzo de corte en la pared del cilindro interno es igual al de cedencia cuando los valores de ω_i calculados teórica y experimentalmente se desvían entre sí. En las figuras 4.14a-c se encuentran graficados los valores experimentales de ω_i en función del esfuerzo de corte en la pared junto con los valores de ω_i predichos por la ecuación (2.20) para las tres celdas de Couette, es decir para $\kappa=0.33$, 0.75 y 0.93 , respectivamente.

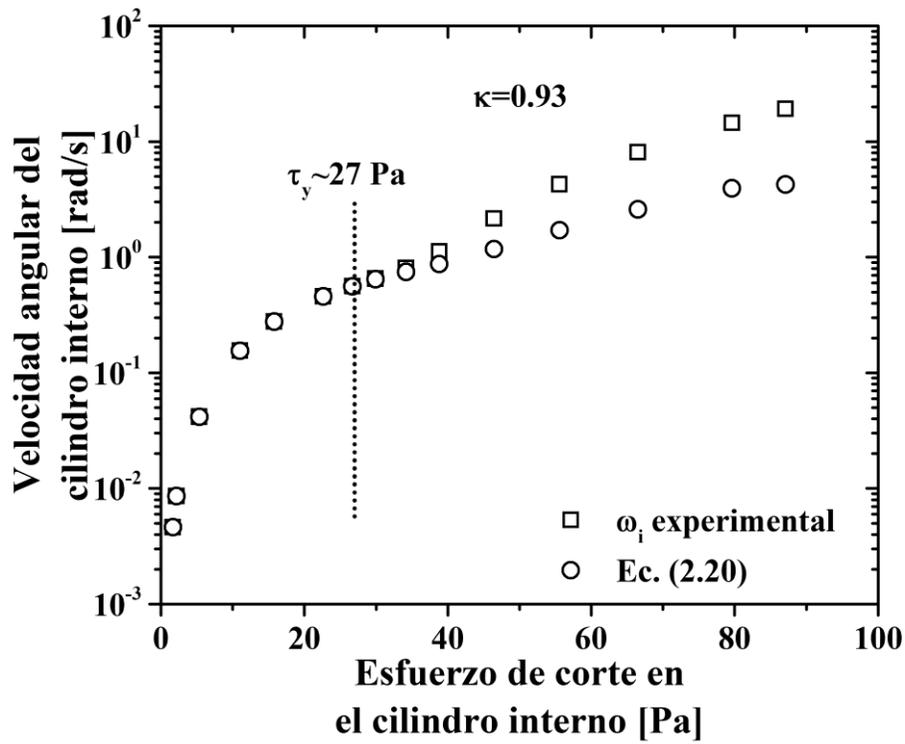


a)

Figura 4.14. Determinación del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de la ecuación (2.20) en las tres celdas de Couette: a) $\kappa=0.33$, b) $\kappa=0.75$ y c) $\kappa=0.93$. La línea vertical punteada indica el valor del esfuerzo de cedencia.



b)



c)

Figura 4.14. Determinación del esfuerzo de cedencia del hidrogel a partir de la ecuación (2.20) en las tres celdas de Couette: a) $\kappa=0.33$, b) $\kappa=0.75$ y c) $\kappa=0.93$. La línea vertical punteada indica el valor del esfuerzo de cedencia.

En general, en cada una de estas figuras puede verse que los valores de ω_i experimentales y teóricos comienzan a desviarse entre sí para $25 < \tau_{iw} < 30 Pa$, indicando que el esfuerzo de cedencia del hidrogel se alcanza dentro de este intervalo. Así, de acuerdo con los resultados en las figuras 4.13 y 4.14, se obtuvo un valor promedio de $27 \pm 2 Pa$, el cual está de acuerdo con el valor obtenido utilizando el método propuesto por Pérez-González *et al.* (2012), así como con el que consiste en ajustar la curva de flujo real del hidrogel reconstruida a partir de los perfiles de velocidad al modelo de Herschel-Bulkley, ambos descritos en las secciones 4.3 y 4.5. Lo anterior demuestra, que los métodos asociados con las figuras 4.13 y 4.14 para el cálculo del esfuerzo de cedencia de fluidos viscoplásticos, los cuales se describen por primera vez en este trabajo, se pueden utilizar de manera confiable si se conocen las velocidades y/o los parámetros de deslizamiento junto con los datos experimentales de torca y velocidad angular independientemente de la razón de radios de la geometría de Couette.

Por otra parte, una vez que se obtuvo el valor del esfuerzo de cedencia, los datos experimentales de la velocidad angular, ω_i , y la ecuación (2.19) se utilizaron para determinar los otros dos parámetros del modelo de Herschel-Bulkley utilizando el método de mínimos cuadrados. De esta forma se obtuvieron los valores de $m = 5.5 Pa \cdot s^n$ y $n = 0.43$ con $\tau_y = 27 Pa$.

4.8 Comparación de las curvas de flujo reométricas y real del hidrogel para geometrías de Couette con valores de κ diferentes

En la figura 4.15 se muestran las curvas de flujo del hidrogel obtenidas mediante mediciones reométricas en las celdas de Couette con razones de radios $\kappa = 0.33, 0.75$ y 0.93 , así como la reconstruida a partir de los datos de VIP o real y el modelo de Herschel-Bulkley con los parámetros reológicos que se calcularon usando los métodos asociados con las ecuaciones (2.19) a (2.22). En general, las curvas de flujo reométricas difieren significativamente entre ellas para esfuerzos de corte menores que el de cedencia. En la figura se observa que las curvas de flujo reométricas presentan valores de la rapidez de corte más altos que los de la real y que la rapidez de corte aumenta a medida que se incrementa el valor de κ , lo cual indica la presencia del deslizamiento en las celdas de Couette. Puesto que todos los cilindros de estas celdas están contruidos con el mismo material, las diferencias que se

observan en estas curvas de flujo se deben a los diferentes valores de κ . En otras palabras, el uso de espacios anulares diferentes resulta en velocidades de deslizamiento distintas, como ocurre al cambiar el tipo de superficie (ver figuras 4.7, 4.11 y 4.12). Por otro lado, se observa que la curva de flujo reconstruida a partir de los perfiles de velocidad y el modelo de Herschel-Bulkley se encuentran en un buen acuerdo entre sí. Esto demuestra nuevamente que el esfuerzo de cedencia de fluidos viscoplásticos se puede determinar de acuerdo con los métodos asociados a las figuras 4.13 y 4.14 empleando celdas de Couette tanto con espacios anulares grandes como pequeños.

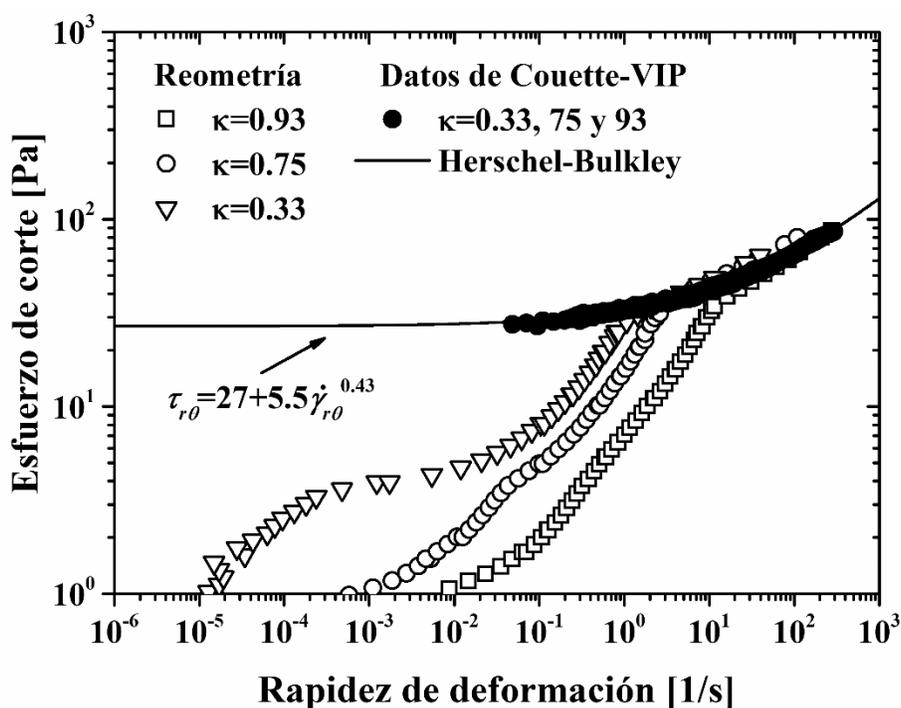


Figura 4.15. Curvas de flujo reométricas del hidrogel y curva de flujo real reconstruida a partir de los perfiles de velocidad en las celdas de Couette con κ entre 0.33 y 0.93. La línea continua representa el modelo de Herschel-Bulkley.

4.9 Perfiles de velocidad teóricos y experimentales del hidrogel en flujo de Couette con deslizamiento

En las figuras 4.16a-c se comparan los perfiles de velocidad experimentales y los perfiles teóricos calculados usando las ecuaciones (2.17) y (2.18) para las celdas de Couette

con $\kappa=0.33$, 0.75 y 0.93 . Para resolver las ecuaciones (2.17) y (2.18) se emplearon los parámetros reológicos del modelo de Herschel-Bulkley ($\tau_y=27 Pa$, $=5.5 Pa \cdot s^n$ y $n=0.43$) y se utilizó el método de Romberg para resolver las integrales presentes en dichas ecuaciones. En las figuras 4.16a-c se puede apreciar que existe un buen acuerdo entre los perfiles experimentales y los teóricos para todas las celdas de Couette, es decir para $\kappa=0.33$, 0.75 y 0.93 . Lo anterior demuestra una vez más que las aproximaciones propuestas con base en el análisis del deslizamiento y en los datos experimentales de torca y velocidad angular se pueden utilizar de manera confiable para calcular los parámetros reológicos de fluidos de Herschel-Bulkley, así como para describir el flujo de Couette de fluidos viscoplásticos en presencia del deslizamiento, tanto para espacios anulares grandes como pequeños.

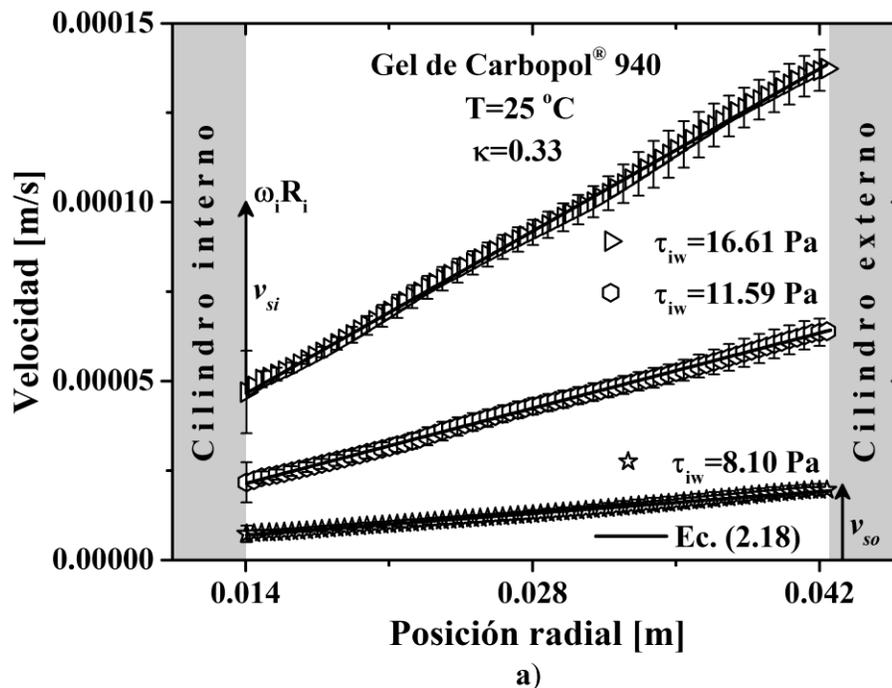


Figura 4.16. Perfiles de velocidad del hidrogel, teóricos y experimentales, en flujo de Couette con deslizamiento para: a) $\kappa=0.33$, b) $\kappa=0.75$ y c) $\kappa=0.93$. Las líneas continuas representan a las ecuaciones (2.17) y (2.18), para $\tau_y=27 Pa$, $m=5.5 Pa \cdot s^n$ y $n=0.43$. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

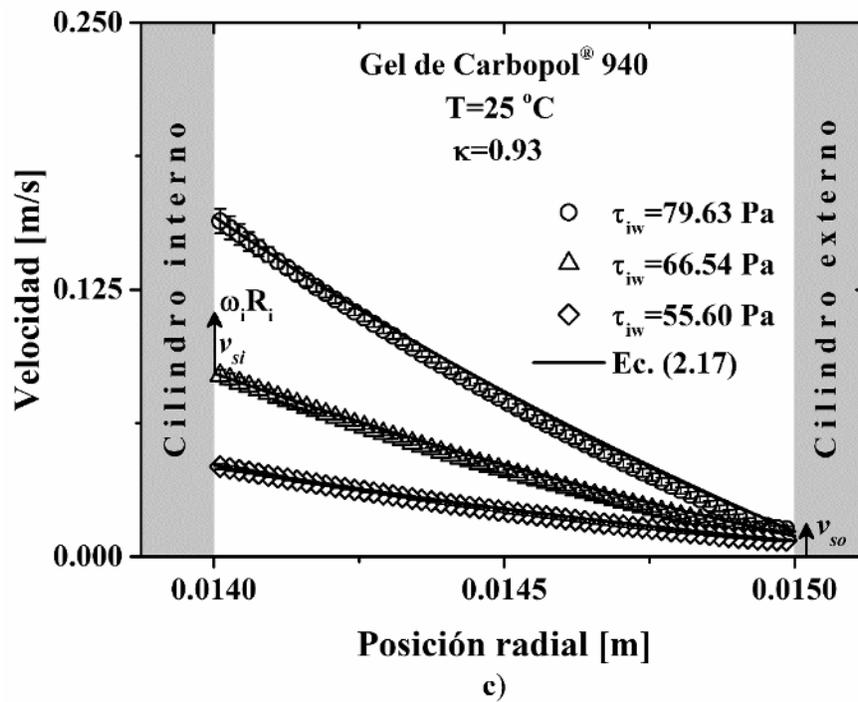
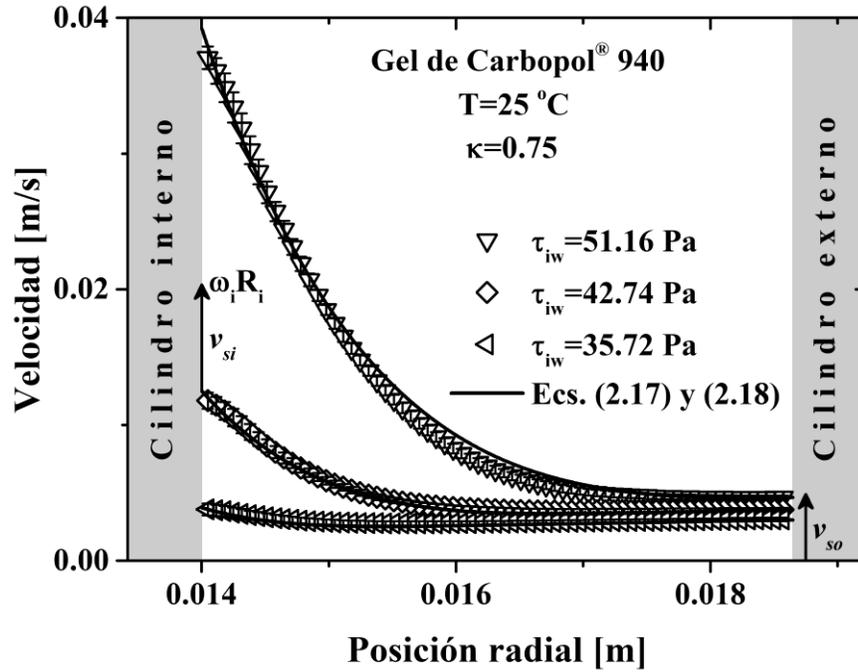
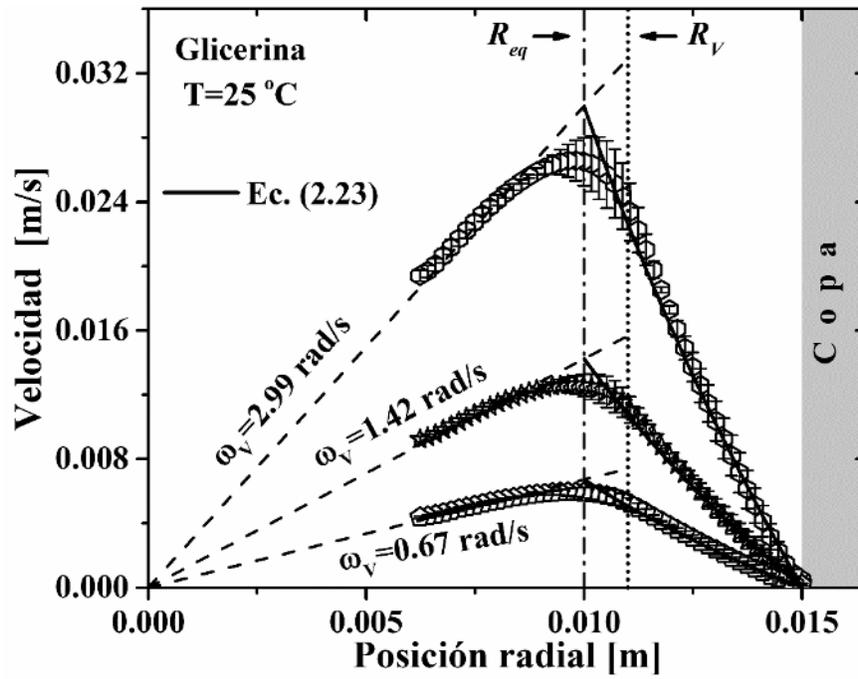


Figura 4.16. Perfiles de velocidad del hidrogel, teóricos y experimentales, en flujo de Couette con deslizamiento para: a) $\kappa=0.33$, b) $\kappa=0.75$ y c) $\kappa=0.93$. Las líneas continuas representan a las ecuaciones (2.17) y (2.18), para $\tau_y=27$ Pa, $m=5.5$ Pa \cdot s n y $n=0.43$. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

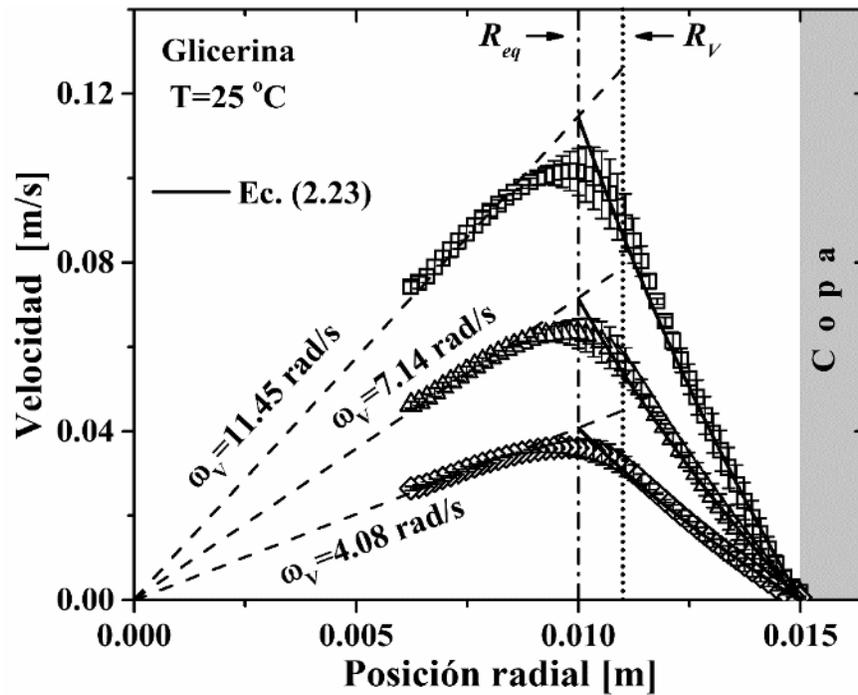
Hasta este punto, se ha estudiado detalladamente la cinemática de flujo de un fluido modelo con esfuerzo de cedencia, un hidrogel de Carbopol[®] 940 al 0.12% p/p, en flujo de Couette con deslizamiento usando la técnica de velocimetría por imágenes de partículas. Se han presentado por primera vez algunos métodos que se basan en el análisis del deslizamiento, así como en las mediciones de torca y velocidad angular para calcular el esfuerzo de cedencia y determinar el comportamiento reológico de fluidos viscoplásticos para razones de radios κ en el intervalo de 0.33 a 0.93. En lo subsecuente se presenta el estudio del flujo de propela en copa de un fluido newtoniano y del propio hidrogel.

4.10 Perfiles de velocidad de un fluido newtoniano en una geometría de propela en copa y su analogía de Couette

En la figura 4.17 se muestran los perfiles de velocidad de un fluido newtoniano, glicerina, en la geometría de propela en copa junto con los perfiles teóricos calculados usando la analogía de Couette, es decir utilizando la ecuación (2.23), para valores de la velocidad angular de la propela, ω_V , entre 0.67 y 11.45 rad/s. Puede verse que el fluido se comporta como un sólido en rotación solamente hasta una posición radial menor que el radio de la propela, lo cual indica claramente que $R_{eq} \neq R_V$. Además, se encontró que la posición en la cual se alcanza el máximo de la velocidad, R_{max} , también es menor que R_V , de hecho, se encontró que R_{max} es aproximadamente igual al radio equivalente, $R_{eq} = 10 \text{ mm}$. Lo anterior indica que existe flujo en la región entre las palas. Es importante hacer notar que tanto la posición radial en la cual terminó el movimiento como el de un cuerpo rígido en rotación y la posición donde se alcanzó el máximo en la velocidad se mantuvieron constantes independientemente de las condiciones de flujo, es decir, del valor de ω_V .



a)



b)

Figura 4.17. Perfiles de velocidad de un fluido newtoniano en la geometría de propela en copa para ω_v (representada por la pendiente de las líneas discontinuas) entre 0.67 y 11.45 rad/s. Las líneas discontinuas y punteadas verticales indican los valores de R_{eq} y R_v , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

Por otra parte, la velocidad del fluido en el espacio entre las puntas de las palas y la copa disminuyó proporcionalmente a $1/r^2$ como ocurriría entre dos cilindros concéntricos. En la figura 4.17 se puede observar también un buen acuerdo entre los perfiles de velocidad experimentales obtenidos en la geometría de propela en copa y los teóricos para un fluido newtoniano en flujo de Couette con $R_{eq}=10\text{ mm}$, estos resultados están de acuerdo con la analogía de Couette para el flujo de propela en copa de fluidos newtonianos y validan las mediciones de VIP realizadas en esta geometría. Por lo tanto, si R_{eq} se elige ya sea como la posición donde termina el movimiento como el de un cuerpo rígido o como R_{max} , entonces de los resultados de la figura 4.17 se espera que R_{eq} sea constante para cualquier fluido newtoniano independientemente del valor de ω_V , para una geometría de propela en copa dada. Esta observación establecería las bases para el uso de la geometría de propela en copa junto con la analogía de Couette en las mediciones de viscosidad de fluidos newtonianos. Sin embargo, existen métodos más sencillos para obtener la viscosidad de dichos fluidos que no requieren de la determinación de un radio equivalente, como por ejemplo el uso del propio reómetro de Couette.

4.11 Perfiles de velocidad del hidrogel en una geometría de propela en copa y su analogía de Couette

En la figura 4.18 se muestran perfiles de velocidad del hidrogel para algunos valores de ω_V entre 0.014 y 0.076 rad/s (correspondientes a valores de torca $M \leq 0.48\text{ m-Nm}$ en la propela) en la geometría de propela en copa. Se puede observar que los perfiles de velocidad no muestran ningún desarrollo del flujo ya sea en el espacio anular entre las puntas de las palas y la copa o entre las palas de la propela, y que la velocidad del fluido es una función lineal de la posición radial con pendiente ω_V , es decir $v_\theta(r) = r\omega_V$. Esto indica claramente que toda la muestra se comporta como un sólido en rotación y que el fluido tiene esfuerzo de cedencia, el cual aún no ha sido superado. Además, se observó que el fluido presenta deslizamiento en la pared de la copa, $r=R$. La flecha que se muestra en la figura 4.18 representa la magnitud de la velocidad de deslizamiento del fluido en la copa, $v_s(R) = v_{so}$, para $\omega_V = 0.014\text{ rad/s}$. Es importante resaltar que este comportamiento es similar al exhibido por

el hidrogel en flujo de Couette con deslizamiento para esfuerzos de corte menores que el de cedencia (ver figuras 4.2 y 4.16).

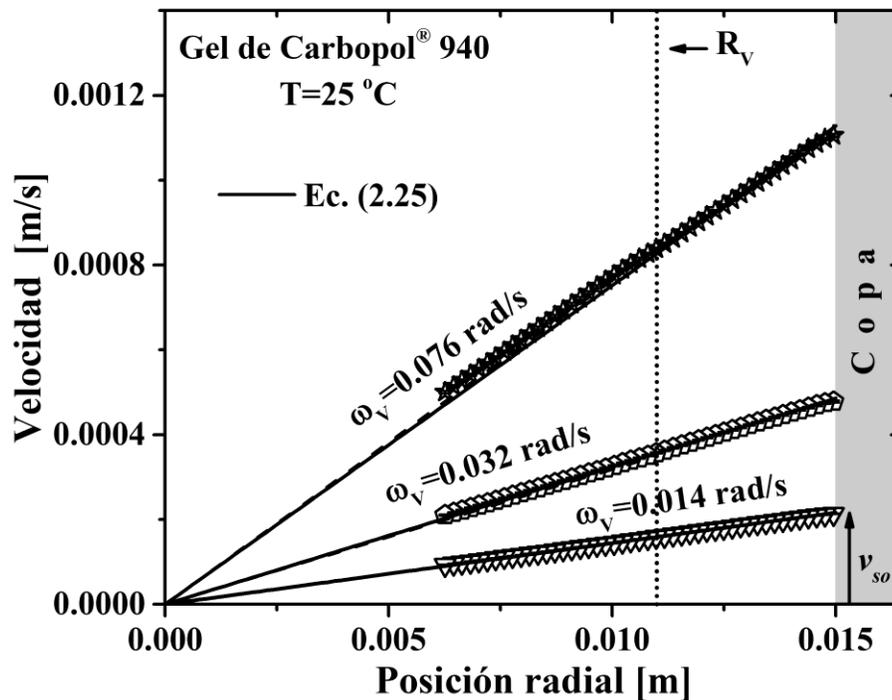


Figura 4.18. Perfiles de velocidad del hidrogel en la geometría de propela en copa para ω_v (representada por la pendiente de las líneas discontinuas) entre 0.014 y 0.076 rad/s. La línea continua representa la ecuación (2.25). La línea vertical punteada indica el valor de R_v . Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

Por otra parte, en la figura 4.19 se muestran perfiles de velocidad del hidrogel en la geometría de propela en copa para valores de ω_v entre 0.48 y 25 rad/s (correspondientes a valores de torca $M > 0.48 \text{ m-Nm}$ en la propela). En este caso, los perfiles exhibieron hasta tres zonas de flujo entre el eje de la propela y la copa: movimiento como el de un cuerpo rígido en una región dentro de las palas (zona I), seguida por el flujo de corte del hidrogel (zona II), la cual indica que el esfuerzo de cedencia del fluido ha sido superado hasta una posición radial R_y , la cual se conoce como la posición de cedencia, y en algunos casos flujo tapón adyacente a la pared de la copa (zona III). Nótese que en la figura 4.18a, R_y delimita las regiones donde el hidrogel se encuentra sometido a flujo de corte y donde se comporta como

un sólido en rotación, por lo tanto, el esfuerzo de corte en esta posición debe de ser igual al esfuerzo de cedencia del hidrogel, es decir que $\tau_{r\theta}(R_y) = \tau_y$ y que $\tau_{r\theta}(r) < \tau_y$ para $r > R_y$ (véanse la figura 4.19a para $\omega_V = 1.70 \text{ rad/s}$ y las figuras 4.5, 4.8 y 4.9 para el flujo de Couette del hidrogel). Más aún, nuevamente ocurrió deslizamiento en la copa para todas las condiciones de flujo, esto demuestra que la geometría de propela en copa no suprime el deslizamiento, lo cual se asume comúnmente cuando se utiliza esta geometría en las mediciones reométricas. Las flechas en las figuras 4.19a y 4.19b indican la magnitud de la velocidad de deslizamiento del hidrogel medida en la copa para $\omega_V = 0.48$ y 25 rad/s , respectivamente. Nuevamente, este comportamiento se asemeja al exhibido por el hidrogel en flujo de Couette con deslizamiento para esfuerzos de corte por encima del esfuerzo de cedencia (véanse por ejemplo las figuras 4.3 y 4.4).

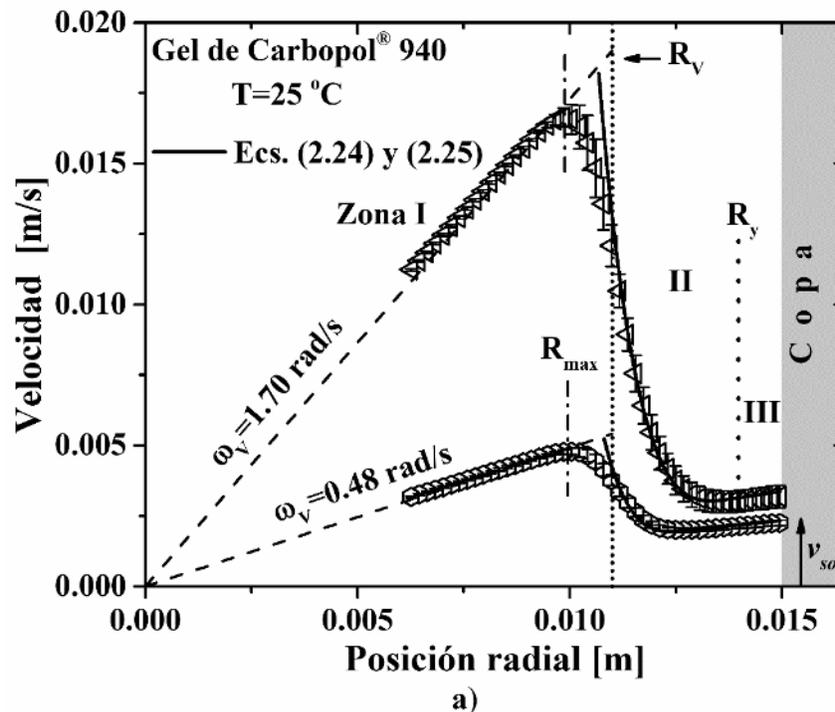


Figura 4.19. Perfiles de velocidad del hidrogel en la geometría de propela en copa para ω_V (representada por la pendiente de las líneas discontinuas) entre a) 0.48 y 1.7 rad/s y b) 4 y 25 rad/s. Las líneas discontinuas y punteadas verticales indican los valores de R_{max} y R_V , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

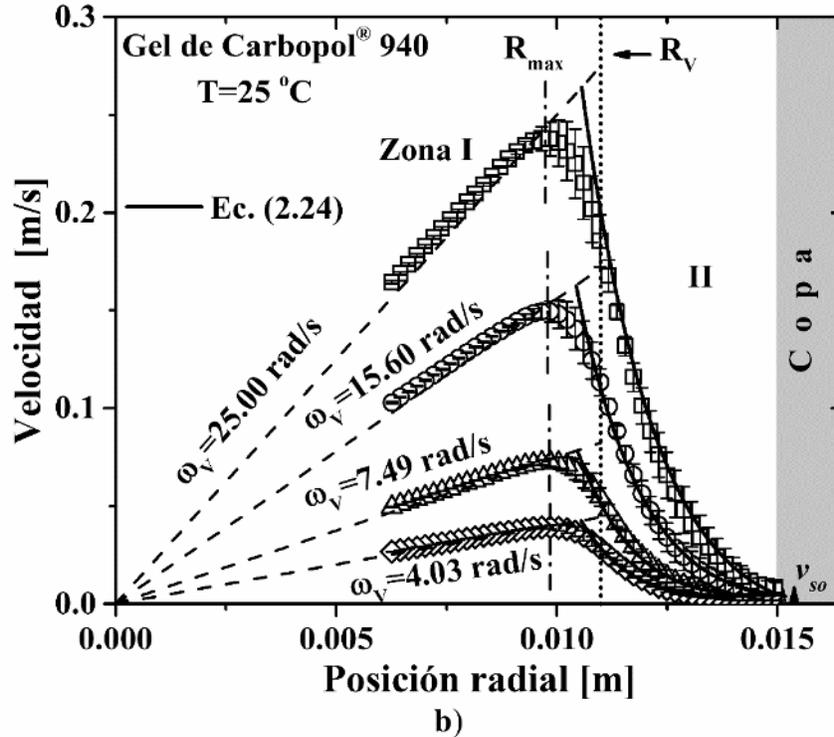


Figura 4.19. Perfiles de velocidad del hidrogel en la geometría de propela en copa para ω_V (representada por la pendiente de las líneas discontinuas) entre a) 0.48 y 1.7 rad/s y b) 4 y 25 rad/s. Las líneas discontinuas y punteadas verticales indican los valores de R_{max} y R_V , respectivamente. Las barras de error representan la desviación estándar del promedio temporal de 50 perfiles de velocidad.

A diferencia del fluido newtoniano, de los perfiles de velocidad del hidrogel se encontró que la posición radial donde termina el movimiento como cuerpo rígido dentro de los confines de la propela cambió junto con las condiciones de flujo, por lo tanto, si esta posición se elige como R_{eq} de la analogía de Couette, entonces de los resultados de la figura 4.19 se espera que R_{eq} disminuya al incrementar ω_V para el hidrogel. Se puede obtener una conclusión similar si se asume que R_{eq} coincide con la posición donde se alcanza el máximo en la velocidad, debido a que los perfiles de velocidad mostraron que R_{max} se mueve hacia el eje de la propela a medida que se incrementa el valor de ω_V . Esto sugiere que el radio equivalente, independientemente de la forma en la que se determine, está cambiando con las condiciones de flujo debido a la respuesta no lineal del hidrogel.

Con el propósito de corroborar la afirmación anterior, se aplicó la analogía de Couette para analizar los perfiles de velocidad del hidrogel en la geometría de propela en copa, para ello se utilizaron los perfiles teóricos dados por las ecuaciones (2.24) y (2.25). Nótese, que en este caso no existe deslizamiento en $r=R_V$, es decir que $v_{si}=0$, lo cual se demuestra por la continuidad de los perfiles de velocidad en dicha posición, y que $R_{eq}=R_i$. Sin embargo, debido a que el valor de R_{eq} no se conoce *a priori* para el hidrogel, lo cual es consistente con el flujo de propela en copa del fluido newtoniano, éste se obtuvo a partir del mejor ajuste de las ecuaciones (2.24) y (2.25) a los perfiles de velocidad experimentales utilizando los parámetros reológicos calculados en las secciones anteriores ($\tau_y=27 Pa$, $m=5.5 Pa \cdot s^n$ y $n=0.43$). En las figuras 4.18 y 4.19 se encuentran incluidos los perfiles teóricos obtenidos con tales ecuaciones. Puede verse rápidamente que existe un buen acuerdo entre los perfiles de velocidad teóricos y los experimentales para esfuerzos de corte menores y mayores que el de cedencia, es decir cuando se presenta el comportamiento como un sólido en rotación (figura 4.18), cuando hay flujo de corte acompañado del movimiento como cuerpo rígido (figura 4.19a) y cuando solamente hay flujo de corte (figura 4.19b) en el espacio entre las puntas de las palas y la copa, $R_V < r < R$.

En la figura 4.20 se encuentran graficados los valores de R_{eq} calculados usando las ecuaciones (2.24) y (2.25) como función de la torca, M , aplicada sobre la propela. Consistente con lo que se discutió anteriormente, en esta figura se observa claramente que R_{eq} disminuye linealmente a partir R_V hasta un mínimo a medida que se incrementa el valor de M , y que para los dos valores de M más altos hay un incremento en el valor de R_{eq} , este incremento se encontró relacionado con la aparición de flujo secundario y con el efecto Weissenberg. Así, el hecho de que el valor de R_{eq} cambie junto con las condiciones de flujo, lo cual se reporta por primera vez en este trabajo, crea un gran problema para el uso de la geometría de propela en copa en conjunto con la analogía de Couette para llevar a cabo mediciones reológicas de fluidos no newtonianos.

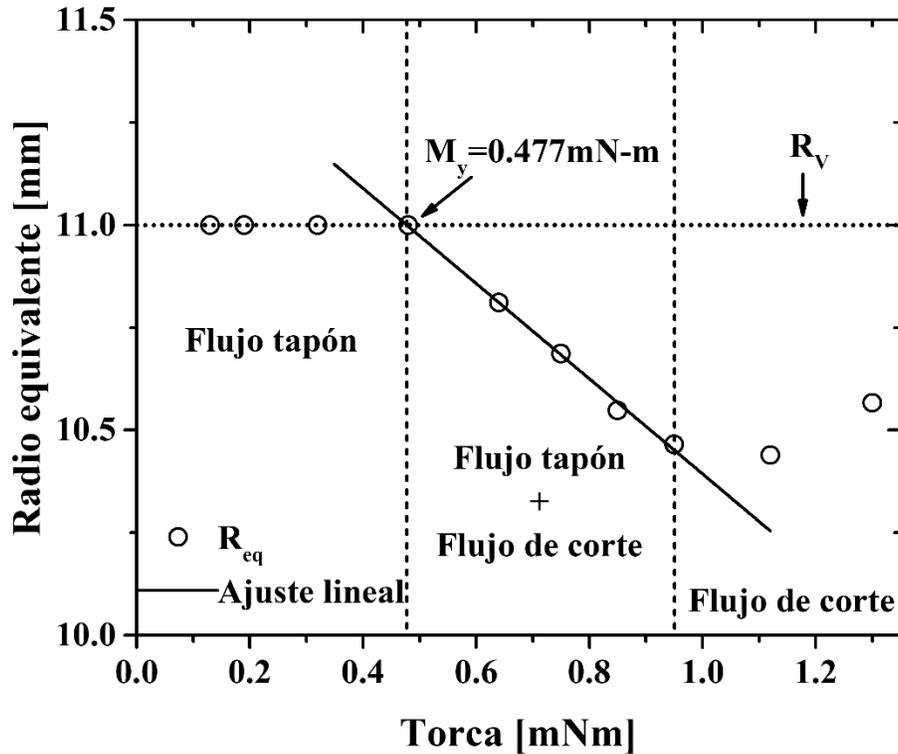


Figura 4.20. Radio equivalente, R_{eq} , como una función de la torca, M , aplicada sobre la propela. Las líneas punteadas verticales indican los valores de torca para los cuales ocurren la transición de flujo tapón del hidrogel al flujo de corte acompañado por el flujo tapón, y la transición del flujo de corte acompañado por el flujo tapón al flujo de corte solamente.

Además de ser un parámetro que se desconoce *a priori*, y diferente del calculado mediante la calibración con un fluido newtoniano, R_{eq} dependerá de las condiciones de flujo para una geometría de propela en copa dada y cambiará para diferentes fluidos no newtonianos debido a la respuesta no lineal de este tipo de materiales, en otras palabras, los resultados de este trabajo demuestran que el radio equivalente es sensible a la rapidez de corte. Este resultado está en concordancia con la sugerencia de Ovarlez *et al.* (2011), de que el radio equivalente depende de la velocidad angular de la propela. Así, los resultados en este trabajo muestran que la analogía de Couette es difícil de definir para el flujo de propela en copa de fluidos no newtonianos.

4.12 Curvas de flujo real y de propela en copa del hidrogel

Una gran ventaja que se tiene cuando se utilizan técnicas de velocimetría acopladas a un reómetro, como la técnica de VIP, es que se puede obtener la cinemática de flujo de fluidos complejos sin el conocimiento previo del comportamiento constitutivo del fluido.

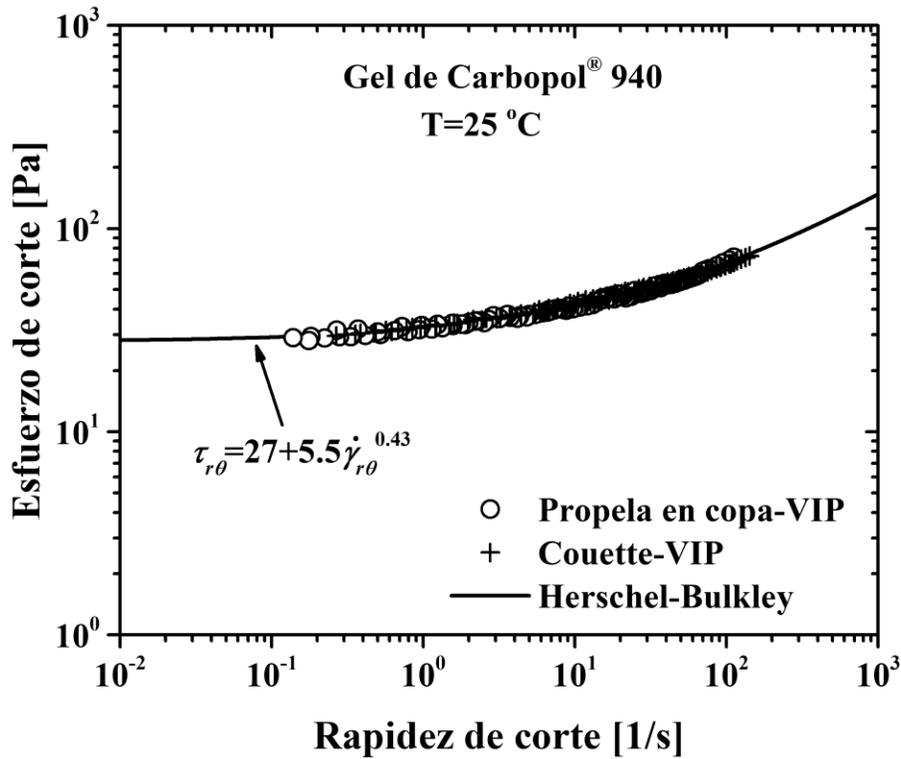


Figura 4.21. Curva de flujo real del hidrogel obtenida usando los perfiles de velocidad en la geometría de propela en copa. La línea continua representa el modelo de Herschel-Bulkley.

En la figura 4.21 se muestra la curva de flujo del hidrogel obtenida a partir de los perfiles de velocidad obtenidos en la geometría de propela en copa. Esta curva se construyó graficando la rapidez de corte local, la cual se obtuvo a través de la primera derivada de los perfiles de velocidad (ver ecuación (2.3)), contra el esfuerzo de corte correspondiente calculado con la ecuación (2.2), es decir asumiendo la analogía de Couette. También, en la figura 4.21 se muestra la curva de flujo real del hidrogel representada por las cruces que se obtuvo usando reo-VIP en flujo de Couette para propósitos de comparación, así como el modelo de Herschel-Bulkley con los parámetros reológicos que se calcularon usando los

métodos asociados con las ecuaciones (2.19) a (2.22). Puede verse que las tres curvas de flujo se encuentran en un excelente acuerdo entre ellas, lo cual valida las mediciones de reo-VIP para el flujo de propela en copa de este hidrogel. Sin embargo, cuando se llevan a cabo mediciones reológicas con la geometría de propela en copa en ausencia de los perfiles de velocidad se debe utilizar forzosamente un valor de R_{eq} para construir la curva de flujo del fluido.

En la figura 4.22 se muestra una comparación entre la curva de flujo real del hidrogel representada por el modelo de H-B de la figura 4.21 y dos curvas de flujo obtenidas para el hidrogel con la misma propela en una copa cubierta con lija #150 para suprimir el deslizamiento y sin mediciones de VIP, asumiendo la analogía de Couette. Estas últimas dos curvas de flujo se obtuvieron usando el valor de R_{eq} calculado por calibración con el fluido newtoniano, es decir $R_{eqN}=10\text{ cm}$, y con el valor del radio de la propela, R_V , respectivamente. La figura 4.22 muestra que las curvas de flujo construidas con la geometría de propela en copa sin mediciones de VIP se desvían considerablemente de la curva de flujo real. De hecho, la diferencia entre la rapidez de corte real y la calculada usando la analogía de Couette fue de aproximadamente 70% para esfuerzos de corte mayores que el de cedencia. Finalmente, los resultados de la figura 4.22 demuestran que el uso de R_{eqN} o R_V como R_{eq} de la analogía de Couette para construir la curva de flujo del material, y con ello obtener la viscosidad del fluido, puede conducir a errores significativos.

Así, los resultados de este trabajo indican que la analogía de Couette es difícil de definir para fluidos no newtonianos y no se puede utilizar de manera confiable en la práctica en ausencia de perfiles de velocidad.

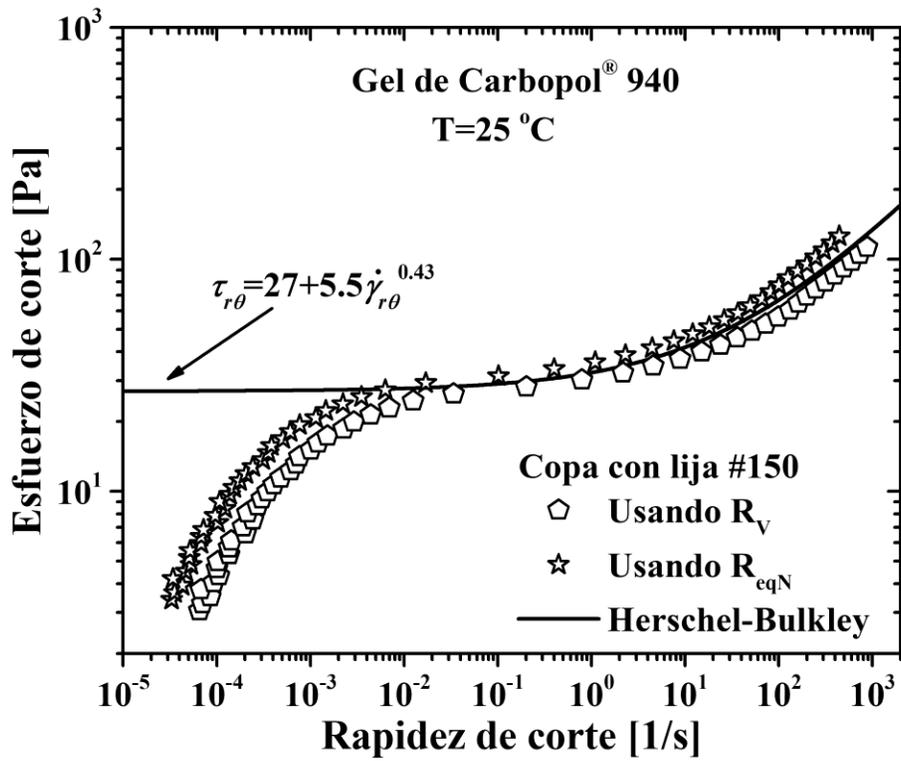


Figura 4.22. Curvas de flujo del hidrogel en la geometría de propela en copa en ausencia de mediciones de VIP. La línea continua representa el modelo de Herschel-Bulkley.

CONCLUSIONES

En este trabajo se estudió el comportamiento en flujo de un fluido modelo con esfuerzo de cedencia, un hidrogel de Carbopol[®] 940 al 0.12% *p/p*, en el reómetro de Couette con deslizamiento en las paredes empleando la técnica de velocimetría por imágenes de partículas. Las principales conclusiones derivadas de éste se enlistan a continuación:

- Los perfiles de velocidad del hidrogel en las geometrías de Couette permitieron identificar hasta tres regímenes de flujo diferentes: movimiento como un sólido en rotación en todo el espacio anular para esfuerzos de corte menores que el de cedencia, coexistencia entre el flujo de corte y el movimiento como el de un cuerpo rígido en rotación para esfuerzos mayores al de cedencia y flujo de corte solamente cuando el esfuerzo sobrepasó al de cedencia en todo el espacio anular.
- El deslizamiento del hidrogel ocurrió en ambos cilindros para todas las razones de radios utilizadas y se encontró que éste depende del tipo de superficie y de la razón de radios de la celda de Couette.
- La velocidad de deslizamiento del hidrogel fue una función creciente del esfuerzo de corte en la pared y fue mayor en la superficie hidrofílica que en la hidrofóbica.
- Los perfiles de velocidad experimentales se compararon con perfiles teóricos calculados a partir de un modelo propuesto en este trabajo para describir el flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley con deslizamiento y se encontró un excelente acuerdo entre ellos, lo cual demuestra que los métodos propuestos en esta investigación para el cálculo de los parámetros reológicos de los fluidos de Herschel-Bulkley son válidos independientemente de la razón de radios de la geometría de Couette.
- Las distribuciones de velocidad obtenidas en la geometría de propela en copa para el fluido newtoniano y para el hidrogel fueron complejas. Una vez en flujo, la propela solo arrastra una porción de la muestra como a un sólido en rotación hasta una posición radial menor que el radio de la propela, R_V .
- En general, el comportamiento exhibido por el hidrogel en la geometría de propela en copa fue similar al observado en la geometría de Couette. Sin embargo, el valor del radio equivalente de la analogía de Couette, R_{eq} , cambió para el hidrogel al variar la velocidad angular de la propela, ω_V , sugiriendo que R_{eq} puede cambiar para otros

fluidos no newtonianos y que para un fluido no newtoniano en específico depende de las condiciones de flujo. Por lo tanto, no hay un método bien definido para determinar R_{eq} y aplicar la analogía de Couette para fluidos no newtonianos.

- Finalmente se mostró que el uso del valor del radio equivalente obtenido mediante la calibración con un fluido newtoniano, R_{eqN} , o el de R_V para construir la curva de flujo de fluidos no newtonianos puede conducir a errores significativos en el cálculo de la rapidez de corte.

REFERENCIAS

- [1] Ahmed E. M., “Hydrogel: Preparation, characterization, and applications: A review”, *J. Adv. Res.* **6**, 105-121 (2015).
- [2] Ahuja A., Zylyftari G., and Morris J. F., “Yield stress measurements of cyclopentane hydrate slurry”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **220**, 116-125 (2015).
- [3] Aït-Kadi A., Marchal P., Choplin L., Chrissemant A.-S., and Bousmina M., “Quantitative analysis of mixer-type rheometers using the Couette analogy”, *Can. J. Chem. Eng.* **80**, 1166-1174 (2002).
- [4] Aktas S., Kalyon D. M., Marín-Santibáñez B. M., and Pérez-González J., “Shear viscosity and wall slip behavior of a viscoplastic hydrogel”, *J. Rheol.* **58**, 513-535 (2014).
- [5] Aral B. K., and Kalyon D. M., “Effects of temperature and surface roughness on time-dependent development of wall slip in steady torsional flow of concentrated suspensions”, *J. Rheol.* **38**, 957-972 (1994).
- [6] Balmforth N. J., Frigaard I. A., and Ovarlez G., “Yielding to Stress: Recent Developments in Viscoplastic Fluid Mechanics”, *Annu. Rev. Fluid Mech.* **46**, 121-146 (2014).
- [7] Barnes H. A., and Carnali J. O., “The vane-in-cup as a novel rheometer geometry for shear thinning and thixotropic materials”, *J. Rheol.* **36**, 841-866 (1990).
- [8] Barnes H. A., and Nguyen Q. D., “Rotating vane rheometry-a review”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **98**, 1-14 (2001).
- [9] Barry B. W., and Meyer M. C. “The rheological properties of Carbopol gels I. Continuous shear and creep properties of Carbopol gels”, *Int. J. Pharm.* **2**, 1-25 (1979).
- [10] Bird R. B., Armstrong R. C., and Hassager O., “Dynamics of polymeric liquids”, 1st ed., John Wiley and Sons, Estados Unidos (1977).
- [11] Bird R. B., Stewart W. E., and Lightfoot E. N., “Transport phenomena”, 2nd ed., Limusa Wiley, Estados Unidos (2010).
- [12] Bousmina M., Aït-Kadi A., and Faisant J. B., “Determination of shear rate and viscosity from batch mixer data”, *J. Rheol.* **43**, 415-433 (1999).
- [13] Chatzimina M., Georgiou G., and Alexandrou A., “Wall shear rate in circular Couette flow of a Herschel-Bulkley fluid”, *Appl. Rheol.* **19**, 34288-1-8 (2009).

- [14] Chirani N., Yahia L. H., Gritsch L., Motta F. L., Chirani S., and Faré, S., “History and Applications of Hydrogels”, *J. of Biomed. Sci.* **4**, 1-23 (2015).
- [15] Cloitre M., and Bonnecaze R. T., “A review on wall slip in high solid dispersions”, *Rheol. Acta* **56**, 283-305 (2017).
- [16] Cohen-Addad S. and Höhler R., “Rheology of foams and highly concentrated emulsions”, *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.* **19**, 536-548 (2014).
- [17] Couette M., “Etudes sur le frottement des liquids”, *Ann. Chim. Phys.* **6**, 433-510 (1890).
- [18] Coussot P., “Rheophysics: Matter in all its states”, 1st ed., Springer, Suiza (2014a).
- [19] Coussot P., “Yield stress fluid flows: A review of experimental data”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **211**, 31-49 (2014b).
- [20] Coussot P., Tocquer L., Lanos C., and Ovarlez G., “Macroscopic versus local rheology of yield stress fluids”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **158**, 85-90 (2009).
- [21] Derakhshandeh B., Hatzikiriakos S. G., and Bennington C. P. J., “The apparent yield stress of pulp fiber suspensions”, *J. Rheol.* **54** 1137-1154 (2010a).
- [22] Derakhshandeh B., Hatzikiriakos S. G., Bennington C. P. J., “Rheology of pulp suspensions using ultrasonic Doppler velocimetry”, *Rheol. Acta* **49** 1127-1140 (2010b).
- [23] Derakhshandeh B., Kerekes R. J., Hatzikiriakos S. G., and Bennington C. P. J., “Rheology of pulp fibre suspensions: A critical review”, *Chem. Eng. Sci.* **66**, 3460-3470 (2011).
- [24] Deshpande A. P., Murali Krishnan J., and Sunil Kumar P. B., “Rheology of complex fluids”, 1st ed., Springer, Estados Unidos (2010).
- [25] DIN-53019, “Viscometry - Measurements of viscosities and flow curves by means of rotational viscometers - Part 1: Principles and measuring geometry”, (2008).
- [26] Dimitriou C. J., and McKinley G. H., “A comprehensive constitutive law for waxy crude oil: a thixotropic yield stress fluid”, *Soft Matter* **10**, 6619-6644 (2014).
- [27] Dimitriou C. J., Casanellas L., Ober T. J., and McKinley G. H., “Rheo-PIV of a shear-banding wormlike micellar solution under large amplitude oscillatory shear”, *Rheol. Acta* **51**, 395-411 (2012).
- [28] Durst F., Melling A., and Whitelaw J. H., “Principles and practice of laser-Doppler anemometry”, 2nd ed., Academic Press, Inglaterra (1981).

- [29] Dzuy N. Q., and Boger D. V., “Yield stress measurements for concentrated suspensions”, *J. Rheol.* **27**, 321-349 (1983).
- [30] Dzuy N. Q., and Boger D. V., “Direct Yield Stress Measurements with the Vane Method”, *J. Rheol.* **29**, 335-347 (1985).
- [31] Escuder B. and Miravet J. F., “Functional Molecular Gels”, 1st ed., The Royal Society of Chemistry, Reino Unido (2014).
- [32] Estellé P., Lanos C., Perrot A., and Amziane S., “Processing the vane shear flow data from Couette analogy”, *Appl. Rheol.* **18**, 34037-34481 (2008).
- [33] Ferrás L. L., Nóbrega J. M., and Pinho F. T., “Analytical solutions for Newtonian and inelastic non-Newtonian flows with wall slip”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **175-176**, 76-88 (2012).
- [34] Flodin N. and Broms B., “Historical development of civil engineering in soft clay”, in *Soft Clay Engineering (Development in Geotechnical Engineering)*, 1st ed., Elsevier, Países Bajos, (1981).
- [35] ISO-3219, “Plastics - Methods of testing”, Vol. 13360, (1993).
- [36] Jabbari E. and Nozari S., “Synthesis of acrylic acid hydrogel by γ -irradiation cross-linking of polyacrylic acid in aqueous solution”, *Iran. Polym. J.* **8**, 263-270 (1999).
- [37] Jana S. C., Kapoor B., and Acrivos A., “Apparent wall slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles”, *J. Rheol.* **39**, 1123-1132 (1995).
- [38] Jiang T. Q., Young A. C., and Metzner A. B., “The rheological characterization of HPG gels: Measurement of slip velocities in capillary tubes”, *Rheol. Acta* **25**, 397-404 (1986).
- [39] Kalyon D. M., “Apparent slip and viscoplasticity of concentrated suspensions”, *J. Rheol.* **49**, 621-640 (2005).
- [40] Kalyon D. M., “An analytical model for steady coextrusion of viscoplastic fluids in thin slit dies with wall slip”, *Polym. Eng. Sci.* **50**, 652-664 (2010).
- [41] Kalyon D. M. and Aktas S., “Factors affecting the rheology and processability of highly filled suspensions”, *Annu. Rev. Chem. Biomol. Eng.* **5**, 229-254 (2014).
- [42] Kalyon D. M. and Malik M., “Axial laminar flow of viscoplastic fluids in a concentric annulus subject to wall slip”, *Rheol. Acta* **51**, 805-820 (2012).
- [43] Ketz R. J., Prud’homme R. K., and Graessley W. W., “Rheology of concentrated microgel solutions”, *Rheol. Acta* **27**, 531-539 (1988).

- [44] Kiljanski T., “A method for correction of the wall-slip effect in a Couette rheometer”, *Rheol. Acta* **28**, 61-64 (1989).
- [45] Lai W. M., Rubin D., and Krempf E., “Introduction to continuum mechanics”, 4th ed., Butterworth-Heinemann/Elsevier, Estados Unidos (2010).
- [46] Lawal A., and Kalyon D. M., “Analysis of nonisothermal screw extrusion processing of viscoplastic fluids with significant back flow”, *Chem. Eng. Sci.* **54**, 999-1013 (1999).
- [47] Lee D., Gutowski I. A., Bailey A. E., Rubatat L., de Bruyn J. R., and Frisken B. J., “Investigating the microstructure of a yield-stress fluid by light scattering”, *Phys. Rev. E.* **83**, 031401-1-031401-8 (2011).
- [48] López Durán J. J., “Reo-VIP de un fluido con esfuerzo de cedencia en un capilar”, Tesis de licenciatura, Instituto Politécnico Nacional, México D.F. (2013).
- [49] López-Durán J. J., Pérez-González J., Marín-Santibáñez B. M. y Rodríguez-González F., “Un nuevo método para determinar el esfuerzo de cedencia a partir de los perfiles de velocidad en un capilar”, *Rev. Mex. Ing. Quím.*, **12**, 121-128 (2013).
- [50] Macosko C. W., “Rheology principles, measurements and applications”, 1st ed., WILEY-VCH, Estados Unidos (1994).
- [51] Magnin A. and Piau J. M., “Cone and plate rheometry of yield stress fluids. Study of an aqueous gel”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **36**, 85-108 (1990).
- [52] Malkin A. Y., “Rheology Fundamentals”, 1st ed., ChemTec Publishing, Canadá (1994)
- [53] Marchesini F. H., Naccache M. F., Abdu A., Alicke A. A., de Souza Mendes P. R., “Rheological characterization of yield-stress materials: Flow pattern and apparent wall slip”, *Appl. Rheol.* **25**, 53883-1-10 (2015).
- [54] Meeker S. P., Bonnecaze R. T., and Cloitre M., “Slip and flow in pastes of soft particles: Direct observation and rheology”, *J. Rheol.* **48**, 1295-1320 (2004a).
- [55] Meeker, S. P., Bonnecaze R. T., and Cloitre M., “Slip and flow in soft particle pastes”, *Phys. Rev. Lett.* **92**, 198302 (2004b).
- [56] Medina Bañuelos E. F., “Cinemática de flujo de un hidrogel en un reómetro de Couette”, Tesis de Maestría, Instituto Politécnico Nacional, Ciudad de México (2017).
- [57] Meeker S. P., Bonnecaze R. T., and Cloitre M., “Slip and flow in pastes of soft particles: Direct observation and rheology”, *J. Rheol.* **48**, 1295–1320 (2004a).

- [58] Meeker S. P., Bonnecaze R. T., and Cloitre M., “Slip and flow in soft particle pastes”, *Phys. Rev. Lett.* **92**, 198302 (2004b).
- [59] Mezger T. G., “The rheology handbook: for users of rotational and oscillatory rheometers”, 4th ed., Vincentz Network, Alemania (2014).
- [60] Molyneux P., “Water-soluble synthetic polymers: properties and behavior”, 1st ed., CRC Press, Estados Unidos (1985).
- [61] Mooney M., “Explicit Formulas for Slip and Fluidity”, *J. Rheol.* **2**, 210-222 (1931).
- [62] Morrison F. A., “Understanding rheology: Topics in chemical engineering”, 1st ed., Oxford University Press, Estados Unidos (2001).
- [63] Nguyen Q. D. and Boger D., “Measuring the properties of yield stress fluids”, *Annu. Rev. Fluid Mech.* **24**, 47-88 (1992).
- [64] Oppong F. K., Rubatat L., Frisken B. J., Bailey A. E., Bruin J. R., “Microrheology and structure of a yield-stress polymer gel”, *Phys. Rev. E* **73**, 041405 (2006).
- [65] Ortega Avila J. F., “Estudio de la concentración de agua en el comportamiento reológico de emulsiones de crudo maya”, Tesis de Maestría, Instituto Politécnico Nacional, México D.F. (2015).
- [66] Ortega-Avila J. F., Pérez-González J., Marín-Santibáñez B. M., Rodríguez-González F., Aktas S., Malik M. and Kalyon D. M., “Axial annular flow of a viscoplastic microgel with wall slip”, *J. Rheol.* **60**, 503-515 (2016).
- [67] Osada Y. and Kajiwara K., “Gels Handbook”, 1st ed., Academic Press, Estados Unidos (2001).
- [68] Ovarlez G., Cohen-Addad S., Krishan K., Goyon J., and Coussot P., “On the existence of a simple yield stress fluid behavior”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **193**, 68-79 (2013).
- [69] Ovarlez G., Mahaut F., Bertrand F., and Chateau X., “Flows and heterogeneities with a vane tool: Magnetic resonance imaging measurements”, *J. Rheol.* **55**, 197-223 (2011).
- [70] Ovarlez G., Rodts S., Ragouilliaux A., Coussot P., Goyon J., and Colin A., “Wide-gap Couette flows of dense emulsions: local concentration measurements, and comparison between macroscopic and local constitutive law measurements through magnetic resonance imaging”, *Phys. Rev. E.* **78**, 036307-1-13 (2008).
- [71] Peppas N. A., Bures P., Leobandung W., and Ichikawa H., “Hydrogels in pharmaceutical formulations”, *Eur. J. Pharm. Biopharm* **50**, 27-46 (2000).

- [72] Pérez-González J. y Vega Acosta Montalbán L. A., “Fundamentos de Reología” en Tendencias actuales de la Física, 1st ed., Instituto Politécnico Nacional, México (2008).
- [73] Pérez-González J., López-Durán J. J., Marín-Santibáñez B. M., Rodríguez-González F., “Rheo-PIV of a yield-stress fluid in a capillary with slip at the wall”, *Rheol. Acta* **51**, 937-946 (2012).
- [74] Piau J. M., “The relevance of the early days of viscosity, slip at the wall, and stability in concentric cylinder viscometry”, *J. Rheol.* **49**, 1539-1550 (2005).
- [75] Piau J. M., “Carbopol gels: Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges: Meso- and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **144**, 1-29 (2007).
- [76] Rabideau B. D., Moucheront P., Bertrand F., Rodts S., Roussel N., Lanos C., and Coussot P., “The extrusion of a model yield stress fluid imaged by MRI velocimetry”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **165**, 394-408 (2010).
- [77] Raffel M., Willert C., Wereley S. T. y Kompehans J., “Particle image velocimetry: A practical guide”, 2nd ed., Springer, Alemania (2007).
- [78] Rangel Olivares F. R., “Caracterización reológica de fluidos con esfuerzo de cedencia”, Tesis de Maestría, Instituto Politécnico Nacional, México D.F. (2014).
- [79] Raynaud J. S., Moucheront P., Baudez J. C., Bertrand F., Guilbaud J. P., and Coussot P., “Direct determination by nuclear magnetic resonance of the thixotropic and yielding behavior of suspensions”, *J. Rheol.* **46**, 709-732 (2002).
- [80] Roberts G. P. and Barnes H. A., “New measurements of the flow-curves for Carbopol dispersions without slip artefacts”, *Rheol. Acta* **40**, 499-503 (2001).
- [81] Seth J. R., Mohan L., Locatelli-Champagne C., Cloitre M., and Bonnecaze R. T., “A micromechanical model to predict the flow of soft particle glasses”, *Nat Mater* **10**, 838–843 (2011).
- [82] Schlegel D., “Bestimmung der Schubspannungsfunktion des Blutes mit dem Couette-Rheometer unter Berücksichtigung des Wandverhaltens”, *Rheol. Acta.* **19**, 375-380 (1980).
- [83] Shafiei M., Balhoff M., and Hayman N. W., “Chemical and microstructural controls on viscoplasticity in Carbopol hydrogel”, *Polymer* **139**, 44-51 (2018).

- [84] Siles Guevara A., “Estudio del efecto de la presión en el comportamiento reológico de un hidrogel”, Tesis de Maestría, Instituto Politécnico Nacional, Ciudad de México (2018).
- [85] Sun A. and Gunasekaran S., “Yield stress in foods: measurements and applications”, *Int. J. Food Prop.* **12**, 70-101 (2009).
- [86] Taylor N. W. and Bagley E. G., “Dispersions or solutions: A mechanism for certain thickening agents”, *J. Appl. Polym. Sci.* **18**, 2747-2761 (1974).
- [87] Tejero J. M. y de Vargas L., “Un método para determinar el deslizamiento y la viscosidad en la geometría de Couette”, *Rev. Mex. Fís.* **36**, 108-117 (1990).
- [88] Tropea C., Yarin A. L., and Foss J. F., “Handbook of Experimental Fluid Mechanics”, 1st ed., Springer, Alemania (2007).
- [89] Ullah F., Othman M. B. H., Javed F., Ahmad Z., and Akil H. M., “Classification, processing and application of hydrogels: A review”, *Mater. Sci. Eng. C* **57**, 414-433 (2015).
- [90] van de Hulst H. C., “Light scattering by small particles”, Dover publications (1981)
- [91] Vand V: “Viscosity of solutions and suspensions. I. Theory”, *J. Phys. Colloid Chem.* **52**, 277–299 (1948).
- [92] Vermant J., and Solomon M. J., “Flow-induced structure in colloidal suspensions”, *J. Phys. Condens. Matter* **17**, R187-R216 (2005).
- [93] Yaras P., Kalyon D. M., and Yilmazer U., “Flow instabilities in capillary flow of concentrated suspensions”, *Rheol. Acta* **33**, 48-59 (1994).
- [94] Yeow, Y. L., Choon B., Karniawan L., and Santoso L., “Obtaining the shear rate function and the slip velocity function from Couette viscometry data”, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* **124**, 43-49 (2004).
- [95] Yoshimura A. and Prud’homme R. K., “Wall slip corrections for Couette and parallel disk viscometers”, *J. Rheol.* **32**, 53-67 (1988).

APÉNDICE A. FUNDAMENTOS DE REOLOGÍA

A.1 Introducción a la reología

La reología es la ciencia que estudia la deformación y el flujo de los materiales, en particular, se enfoca en estudiar el comportamiento en flujo de fluidos complejos, los cuales están conformados por macromoléculas o por partículas suaves o rígidas que están dispersas en una matriz. Ejemplos de estos son los polímeros fundidos, las soluciones poliméricas, las suspensiones diluidas y semiconcentradas, las dispersiones coloidales, etc. Estos tipos de materiales pueden presentar estructura en reposo y tienen propiedades entre las de los sólidos ideales y los fluidos viscosos, por lo que también son conocidos como fluidos viscoelásticos [Morrison (2001); Pérez González y Vega Acosta Montalban (2008)].

El objetivo de la reología es la descripción del comportamiento en flujo de los fluidos complejos por medio de ecuaciones constitutivas, las cuales relacionan cantidades dinámicas como el esfuerzo de corte (τ) con cantidades cinemáticas como la rapidez de deformación ($\dot{\gamma}$). Dicha relación es establecida a través de propiedades de los materiales, tales como la viscosidad o los módulos del material [Malkin (1994); Pérez González y Vega Acosta Montalban (2008); Bird *et al.* (2010); Deshpande *et al.* (2010)]. En seguida, se presenta la definición de las variables físicas que se utilizan con mayor frecuencia en la reología.

A.2 Tensor de esfuerzos

El esfuerzo, σ , se define como la razón de una fuerza, F , y el área, A , sobre la que se aplica es decir $\sigma=F/A$. Si se consideran las componentes de la fuerza, normal y tangencial, y la dirección en la que ésta se aplica sobre el área de un elemento de volumen infinitesimal de un material, se obtienen esfuerzos normales y de corte, respectivamente. Si se considera un volumen infinitesimal de un fluido como el de la figura A.1, el estado de esfuerzos total dado por un tensor de segundo orden, denotado por $\boldsymbol{\pi}$, se puede escribir de manera matricial como sigue [Lai *et al.* (2010)]:

$$[\boldsymbol{\pi}] = \begin{bmatrix} \pi_{xx} & \pi_{xy} & \pi_{xz} \\ \pi_{yx} & \pi_{yy} & \pi_{yz} \\ \pi_{zx} & \pi_{zy} & \pi_{zz} \end{bmatrix} \quad (\text{A.1})$$

donde π_{ij} representa las componentes de $\boldsymbol{\pi}$ en coordenadas cartesianas. El primer subíndice indica la dirección del vector normal a la superficie donde se aplica dicha fuerza y el segundo corresponde a la dirección en la cual se aplica la fuerza. Las componentes de la diagonal (π_{xx} , π_{yy} , π_{zz}) representan esfuerzos normales los cuales se pueden asociar con fenómenos de compresión o elongación en los materiales. Los elementos fuera de la diagonal de la matriz del tensor de esfuerzos corresponden a esfuerzos de corte.

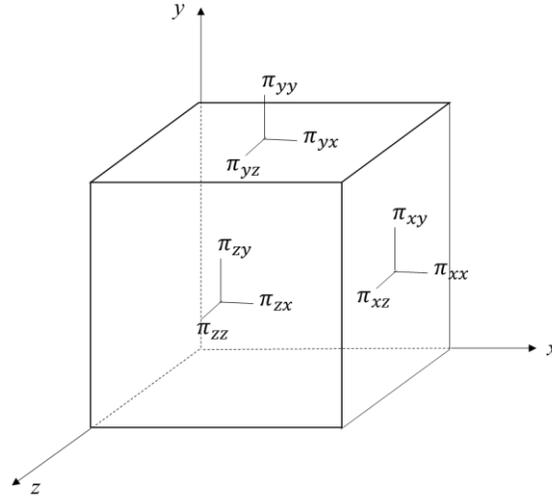


Figura A.1. Representación esquemática del estado de esfuerzos en un volumen infinitesimal de un material.

En la mayoría de los casos, el tensor de esfuerzos es simétrico, por lo que puede representarse solo con seis componentes distintas [Bird *et al.* (1977)]. En general, el tensor de esfuerzos total ($\boldsymbol{\pi}$) se puede escribir en forma tensorial como:

$$\boldsymbol{\pi} = -p\boldsymbol{\delta} + \boldsymbol{\tau} \quad (\text{A.2})$$

Donde p es la presión termodinámica del fluido, $\boldsymbol{\delta}$ es el tensor identidad o isotrópico y $\boldsymbol{\tau}$ es el tensor de esfuerzos viscosos. Cuando los fluidos se encuentran en movimiento, la presión termodinámica no puede ser determinada, por lo que con frecuencia se calculan las diferencias de esfuerzos normales, N_1 y N_2 , respectivamente, las cuales están relacionadas con la elasticidad que el fluido desarrolla en flujo cortante. Dichas diferencias son las siguientes:

$$N_1 = \tau_{xx} - \tau_{yy} = \psi_1 \dot{\gamma}^2 \quad (\text{A.3})$$

$$N_2 = \tau_{yy} - \tau_{zz} = \psi_2 \dot{\gamma}^2 \quad (\text{A.4})$$

Donde τ_{ii} representa a los esfuerzos normales y ψ_1 y ψ_2 son los coeficientes de esfuerzos normales.

A.3 Tensor rapidez de deformación

Los materiales al ser sometidos a un estado de esfuerzos de tipo cortante presentan como respuesta una deformación por corte, γ , cuyo cambio en el tiempo se conoce como rapidez de corte o de deformación, $\dot{\gamma}$, esta cantidad es definida típicamente para fluidos y es el valor escalar del tensor rapidez de corte, $\dot{\boldsymbol{\gamma}}$, el cual se expresa de la siguiente manera [Morrison (2001)]:

$$\dot{\boldsymbol{\gamma}} = \frac{1}{2} [\nabla \vec{v} + \nabla \vec{v}^T] \quad (\text{A.5})$$

Donde $\nabla \vec{v}$ representa el tensor gradiente de velocidades y $\nabla \vec{v}^T$ es su transpuesta. El tensor rapidez de corte puede interpretarse como la variación de velocidad que experimentan las diferentes capas del fluido bajo flujo. Las componentes del tensor rapidez de deformación para un flujo de corte en coordenadas cartesianas se expresan mediante:

$$[\dot{\boldsymbol{\gamma}}] = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 2 \frac{\partial v_x}{\partial x} & \frac{\partial v_x}{\partial y} + \frac{\partial v_y}{\partial x} & \frac{\partial v_x}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial x} \\ \frac{\partial v_y}{\partial x} + \frac{\partial v_x}{\partial y} & 2 \frac{\partial v_y}{\partial y} & \frac{\partial v_y}{\partial z} + \frac{\partial v_z}{\partial y} \\ \frac{\partial v_z}{\partial x} + \frac{\partial v_x}{\partial z} & \frac{\partial v_z}{\partial y} + \frac{\partial v_y}{\partial z} & 2 \frac{\partial v_z}{\partial z} \end{bmatrix} \quad (\text{A.6})$$

En reología se emplea el símbolo $\dot{\gamma}$, para designar el valor escalar de la rapidez de corte o de deformación, la cual es la magnitud del tensor rapidez de deformación, y su valor puede obtenerse a partir de la ecuación:

$$\dot{\gamma} = \sqrt{\frac{1}{2} |\dot{\boldsymbol{\gamma}} : \dot{\boldsymbol{\gamma}}|} \quad (\text{A.7})$$

A.4 Flujo de corte simple

Consideremos el flujo de un fluido entre dos placas paralelas de área A que se encuentran separadas por una distancia h . El flujo de corte simple se produce al aplicar una fuerza tangencial F sobre el área de una de las placas mientras la otra se mantiene fija, dando lugar a un esfuerzo cortante τ_{yx} . La placa en movimiento se desplaza a una velocidad constante v_x de tal manera que se produce un flujo unidireccional como el que se muestra en la figura A.2.

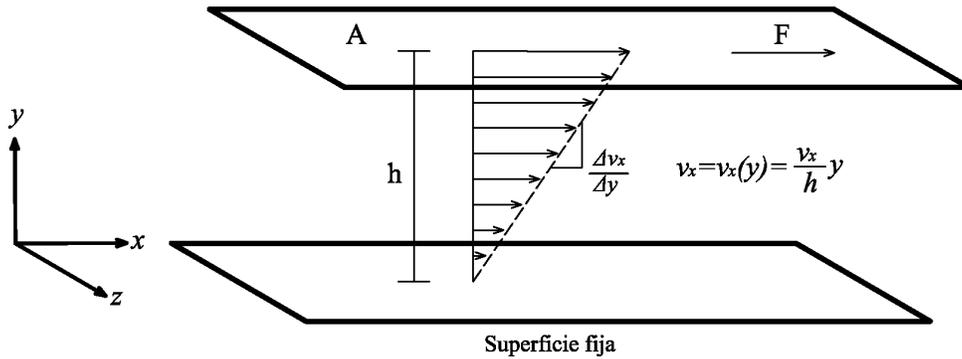


Figura A.2. Representación esquemática del flujo de corte simple.

Para el flujo de corte simple, el tensor de esfuerzos total puede escribirse como [Morrison (2001)]:

$$[\boldsymbol{\pi}] = \begin{bmatrix} -p + \tau_{xx} & \tau_{yx} & 0 \\ \tau_{yx} & -p + \tau_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & -p + \tau_{zz} \end{bmatrix} \quad (\text{A.8})$$

Por su parte, el tensor rapidez de deformación para este tipo de flujo toma la siguiente forma:

$$[\dot{\boldsymbol{\gamma}}] = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & \frac{\partial v_x}{\partial y} & 0 \\ \frac{\partial v_x}{\partial y} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{A.9})$$

En el caso particular del flujo de corte simple, la rapidez de deformación coincide con el gradiente de velocidades, es decir: $\dot{\gamma} = \frac{\partial v_x}{\partial y}$.

Por otra parte, cuando el campo de velocidades, la rapidez de deformación y el esfuerzo de corte son independientes del tiempo se dice que el flujo es estacionario, mientras que un flujo es llamado homogéneo cuando el esfuerzo de corte y la rapidez de deformación son independientes de la posición.

A.5 Ecuaciones de conservación

En general, el flujo de un fluido puede ser descrito a través de las ecuaciones de conservación de masa o continuidad, de cantidad de movimiento y de energía. Sin embargo, cuando se consideran condiciones isotérmicas, el movimiento de un fluido a través de diferentes geometrías de flujo se puede describir resolviendo únicamente las primeras dos ecuaciones. En este trabajo se omite la ecuación de energía debido a que todos los experimentos se realizaron bajo condiciones de flujo isotérmico. En seguida se describen brevemente la ecuación de continuidad y la de cantidad de movimiento o *momentum*.

A.5.1 Ecuación de continuidad o de conservación de masa

El principio de conservación de masa señala que, si se sigue un volumen infinitesimal de un material a través de su movimiento, su volumen V y su densidad ρ pueden cambiar, pero su masa total, ρV , permanecerá sin cambio, es decir:

$$\frac{D(\rho dV)}{Dt} = 0 \quad (\text{A.10})$$

Para el caso en el que el fluido es incompresible, la ecuación (A.10) puede ser expresada de la siguiente manera:

$$\rho(\nabla \cdot \vec{v}) + \frac{D\rho}{Dt} = 0 \quad (\text{A.11})$$

La ecuación (A.11) describe la conservación de masa y también es conocida como ecuación de continuidad. Puesto que la derivada material de la densidad de un fluido incompresible es cero, la ecuación de conservación de masa se convierte en:

$$(\nabla \cdot \vec{v}) = 0 \quad (\text{A.12})$$

La ecuación (A.12) implica que la velocidad no cambia con la posición, por lo que se tiene un flujo completamente desarrollado.

A.5.2 Ecuación de conservación de cantidad de movimiento

El postulado básico de conservación de la cantidad de movimiento o *momentum* establece que cada partícula de un continuo debe satisfacer la segunda ley de Newton del movimiento, es decir:

$$\frac{D(\rho\vec{v})}{Dt} = -(\nabla \cdot \boldsymbol{\tau}) - \nabla p + \rho\vec{g} \quad (\text{A.13})$$

En la ecuación (A.13) el primer término de la derecha indica la contribución al cambio en la cantidad de movimiento debido a las interacciones internas en el fluido, el segundo indica la diferencia de presión necesaria para mover el elemento de fluido hasta cierta distancia y el tercero es la aportación de la fuerza de gravedad que actúa sobre el elemento de fluido, conocida como fuerza de cuerpo. El término de la izquierda se denomina derivada material de la cantidad de movimiento por unidad de volumen, la cual se puede separar en sus partes temporal y espacial como sigue:

$$\frac{D(\rho\vec{v})}{Dt} = \frac{\partial(\rho\vec{v})}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho\vec{v}\vec{v}) \quad (\text{A.14})$$

Donde el primer término de la derecha indica la variación instantánea de cantidad de movimiento por unidad de volumen con respecto del tiempo y el segundo con respecto de la posición.

A.6 Ecuaciones constitutivas y tipos de fluidos

Las ecuaciones constitutivas son expresiones matemáticas que relacionan variables dinámicas con cinemáticas a través de las propiedades de los materiales, tales como la constante de restitución de resortes, la masa, los módulos de elasticidad y de corte y la viscosidad, por mencionar algunas. En reología, las ecuaciones constitutivas relacionan el esfuerzo (de corte o extensional) con deformaciones o razones de corte o de extensión para determinar propiedades reológicas como el módulo elástico o la viscosidad de un material [Deshpande *et al.* (2010)]. A la representación gráfica de dichas cantidades físicas se les conoce como curvas de deformación y de flujo o reogramas. Los reogramas se construyen a partir de los valores del esfuerzo y la deformación o rapidez de deformación obtenidos empleando aparatos mecánicos llamados reómetros, que pueden operar en el modo de esfuerzo controlado o de rapidez controlada. A continuación, se presentan algunas ecuaciones constitutivas fenomenológicas de uso común en la reología.

A.6.1 Sólido elástico

Un sólido elástico es un material capaz de deformarse de manera reversible al ser sometido a esfuerzos de corte o esfuerzos normales, es decir, cuando se retira el esfuerzo aplicado el material deformado puede recuperar sus dimensiones originales. La ley de Hooke de la elasticidad establece la relación entre el esfuerzo y la deformación de un material que se somete a una carga. En el caso de que el material sea ensayado en tensión como en la figura A.3, la deformación es producida por un esfuerzo normal que resulta en una elongación en el material, la ecuación constitutiva que representa dicho experimento es:

$$\sigma = E\varepsilon \quad (\text{A.15})$$

Donde E es el modulo elástico o de Young del material y ε es la deformación unitaria del material definida como:

$$\varepsilon = \frac{l_f - l_0}{l_0} \quad (\text{A.16})$$

Donde l_0 y l_f son la longitud inicial y final del material, respectivamente.

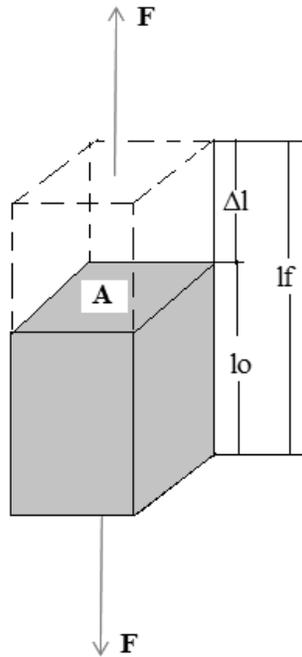


Figura A.3. Representación esquemática de la deformación de un sólido elástico debido a esfuerzos normales.

En la figura A.4 se muestra el caso en el que se aplica un esfuerzo cortante produciendo una deformación por corte en el material.

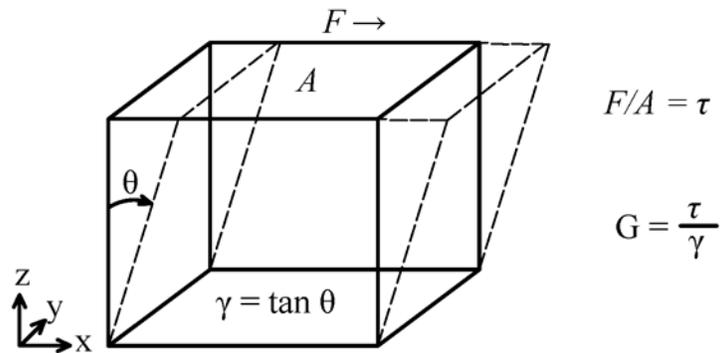


Figura A.4. Representación esquemática de la deformación por corte en un sólido elástico.

En este caso la ley de Hooke se expresa mediante [Morrison (2001)]:

$$\tau = G\gamma \tag{A.17}$$

Donde τ es el esfuerzo de corte, G es el módulo de corte y $\gamma = \tan\theta$ es la deformación por corte. Para el caso en el cual las deformaciones son muy pequeñas se tiene que $\gamma \approx \theta$.

A.6.2 Fluidos newtonianos

A diferencia de los sólidos elásticos lineales, los fluidos ideales se deforman irreversiblemente, es decir, fluyen, y la energía requerida para la deformación se disipa en el interior del fluido y no se puede recuperar al retirar el esfuerzo. La ecuación constitutiva más sencilla empleada para describir el comportamiento viscoso de fluidos fue propuesta por Newton y relaciona directamente al esfuerzo de corte, τ , con la rapidez de deformación, $\dot{\gamma}$, mediante la resistencia que presenta el fluido al flujo, esto es [Morrison (2001)]:

$$\tau = \mu \dot{\gamma} \quad (\text{A.18})$$

Donde μ es la viscosidad de corte del fluido. Los fluidos, cuyo comportamiento reológico puede describirse por la ecuación anterior son llamados fluidos newtonianos y son representados en una curva de flujo por una función lineal, cuya pendiente es la viscosidad, la cual es independiente de la rapidez de corte (ver la curva de flujo a en la figura A.5). Hay que notar, sin embargo, que las características reológicas de los fluidos se ven influenciadas por variables como la presión y la temperatura. Ejemplos de fluidos newtonianos son el agua, los gases, los aceites, los solventes orgánicos y la mayoría de los fluidos de bajo peso molecular. De la ecuación (A.18) se ve fácilmente que la viscosidad de un fluido newtoniano puede calcularse mediante la relación:

$$\mu = \frac{\tau}{\dot{\gamma}} \quad (\text{A.19})$$

A.6.3 Fluidos no newtonianos

Cuando los fluidos no presentan un comportamiento viscoso que obedece la ley de Newton de la viscosidad, se dice que dicho material es un fluido no newtoniano y su comportamiento puede ser expresado mediante la siguiente relación:

$$\tau = \eta(\dot{\gamma}) \dot{\gamma} \quad (\text{A.20})$$

Donde la cantidad $\eta(\dot{\gamma})$ es la viscosidad del fluido y ésta es función de la rapidez de deformación. La ecuación (A.20) también se conoce como el modelo generalizado de Newton [Bird *et al.* (2010)]. En general, la variación de la viscosidad en los fluidos no newtonianos con la rapidez de corte se debe a la influencia del esfuerzo de corte en su estructura. En la figura A.5 se muestra un conjunto de curvas de flujo que representan el comportamiento reológico de distintos tipos de fluidos no newtonianos, los cuales se describen en detalle a continuación [Bird *et al.* (1977); Nguyen and Boger (1992); Malkin (1994); Pérez González y Vega Acosta Montalban (2008); Deshpande *et al.* (2010)].

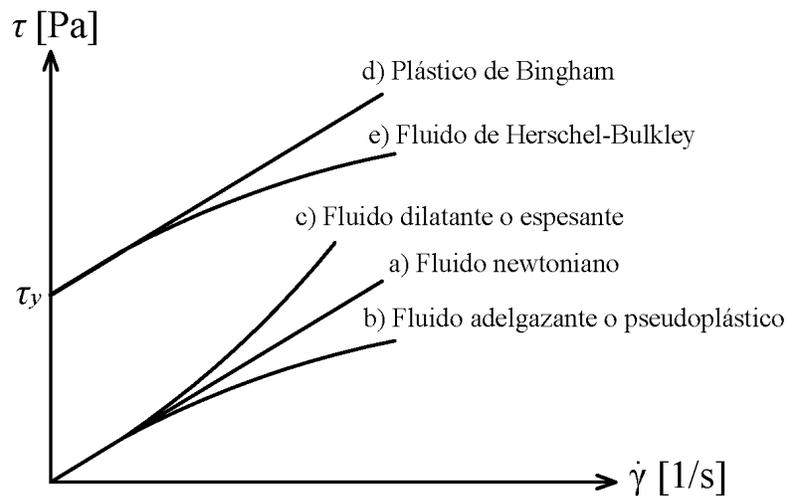


Figura A.5. Curvas de flujo típicas de diferentes fluidos.

A.6.3.1 Fluidos adelgazantes y espesantes

Los fluidos adelgazantes, también conocidos como pseudoplásticos, son materiales que no obedecen la ley de Newton de la viscosidad, para estos fluidos la viscosidad disminuye al aumentar la rapidez de corte o el esfuerzo como se muestra en la curva (b) de la figura A.5. Ejemplos de este tipo de fluidos son las dispersiones poliméricas y coloidales, algunas emulsiones y suspensiones, y soluciones de tensoactivos, entre otros. En contraste con los fluidos adelgazantes, los fluidos espesantes o dilatantes son materiales para los cuales la viscosidad incrementa al aumentar la rapidez de deformación. La curva de flujo (c) de la figura A.5 es una curva típica que describe el comportamiento en flujo de algunos fluidos espesantes. Ejemplos de éstos son algunas suspensiones concentradas, algunas soluciones de tensoactivos, emulsiones concentradas, dispersiones coloidales concentradas, etc. La

descripción del comportamiento reológico de algunos fluidos adelgazantes y espesantes se puede llevar a cabo mediante un modelo fenomenológico propuesto por Ostwald-de Waele y que se conoce comúnmente como el modelo de ley de potencias, el cual está dado por [Bird *et al.* (1977); Morrison (2001)]:

$$\tau = m\dot{\gamma}^n \quad (\text{A.21})$$

Donde m y n son el índice de consistencia y de adelgazamiento del fluido. Este modelo permite describir la variación de la viscosidad como función de la rapidez de corte, $\eta(\dot{\gamma})$, dependiendo del valor del índice de potencias:

$$\eta(\dot{\gamma}) = m\dot{\gamma}^{n-1} \quad (\text{A.22})$$

En la ecuación anterior el modelo describe el comportamiento viscoso de fluidos adelgazantes o pseudoplásticos si $0 < n < 1$; cuando $n = 1$ se recupera la ecuación de Newton de la viscosidad y cuando $n > 1$ el modelo describe el comportamiento de fluidos espesantes o dilatantes.

A.6.3.2 Fluidos viscoplásticos o con esfuerzo de cedencia

Los fluidos con esfuerzo de cedencia están presentes tanto en la naturaleza como en la industria y son encontrados en una amplia gama de aplicaciones. Algunos materiales como los lodos de perforación, productos alimenticios (como la catsup, la mayonesa, el yogurt), de construcción (como pastas de cemento, morteros y pinturas), y de cuidado personal (como pastas dentales, champús y los geles para el cabello) son ejemplos de ellos.

Los fluidos con esfuerzo de cedencia también son conocidos como fluidos viscoplásticos y son materiales que no fluirán a menos que un esfuerzo de corte crítico, llamado esfuerzo de cedencia (τ_y), haya sido superado. Para valores del esfuerzo menores o iguales que τ_y este tipo de materiales se comportan como un sólido elástico lineal, deformándose de tal manera que obedecen la ley de Hooke. El esfuerzo de cedencia es debido a la estructura del material en reposo debida a interacciones de tipo electrostático o débiles como las fuerzas de van der Waals o los puentes de hidrógeno. Así, cuando este tipo de materiales se someten a esfuerzos de corte mayores que τ_y son capaces de convertirse en

líquidos mediante un colapso de su estructura sólida causado por una deformación crítica asociada con el esfuerzo de cedencia, una vez en su régimen de líquidos estos materiales son capaces de recuperar su estructura de una manera más o menos rápida cuando son puestos en reposo.

En la literatura existen diversos modelos fenomenológicos que se emplean para describir el comportamiento reológico de los fluidos con esfuerzo de cedencia, algunos de ellos son el modelo del plástico de Bingham y el de Herschel-Bulkley. El modelo de Bingham supone que antes de llegar al esfuerzo de cedencia, el material se comporta como un sólido elástico y que una vez que se supera tal esfuerzo el fluido viscoplástico fluye como uno newtoniano. Los fluidos, cuyo comportamiento en flujo es descrito por el modelo de Bingham, se conocen como fluidos o plásticos de Bingham y se representan por la expresión:

$$\tau = \tau_y + \eta_p \dot{\gamma} \quad (\text{A.23})$$

Donde τ_y y η_p son el esfuerzo de cedencia y la viscosidad plástica del fluido, respectivamente. Su curva de flujo (d) que se muestra en la figura A.5 es típica de los plásticos de Bingham.

Por otra parte, el modelo de Herschel-Bulkley, al igual que el modelo de Bingham sugiere que el material se comporta como un sólido elástico para esfuerzos menores que el de cedencia. Sin embargo, este modelo señala que, una vez rebasado el esfuerzo de cedencia del material, éste comienza a fluir como si fuera un fluido no newtoniano que obedece la ley de potencias. A los fluidos que son descritos por este modelo se les llama fluidos de Herschel-Bulkley y la ecuación constitutiva que los representa es la siguiente:

$$\tau = \begin{cases} \tau_y + m\dot{\gamma}^n, & \tau > \tau_y \\ \dot{\gamma} = 0 & , \quad \tau \leq \tau_y \end{cases} \quad (\text{A.24})$$

En la ecuación (A.24), m y n son el índice de consistencia y el índice de potencia, respectivamente. La curva de flujo (e) de la figura A.5 es típica de los fluidos de Herschel-Bulkley.

A.7 Reometría

La reometría es una rama de la reología que describe tanto los métodos de medida como los instrumentos (reómetros) que permiten obtener datos reológicos de un material, determinando con ellos relaciones cuantitativas entre el esfuerzo y la deformación o rapidez de deformación. Existen principalmente dos tipos de reómetros de flujo cortante, los de Couette y los de Poiseuille. En los primeros, el flujo es generado por el desplazamiento relativo de superficies al aplicar una fuerza tangencial sobre una de ellas o sobre ambas, (reómetro de cono y plato, el de placas paralelas y el de cilindros concéntricos). En el segundo tipo, el flujo es inducido por una diferencia de presión Δp (reómetro de capilar y de canal).

Para la caracterización reológica de un fluido se requiere que el flujo generado sea laminar, estacionario, isotérmico y que además se lleve a cabo con muestras homogéneas y que no existan cambios fisicoquímicos durante la prueba. Un flujo que cuenta con dichas especificaciones se conoce como flujo reométrico.

La solución de un problema de flujo de algún fluido que fluye a través de una geometría determinada se realiza resolviendo las ecuaciones de conservación que se mencionaron previamente bajo ciertas condiciones. En reometría esto se hace con el objetivo de obtener expresiones para el cálculo de las propiedades reológicas de un fluido en cuestión a partir de cantidades medibles como la torca y la velocidad angular, en el caso de los reómetros torsionales. En esta tesis, como se ha mencionado anteriormente, es de interés el flujo de Couette de fluidos viscoplásticos, como los de Herschel-Bulkley. A continuación, se presenta la solución del problema del flujo de Couette sin y con deslizamiento para fluidos newtonianos, de ley de potencias y en especial para fluidos de Herschel-Bulkley. En el apéndice B se presenta el caso para el cual no existe deslizamiento en los cilindros de la geometría de Couette, mientras que en el apéndice C se resuelve el problema asumiendo que ocurre deslizamiento.

APÉNDICE B. FLUJO DE COUETTE DE FLUIDOS SIN DESLIZAMIENTO

B.1 Flujo sin deslizamiento de un fluido newtoniano en la geometría de cilindros concéntricos o de Couette

El primer reómetro rotacional que se utilizó en la práctica fue el reómetro de cilindros concéntricos y fue propuesto por Maurice Couette en 1890, por lo que el reómetro de cilindros concéntricos se conoce comúnmente como el reómetro de Couette. Como se muestra en la figura 2.1, el reómetro de Couette consiste en dos cilindros concéntricos de radio R_i y R_o , respectivamente, cuya razón de radios es $\kappa=R_i/R_o$. La altura del cilindro interno es L . La principal ventaja de este reómetro es que permite la caracterización reológica de fluidos de baja viscosidad. El volumen de la muestra en cuestión se coloca en el espacio entre los dos cilindros y el flujo se produce mediante la imposición de una torca M aplicada normalmente sobre el cilindro interno, el cual rota a una velocidad angular ω_i , mientras el externo se mantiene fijo, $\omega_o=0$. Para resolver el problema de flujo en esta geometría se supone lo siguiente [Makosco (1994)]:

- 1) El fluido es incompresible
- 2) No existe deslizamiento en los cilindros.
- 3) El flujo es estacionario, laminar e isotérmico.
- 4) El flujo es unidireccional, es decir, solo existe la componente de la velocidad en la dirección azimutal θ , y $v_r=v_z=0$.
- 5) Los efectos finales y de gravedad son despreciables.

Con estas suposiciones, la ecuación de conservación de masa en coordenadas cilíndricas se convierte en:

$$\nabla \cdot \vec{v} = \frac{1}{r} \frac{\partial v_\theta}{\partial \theta} = 0 \quad (\text{B.1})$$

La ecuación (B.1) indica que la componente de velocidad v_θ no es función de θ , así como la existencia de un flujo completamente desarrollado. Nótese también, que la ecuación (B.1) sugiere que v_θ puede ser una función de r y z , $v_\theta(r, z)$. Sin embargo, de acuerdo con las

suposiciones 3) y 4), la componente de velocidad v_θ debe de ser una función de r solamente, $v_\theta=v_\theta(r)$. De acuerdo con lo anterior se tiene que el flujo del fluido ocurre en la dirección θ , con el gradiente de velocidad en la dirección r , y la vorticidad en la dirección z .

Al aplicar las suposiciones hechas con anterioridad a la ecuación de conservación de *momentum*, en coordenadas cilíndricas ésta se convierte en:

$$0 = \left[\frac{\partial \tau_{rr}}{\partial r} + \frac{\tau_{rr} - \tau_{\theta\theta}}{r} \right] \hat{e}_r \quad (\text{B.2})$$

$$0 = \left[\frac{\partial \tau_{r\theta}}{\partial r} + \frac{\tau_{r\theta} + \tau_{\theta r}}{r} \right] \hat{e}_\theta \quad (\text{B.3})$$

$$0 = \left[-\frac{\partial p}{\partial z} - \rho g \right] \hat{e}_z \quad (\text{B.4})$$

La ecuación (B.2) gobierna los esfuerzos normales mientras que la ecuación (B.3) al esfuerzo de corte, esta última es de interés en este trabajo debido a la información que aporta acerca del comportamiento viscoso de los fluidos. Finalmente, la ecuación (B.4) determina la presión hidrostática en el espacio entre los cilindros concéntricos del reómetro de Couette.

En general, cuando se utilizan los reómetros en las mediciones reológicas, de acuerdo con la ecuación (A.19), las cantidades de interés para el cálculo de la viscosidad del fluido son el esfuerzo de corte y la rapidez de deformación. La solución de la ecuación (B.3) conduce a una expresión para el cálculo del esfuerzo de corte. Para ello primero se debe de integrar dicha ecuación para obtener:

$$\int \frac{d\tau_{r\theta}}{\tau_{r\theta}} = -2 \int \frac{dr}{r} + C \quad (\text{B.5})$$

Al resolver la integral de la ecuación (B.5) resulta:

$$\tau_{r\theta} = \frac{C}{r^2} \quad (\text{B.6})$$

Donde la constante de integración C se puede evaluar a partir de un balance de torca realizado sobre la superficie del cilindro interno. Sabiendo que la torca \vec{M} se define como:

$$\vec{M} = \vec{r} \times \vec{F} \quad (\text{B.7})$$

Donde $\vec{r} = r\hat{e}_r$ es el brazo de palanca y $\vec{F} = F\hat{e}_\theta$ es la fuerza que se aplica de forma tangencial sobre el área lateral del cilindro interno. Puesto que se conocen las componentes del brazo de palanca y de la fuerza aplicada sobre el cilindro interno, al resolver el producto cruz de la ecuación (B.7) se obtiene:

$$\vec{M} = \begin{vmatrix} \hat{e}_r & \hat{e}_\theta & \hat{e}_z \\ r & 0 & 0 \\ 0 & F_\theta & 0 \end{vmatrix} = rF_\theta\hat{e}_z \quad (\text{B.8})$$

Sabiendo que el esfuerzo de corte $\tau_{r\theta}$ se define como:

$$\tau_{r\theta} = \frac{F_\theta}{A} \quad (\text{B.9})$$

Donde F_θ es la fuerza aplicada en la dirección θ sobre el área $A=2\pi R_i L$ del cilindro interno para que ocurra el flujo. Usando las ecuaciones (B.8) y (B.9) se encuentra una expresión para calcular el esfuerzo de corte en la superficie del cilindro interno:

$$\tau_{iw} = \frac{M}{2\pi L R_i^2} \quad (\text{B.10})$$

Nótese en la ecuación (B.10) que, para un valor dado de la torca, el valor de τ_{iw} dependerá de las dimensiones geométricas del reómetro de Couette. Por lo tanto, cuando se desea caracterizar fluidos de baja viscosidad, se construyen geometrías de Couette cuyo radio del cilindro interno sea grande. En contraste, para caracterizar fluidos de alta viscosidad el valor de R_i debe ser pequeño. Así, el intervalo de viscosidades que se puedan determinar al usar una geometría de Couette dependerá de las capacidades del equipo de medición. Por lo anterior, a la ecuación (B.10) se le conoce como la ecuación de diseño para los reómetros de Couette. Por otra parte, al comparar las ecuaciones (B.6) y (B.10) se obtiene una expresión para la constante de integración C dada por:

$$C = \frac{M}{2\pi L} \quad (\text{B.11})$$

Por lo tanto, la expresión para calcular el esfuerzo de corte como una función de la posición radial entre los cilindros concéntricos es la siguiente:

$$\tau_{r\theta}(r) = \frac{M}{2\pi L r^2} \quad (\text{B.12})$$

Vale la pena mencionar que la ecuación (B.12) es válida para cualquier tipo de fluido, puesto que no se ha sugerido nada acerca del fluido que se encuentra en el espacio anular. En la figura B.1 se ilustra la distribución del esfuerzo entre los cilindros interno y externo.

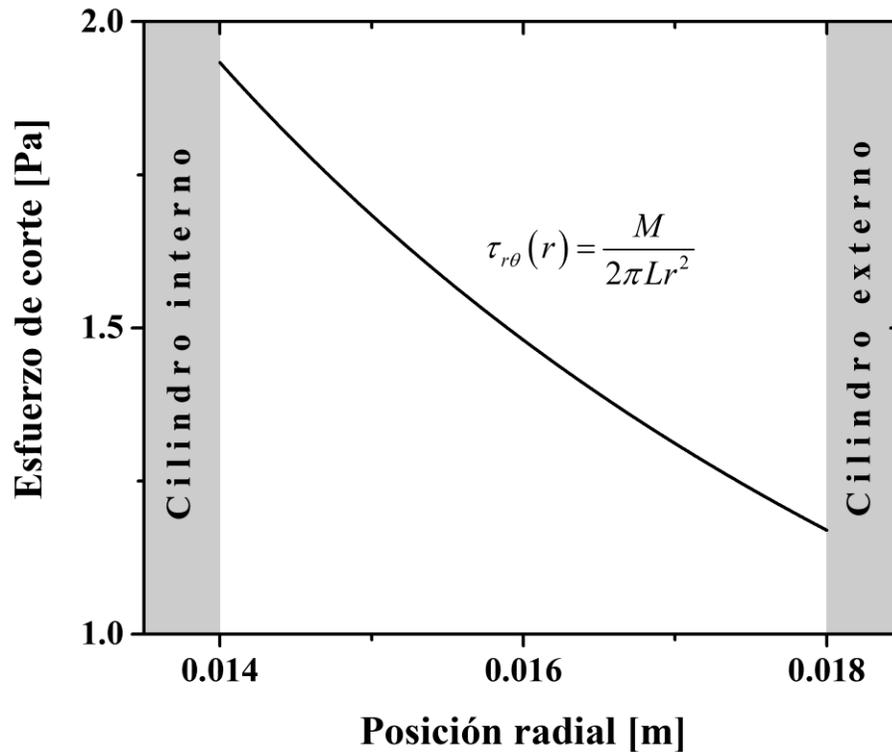


Figura B.1. Distribución del esfuerzo de corte en un reómetro de Couette, $R_i=0.014$ m y $R_o=0.018$ m, para $M=0.001$ Nm y $L=0.042$ m.

En la práctica, el espacio entre los cilindros es finito por lo que el esfuerzo de corte en el cilindro externo es mayor que cero. Al evaluar la ecuación (B.12) en $r=R_o$ se obtiene una expresión para calcular el esfuerzo de corte en el cilindro externo, τ_{ow} :

$$\tau_{ow} = \frac{M}{2\pi L R_o^2} \quad (\text{B.13})$$

Así, la razón de esfuerzos en el espacio anular se puede obtener mediante la siguiente ecuación:

$$\frac{\tau_{iw}}{\tau_{ow}} = \left(\frac{R_o}{R_i} \right)^2 \quad (\text{B.14})$$

Nótese que hasta ahora no se ha supuesto nada sobre las propiedades reológicas del fluido, por lo que las ecuaciones (B.10) a (B.14) son válidas independientemente del tipo de fluido que se encuentre en el espacio entre los cilindros. Además, hasta este punto se han encontrado expresiones de interés para el cálculo del esfuerzo de corte en el reómetro de Couette. Con respecto a la rapidez de corte, se debe analizar el tensor rapidez de deformación, el cual está dado por la ecuación (A.5):

$$\dot{\boldsymbol{\gamma}} = \frac{1}{2} [\nabla \vec{v} + (\nabla \vec{v})^T] \quad (\text{A.5})$$

De acuerdo con la suposición 4) y con la ecuación de continuidad (ecuación (B.1)), el tensor gradiente de velocidades, $\nabla \vec{v}$, se puede escribir como sigue:

$$[\nabla \vec{v}] = \begin{bmatrix} \frac{\partial v_r}{\partial r} & \frac{1}{r} \left(\frac{\partial v_r}{\partial \theta} - v_\theta \right) & \frac{\partial v_r}{\partial z} \\ \frac{\partial v_\theta}{\partial r} & \frac{1}{r} \left(\frac{\partial v_\theta}{\partial \theta} - v_r \right) & \frac{\partial v_\theta}{\partial z} \\ \frac{\partial v_z}{\partial r} & \frac{1}{r} \frac{\partial v_z}{\partial \theta} & \frac{\partial v_z}{\partial z} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 & -\frac{v_\theta}{r} & 0 \\ \frac{\partial v_\theta}{\partial r} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{B.15})$$

Por lo tanto, la ecuación (A.5) toma la forma:

$$[\dot{\boldsymbol{\gamma}}] = \begin{bmatrix} 0 & r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) & 0 \\ r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (\text{B.16})$$

Habiendo obtenido al tensor rapidez de deformación para el problema de flujo en cuestión se puede obtener la rapidez de corte, $\dot{\gamma}_{r\theta}$, a partir de la ecuación (A.7):

$$\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (\text{B.17})$$

Sin embargo, cuando se rota el cilindro interno $\dot{\gamma}_{r\theta}$ es negativa, de tal manera que la ecuación (B.17) se transforma en:

$$\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = -r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (\text{B.18})$$

La ecuación (B.18) indica que la distribución de la rapidez de corte de un fluido en el reómetro de Couette se puede conocer si se conoce el perfil de velocidad en el espacio entre los cilindros concéntricos, es decir si se conoce la función $v_\theta(r)$.

Por otra parte, la ecuación (B.3) también se puede escribir de la siguiente manera:

$$0 = \frac{1}{r^2} \frac{d}{dr} (r^2 \tau_{r\theta}) \quad (\text{B.19})$$

Si se supone que un fluido newtoniano se encuentra en el espacio entre los cilindros concéntricos, entonces el esfuerzo de corte está dado por la ley de Newton de la viscosidad:

$$\tau_{r\theta} = \mu \dot{\gamma}_{r\theta} \quad (\text{A.18})$$

Donde μ es la viscosidad del fluido en cuestión. Combinando las ecuaciones (B.18) y (A.18) se obtiene:

$$\tau_{r\theta} = -\mu r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (\text{B.20})$$

Sustituyendo la ecuación (B.20) en (B.19) resulta:

$$0 = \frac{1}{r^2} \frac{d}{dr} \left[r^2 \left(-\mu r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right) \right] \quad (\text{B.21})$$

Sabiendo que la viscosidad de un fluido newtoniano es constante, la ecuación (B.21) toma la forma:

$$0 = \frac{d}{dr} \left[r^2 \left(r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right) \right] \quad (\text{B.22})$$

La integración de la ecuación (B.22) conduce a la siguiente expresión para el perfil de velocidad, $v_\theta(r)$:

$$v_\theta(r) = C_3 r - \frac{C_2}{2r} \quad (\text{B.23})$$

Donde C_2 y C_3 son constantes de integración cuyo valor se puede conocer al evaluar la ecuación (B.23) en las fronteras, es decir en el cilindro interno, $r=R_i=\kappa R_o$ donde $\kappa=R_i/R_o$ y en el externo, $r=R_o$. De acuerdo con la suposición de no deslizamiento hecha para la solución

de este problema de flujo, la velocidad del fluido en $r=\kappa R_o$ es $v_\theta(R_i)=\omega_i \kappa R_o$. Por lo tanto, al evaluar la ecuación (B.23) en $r=\kappa R_o$ se obtiene la siguiente expresión para la constante C_3 :

$$C_3 = \omega_i \kappa R_o + \frac{C_2}{2(\kappa R_o)^2} \quad (\text{B.24})$$

Sustituyendo el valor de C_3 en la ecuación (B.23) se obtiene:

$$v_\theta(r) = \left[\omega_i \kappa R_o + \frac{C_2}{2(\kappa R_o)^2} \right] r - \frac{C_2}{2r} \quad (\text{B.25})$$

Por su parte, al evaluar (B.25) en el cilindro externo, $r=R_o$, se tiene que $v_\theta(R_o)=0$ y resulta que la constante C_2 está dada por:

$$C_2 = - \frac{2\omega_i R_o}{\left(\frac{R_o}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_o} \right)} \quad (\text{B.26})$$

Sustituyendo el valor de C_2 en (B.25) se encuentra finalmente el perfil de velocidad, $v_\theta(r)$, de un fluido newtoniano confinado entre los cilindros concéntricos, el cual está dado por:

$$v_\theta(r) = \omega_i r \left[\frac{\left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2 - \kappa^2}{1 - \kappa^2} \right] \quad (\text{B.27})$$

Cuando la razón de radios κ se encuentra entre 0.92 y la unidad, el perfil de velocidad descrito por la ecuación (B.27) se aproxima a una función lineal [Macosko (1994); Bird *et al.* (2010)], como se muestra en la figura B.2.

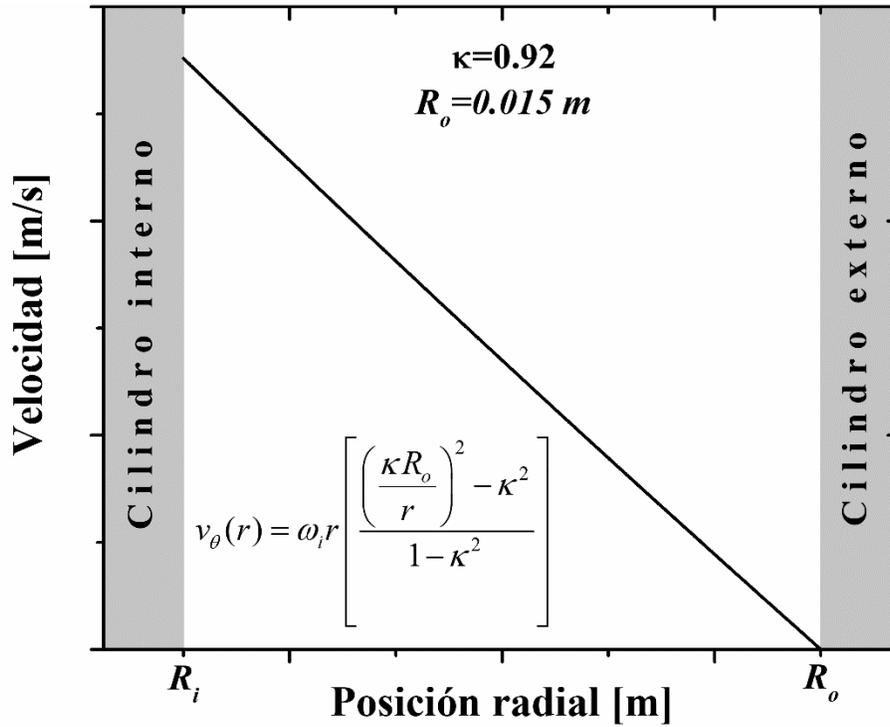


Figura B.2. Perfil de velocidad en el reómetro de Couette de un fluido newtoniano para $\kappa=0.92$, $R_o=0.015 \text{ m}$ y $\omega_i=1 \text{ rad/s}$.

Una vez que se conoce el perfil de velocidad, es posible encontrar una expresión para el cálculo de la viscosidad del fluido. Para ello, simplemente se sustituye la ecuación del perfil de velocidad obtenida previamente en la ecuación (B.20), haciendo lo anterior resulta:

$$\tau_{r\theta} = \frac{-\mu\omega_i r}{1-\kappa^2} \frac{d}{dr} \left[\left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2 - \kappa^2 \right] \quad (\text{B.28})$$

y al derivar la ecuación (B.28) con respecto a r se obtiene:

$$\tau_{r\theta}(r) = \frac{2\mu\omega_i}{1-\kappa^2} \left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2 \quad (\text{B.29})$$

Evaluando (B.29) en el cilindro interno, $r=\kappa R_o$, resulta:

$$\tau_{iw} = \frac{2\mu\omega_i}{1-\kappa^2} \quad (\text{B.30})$$

De la ecuación (B.30) resulta sencillo deducir que el valor de la rapidez de deformación en el cilindro interno, $\dot{\gamma}_{R_i}$, se puede obtener a partir de la siguiente expresión [Macosko (1994); Bird *et. al.* (2010)]:

$$\dot{\gamma}_{R_i} = \frac{2\omega_i}{1-\kappa^2} \quad (\text{B.31})$$

Finalmente, al igualar las ecuaciones (B.10) y (B.30) se obtiene una expresión para el cálculo de la viscosidad de un fluido newtoniano en un reómetro de Couette:

$$\mu = \frac{M}{4\pi L\omega_i R_o^2 \left[\frac{\kappa^2}{1-\kappa^2} \right]} \quad (\text{B.32})$$

Esta última ecuación es válida cuando la razón de radios κ toma valores entre 0.92 y 1. A continuación se describe la solución del problema del flujo de Couette sin deslizamiento para un fluido que se comporta de acuerdo con el modelo de Ostwald-de Waele.

B.2 Flujo sin deslizamiento en el reómetro de Couette de un fluido no newtoniano que sigue el modelo de ley de potencias

En el apéndice B.1 se obtuvo una expresión para calcular la distribución del esfuerzo de corte en el espacio anular de la geometría de Couette, así como expresiones de interés para el cálculo del esfuerzo en ambos cilindros del reómetro, y se mostró que dichas ecuaciones son válidas independientemente del tipo de fluido que se encuentre confinado entre los cilindros. Además, de acuerdo con el campo de velocidades que se asumió para la solución del problema de flujo, se encontró la ecuación general (ecuación (B.18)) que determina a la rapidez de corte en el reómetro de Couette cuando se cumplen las suposiciones 1) a 5) del apéndice B.1. Considerando lo anterior, a continuación, se resolverá el problema de flujo para un fluido que obedece el modelo de Ostwald-de Waele. Para un fluido que obedece dicho modelo, su viscosidad está dada por la ecuación (A.22):

$$\eta(\dot{\gamma}) = m\dot{\gamma}^{n-1} \quad (\text{A.22})$$

En la ecuación (A.22) la función $\eta(\dot{\gamma})$ representa la viscosidad del fluido no newtoniano, la cual claramente depende de la rapidez de corte, mientras que m es el índice

de consistencia y n es el de adelgazamiento del fluido. Al reemplazar la ecuación (B.18) en (A.22) se consigue:

$$\eta(\dot{\gamma}_{r\theta}) = m \left[-r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right]^{n-1} \quad (\text{B.33})$$

Por su parte, la sustitución simultánea de la ecuación (B.33) y de la (B.18) en el modelo generalizado de Newton, es decir en la ecuación (A.20), conduce a la siguiente expresión para el esfuerzo de corte:

$$\tau_{r\theta}(r) = -m \left[-r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right]^{n-1} r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (\text{B.34})$$

Reacomodando la ecuación anterior se tiene:

$$\tau_{r\theta}(r) = m \left[-r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right]^n \quad (\text{B.35})$$

Al reemplazar la ecuación (B.35) en la ecuación (B.19) resulta:

$$0 = \frac{d}{dr} \left(r^2 \left[-r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right]^n \right) \quad (\text{B.36})$$

La integración de la ecuación (B.36) conduce a la siguiente expresión para el perfil de velocidad, $v_\theta(r)$, de un fluido de Ostwald-de Waele en el réómetro de Couette:

$$v_\theta(r) = \frac{(C_4)^{1/n} r}{\frac{2}{n} r^{2/n}} + C_5 r \quad (\text{B.37})$$

Donde C_4 y C_5 son constantes cuyo valor se puede conocer evaluando la ecuación (B.37) en las fronteras, es decir en el cilindro interno y en el externo. De acuerdo con la suposición 2) hecha para la solución de este problema de flujo, la velocidad del fluido en $r=\kappa R_o$ es $v_\theta(R_i)=\omega_i \kappa R_o$. Por lo tanto, la evaluación de la ecuación (B.37) en $r=\kappa R_o$ lleva a la siguiente expresión para la constante C_5 :

$$C_5 = \omega_i - \frac{(C_4)^{1/n}}{\frac{2}{n}(\kappa R_o)^{2/n}} \quad (\text{B.38})$$

Reemplazando la ecuación (B.38) en (B.37), el perfil de velocidad se transforma en:

$$v_\theta(r) = \omega_i r + \frac{(C_4)^{1/n}}{2/n} \left[\frac{r}{r^{2/n}} - \frac{r}{(\kappa R_o)^{2/n}} \right] \quad (\text{B.39})$$

Por su parte, el valor de C_4 se puede obtener mediante la evaluación del perfil de velocidad en el cilindro externo, es decir en $r=R_o$, donde se tiene que $v_\theta(R_o)=0$, haciendo lo anterior resulta:

$$(C_4)^{1/n} = - \frac{\frac{2}{n} \omega_i R_o}{\left[\frac{R_o}{R_o^{2/n}} - \frac{R_o}{(\kappa R_o)^{2/n}} \right]} \quad (\text{B.40})$$

Finalmente, al sustituir la ecuación (B.40) en (B.39) se encuentra el perfil de velocidad, $v_\theta(r)$, de un fluido de Ostwald-de Waele confinado entre los cilindros concéntricos, el cual está dado por

$$v_\theta(r) = \omega_i r \left[\frac{\kappa^{2/n} - \left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^{2/n}}{\kappa^{2/n} - 1} \right] \quad (\text{B.41})$$

Nótese que la ecuación (B.41) se reduce al perfil de velocidad de un fluido newtoniano dado por la ecuación (B.27) cuando el valor del índice de consistencia es la unidad. En este punto es posible encontrar una expresión para la rapidez de corte de un fluido de Ostwald-de Waele al sustituir la ecuación (B.41) en (B.35), haciendo lo anterior esta última ecuación se convierte en:

$$\tau_{r\theta}(r) = m \left[\frac{\omega_i}{\kappa^{2/n} - 1} \right]^n \left[-r \frac{d}{dr} \left(\kappa^{2/n} - \left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^{2/n} \right) \right]^n \quad (\text{B.42})$$

La derivación subsecuente de la ecuación (B.42) conduce a la siguiente ecuación:

$$\tau_{r\theta}(r) = m \omega_i^n \left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2 \left[\frac{(2/n)}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n \quad (\text{B.43})$$

La evaluación de (B.43) en el cilindro interno, es decir en $r = \kappa R_o$, conduce a:

$$\tau_{\dot{\gamma}_w} = m \omega_i^n \left[\frac{(2/n)}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n \quad (\text{B.44})$$

De la ecuación (B.44) resulta sencillo deducir el valor de la rapidez de deformación en el cilindro interno, $\dot{\gamma}_{R_i}$, para un fluido de Ostwald-de Waele, el cual está dado por [Macosko (1994); Bird *et. al.* (2010)]:

$$\dot{\gamma}_{R_i} = \left[\frac{(2/n) \omega_i}{1 - \kappa^{2/n}} \right] \quad (\text{B.45})$$

Nótese que en este caso la rapidez de corte depende del índice de consistencia n . Por otro lado, al igualar las ecuaciones (B.10) y (B.44) finalmente se obtiene una expresión para el índice de consistencia, m , evaluado en el cilindro interno:

$$m = \frac{M}{2\pi L R_o^2 \omega_i^n (2/n)^n \left[\frac{\kappa^{2/n}}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n} \quad (\text{B.46})$$

Obsérvese que cuando n toma el valor de 1, la ecuación (B.46) se convierte en (B.32) y por lo tanto $m = \mu$. En la figura B.3 se muestran los perfiles de velocidad para un fluido de Ostwald-de Waele y para un fluido newtoniano para un valor de $\omega_i = 1 \text{ rad/s}$, en esta se observa rápidamente la influencia del índice de potencias en la forma del perfil.

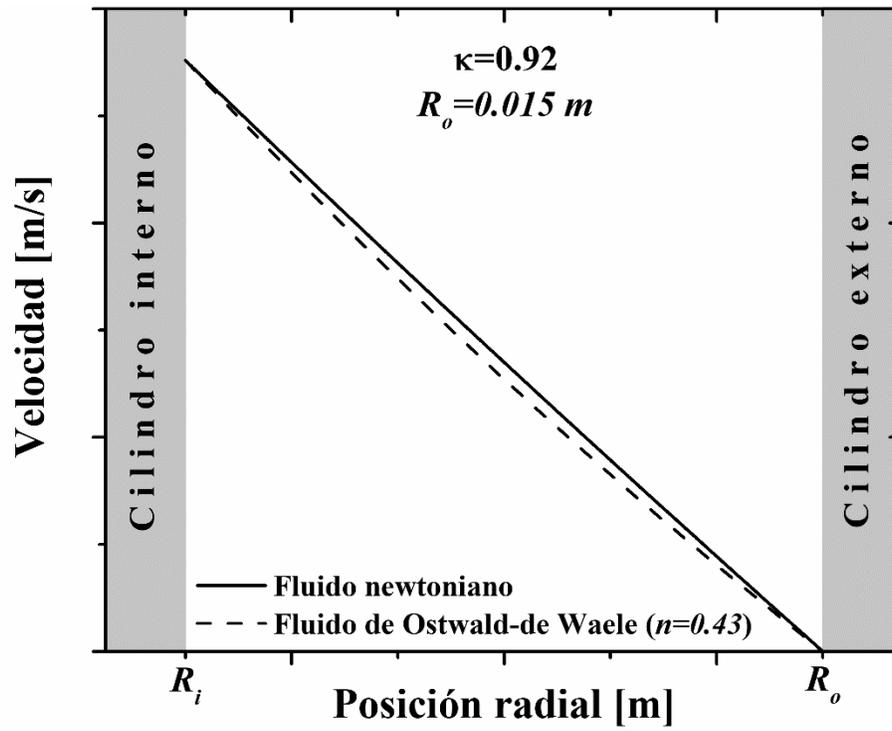


Figura B.3. Perfiles de velocidad teóricos de un fluido newtoniano y de un fluido de Ostwald-de Waele ($n=0.43$).

APÉNDICE C. FLUJO DE COUETTE DE UN FLUIDO DE HERSCHEL-BULKLEY CON DESLIZAMIENTO APARENTE

C.1 Flujo de Couette de un fluido de Herschel-Bulkley con deslizamiento aparente.

En el apéndice B se resolvió el problema del flujo de Couette para fluidos newtonianos y de Ostwald-de Waele asumiendo la condición de no deslizamiento. En particular, la solución del problema para fluidos newtonianos es de importancia práctica. Sin embargo, como se ha mencionado previamente en este trabajo, existen muchos fluidos que no obedecen la ley de Newton de la viscosidad y que además exhiben deslizamiento en las fronteras de la geometría de medición, entre ellos los fluidos con esfuerzo de cedencia, los cuales son de interés en este trabajo de tesis. Por lo anterior, en este apéndice se presenta la solución general para el problema de flujo de un fluido de Herschel-Bulkley en el reómetro de Couette, la cual se puede reducir a las soluciones para el flujo de Couette con deslizamiento aparente de fluidos de Bingham, de Ostwald-de Waele y newtonianos. Para ello se supone que existe deslizamiento aparente tanto en el cilindro interno como en el externo y que éstos rotan simultáneamente y en la misma dirección, ya sea con $\omega_i > \omega_o$ o con $\omega_o > \omega_i$. Entonces es importante mencionar en este punto que en general para muchos fluidos viscoplásticos el deslizamiento aparente se atribuye a la formación de una capa de solvente muy delgada y con muy baja viscosidad adyacente a la pared de la geometría de medición, conocida comúnmente como capa de deslizamiento aparente o “capa de Vand” [Vand (1948)]. Por lo tanto, para el flujo de Couette con deslizamiento aparente deben existir dos capas de solvente desarrollándose en los cilindros interno y externo, cuyos espesores son δ_1 y δ_2 , y en consecuencia dos velocidades de deslizamiento, v_{si} y v_{so} , respectivamente, las cuales están definidas en la interfaz entre la capa de deslizamiento aparente y el fluido viscoplástico. En la figura C.1 se muestra una representación esquemática del flujo de un fluido con esfuerzo de cedencia que ocurre entre dos cilindros concéntricos en presencia de deslizamiento aparente cuando $\omega_i > \omega_o$. Nótese que los espesores de las capas de deslizamiento, δ_1 y δ_2 , están representados de una forma exagerada por motivos de claridad.

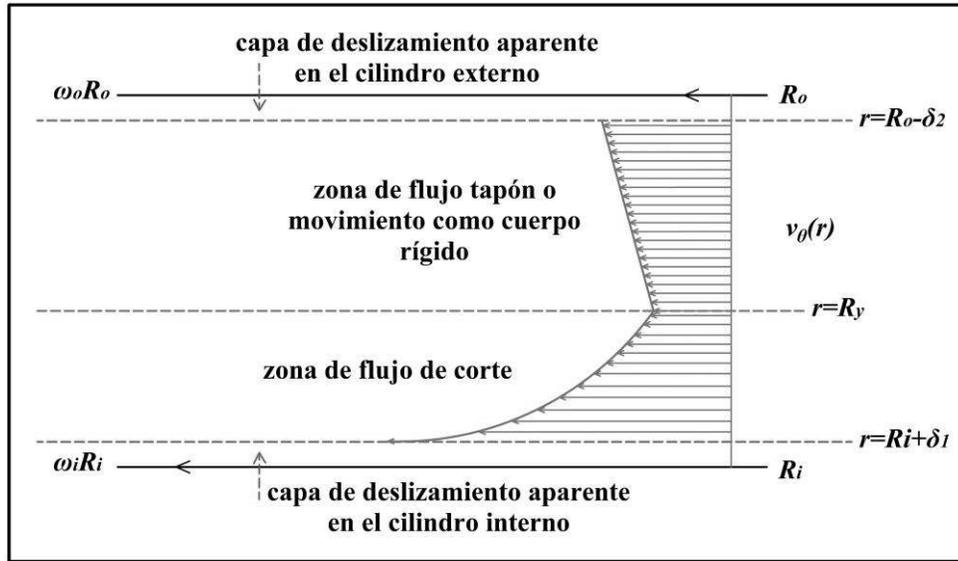


Figura C.1. Representación esquemática de la distribución de velocidad, $v_{\theta}(r)$, de un fluido con esfuerzo de cedencia en flujo de Couette con deslizamiento aparente para $\omega_i > \omega_o$.

De acuerdo con la definición de velocidad de deslizamiento dada en el capítulo 2, v_{si} y v_{so} se pueden escribir como sigue:

$$v_{si} = v_{\theta}(R_i + \delta_1) - \omega_i R_i \quad (C.1)$$

$$v_{so} = v_{\theta}(R_o - \delta_2) - \omega_o R_o \quad (C.2)$$

Donde $v_{\theta}(R_i + \delta_1)$ y $v_{\theta}(R_o - \delta_2)$ son las velocidades tangenciales del fluido viscoplastico en la interfaz entre la capa de deslizamiento y el fluido, en el cilindro interno y externo respectivamente. Es importante mencionar que cuando el cilindro interno rota con mayor rapidez que el externo, es decir $\omega_i > \omega_o$, se tiene que $v_{si} < 0$ y $v_{so} > 0$. Lo contrario ocurre cuando $\omega_o > \omega_i$, en tal caso $v_{si} > 0$ y $v_{so} < 0$. A continuación, se presenta en primer lugar la solución general al problema del flujo de Couette de un fluido de Herschel-Bulkley para el caso en el cual $\omega_i > \omega_o$, junto con las simplificaciones que llevan a la obtención de las distribuciones de velocidad teóricas para fluidos de Bingham, de Ostwald-de Waele y newtonianos en el réometro de Couette con deslizamiento aparente.

C.1.1 Flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley con deslizamiento aparente para $\omega_i > \omega_o$

Para encontrar la distribución de velocidades de un fluido de Herschel-Bulkley en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, se puede partir sustituyendo la ecuación (A.24) en la ecuación (B.6), lo cual conduce a la siguiente expresión:

$$\tau_y + m\dot{\gamma}^n = \frac{C}{r^2} \quad (\text{C.3})$$

Donde la constante C está dada por la ecuación (B.11). Es importante tener en cuenta que cuando el cilindro interno rota con mayor rapidez que el externo, la transferencia de cantidad de movimiento ocurre en la dirección r positiva, y por lo tanto el esfuerzo de corte es positivo en todo el espacio anular. Por otra parte, cuando $\omega_i > \omega_o$ la rapidez de corte está dada por la ecuación (B.18):

$$\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = -r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (\text{B.18})$$

Sustituyendo entonces la expresión de la rapidez de corte en la ecuación (C.3) se tiene:

$$\tau_y + m \left[-r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right]^n = \frac{C}{r^2} \quad (\text{C.4})$$

Integrando la ecuación (C.4) desde $r=R_i+\delta_1$ hasta cualquier posición radial $r \leq R_o-\delta_2$ entre los cilindros se obtiene la siguiente expresión para el perfil de la velocidad angular:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = C_6 - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i+\delta_1}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad (\text{C.5})$$

Donde la constante C_6 se puede conocer al evaluar la ecuación (C.5) cerca del cilindro interno, es decir en $r=R_i+\delta_1$ donde $v_\theta(R_i+\delta_1) = \omega_i R_i + v_{si}$, haciendo lo anterior resulta:

$$C_6 = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i + \delta_1} \quad (\text{C.6})$$

Sustituyendo la ecuación (C.6) en la ecuación (C.5) se obtiene:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i + \delta_1} - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} ; R_i + \delta_1 \leq r \leq R_y \quad (C.7)$$

Donde $R_y = (C/\tau_y)^{1/2}$ es la posición de cedencia. Nótese que la ecuación (C.7) describe el perfil de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley cuando éste se encuentra sometido a flujo cortante, en otras palabras, dicha ecuación es válida hasta R_y , posición en la cual el esfuerzo alcanza al esfuerzo de cedencia, $\tau_{r\theta}(R_y) = \tau_y$ (ver la zona de flujo de corte en la figura C1). De acuerdo con la distribución del esfuerzo de corte, para una condición de flujo dada, R_y podría caer entre los cilindros $R_i + \delta_1 \leq R_y \leq R_o - \delta_2$, o más allá del cilindro externo $R_y \geq R_o - \delta_2$. Para este último caso, la ecuación (C.7) puede describir por sí sola el perfil de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley en el reómetro de Couette en presencia de deslizamiento aparente. Sin embargo, la ecuación (C.7) no describe completamente el perfil que ocurre cuando R_y se localiza entre los cilindros, es decir cuando el fluido se encuentra sometido parcialmente al flujo cortante. Cuando R_y cae entre los cilindros, para el caso en el que la condición de no deslizamiento se cumple en la geometría de Couette, se deduce fácilmente que $v_{\theta}(r) = 0$ para $R_y \leq r \leq R_o$, de tal manera que existe una región de flujo y otra donde no lo hay, ambas delimitadas por R_y , ver por ejemplo [Chatzimina *et al.* (2009)]. Sin embargo, cuando existe deslizamiento en las fronteras del reómetro de Couette, se espera que la velocidad del fluido sea diferente de cero para $R_y \leq r \leq R_o - \delta_2$. De acuerdo con el modelo de Herschel-Bulkley y con la distribución del esfuerzo de corte, se sabe que $\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = -r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_{\theta}}{r} \right) = 0$ para $R_y \leq r \leq R_o - \delta_2$, esto implica que $v_{\theta}(r)/r$ debe ser constante en dicha región. Por lo tanto, cuando el fluido se encuentra parcialmente bajo flujo cortante, la velocidad del fluido más allá de la posición de cedencia está dada por:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i + \delta_1} - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^{R_y} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} = \frac{v_{so}}{R_o - \delta_2} + \omega_o ; R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.8)$$

Así, las ecuaciones (C.7) y (C.8) describen juntas el perfil de la velocidad angular del fluido de Herschel-Bulkley si $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$. Finalmente, al evaluar la ecuación (C.7) cerca del cilindro externo, es decir en $r = R_o - \delta_2$ donde $v_{\theta}(r)/r = v_{so}/(R_o - \delta_2)$ se tiene que:

$$\omega_i = \frac{v_{so}}{R_o - \delta_2} + \omega_o - \frac{v_{si}}{R_i + \delta_1} + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^{R_o - \delta_2} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad (C.9)$$

En la ecuación (C.9) ω_i y ω_o son las velocidades angulares del cilindro interno y externo, respectivamente, v_{si} y v_{so} representan la contribución de las velocidades de deslizamiento en los cilindros correspondientes, mientras que el último término de la ecuación (C.9) es la contribución del fluido de Herschel-Bulkley. Para este tipo de fluidos, $\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = 0$ cuando $\tau_{r\theta}(r) < \tau_y$, en tal caso su contribución en la ecuación (C.9) es cero, la cual se convierte en:

$$\omega_i = \frac{v_{so}}{R_o - \delta_2} + \omega_o - \frac{v_{si}}{R_i + \delta_1} \quad ; \quad \tau_{r\theta}(r) < \tau_y \quad (C.10)$$

Si el espesor de la capa de deslizamiento adyacente a los cilindros interno y externo es muy pequeño en comparación con las dimensiones geométricas de los cilindros, es decir si $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$, las ecuaciones (C.7) y (C.8) se pueden escribir, respectivamente, como sigue:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_y \quad (C.11)$$

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^{R_y} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} = \frac{v_{so}}{R_o} + \omega_o \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.12)$$

Por su parte la ecuación (C.10) se convierte en:

$$\omega_i = \frac{v_{so}}{R_o} + \omega_o - \frac{v_{si}}{R_i} \quad ; \quad \tau_{r\theta}(r) < \tau_y \quad (C.13)$$

Por último, cuando solamente rota el cilindro interno, las ecuaciones (C.12) y (C.13) se transforman, respectivamente, en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^{R_y} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right)^{1/n} \frac{dr}{r} = \frac{v_{so}}{R_o} \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.14)$$

$$\omega_i = \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{v_{si}}{R_i} \quad ; \quad \tau_{r\theta}(r) < \tau_y \quad (C.15)$$

La importancia de la ecuación (C.15) en el cálculo del esfuerzo de cedencia de fluidos viscoplásticos en el reómetro de Couette con deslizamiento se discute detalladamente en el capítulo 3, así como el caso particular para $\delta_1=\delta_2=0$, es decir cuando existe deslizamiento real en ambos cilindros de la geometría de Couette, el cual se atribuye a una falla de adhesión entre la superficie de los cilindros y el fluido. En la figura C.2 se muestran perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley, con $\tau_y=27 Pa$, en presencia de deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$, para diferentes condiciones de flujo que ilustran el efecto que tiene la distribución de esfuerzos sobre el perfil de velocidad.

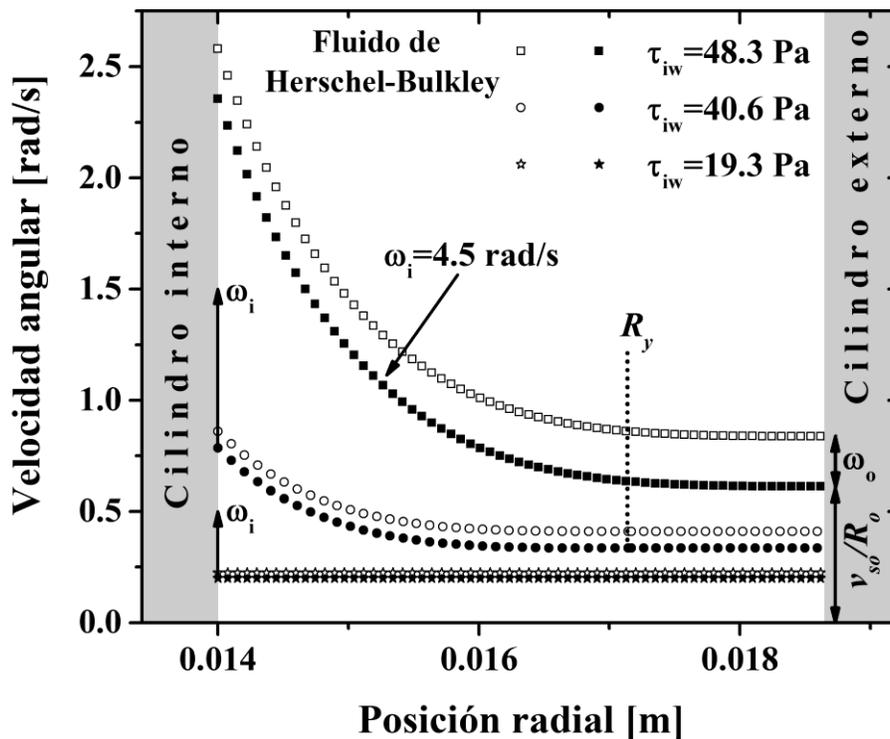


Figura C.2. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley, con $\tau_y=27 Pa$, $m=5.5 Pa \cdot s^n$ y $n=0.43$, a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro interno, $\omega_o=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$. Para todos los casos $\omega_o=0.05\omega_i$.

Los perfiles que se muestran en la figura C.2 incluyen el caso en el cual rota el cilindro interno mientras el externo se mantiene fijo (símbolos rellenos), así como el caso en el que ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$ (símbolos huecos). En la figura C.2 se observa como el fluido de Herschel-Bulkley se encuentra sometido a flujo cortante en todo el espacio anular cuando $\tau_{ow} > \tau_y$ (perfiles con cuadros rellenos y huecos), y como el fluido se encuentra parcialmente bajo flujo cortante hasta la posición de cedencia R_y cuando $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$, mientras que más allá de dicha posición se comporta como un cuerpo rígido en rotación (perfiles con círculos rellenos y huecos). Además, puede verse que el fluido se comporta como un sólido en rotación en todo el espacio anular cuando $\tau_{iw} < \tau_y$ (perfiles con estrellas rellenas y huecas). Es importante mencionar que este último régimen de flujo es posible debido a la existencia del deslizamiento en la pared, de no ser el caso, la zona del movimiento como sólido en rotación no existiría y entonces la velocidad del fluido sería cero para $R_y \leq r \leq R_o$ [Chatzimina *et al.* (2009)].

En general, puede observarse que el perfil se desplaza ω_o unidades hacia arriba cuando $\omega_o > 0$, en comparación con la situación en la cual $\omega_o = 0$, ver por ejemplo la condición de flujo para $\tau_{iw} = 48.3 \text{ Pa}$ en la figura C.2. La presencia del deslizamiento se ilustra mediante las flechas en las figuras C.2 a C.9, las cuales representan la magnitud de la diferencia de velocidades que existe entre el fluido adyacente a cada uno de los cilindros y el cilindro correspondiente.

Por otra parte, las ecuaciones (C.11) y (C.12) se pueden simplificar para obtener los perfiles teóricos de la velocidad angular de diferentes fluidos en el réómetro de Couette con deslizamiento aparente, a saber, para fluidos de Bingham, de Ostwald-de Waele y para fluidos newtonianos, cuyas soluciones se presentan a continuación.

C.1.1.1 Plásticos de Bingham en el réómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$

Para un fluido de Bingham con esfuerzo de cedencia τ_y , índice de adelgazamiento $n=1$ e índice de consistencia $m=\mu_p$, donde μ_p es la viscosidad plástica, la ecuación (C.11) se convierte en:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \int_{R_i+\delta_1}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right) \frac{dr}{r} \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_y \quad (C.16)$$

y resolviendo la integral de la ecuación (C.16) se obtiene:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{r^2} \right) - \tau_y \ln \left(\frac{r}{\kappa R_o} \right) \right] \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_y \quad (C.17)$$

La ecuación (C.17) describe por sí sola el perfil de la velocidad angular de un fluido de Bingham en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente para $\omega_i > \omega_o$ cuando el esfuerzo de cedencia se alcanza en el cilindro externo o más allá. Cuando esto sucede, el valor de la constante C se puede obtener evaluando la ecuación (C.17) en el cilindro externo, donde $v_{\theta}(R_o)/r = \omega_o + v_{so}/R_o$. Haciendo lo anterior se consigue:

$$\omega_o + \frac{v_{so}}{R_o} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_o^2} \right) - \tau_y \ln \left(\frac{R_o}{\kappa R_o} \right) \right] \quad (C.18)$$

Donde la constante C se puede escribir como sigue:

$$C = \left[\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} + \frac{1}{\mu_p} \tau_y \ln(\kappa) \right] \frac{2\mu_p (\kappa R_o)^2}{1 - \kappa^2} \quad (C.19)$$

Por su parte, cuando el esfuerzo de cedencia del fluido de Bingham se alcanza dentro del espacio anular, esto es $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$, la ecuación (C.12) toma la siguiente forma:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \int_{R_i+\delta_1}^{R_y} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right) \frac{dr}{r} = \frac{v_{so}}{R_o} + \omega_o \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.20)$$

Resolviendo la integral de la ecuación anterior se obtiene:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_y^2} \right) - \tau_y \ln \left(\frac{R_y}{\kappa R_o} \right) \right] = \omega_o + \frac{v_{so}}{R_o} \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.21)$$

Así, las ecuaciones (C.17) y (C.21) describen juntas el perfil de la velocidad angular de un fluido de Bingham en la geometría de Couette con deslizamiento aparente cuando $\tau_{iw} > \tau_y > \tau_{ow}$ y ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$. Siendo este el caso, el valor de la constante C se puede obtener a partir de la ecuación (C.21), resultando:

$$C = \left[\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} + \frac{1}{\mu_p} \tau_y \ln \left(\frac{R_y}{\kappa R_o} \right) \right] \frac{2\mu_p}{\left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_y^2} \right)} \quad (C.22)$$

Cuando solamente rota el cilindro interno, y por lo tanto $\omega_o=0$, las ecuaciones (C.19), (C.21) y (C.22) se transforman, respectivamente, en:

$$C = \left[\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \frac{v_{so}}{R_o} + \frac{1}{\mu_p} \tau_y \ln(\kappa) \right] \frac{2\mu_p (\kappa R_o)^2}{1 - \kappa^2} \quad (C.23)$$

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_y^2} \right) - \tau_y \ln \left(\frac{R_y}{\kappa R_o} \right) \right] = \frac{v_{so}}{R_o} \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.24)$$

$$C = \left[\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \frac{v_{so}}{R_o} + \frac{1}{\mu_p} \tau_y \ln \left(\frac{R_y}{\kappa R_o} \right) \right] \frac{2\mu_p}{\left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_y^2} \right)} \quad (C.25)$$

En la figura C.3 se muestran perfiles de la velocidad angular de un fluido de Bingham que tiene un esfuerzo de cedencia $\tau_y=27 Pa$ y una viscosidad plástica $\mu_p=5.5 Pa \cdot s$ en el réómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los perfiles muestran el caso cuando únicamente rota el cilindro interno y en el que rotan los dos cilindros con $\omega_i > \omega_o$. Nótese, al igual que en el caso del fluido de Herschel-Bulkley, la forma del perfil de velocidad cambia dependiendo de la distribución de esfuerzos que existe entre los cilindros concéntricos, observándose los tres regímenes de flujo característicos de un fluido viscoplástico en el réómetro de Couette con deslizamiento: el movimiento como el de un cuerpo rígido, la coexistencia entre el flujo de corte y el movimiento como el de un sólido en rotación y flujo de corte solamente. Una vez más puede verse que la contribución de la velocidad angular del cilindro externo desplaza al perfil ω_o unidades hacia arriba, ver por ejemplo los perfiles para $\tau_{iw}=48.3 Pa$ en la figura C.3.

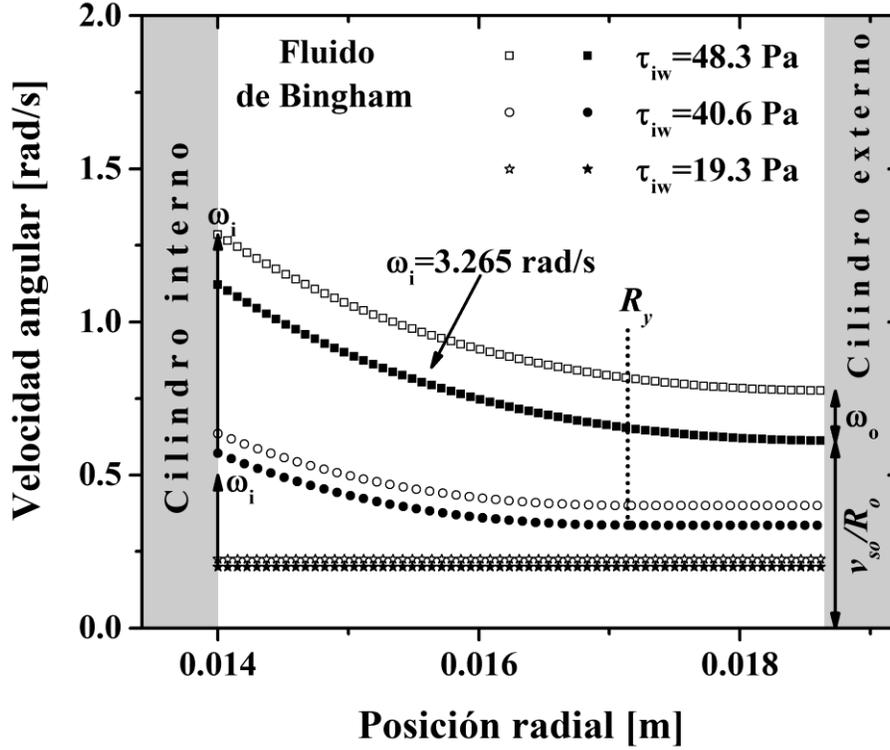


Figura C.3. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Bingham, con $\tau_y=27$ Pa y $\mu_p=5.5$ Pa·s, a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro interno, $\omega_o=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$. Para todos los casos $\omega_o=0.05\omega_i$.

C.1.1.2 Fluidos de Ostwald-de Waele en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$

Para un fluido de Ostwald-de Waele, con índices de adelgazamiento y consistencias n y m , respectivamente, y $\tau_y=0$, la ecuación (C.11) se convierte en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i+\delta_1}^r \left(\frac{C}{r^2} \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.26)$$

y resolviendo la integral presente en la ecuación (C.26) se consigue:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{2/n} \left(\frac{C}{m} \right)^{1/n} \left[\frac{1}{r^{2/n}} - \frac{1}{(\kappa R_o)^{2/n}} \right] ; R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.27)$$

La ecuación (C.27) describe el perfil de la velocidad angular de un fluido de Ostwald-de Waele en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente. La constante C se puede conocer al evaluar la ecuación (C.27) en el cilindro externo, donde $v_{\theta}(r)/r = \omega_o + v_{so}/R_o$, y entonces se obtiene:

$$\omega_o + \frac{v_{so}}{R_o} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{2/n} \left(\frac{C}{m} \right)^{1/n} \left[\frac{1}{R^{2/n}} - \frac{1}{(\kappa R_o)^{2/n}} \right] \quad (C.28)$$

Resolviendo para C resulta:

$$C = (\kappa R_o)^2 m \left[\left(\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} \right) \frac{2/n}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n \quad (C.29)$$

Para el caso en el cual solo rota el cilindro interno la ecuación anterior se convierte en:

$$C = (\kappa R_o)^2 m \left[\left(\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \frac{v_{so}}{R_o} \right) \frac{2/n}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n \quad (C.30)$$

Finalmente, cuando no existe deslizamiento y solamente rota el cilindro interno, las ecuaciones (C.27) y (C.29) se transforman respectivamente en:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{1}{2/n} \left(\frac{C}{m} \right)^{1/n} \left[\frac{1}{r^{2/n}} - \frac{1}{(\kappa R_o)^{2/n}} \right] ; R_i \leq r \leq R_o \quad (C.31)$$

$$C = (\kappa R_o)^2 m \left[\frac{2\omega_i/n}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n \quad (C.32)$$

Cabe mencionar que la sustitución de la ecuación (C.32) en (C.31) conduce a la ecuación (B.41), la cual describe el perfil de velocidad de un fluido de Ostwald-de Waele en el reómetro de Couette sin deslizamiento. En la figura C.4 se muestran perfiles de la velocidad angular teóricos para varios fluidos de Ostwald-de Waele con el mismo índice de consistencia, $m=5.5 Pa \cdot s^n$, pero diferentes índices de adelgazamiento, a saber, $n=0.3$, 0.43 y 0.5 , para la misma condición de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente.

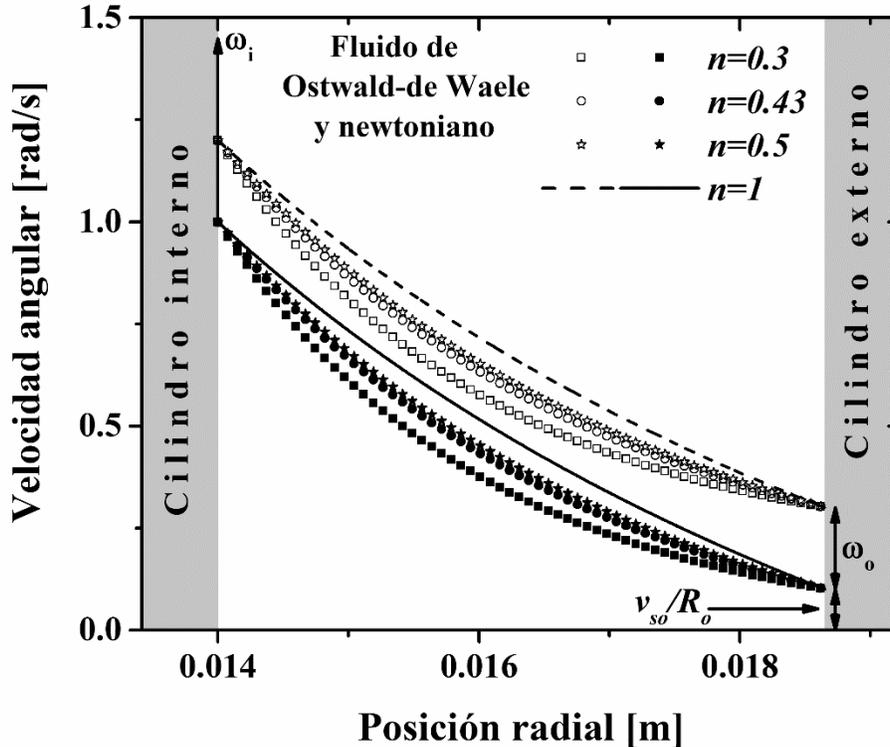


Figura C.4. Perfiles teóricos de la velocidad angular para varios fluidos de Ostwald-de Waele, con $m=5.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$ y $n=0.3, 0.43$ y 0.5 , a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro interno, $\omega_o=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$. Para todos los casos $\omega_o=0.2\omega_i$. Las líneas continua y discontinua representan los perfiles de un fluido newtoniano cuando $\omega_o=0$ y cuando $\omega_i > \omega_o$, respectivamente.

Los perfiles de la figura C.4 ilustran el caso en el cual solamente rota el cilindro interno (símbolos rellenos), así como en el que ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$ (símbolos huecos). En la figura C.4 también se incluyen los perfiles de la velocidad angular de un fluido newtoniano con una viscosidad $\mu=5.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ para propósitos de comparación. Puede verse rápidamente que la forma del perfil de velocidad cambia a medida que el índice de adelgazamiento se aproxima a la unidad, y que además éste tiende a tomar la forma que tiene el perfil del fluido newtoniano, el cual se encuentra representado por las líneas continua para $\omega_o=0$ y discontinua para $\omega_i > \omega_o$. Nótese nuevamente cómo la contribución de la

velocidad angular del cilindro externo desplaza al perfil ω_o unidades hacia arriba. A continuación, se presentan las ecuaciones que describen el perfil de la velocidad angular de un fluido newtoniano en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$. Posteriormente en la sección C.1.2 se presentan las ecuaciones que describen el flujo de Couette con deslizamiento aparente para fluidos de Herschel-Bulkley, de Bingham, de Ostwald-de Waele y newtonianos cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$.

C.1.1.3 Fluidos newtonianos en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_i > \omega_o$

Para un fluido newtoniano, con $\tau_y=0$, índice de adelgazamiento $n=1$ e índice de consistencia $m=\mu$, la ecuación (C.11) se convierte en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{C}{\mu} \int_{R_i+\delta_1}^r \frac{dr}{r^3} \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.33)$$

Resolviendo la integral presente en la ecuación (C.33) se consigue:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{C}{2\mu(\kappa R_o)^2} \left[\left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2 - 1 \right] \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.34)$$

Al evaluar la ecuación (C.34) en el cilindro externo, donde $v_\theta(r)/r = \omega_o + v_{so}/R_o$, se obtiene la siguiente expresión para la constante C:

$$C = \frac{2\mu(\kappa R_o)^2}{1-\kappa^2} \left(\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} \right) \quad (C.35)$$

La ecuación (C.35) se reduce a la siguiente expresión cuando solamente rota el cilindro interno:

$$C = \frac{2\mu(\kappa R_o)^2}{1-\kappa^2} \left(\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \frac{v_{so}}{R_o} \right) \quad (C.36)$$

Vale la pena mencionar que para el caso en el cual se cumple la condición de no deslizamiento en la pared y solamente rota el cilindro interno, la combinación de las

ecuaciones (C.34) y (C.35) conducen a la ecuación (B.27), la cual describe el perfil de velocidad de un fluido newtoniano en la geometría de Couette sin deslizamiento.

C.1.2 Flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley con deslizamiento aparente para $\omega_o > \omega_i$

En la figura C.5 se muestra una representación esquemática del flujo de un fluido con esfuerzo de cedencia que ocurre entre dos cilindros concéntricos en presencia de deslizamiento aparente cuando la velocidad angular del cilindro externo es mayor que la del interno, $\omega_o > \omega_i$. Cabe mencionar una vez más que los espesores de las capas de deslizamiento, δ_1 y δ_2 , están representados de una forma exagerada por motivos de claridad.

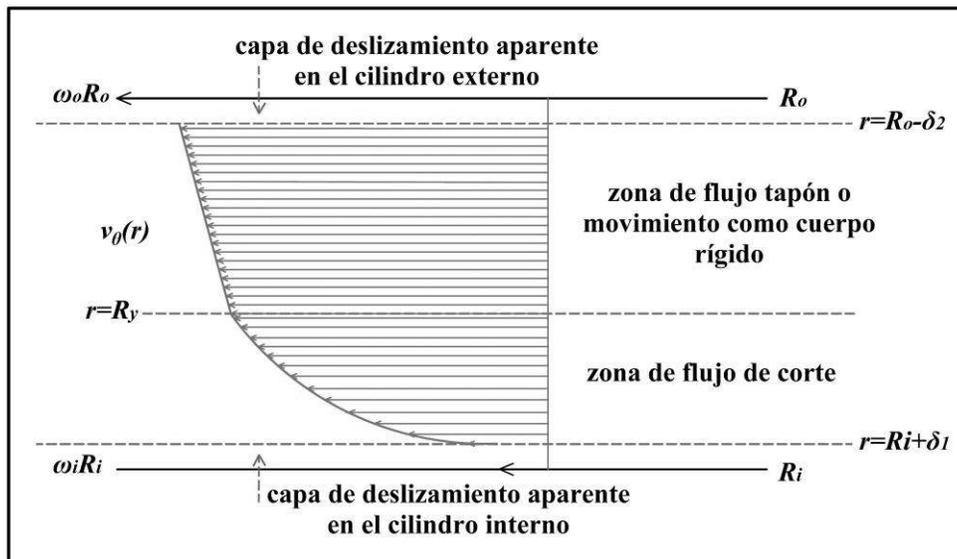


Figura C.5. Representación esquemática de la distribución de velocidad, $v(r)$, de un fluido con esfuerzo de cedencia en flujo de Couette con deslizamiento aparente para $\omega_o > \omega_i$.

Para encontrar el perfil de velocidad de un fluido de Herschel-Bulkley en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, suponiendo que $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$, cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$, se puede comenzar partiendo de la ecuación (B.6):

$$\tau_{r\theta} = \frac{C}{r^2} \quad (\text{B.6})$$

Cuando el cilindro externo rota con mayor rapidez que el interno, el valor de la constante C se escribe de la siguiente forma:

$$C = -\frac{M}{2\pi L} \quad (\text{C.37})$$

Donde el signo menos, en este caso, indica que la transferencia de cantidad de movimiento tiene lugar en la dirección r negativa, es decir del cilindro externo al interno. Sustituyendo entonces la ecuación (C.37) en la ecuación (B.6) se obtiene la expresión para el esfuerzo de corte cuando $\omega_o > \omega_i$:

$$\tau_{r\theta} = -\frac{M}{2\pi L r^2} \quad (\text{C.38})$$

Al igual que la ecuación (B.12), la ecuación (C.38) también es válida para cualquier tipo de fluido. En la figura C.6 se ilustra la distribución del esfuerzo entre los cilindros interno y externo cuando $\omega_o > \omega_i$.

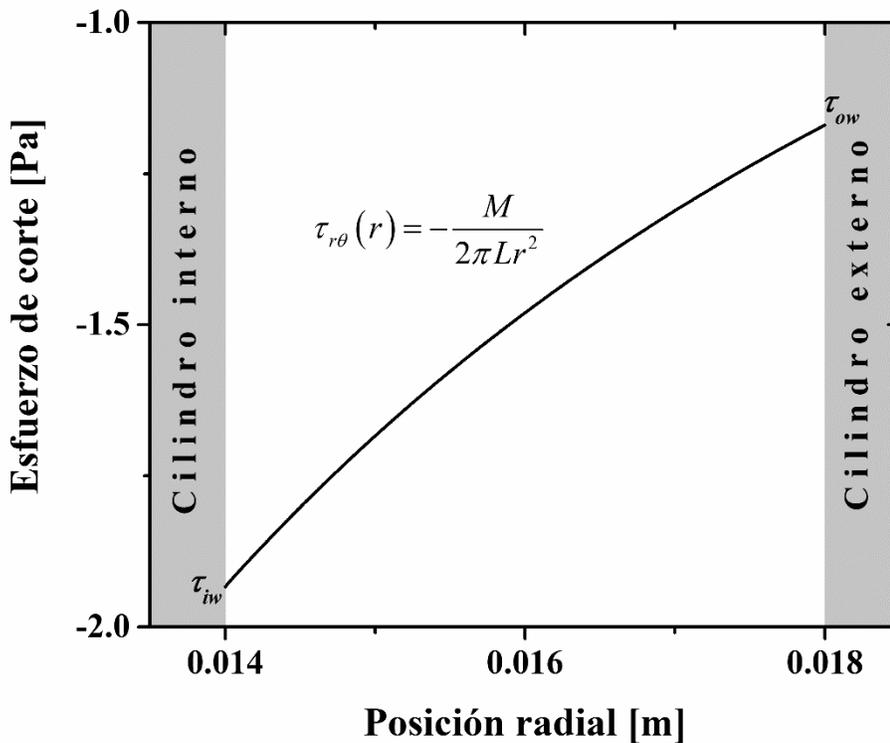


Figura C.6. Distribución del esfuerzo de corte en el reómetro de Couette cuando $\omega_o > \omega_i$ para $M=0.001 \text{ Nm}$ y $L=0.042 \text{ m}$.

Sustituyendo entonces la ecuación (A.24) en la ecuación (B.6) y sabiendo que el esfuerzo de corte es negativo en todo el espacio anular se tiene la siguiente expresión cuando un fluido de Herschel-Bulkley se encuentra confinado entre los cilindros:

$$\tau_y + m\dot{\gamma}^n = -\frac{C}{r^2} \quad (\text{C.39})$$

Por otra parte, la rapidez de corte está dada por la ecuación (B.17) cuando $\omega_o > \omega_i$:

$$\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \quad (\text{B.17})$$

Sustituyendo la ecuación (B.17) en la ecuación (C.39) se obtiene:

$$\tau_y + m \left[r \frac{d}{dr} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \right]^n = -\frac{C}{r^2} \quad (\text{C.40})$$

Integrando la ecuación (C.40) desde $r = R_i + \delta_1$ hasta cualquier posición radial $r \leq R_o - \delta_2$ se obtiene la siguiente expresión para el perfil de la velocidad angular del fluido de Herschel-Bulkley:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^r \left[-\left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right) \right]^{1/n} \frac{dr}{r} + C_7 \quad (\text{C.41})$$

Donde la constante C_7 se obtiene cuando se evalúa la ecuación (C.41) en el cilindro interno, donde $v_\theta(r_1)/r = \omega_i + v_{si}/R_i$, resultando que:

$$C_7 = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} \quad (\text{C.42})$$

Vale la pena recalcar en este punto que, por definición, v_{si} es positiva y v_{so} es negativa para este caso. Sustituyendo entonces la ecuación (C.42) en la ecuación (C.41) se obtiene:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^r \left[-\left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right) \right]^{1/n} \frac{dr}{r} \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_y \quad (\text{C.43})$$

Donde $R_y = (-C/\tau_y)^{1/2}$ es la posición de cedencia. La ecuación (C.43) describe por sí sola el perfil de la velocidad angular cuando $|\tau_{ow}| \geq \tau_y$. Sin embargo, cuando $|\tau_{iw}| \geq \tau_y \geq |\tau_{ow}|$, es

decir cuando R_y cae entre los cilindros, entonces para la zona en la cual existe el flujo tapón se tiene que:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^{R_y} \left[-\left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right) \right]^{1/n} \frac{dr}{r} = \frac{v_{so}}{R_o} + \omega_o \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (\text{C.44})$$

Así las ecuaciones (C.43) y (C.44) describen juntas el perfil de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley cuando $|\tau_{iw}| \geq \tau_y \geq |\tau_{ow}|$. Cuando solamente rota el cilindro externo, $\omega_i=0$, las ecuaciones (C.43) y (C.44) se transforman, respectivamente, en:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^r \left[-\left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right) \right]^{1/n} \frac{dr}{r} \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_y \quad (\text{C.45})$$

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^{R_y} \left[-\left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right) \right]^{1/n} \frac{dr}{r} = \frac{v_{so}}{R_o} + \omega_o \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (\text{C.46})$$

En la figura C.7 se muestran perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley, con $\tau_y=27 \text{ Pa}$, en presencia de deslizamiento aparente $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$, para diferentes condiciones de flujo cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$ (símbolos huecos) y cuando $\omega_i=0$ (símbolos rellenos). En la figura C.7 nuevamente se observa que existe flujo de corte en todo el espacio anular cuando $|\tau_{ow}| \geq \tau_y$ (perfiles con cuadros rellenos y huecos), que el flujo de corte y el flujo tapón coexisten cuando $|\tau_{iw}| \geq \tau_y \geq |\tau_{ow}|$ encontrándose delimitados por la posición R_y , además puede verse que el fluido se comporta como un sólido en rotación en todo el espacio anular cuando $|\tau_{iw}| \leq \tau_y$ (perfiles con estrellas rellenas y huecas). Nótese que cuando el cilindro externo rota con mayor rapidez que el interno, la velocidad del fluido incrementa desde el cilindro interno hasta el externo y que el fluido se desplaza con mayor velocidad en la zona donde existe el flujo tapón, mientras que lo contrario ocurre cuando $\omega_i > \omega_o$ (ver figura C.2). Cabe mencionar que para este caso el perfil de la velocidad angular se desplaza ω_i unidades hacia arriba cuando $\omega_i > 0$, en comparación con la situación en la cual $\omega_i=0$, ver por ejemplo la condición de flujo para $|\tau_{iw}| = 48.3 \text{ Pa}$ en la figura C.7.

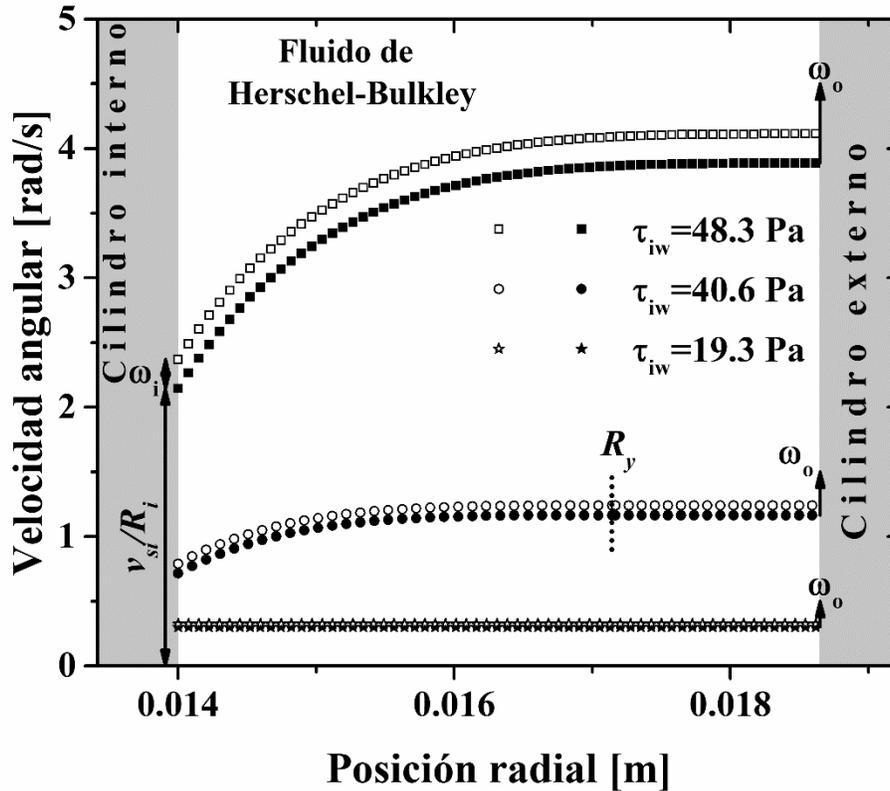


Figura C.7. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Herschel-Bulkley, con $\tau_y=27 \text{ Pa}$, $m=5.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$ y $n=0.43$, a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro externo, $\omega_i=0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$. Para todos los casos $\omega_i=0.05\omega_o$.

A continuación, se presentan las soluciones para los fluidos de Bingham, de Ostwald-de Waele y para fluidos newtonianos en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente partiendo de las ecuaciones (C.43) y (C.44), para el caso en el cual $\omega_o > \omega_i$.

C.1.2.1 Plásticos de Bingham en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$

Para un fluido de Bingham en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando el cilindro externo rota con mayor rapidez que el interno, la ecuación (C.43) se convierte en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{\mu_p} \int_{R_i + \delta_1}^r \left[-\left(\frac{C}{r^2} - \tau_y \right) \right] dr \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_y \quad (C.47)$$

Resolviendo la integral en la ecuación (C.47), ésta se transforma en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{r^2} \right) + \tau_y \ln \left(\frac{r}{\kappa R_o} \right) \right] \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_y \quad (C.48)$$

La ecuación (C.48) describe el perfil de la velocidad angular de un fluido de Bingham en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente para $\omega_o > \omega_i$ cuando el valor absoluto del esfuerzo de corte en el cilindro externo es mayor o igual que el de cedencia. En esta situación, se puede obtener el valor de la constante C al evaluar la ecuación (C.48) en el cilindro externo, donde $v_\theta(R_o)/r = \omega_o + v_{so}/R_o$, de esta manera el valor de C está dado por:

$$C = \left[\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{1}{\mu_p} \tau_y \ln(\kappa) \right] \frac{2\mu_p (\kappa R_o)^2}{1 - \kappa^2} \quad (C.49)$$

Por otra parte, cuando el esfuerzo de cedencia del fluido de Bingham se alcanza dentro del espacio anular, es decir cuando $|\tau_{iw}| \geq \tau_y \geq |\tau_{ow}|$, entonces la ecuación (C.44) se convierte en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_y^2} \right) + \tau_y \ln \left(\frac{R_y}{\kappa R_o} \right) \right] = \omega_o + \frac{v_{so}}{R_o} \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.50)$$

Donde la constante C está dada por:

$$C = \left[\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{1}{\mu_p} \tau_y \ln \left(\frac{R_y}{\kappa R_o} \right) \right] \frac{2\mu_p}{\left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_y^2} \right)} \quad (C.51)$$

Así, las ecuaciones (C.48) y (C.50) describen juntas el perfil de la velocidad angular de un fluido de Bingham en la geometría de Couette con deslizamiento aparente cuando $|\tau_{iw}| \geq \tau_y \geq |\tau_{ow}|$ y ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$.

Para el caso en el que solamente rota el cilindro externo las ecuaciones (C.49), (C.50) y (C.51) se transforman, respectivamente, en:

$$C = \left[\frac{v_{si}}{R_i} - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{1}{\mu_p} \tau_y \ln(\kappa) \right] \frac{2\mu_p (\kappa R_o)^2}{1 - \kappa^2} \quad (C.52)$$

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{\mu_p} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_y^2} \right) + \tau_y \ln \left(\frac{R_y}{\kappa R_o} \right) \right] = \frac{v_{so}}{R_o} + \omega_o \quad ; \quad R_y \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.53)$$

$$C = \left[\frac{v_{si}}{R_i} - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} - \frac{1}{\mu_p} \tau_y \ln \left(\frac{R_y}{\kappa R_o} \right) \right] \frac{2\mu_p}{\left(\frac{1}{(\kappa R_o)^2} - \frac{1}{R_y^2} \right)} \quad (C.54)$$

En la figura C.8 se muestran perfiles teóricos de la velocidad angular del fluido de Bingham con $\tau_y = 27 \text{ Pa}$ y viscosidad plástica $\mu_p = 5.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$, cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$ y cuando solamente rota el externo. Rápidamente puede verse que a medida que se incrementa el valor absoluto del esfuerzo de corte, al igual que en el caso del fluido de Herschel-Bulkley, la forma del perfil de velocidad cambia debido a los niveles de esfuerzos a los que se encuentra sometido el fluido, de tal manera que se pueden apreciar nuevamente los diferentes regímenes de flujo que un fluido con esfuerzo de cedencia exhibe en el reómetro de Couette en presencia del deslizamiento. Obsérvese, además, que la velocidad de un fluido de Bingham es más baja que la de un fluido de Herschel-Bulkley con parámetros reológicos similares para una misma condición de flujo, lo cual demuestra la influencia del valor de n , ver por ejemplo las figuras C.7 y C.8. Por otro lado, como era de esperarse, la contribución de la velocidad angular del cilindro interno desplaza al perfil ω_i unidades hacia arriba, ver perfiles cuando $|\tau_{iw}| = 48.3 \text{ Pa}$ en la figura C.8.

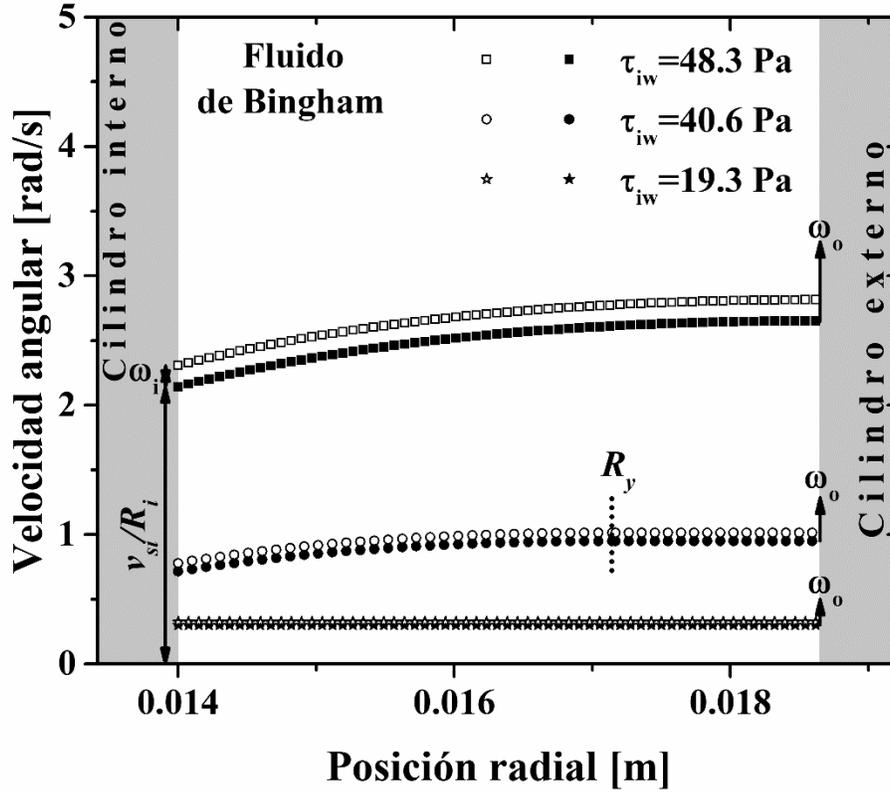


Figura C.8. Perfiles teóricos de la velocidad angular de un fluido de Bingham, con $\tau_y = 27 \text{ Pa}$ y $\mu_p = 5.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$, a diferentes condiciones de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro externo, $\omega_i = 0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$. Para todos los casos $\omega_i = 0.05\omega_o$.

C.1.2.2 Fluidos de Ostwald-de Waele en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$

Para un fluido de Ostwald-de Waele en la geometría de Couette con deslizamiento aparente y el cilindro externo rotando a mayor velocidad que el interno, la ecuación (C.43) se convierte en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{R_i + \delta_1}^r \left[-\left(\frac{C}{r^2}\right) \right]^{1/n} \frac{dr}{r} ; R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (\text{C.55})$$

y resolviendo la integral presente en la ecuación (C.55) se consigue:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{1}{2/n} \left(\frac{-C}{m} \right)^{1/n} \left[\frac{1}{r^{2/n}} - \frac{1}{(\kappa R_o)^{2/n}} \right] ; R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.56)$$

La ecuación (C.56) describe el perfil de la velocidad angular de un fluido de Ostwald-de Waele en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando $\omega_o > \omega_i$. Evaluando la ecuación (C.56) en el cilindro externo, donde $v_{\theta}(r)/r = \omega_o + v_{so}/R_o$, se obtiene el valor de la constante C :

$$C = -(\kappa R_o)^2 m \left[\left(-\frac{v_{si}}{R_i} - \omega_i + \omega_o + \frac{v_{so}}{R_o} \right) \frac{2/n}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n \quad (C.57)$$

Cuando solamente rota el cilindro externo, la ecuación anterior se convierte en:

$$C = -(\kappa R_o)^2 m \left[\left(-\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_o + \frac{v_{so}}{R_o} \right) \frac{2/n}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n \quad (C.58)$$

Finalmente, cuando no existe deslizamiento y solamente rota el cilindro externo, las ecuaciones (C.56) y (C.57) se convierten respectivamente en:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = -\frac{1}{2/n} \left(\frac{-C}{m} \right)^{1/n} \left[\frac{1}{r^{2/n}} - \frac{1}{(\kappa R_o)^{2/n}} \right] ; R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.59)$$

$$C = -(\kappa R_o)^2 m \left[\frac{2\omega_o/n}{1 - \kappa^{2/n}} \right]^n \quad (C.60)$$

Sustituyendo la ecuación (C.60) en la ecuación (C.59) se obtiene una expresión para el perfil de la velocidad angular de un fluido de Ostwald-de Waele en el reómetro de Couette sin deslizamiento cuando solamente rota el cilindro externo, la cual está dada por:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_o \left[\frac{1 - \left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^{2/n}}{1 - \kappa^{2/n}} \right] ; R_i \leq r \leq R_o \quad (C.61)$$

En la figura C.9 se muestran algunos perfiles teóricos de la velocidad angular para los fluidos de Ostwald-de Waele, cuyos perfiles se mostraron en la figura C.4 cuando $\omega_i > \omega_o$, para la misma condición de flujo en la geometría de Couette con deslizamiento cuando

$\omega_o > \omega_i$. En la figura C.9 se encuentran graficados perfiles para el caso en el cual solamente rota el cilindro externo (símbolos rellenos) y para el caso en el cual ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$ (símbolos huecos). Además, en la figura también se incluyen los perfiles del fluido newtoniano con viscosidad $\mu = 5.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ para fines comparativos. Al igual que en la figura C.4, rápidamente se puede observar cómo cambia la forma del perfil a medida que el índice de adelgazamiento tiende a la unidad, y cómo dicha forma se aproxima a la que tiene el perfil del fluido newtoniano, el cual se encuentra representado por las líneas continua para $\omega_i = 0$ y discontinua para $\omega_o > \omega_i$. En la figura también se puede ver el corrimiento hacia arriba del perfil causado por la contribución de la velocidad angular del cilindro externo.

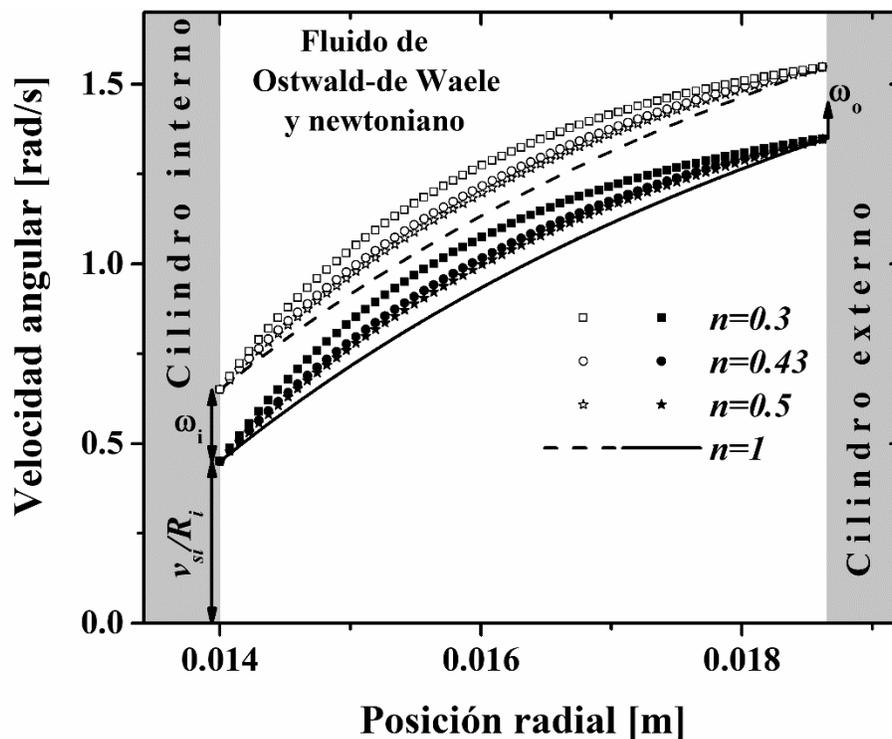


Figura C.9. Perfiles teóricos de la velocidad angular de varios fluidos de Ostwald-de Waele, con $m = 5.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}^n$ y $n = 0.3, 0.43$ y 0.5 , a la misma condición de flujo en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente, $\delta_1/R_i \ll 1$ y $\delta_2/R_o \ll 1$. Los símbolos rellenos representan el caso cuando solamente rota el cilindro externo, $\omega_i = 0$, mientras que los símbolos huecos ilustran el caso cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$. Para todos los casos $\omega_i = 0.2\omega_o$. Las líneas continua y discontinua representan los perfiles de un fluido newtoniano cuando $\omega_i = 0$ y cuando $\omega_o > \omega_i$, respectivamente.

C.1.2.3 Fluidos newtonianos en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando ambos cilindros rotan simultáneamente con $\omega_o > \omega_i$

Para un fluido newtoniano, la ecuación (C.43) se convierte en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} - \frac{C}{\mu} \int_{R_i+\delta_1}^r \frac{dr}{r^3} \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.62)$$

Resolviendo la integral presente en la ecuación (C.62) se consigue:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \omega_i + \frac{v_{si}}{R_i} + \frac{C}{2\mu(\kappa R_o)^2} \left[\left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2 - 1 \right] \quad ; \quad R_i + \delta_1 \leq r \leq R_o - \delta_2 \quad (C.63)$$

La ecuación (C.63) describe el perfil de la velocidad angular de un fluido newtoniano en el reómetro de Couette con deslizamiento aparente cuando $\omega_o > \omega_i$. Al evaluar la ecuación (C.63) en el cilindro externo, donde $v_\theta(r)/r = \omega_o + v_{so}/R_o$, se obtiene la siguiente expresión para la constante C :

$$C = \frac{2\mu(\kappa R_o)^2}{1-\kappa^2} \left(\frac{v_{si}}{R_i} + \omega_i - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} \right) \quad (C.64)$$

Para el caso en el cual solamente rota el cilindro externo la ecuación (C.64) se convierte en:

$$C = \frac{2\mu(\kappa R_o)^2}{1-\kappa^2} \left(\frac{v_{si}}{R_i} - \omega_o - \frac{v_{so}}{R_o} \right) \quad (C.65)$$

En la figura C9 se encuentran graficados algunos perfiles del fluido newtoniano con $\mu = 5.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ obtenidos con las ecuaciones (C.63) a (C.64). Finalmente, vale la pena mencionar que para el caso en el cual se cumple la condición de no deslizamiento en la pared y solamente rota el cilindro externo, las ecuaciones (C.63) y (C.64) se convierten, respectivamente, en:

$$\frac{v_\theta(r)}{r} = \frac{C}{2\mu(\kappa R_o)^2} \left[\left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2 - 1 \right] \quad ; \quad R_i \leq r \leq R_o \quad (C.66)$$

$$C = \frac{-2\mu\omega_o(\kappa R_o)^2}{1-\kappa^2} \quad (C.67)$$

Sustituyendo entonces la ecuación (C.67) en (C.66) se obtiene:

$$\frac{v_{\theta}(r)}{r} = \omega_o \left[\frac{1 - \left(\frac{\kappa R_o}{r} \right)^2}{1 - \kappa^2} \right] ; R_i \leq r \leq R_o \quad (\text{C.68})$$

Esta última ecuación describe el perfil de la velocidad angular de un fluido newtoniano en la geometría de Couette sin deslizamiento cuando solamente rota el cilindro externo. Nótese que la ecuación (C.61) se convierte en la ecuación (C.68) cuando $n=1$.

APÉNDICE D. PRODUCTOS DERIVADOS DE ESTA TESIS

Los productos derivados de este trabajo se mencionan a continuación:

◆ Artículos en revistas internacionales JCR

1. **Rheo-PIV analysis of the vane in cup flow of a viscoplastic microgel.** Esteban F. Medina-Bañuelos, Benjamín M. Marín-Santibáñez, José Pérez-González, Dilhan M. Kalyon. *Journal of Rheology* **63**, 905-915 (2019). <https://doi.org/10.1122/1.5118900>
2. **Tangential annular (Couette) flow of a viscoplastic microgel with wall slip.** Esteban F. Medina-Bañuelos, Benjamín M. Marín-Santibáñez, José Pérez-González, Moinuddin Malik, Dilhan M. Kalyon. *Journal of Rheology* **61**, 1007-1022 (2017). <http://dx.doi.org/10.1122/1.4998177>
3. **Couette Flow of a Yield-stress Fluid with Slip as Studied by Rheo-PIV.** Esteban F. Medina-Bañuelos, Benjamín M. Marín-Santibáñez, José Pérez-González, Francisco Rodríguez-González. *Applied Rheology* **27**, 53893 (2017). <http://doi.org/10.3933/ApplRheol-27-53893>

◆ Presentaciones en congresos internacionales

1. **Why is your pudding thick: force and velocity measurements in complex fluids.** Esteban F. Medina-Bañuelos, Benjamín M. Marín-Santibáñez, José Pérez-González. Hands-on Research in Complex Systems School | (smr 3224), The Abdus Salam International Center for Theoretical Physics (ICTP), Trieste, Italy, July 15-27th (2018).
2. **Influence of the materials of the walls on the slip behavior of a microgel in Couette flow as studied by PIV.** Esteban F. Medina-Bañuelos, Benjamín M. Marín-Santibáñez, José Pérez-González. 90th Annual Meeting of The Society of Rheology. Houston, Texas, USA, October 14-18th (2018).
3. **PIV analysis of the vane in cup flow of a viscoplastic microgel.** Esteban F. Medina-Bañuelos, Benjamín M. Marín-Santibáñez, José Pérez-González. 90th

Annual Meeting of The Society of Rheology. Raleigh, North Carolina, USA, October 20-24th (2019). And Rheology Research Symposium

◆ Presentaciones en congresos nacionales

- 1. Reo-Velocimetría por Imágenes de Partículas de un Fluido Modelo con Esfuerzo de Cedencia en Flujo de Couette.** Esteban F. Medina Bañuelos, Benjamín M. Marín Santibáñez, José Pérez González. XXXIX Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química (AMIDIQ). San José del Cabo, Baja California Sur, México, 1 al 4 de mayo (2018).
- 2. Reo-velocimetría por imágenes de partículas de un hidrogel de Carbopol en flujo de Couette con deslizamiento.** Esteban F. Medina Bañuelos, Benjamín M. Marín Santibáñez, José Pérez González. 7^o Simposio Anual de Estudiantes del IIM y 5^a Reunión Anual del Capítulo Estudiantil IIM-SMM. Universidad Nacional Autónoma de México. Ciudad Universitaria, Ciudad de México, México, 10 al 12 de abril (2019).
- 3. Descripción de la cinemática del flujo de un fluido viscoplástico en la geometría de propela en copa usando reo-velocimetría por imágenes de partículas: limitaciones prácticas.** Esteban F. Medina Bañuelos, Benjamín M. Marín Santibáñez, José Pérez González. XLI Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química (AMIDIQ). Evento Virtual del 22 al 24 de octubre (2020).

Rheo-PIV analysis of the vane in cup flow of a viscoplastic microgel

Esteban F. Medina-Bañuelos, Benjamín M. Marín-Santibáñez, José Pérez-González, and Dilhan M. Kalyon

Citation: Journal of Rheology **63**, 905 (2019); doi: 10.1122/1.5118900

View online: <https://doi.org/10.1122/1.5118900>

View Table of Contents: <https://sor.scitation.org/toc/jor/63/6>

Published by the The Society of Rheology

ARTICLES YOU MAY BE INTERESTED IN

Orthogonal superposition rheometry of model colloidal glasses with short-ranged attractions
Journal of Rheology **63**, 533 (2019); <https://doi.org/10.1122/1.5080717>

Influence of structure on the linear response rheology of colloidal gels
Journal of Rheology **63**, 583 (2019); <https://doi.org/10.1122/1.5082796>

Surface viscoelasticity in model polymer multilayers: From planar interfaces to rising bubbles
Journal of Rheology **63**, 815 (2019); <https://doi.org/10.1122/1.5096887>

Modeling shear-induced crystallization in startup flow: The case of segmented copolymers
Journal of Rheology **63**, 837 (2019); <https://doi.org/10.1122/1.5111687>

Extensional rheology of highly-entangled α -olefin molecular bottlebrushes
Journal of Rheology **63**, 917 (2019); <https://doi.org/10.1122/1.5110557>

A review of thixotropy and its rheological modeling
Journal of Rheology **63**, 477 (2019); <https://doi.org/10.1122/1.5055031>



The WORLD'S most
VERSATILE platform for
RHEOLOGICAL MEASUREMENTS

The Discovery Hybrid Rheometer





Rheo-PIV analysis of the vane in cup flow of a viscoplastic microgel

Esteban F. Medina-Bañuelos,¹ Benjamín M. Marín-Santibáñez,¹ José Pérez-González,^{2,a)}
and Dilhan M. Kalyon³

¹*Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional,
U. P. Adolfo López Mateos, C. P. 07738 Ciudad de México, Mexico*

²*Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Instituto
Politécnico Nacional, U. P. Adolfo López Mateos, C. P. 07738 Ciudad de México, Mexico*

³*Highly Filled Materials Institute, Chemical Engineering and Materials Science and Biomedical Engineering,
Chemistry and Biological Sciences, Stevens Institute of Technology, Castle Point Street, Hoboken, New Jersey 070300*

(Received 5 July 2019; final revision received 18 September 2019; published 4 October 2019)

Abstract

The vane in cup flow involves the rotation of a bladed vane in a sample held within a cylindrical cup. The use of the vane in cup flow for rheological measurements is based on the assumption that the vane drags the specimen in between its arms as a rigid body and thus, constitutes a bob with equivalent radius, R_{eq} , i.e., the “Couette analogy.” In this work, rheo-particle image velocimetry was employed to characterize the velocity and shear stress distributions of a Newtonian fluid (glycerol) and a viscoplastic microgel [0.12 wt. % of poly(acrylic acid) in water] undergoing a steady vane in cup flow under constant torque conditions. The velocity distributions were complex for both fluids, showing that, once under flow, the vane drags only part of the specimen as a rigid body, with the boundary of the rigid body motion smaller than the vane radius, R_V . Also, for both fluids, the tangential velocity increases monotonically up to a maximum and then decreases toward the wall cup. Furthermore, the radial locations which constitute the boundary of the rigid body motion or at which the maximum tangential velocity is observed are constant for the Newtonian fluid but decrease for the microgel with increasing the torque. Therefore, there is not a definite method to determine R_{eq} for a given vane in cup geometry to allow the application of the “Couette analogy” for non-Newtonian fluids. Otherwise, using R_V or a Newtonian based R_{eq} to calculate the flow curve may lead to significant errors. © 2019 The Society of Rheology. <https://doi.org/10.1122/1.5118900>

I. INTRODUCTION

The steady, tangential, laminar flow in the annular region between two coaxial solid cylinders, i.e., cylindrical Couette flow, has been widely used as a rotational rheometer for over a century [1]. The flow curves of various complex fluids including concentrated suspensions [2] and microgels [3,4] have been characterized using the Couette flow. A variant of the Couette flow, the vane in cup flow, has also been proposed for the characterization of various complex fluids, including viscoplastic ones [5,6].

The vane in cup geometry consists of two concentric parts, i.e., a bladed vane (common numbers of blades are 4, 6, and 8) and a cylindrical cup. It was developed originally for the characterization of the shear strength of soils [7] and was later proposed to perform rheological measurements on the basis of the “Couette analogy.” For this, the vane with part or all of the sample held in between its blades is assumed to constitute a solid bob with an equivalent radius, R_{eq} [8–10]. The fluid in between the vane/material bob and the cup is sheared either under constant torque or constant rotational speed conditions, in effect attempting to reduce the flow field to that of the tangential annular Couette flow (hence the “Couette analogy”).

Different authors have visualized or simulated the shear zones and path lines in the vane in cup flow of different Newtonian and non-Newtonian fluids [6,11–18] and have reported them to form a polygon near the blades with a trend to form circles or cylindrical shear surfaces not far away from the vane tips, supporting a Couette analogy. However, rigid bodylike motion as well as shear and elongational flows have been reported for the fluid in between blades [6,16–18].

Even though a significant amount of works has been devoted to the analysis of the vane in cup geometry, there is a dearth of experimental research on the description of its flow kinematics to substantiate the validity of the Couette analogy. Moreover, most works have been developed by considering no-slip conditions at the cup. To our knowledge, Ovarlez *et al.* [16] reported the only detailed study with local measurements of the velocity field in the vane and cup geometry for different fluids, namely, a Newtonian fluid, a simple yield-stress fluid, and a suspension of noncolloidal particles without slip at the cup. These authors reported agreement with the Couette analogy for a Newtonian fluid. Also, for a yield-stress fluid, Ovarlez *et al.* [16] described a layer of material near the blades whose shearing surfaces were not cylindrical at low shear rates, in contrast with that mentioned in the previous paragraph. Finally, the authors accounted for a thin slip layer in the suspension of noncolloidal particles near the blades, in contradiction with the hypothesis that the vane in cup geometry prevents slip [16]. Separately,

^{a)} Author to whom correspondence should be addressed; electronic mail: jpg@esfm.ipn.mx

Derakhshandeh *et al.* [19] used ultrasonic Doppler velocimetry to analyze the rheology of pulp fiber suspensions with a vane in cup geometry and also suggested the presence of a slip layer around the blades.

In this investigation, the vane in cup flow of a Newtonian fluid and then of a 0.12 wt. % aqueous solution of poly(acrylic acid), Carbopol[®] 940 microgel, were analyzed by using rheo-particle image velocimetry (Rheo-PIV). This microgel was characterized earlier in the annular tangential (Couette) flow using three different gaps and the parameters of its shear viscosity and wall slip were determined [4]. In this work, a single vane and cup combination was used, and various torque values were applied on the vane. The resulting vane speeds and velocity distributions of the microgel in the vane in cup flow were determined. From these measurements, the limitations of the vane in cup flow to measure the rheological properties of complex fluids are identified and elucidated.

II. MATERIALS AND METHODS

The fluid utilized in this work was a hydrogel (microgel) containing 0.12 wt. % of poly(acrylic acid) (Carbopol[®] 940, Lubrizol). The structure and rheological behavior of such microgels are dependent on their preparation conditions including the type of mixing, mixing procedure, and pH [20]. The microgel was prepared by dispersing the Carbopol[®] 940 at 500 rpm with a twisted-three blade turbine impeller attached to a speed-controlled agitator. Hollow glass particles (Potters Industries) of 10 μm in size and having a specific gravity of 1.1 ± 0.05 were then added into the dispersion at a concentration of 0.03 wt. % to serve as flow tracers. The dispersion containing the tracer particles was neutralized with a 5M NaOH aqueous solution to reach a pH value of 7.04 ± 0.02 . The microgel was held under quiescent conditions at ambient temperature for 1 day prior to being used in the vane in cup flow. This microgel has been tested in different ways in previous studies to make sure that it behaves as a viscoplastic fluid that does not exhibit shear bands or thixotropy [4,21–23]. Furthermore, it was shown that at the concentration of 0.03 wt. %, the tracer particles do not affect the rheological behavior of the microgel [4,22,23]. All experiments were carried out at 25 ± 1 °C using fresh samples for each run.

Data reported in this work are based on measurements under torque-controlled conditions, whereby the torque was slowly and gradually increased until the targeted value was reached and steady state was achieved. Although not reported here, we have also carried out an additional set of experiments in which the targeted torque was imposed in a single step. Both procedures resulted in the same steady angular speeds for the applied torques. For thixotropic fluids, there would have been differences for the two types of imposition of the torque, i.e., gradual versus in a single step fashion [22]. For viscoplastic fluids, the development of the wall slip condition would also depend on time [24]. The characteristic time to reach steady state for the wall slip condition would depend on the apparent shear rate, the bigger the apparent shear rate, the shorter the characteristic time. So, it appears

that the ultimate values of wall slip velocities that we report here were independent of time.

The vane in cup geometry was used in conjunction with a controlled stress rheometer (UDS 200 Paar Physica). The minimum and the maximum torque that could be applied with UDS 200 were 0.1 $\mu\text{N m}$ and 150 mN m, respectively. The torque resolution of the transducer was ± 0.01 $\mu\text{N m}$. The rotational speed could be controlled between 10^{-4} and 1000 rpm. A stainless steel vane having six blades with radius $R_V = 11$ mm (measured at the tip of the blades) and a length, L , of 16 mm was used. The cup was constructed out of Duran[®] borosilicate glass (Schott) with 8 cm in height. The surface of the inner wall of the cup was clean and its radius, R , was 15 mm, which rendered a gap of 4 mm. Thus, the distance from the bottom of the vane to the bottom of the cup was 15 mm, and the cup was filled with fluid up to a height of 7 cm.

The experimental setup shown in Fig. 1 was used for the analysis of the flow kinematics in the vane in cup geometry. The setup was similar to that used earlier by Medina-Bañuelos *et al.* [4,23] for the analysis of the steady tangential annular (Couette) flow of the same microgel. Briefly, the 2D PIV system (Dantec Dynamics) consisted of a high-speed and high-sensitivity CCD camera (HiSense MKII), two coupled Nd:YAG lasers (SoloPIV II, New Wave Research), 50 mJ and $\lambda = 532$ nm, and Dantec Dynamic Studio 2015a software for image acquisition and analysis. To increase the spatial resolution, a variable focal length microscope (InfiniVar CFM-2/S, Infinity) was attached to the CCD camera.

The PIV data were collected in the $r\theta$ plane at an axial position that was sufficiently far away from both the free surface of the microgel and the bottom of the cup, i.e., at the middle height of the vane ($L/2$) to assure that end effects were negligible. The region of interest (ROI) for the determination of the velocity distribution at each torque applied on the vane, \mathfrak{S} , involved a rectangular region of 15.8×12.1 mm² (1300×1024 pixels²) in size. The ROI covered a slice between two adjacent blades of the vane for the whole gap

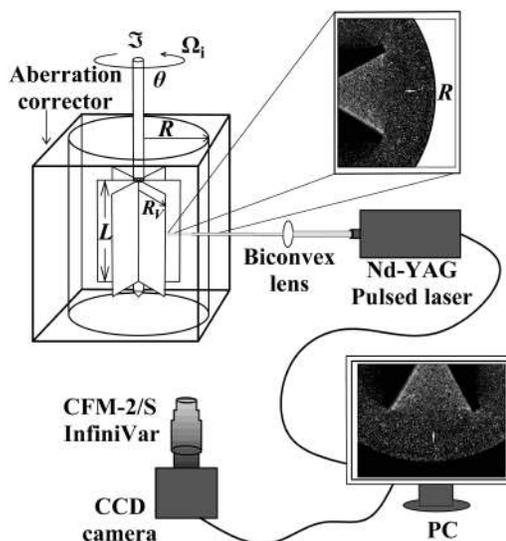


FIG. 1. Experimental setup used for the analysis of the vane in cup flow.

extending from the shaft of the vane to a radial position of 5.9 mm away from the shaft (see Fig. 1). Velocity maps in the ROI were obtained at different \mathfrak{S} values, which were increased in slow ramps while measuring the corresponding angular speed, Ω_i . Fifty pairs of images were acquired for each flow condition and correlated independently to obtain the corresponding velocity maps, which were then averaged in time to obtain a single velocity map containing 38×97 velocity vectors.

Since we were interested in the velocity distribution across the gap, in this work, we have followed the same approach as Medina-Bañuelos *et al.* [4] to determine the velocity profiles, consisting on the selection of the profile at $\theta = 0^\circ$ in the “slice,” where the radial component of the velocity, V_r , is ~ 0 . It was determined that the velocity vectors in the xy plane were tangent to the pathlines, in other words, pathlines in the gap region were found to be circular under steady flow conditions. Finally, before studying the flow kinematics of the microgel, the PIV technique and the Couette analogy were tested with a well-known Newtonian fluid, glycerol (Drogueria Cosmopolita, Mexico), which was characterized with the cone and plate flow. The cone and plate radius was 30 mm, and the cone angle was 2° . The glycerol was slightly hydrated with an estimated water content of 0.6 wt. %. The shear viscosity of the glycerol was determined to be 0.82 Pa s at $25 \pm 0.1^\circ \text{C}$.

III. BACKGROUND: COUETTE ANALOGY FOR THE VANE IN CUP FLOW

As mentioned earlier, the utilization of the vane in cup geometry for rheological measurements is based on the Couette analogy, in which the vane is assumed to drag the fluid in between as a rigid body, i.e., like a bob with an equivalent radius R_{eq} [8–10], which, in practice, is typically determined from a calibration using a Newtonian fluid as a reference. A number of investigations have shown that $R_{eq} < R_V$ [6,12,14,16,25–27].

The Couette analogy posits that the vane in cup flow can be treated as a tangential annular Couette flow with $R_{eq} = \kappa R$, where R is the radius of the outer cylinder and κR is the radius of the inner cylinder or bob. The analytical solution of the steady Couette flow of incompressible fluids subject to wall slip at one or both cylinders for various types of fluids, with either the inner or the outer cylinders rotating or both rotating in different directions and velocities, is available [4]. For Herschel–Bulkley fluids,

$$\tau_{r\theta} = \pm \tau_0 - m \left| r \frac{d}{dr} \left(\frac{V_\theta}{r} \right) \right|^{n-1} \left(r \frac{d}{dr} \left(\frac{V_\theta}{r} \right) \right) \quad \text{for} \quad |\tau_{r\theta}| > \tau_0, \quad (1a)$$

$$\frac{d}{dr} \left(\frac{V_\theta}{r} \right) = 0 \quad \text{for} \quad |\tau_{r\theta}| \leq \tau_0, \quad (1b)$$

where the yield stress, τ_0 , the consistency index, m , and the shear rate sensitivity index (power-law exponent), n , are the three characteristic parameters of the viscoplastic Herschel–

Bulkley fluid. Viscoelasticity requires that the deformation rate is zero when the absolute value of the shear stress, $|\tau_{r\theta}|$, is smaller than the yield stress of the fluid, τ_0 . In Eq. (1a), the negative value of τ_0 is used for $(d(V_\theta/r)/dr) > 0$, i.e., for $\tau_{r\theta} < 0$. The simplifications of the Herschel–Bulkley fluid also provide the solutions for Bingham ($n = 1$), power-law ($\tau_0 = 0$), and Newtonian ($n = 1$, $\tau_0 = 0$) fluids. The shear stress profile for steady, isothermal, and creeping tangential annular flow of incompressible fluids can be obtained from the simplification of the momentum equation in the plane of shear

$$\tau_{r\theta}(r) = \frac{C}{r^2} = \frac{\mathfrak{S}}{2\pi L r^2}, \quad (2)$$

where \mathfrak{S} is the torque, L is the length of the bob, and C is a constant. This $\tau_{r\theta}(r)$ distribution is valid, regardless of the type of fluid or boundary conditions. Consequently, the shear stress values at the surfaces of the bob and the cup cylinders are $\tau_{r\theta}(\kappa R) = C/(\kappa R)^2 = C/R_{eq}^2$ and $\tau_{r\theta}(R) = C/R^2$, respectively. If end effects are not negligible, then a correction factor C_L needs to be applied, i.e., $\tau_{r\theta}(r) = \mathfrak{S}/2\pi L r^2 C_L$ [6,28].

Three types of flows are possible for viscoplastic fluids in the Couette flow: (a) pure plug flow (rigid body motion only); (b) deformation and plug flow that are simultaneously occurring at different flow zones; and (c) deformation of the fluid over the entire gap. The plug flow would cover the entire flow gap when $|\tau_{r\theta}(\kappa R)| < \tau_0$. The viscoplastic fluid would be deformed over the entire gap if $|\tau_{r\theta}(R)| > \tau_0$. Part of the fluid adjacent to the bob would be deformed and the rest would undergo plug flow if $|\tau_{r\theta}(\kappa R)| > \tau_0 > |\tau_{r\theta}(R)|$. If deformation and plug flow occur concomitantly within the gap, the plug flow would occur adjacent to the outer cylinder.

For viscoplastic fluids, wall slip is ubiquitous. The wall slip velocity, U_S , is defined as the difference between the velocity of the fluid adjacent to the wall and the velocity of the wall. It is considered to be a function of the absolute value of the wall shear stress, $|\tau_w|$, $U_S = \pm \beta |\tau_w|^{s_b}$, where the slip coefficient, β , and the slip exponent, s_b , are dependent on the fluid, the materials of construction, and the surface characteristics of the flow channel [29,30]. The slip coefficient, β , and the slip exponent, s_b , can be functions of the flow conditions for microgels [21,31,32]. For Couette flow there can be two wall slip velocities, i.e., $U_S(\kappa R) = V_\theta(\kappa R) - \Omega_i \kappa R$ and $U_S(R) = V_\theta(R)$ at the inner and outer walls of the annulus, respectively, where $V_\theta(\kappa R)$ and $V_\theta(R)$ are the tangential velocities of the fluid at the bob and cup walls, respectively, and Ω_i is the independent angular velocity of the bob. Then, $U_S(\kappa R) < 0$ and $U_S(R) > 0$.

In the treatment of the vane in cup flow, a popular assumption is that there is no slip at the surface of the fluid, constituting the rigid body, i.e., at $R_{eq} = \kappa R$ [5]. The assumption of $U_S(\kappa R) = U_S(R_{eq}) = 0$ is based on the fact that the bob, considered to consist of the fluid in rigid body motion (ignoring the arms of the vane), is transferring its θ momentum to the fluid found in the gap, i.e., $R_{eq} \leq r \leq R$. Thus, with this assumption, there would be a no-slip condition at $R_{eq} = \kappa R$ and wall slip can occur only at the surface of the cup, i.e., at $r = R$.

The velocity distributions for the deformation, $V_{\theta}^{II}(r)$, and the plug flow, $V_{\theta}^{III}(r)$, zones are determined starting with $\tau_{r\theta}(r) = C/r^2 = -\eta(r)r(dV_{\theta}/dr)$ [where $\eta(r)$ is the distribution of the true shear viscosity of the fluid] and integration from the inner, $r = \kappa R$ to any radial location, r . The velocity distribution for the deformation zone ($\kappa R \leq r \leq r_0$), $V_{\theta}^{II}(r)$, is given by

$$\frac{V_{\theta}^{II}(r)}{r} = \Omega_i - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_0 \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad \text{for} \quad \kappa R \leq r \leq r_0 \quad (3)$$

and for the plug flow zone, $V_{\theta}^{III}(r)$ is given by

$$\frac{V_{\theta}^{III}(r)}{r} = \Omega_i - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R}^{r_0} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_0 \right)^{1/n} \frac{dr}{r} = \frac{U_s(R)}{R} \quad \text{for} \quad r_0 \leq r \leq R, \quad (4)$$

where $r_0 = (C/\tau_0)^{1/2}$, i.e., $\tau_{r\theta}(r_0) = \tau_0$. The constant C is determined from the steady state torque versus cylinder angular velocity data, $\mathfrak{S}(\Omega_i)$, where $\mathfrak{S} = 2\pi L r^2 \tau_{r\theta}(r) = 2\pi L C$. Equation (3) alone applies if $\tau_{r\theta}(R) > \tau_0$ (pure deformation), and both Eqs. (3) and (4) would apply if $\tau_{r\theta}(\kappa R) > \tau_0 > \tau_{r\theta}(R)$ (coexistence of deformed and plug flow zones). The solutions given above for the Couette analogy subject to slip at the cup surface also provide the solutions for the power-law, Bingham, and Newtonian fluids.

IV. RESULTS AND DISCUSSION

A. Couette analogy with a Newtonian fluid in the vane and cup flow

The velocity profiles for the vane in cup geometry for the Newtonian fluid, glycerol, at various angular speeds for $\theta = 0^\circ$ are displayed in Figs. 2(a) and 2(b) along with those predicted by using the Couette analogy. In this case, the angular velocity, $V_{\theta}(r)/r$, for a Newtonian fluid with shear viscosity of μ and subject to wall slip at the cup surface can be expressed as [4]

$$\frac{V_{\theta}(r)}{r} = \Omega_i + \frac{C}{2\mu(\kappa R)^2} \left[\left(\frac{\kappa R}{r} \right)^2 - 1 \right] \quad \text{and} \quad C = \frac{2\mu(\kappa R)^2 \left(\Omega_i - \frac{U_s(R)}{R} \right)}{(1 - \kappa^2)}, \quad (5)$$

where according to the Couette analogy, $R_{eq} = \kappa R$. Considering the no-slip condition, the angular velocity distribution would be $\frac{V_{\theta}(r)}{r} = \frac{\Omega_i \kappa^2}{1 - \kappa^2} \left[\left(\frac{R}{r} \right)^2 - 1 \right]$. One of the major weaknesses of the vane in cup flow and the Couette analogy concerns the determination of the equivalent radius R_{eq} . How is its value determined? The first logical assumption would be that $R_{eq} = R_V$. This would be true if the vane could grab and rotate the entirety of the fluid within its arms as a rigid body, i.e., $V_{\theta}(r) = r\Omega_i$ for $r \leq R_V$. However, the velocity distributions, $V_{\theta}(r)$, shown in Figs. 2(a) and 2(b) for six vane

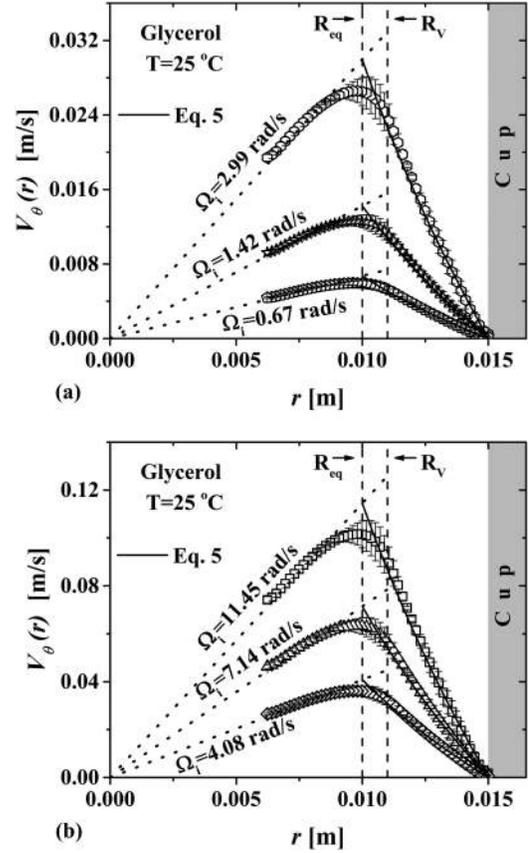


FIG. 2. Velocity profiles, $V_{\theta}(r)$, in the vane in cup geometry for the Newtonian fluid, glycerol, determined with the PIV method for six vane rotational speeds. (a) $\Omega_i = 0.67, 1.42,$ and 2.99 rad/s and (b) $\Omega_i = 4.08, 7.14,$ and 11.45 rad/s. Dotted lines indicate the different vane rotational speeds. Continuous lines indicate the theoretical velocity profiles, i.e., Eq. (5), for $R_{eq} = 10$ mm.

rotational speeds in the range from 0.67 to 11.45 rad/s for the Newtonian fluid clearly indicate that $R_{eq} \neq R_V$.

The next logical choice for R_{eq} would be the radial location at which the maximum of $V_{\theta}(r)$ occurs. It is interesting to note that for all rotational speeds, the maximum in $V_{\theta}(r)$ is located at about $R_{eq} = 10$ mm $< R_V$ and that $R_{eq}/R_V = 0.9$, as can be seen from Fig. 3, in which the velocity profiles for the six rotational speeds have been superposed by normalizing them against $\Omega_i R_V$. This finding is in line with previous simulation and experimental studies of the vane in cup flow that have reported R_{eq} as independent of the rotational speed for creeping flows of Newtonian fluids [12,16,25,26]. Another possible location that can be assumed for R_{eq} would be the radial location at which the rigid bodylike motion ceases. As shown in Figs. 2(a) and 2(b), for the Newtonian fluid, the location at which rigid bodylike motion ceases is different, in fact, smaller than the radial location at which the maximum in the tangential velocity is observed (both are smaller than R_V).

Regardless of how R_{eq} is selected using the PIV velocity distributions available, there would be an error source. For radial locations r , greater than the radial location at which the rigid body motion ceases, the tangential velocity increases monotonically but at diminishing rate up to a maximum, followed by a monotonic decrease of the tangential velocity at different rates up to the cup. If a solid bob

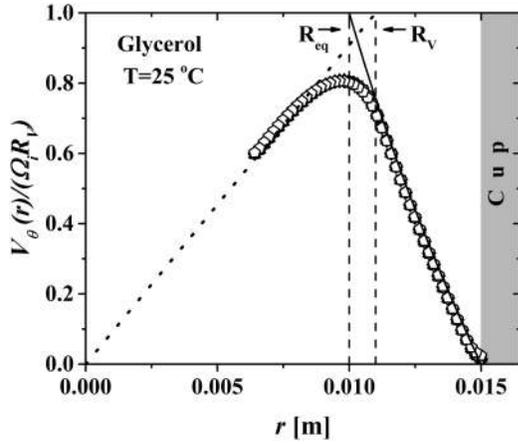


FIG. 3. Normalized tangential velocity as a function of the radial position for the six different rotational speeds of the Newtonian fluid. The vertical dashed lines indicate the R_{eq} and R_V radial positions, respectively. The continuous line indicates the dimensionless theoretical velocity profile, from Eq. (5), for $R_{eq} = 10$ mm.

were to be used, the tangential velocity at its surface, i.e., at $r = \kappa R$, would have been a maximum and then diminished monotonically up to the wall, with the velocity distribution following Eq. (5).

It is interesting to note that R_{eq} , irrespective of how it is defined, would have remained constant for all six rotational speeds of the vane [Figs. 2(a) and 2(b)]. This observation would establish the basis of the use of the vane in cup geometry for measuring the viscosity of Newtonian fluids. For a given vane in cup geometry, R_{eq} in relation to R_V would remain constant for any Newtonian fluid and rotational speed of the vane. Thus, a single calibration run using a Newtonian fluid with known viscosity would suffice to provide the characteristic R_{eq} value for a given vane in cup geometry (see Fig. 3). In addition, such a R_{eq} value would allow the characterization of the shear viscosity of other Newtonian fluids in the same geometry. However, there are far easier methods to characterize the shear viscosity of Newtonian fluids, in fact, the tangential annular (Couette) flow using two solid concentric cylinders would readily provide the shear viscosity of a Newtonian fluid without the ambiguities associated with the determination of an equivalent radius.

Finally, it is clear that $R_{eq} < R_V$ because the motion of the Newtonian fluid held between the arms of the vane is not just rigid bodylike in the whole region up to R_V . Also, there may be transfer of fluid between the inside of the circle swept by the tips of the arms and the fluid found in the gap, i.e., $R_V \leq r \leq R$, at high rotational speeds, with the mass fluxes dependent on the azimuthal location. If $V_r(r, \theta)$ would exist, then the conservation of mass would indicate $\partial(rV_r)/\partial r + \partial(V_\theta)/\partial \theta = 0$, suggesting that the vane in cup flow is not a simple shear flow (a requirement of viscometric flows in shear) but would also involve extensional flows even for Newtonian fluids. In their MRI based characterization of the velocity distributions of Newtonian fluids in the vane in cup flow, Ovarlez *et al.* [16] have indeed pointed to the existence of extensional flows that significantly complicate the velocity, and hence, shear stress and shear rate distributions.

B. Rheo-PIV of the vane in cup flow of the viscoplastic microgel

The torque versus rotational speed data of the microgel under steady flow conditions in the vane in cup geometry are shown in Fig. 4. A transition in behavior appears to be occurring between the third and fourth smallest torques, which signals the yielding of the microgel. Thereafter, the rotational speeds of the vane increase significantly with the imposed torques, indicating the onset of flow and shear thinning of the microgel.

The distributions of the magnitude of the velocity vector for the microgel at the highest vane rotational speeds, $\Omega_i = 15.6$ and 25 rad/s are shown in Figs. 5(a) and 5(b), respectively. Similar to the behavior of the Newtonian fluid, the location of maximum velocity is not at R_V . Consistent with the vane in cup flow behavior of the Newtonian fluid, the equivalent radius R_{eq} is not known *a priori* and needs to be assumed. The maximum velocity values are observed for $r < R_V$. There also appears to be a dependence of the tangential velocity on the θ direction for some radial positions at these rotational speeds, further complicating the analysis of the flow field. At the wall of the cup, the velocity is not zero but there is a wall slip velocity, $U_S(R)$. On the other hand, there is no discontinuity or any region of constant shear rate within the volume held between the arms of the vane to suggest that there is an internal slip plane or any shear band developing within the bulk of the microgel, i.e., the velocity distribution, $V_\theta(r)$, is continuous.

The velocity profiles $V_\theta(r)$ of the microgel in the vane in cup flow determined using PIV at $\theta = 0^\circ$ (with the arms of the vane at -30° and 30°) are shown in Figs. 6–8 for a total of nine different runs. At the smallest three torques (Fig. 6), the velocity increases linearly with radial distance, suggesting that the shear stresses at all radial locations are smaller than the yield stress of the fluid so that the entire microgel sample undergoes rigid body motion, i.e., $V_\theta(r) = r\Omega_i$. The rotational speeds of the vane, Ω_i , determined from the velocity distributions reported in Fig. 6 are close to the rotational speeds of the vane that are determined during the Rheo-PIV experiments. The maximum differences between the measured Ω_i

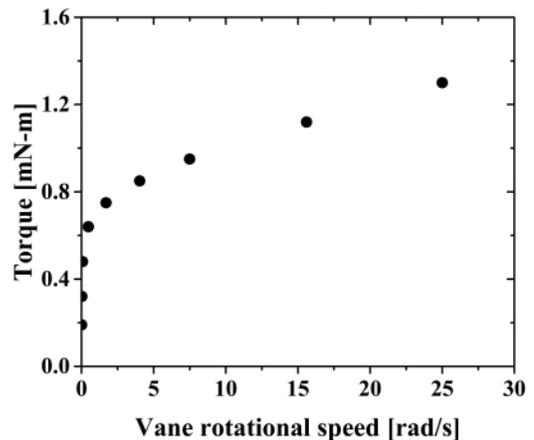


FIG. 4. Torque on the vane versus rotational speed of the vane for the microgel under steady flow conditions in the vane in cup geometry.

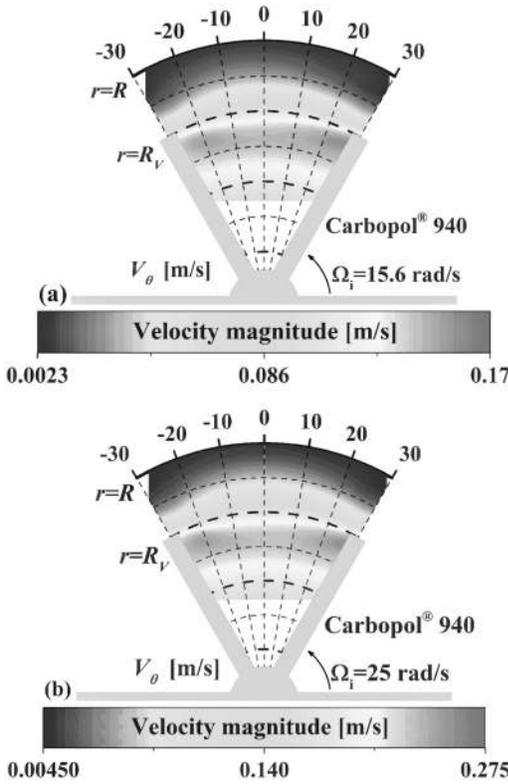


FIG. 5. Magnitude of velocity distributions under steady state for the microgel. (a) $\Omega_i = 15.6$ rad/s and (b) $\Omega_i = 25$ rad/s. Two blades are located at $\theta = -30^\circ$ and 30° .

of 0.014, 0.032, and 0.076 rad/s and the experimentally obtained Ω_i are 0.5%, 4%, and 4%, respectively.

As shown in Figs. 7 and 8, with increasing $\mathfrak{S}(\Omega_i)$, the microgel exhibits up to three flow zones between the shaft of the vane and the cup. There is the rigid body motion within a portion of the vane (the radius of the boundary of the rigid body motion is smaller than R_v , zone I), followed by the deformation of the microgel (zone II), and, in some cases, the plug flow adjacent to the wall (zone III).

The availability of two or three flow zones at different \mathfrak{S} values is shown also in Figs. 9 and 10, i.e., in plots of $V_\theta(r)/r$ versus r . In Fig. 9, for $\mathfrak{S} \leq 0.48$ mN m, there is only rigid

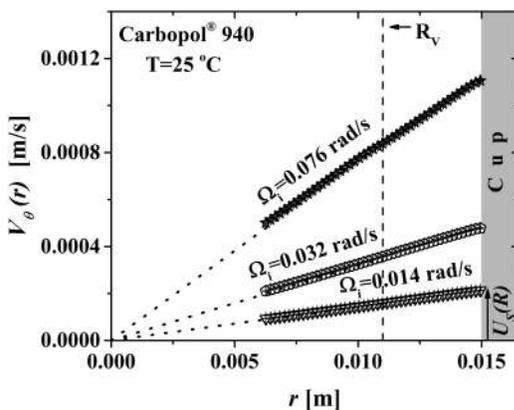


FIG. 6. Velocity profiles, $V_\theta(r)$, in the vane in cup geometry for the microgel at various vane rotational speeds between 0.014 and 0.076 rad/s at $\theta = 0^\circ$. Dotted lines indicate the different vane rotational speeds.

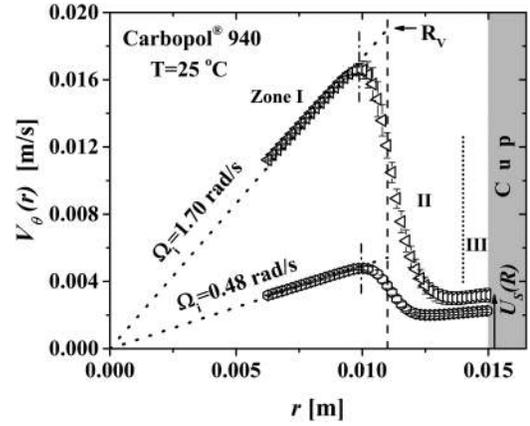


FIG. 7. Velocity profiles, $V_\theta(r)$, in the vane in cup geometry for the microgel at vane rotational speeds of 0.48 and 1.7 rad/s at $\theta = 0^\circ$. Dotted lines indicate the different vane rotational speeds. Vertical dashed-dotted lines indicate the locations of maximum tangential velocity and the short-dotted line indicates the limits of zones II and III for $\Omega_i = 1.7$ rad/s.

body motion with the vane dragging all of the microgel in the vane and cup geometry at constant rotational speed, i.e., the shear rate in the microgel is zero, indicating that $\tau_{r\theta}(r) < \tau_0$ for $r \leq R$ (only zone I exists). On the other hand, for \mathfrak{S} values of 0.64 and 0.75 mN m, there are three velocity zones, i.e., rigid body motion within part of the volume held in between the vane (zone I), deformation of the microgel (zone II), and the plug flow of the microgel adjacent to the cup surface (zone III). For these two torque values, the transition between zones II and III occurs at the radial locations r_{01} and r_{02} , respectively, i.e., the shear stress at the radial locations, r_{0s} , would be equal to the yield stress of the microgel, i.e., $\tau_{r\theta}(r_{0s}) = \tau_0$ and $\tau_{r\theta}(r) < \tau_0$ for $r > r_{0s}$. The plug flow of the microgel adjacent to the wall requires a slip condition, with velocity $U_S(R)$ at the wall. $U_S(R)$ was determined by extrapolation of the velocity distributions at the wall. The values of $U_S(R) = 2.26$ and 3.20 mm/s were obtained for torques, $\mathfrak{S} = 0.64$ and 0.75 mN m, respectively. For $\mathfrak{S} \geq 0.85$ mN m, the microgel adjacent to the rigid body

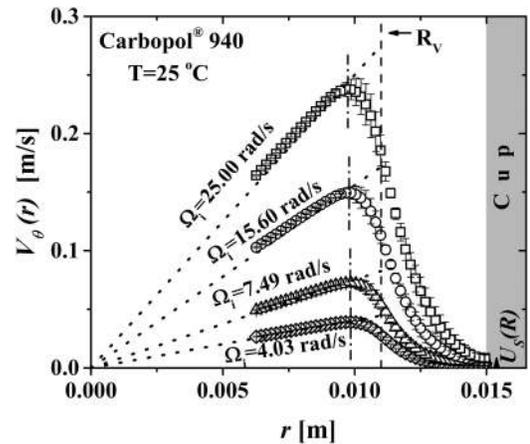


FIG. 8. Velocity profiles, $V_\theta(r)$, in the vane in cup geometry for the microgel at various vane rotational speeds between 4.03 and 25 rad/s at $\theta = 0^\circ$. Dotted lines indicate the different vane rotational speeds. Vertical dashed-dotted lines indicate the locations of maximum tangential velocity.

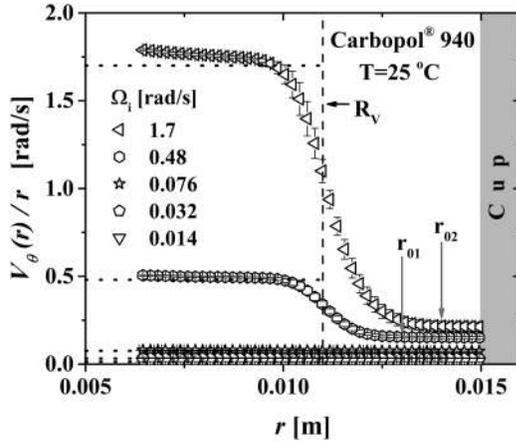


FIG. 9. $V_\theta(r)/r$ versus r for the viscoplastic microgel at vane rotational speeds between 0.014 and 1.7 rad/s at $\theta = 0^\circ$. Horizontal dotted lines indicate the different vane rotational speeds.

motion but still within the confines of the arms of the vane, as well as the rest of the microgel located up to the wall cup are subjected to shear flow (zone II). There is thus no plug flow adjacent to the cup surface, indicating that for $\mathfrak{S} \geq 0.85$ mN m, $\tau_{r\theta}(r) \geq \tau_0$ at the wall cup.

Figures 9 and 10 indicate that the radial location at which rigid body motion ceases within the confines of the vane changes with increasing rotational speed. In fact, if this radial location is considered to coincide with the equivalent radius of the Couette analogy, R_{eq} , then Figs. 9 and 10 indicate that R_{eq} decreases with increasing rotational speed. A similar conclusion can be drawn if it is assumed that R_{eq} coincides with the maximum of the tangential velocity distribution. Figure 11 shows the location of the maxima in tangential velocity (R_{Vmax}) in Figs. 7 and 8 as a function of the torque applied on the vane. In contrast to the constant value observed in the Newtonian fluid, R_{Vmax} decreases with increasing the torque in this case. Note that, once again, regardless the way it is determined, R_{eq} is expected to change with the flow conditions for other non-Newtonian fluids. This result, which is reported here for the first time,

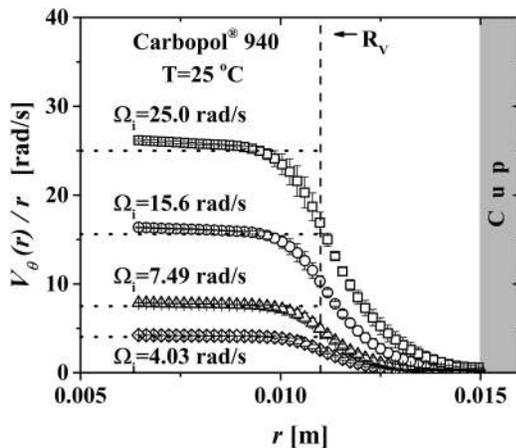


FIG. 10. $V_\theta(r)/r$ versus r for the viscoplastic microgel at vane rotational speeds between 4.03 and 25 rad/s at $\theta = 0^\circ$. Horizontal dotted lines indicate the different vane rotational speeds.

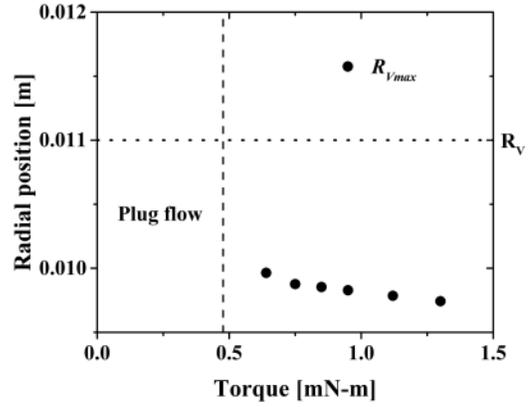


FIG. 11. Location of the maximum tangential velocity (R_{Vmax}) for the microgel in Figs. 6 and 7 as a function of the torque applied on the vane.

creates a significant problem for the use of the vane in cup flow to carry out rheological measurements of non-Newtonian fluids in conjunction with the assumption of the Couette analogy. Apart from being an *a priori* unknown parameter and different from that determined by calibration with a Newtonian fluid, R_{eq} is expected to be different for different non-Newtonian fluids, and for a given non-Newtonian fluid, it would depend on the rotational speed of the vane (or the imposed torque for constant torque application conditions) because it is shear rate sensitive. Ovarlez *et al.* [16] have also suggested a probable dependence of R_{eq} on the rotational speed, which, in agreement with the results in this work, makes the Couette analogy hard to be defined.

C. Shear stress distributions for the vane in cup flow of the viscoplastic microgel

The shear stress distributions calculated assuming a unidirectional flow, i.e., $\tau_{r\theta}(r) = \mathfrak{S}/2\pi r^2 LC_L$ are shown in Fig. 11 (for $C_L = 1.4$). The microgel of this study was characterized earlier using various viscometric flows and its yield stress, τ_0 , was determined as 27 Pa [4]. The shear stress experienced by the microgel at $r = R_V$ is smaller than the yield stress of the fluid, i.e., $\tau_{r\theta}(R_V) < \tau_0$ for $\mathfrak{S} \leq 0.48$ mN m, agreeing with the observed plug flow in Fig. 6.

For torques, $\mathfrak{S} = 0.64$ and 0.75 mN m transitions from zone II to zone III, i.e., deformation to plug flow of the microgel, occur at the radial locations, r_{0s} , of 13 and 14 mm, respectively (Fig. 9). At these locations, $\tau_{r\theta}(r_0) = \tau_0$. Figure 12 indicates that the shear stress at these r_{0s} values is around 27 Pa. The yield-stress values determined via imaging of the velocity distributions in the vane and cup flow for the two torques agree with the yield stress determined using the Couette flow [4].

For $\mathfrak{S} \geq 0.85$ mN m, Fig. 12 shows that all shear stresses are greater than the yield stress, i.e., $\tau_{r\theta}(r) > \tau_0$ ($r > r_{0s}$) and the plug flow is not expected to occur at any location, $r > R_V$. There is indeed only shear flow for $r > R_V$ for $\mathfrak{S} \geq 0.85$ mN m as shown in Fig. 10. For all torques, the boundary condition at the wall cup is the slip one as discussed next.

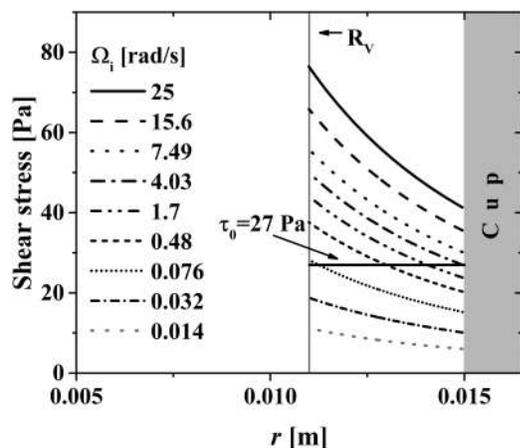


FIG. 12. Shear stress, $\tau_{r\theta}(r)$, versus radial position, r , for the viscoplastic microgel for different vane rotational speeds. The horizontal continuous line indicates the yield-stress value.

D. Slip flow of the microgel at the wall cup

The $U_S(R)$ values for the microgel were obtained from extrapolation of the velocity profiles at the cup and are plotted versus the shear stress at the surface of the cup in Fig. 13. The basic mechanism for wall slip of microgels has been recognized as apparent slip [30–36] and accordingly, the slip velocity is an increasing function of the shear stress, i.e., $U_S(R) = \beta[\tau_{r\theta}(R)]^{s_b}$. The two wall slip parameters of the microgel were determined as $\beta = 1.04 \times 10^{-5} \text{ m}/(\text{s Pa}^{1.8})$ and $s_b = 1.8$. The mechanisms for the formation of apparent slip of microgels were elucidated earlier [4]. These parameters, which describe the relationship between the slip velocity and wall shear stress determined here for a vane in cup geometry with $R_V/R = 0.73$, agree with those determined earlier using the Couette flow with $R_2/R = 0.75$ [4].

The effect of the wall slip at the surface of the cup is especially important for relatively low shear stresses at the surface of the cup for which $\tau_{r\theta}(r) \leq \tau_0$ for $R_{eq} \leq r \leq R$ (see Fig. 14 below). The pure plug flow that is observed in such cases (Fig. 6) would have not been possible without slip at the surface of the cup. Wall slip has also been reported to occur at the tips of the arms of the vane [16,19]. Overall, a change of the wall slip condition as a function of the θ

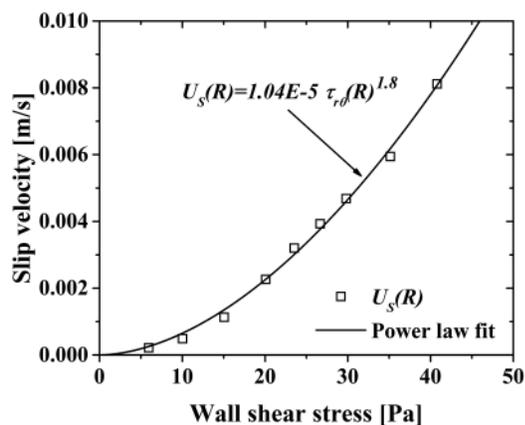


FIG. 13. Wall slip velocity at the cup surface as a function of shear stress at the wall of the cup.

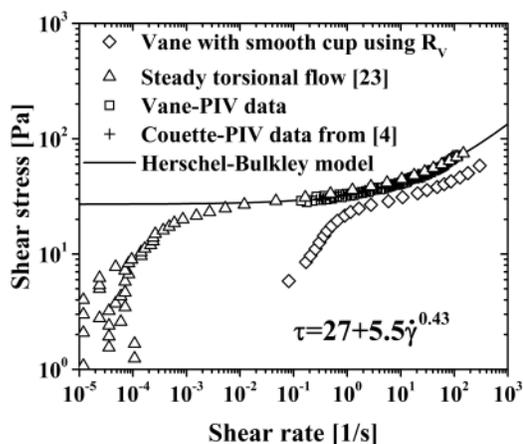


FIG. 14. Flow curves of the microgel obtained by vane-PIV, Couette-PIV from [4], steady torsional flow from [23], and vane in cup flow curve calculated by using R_V . Surfaces of the parallel disks used in steady torsional flow were roughened by covering them with #150 sandpaper. Continuous line represents the fitting to H-B model.

direction emphasizes the difficulties in the analysis of the flow kinematics in the vane in cup geometry.

E. Flow curve of the microgel

A significant benefit of using velocimetry techniques is the fact that the flow kinematics in a rheometer may be obtained without previous knowledge of the constitutive behavior of the fluid. Thus, having the velocity distribution in the gap the true shear rate is simply calculated from its derivative with respect to the radial position. In addition, assuming the Couette analogy, the corresponding shear stress can be calculated from Eq. (2) and then the flow curve for the microgel, which is shown in Fig. 14. Clearly, the flow curve describes the behavior of a yield-stress fluid that can be fitted by a Herschel–Bulkley model (H-B). For the purpose of comparison, the flow curves of the same microgel obtained by Medina-Bañuelos *et al.* [4] using Rheo-PIV in the Couette flow, as well as with the steady torsional flow [23] are included in Fig. 14. The agreement between the three flow curves is outstanding, which validates our Rheo-PIV approach to analyze the vane in cup flow of this microgel. On the other hand, the flow curve constructed using the vane in cup data provided by the rheometer and the R_V value is also shown in Fig. 14. This flow curve clearly displays higher shear rates or lower shear stresses than the true one given by the H-B model, i.e., shows a flow enhancement according with the existence of slip at the cup, which is not accounted for if one uses such a flow curve. Using this last flow curve to calculate the rheological parameters of the fluid (which is often made in practice), as yield stress and viscosity, will obviously lead to errors. Thus, what would be the effect of roughening the wall cup? Roughening of walls does not necessarily results in generation of a no-slip condition and may lead to fracturing of viscoplastic fluids under shear [24,37]. Different types of roughness need to be tested to find the appropriate wall roughness. We have determined that the use of sandpaper coating #150 is appropriate for this microgel. The results obtained with this type of surface modification are discussed below.

It is noteworthy up to this point that the construction of an accurate flow curve for this microgel using the vane in cup was possible because local velocimetry data were available from PIV. In most situations, however, such data are not available, which may result in significant errors when using the vane in cup geometry to characterize non-Newtonian fluids. An analysis of such possible errors is given next.

Figure 15 exhibits flow curves for the microgel obtained with the vane in a cup covered with sandpaper #150 to get rid of slip and using the Couette analogy. This resulted in a cup with a radius of 12.1 mm and a gap of 1.1 mm. First, two flow curves are displayed in the plot, one obtained by using the equivalent radius calculated by calibration with the Newtonian fluid, $R_{eqN} = 10$ mm, and the other by using the R_V value. Also, for the purpose of comparison, the fitting to H-B model from Fig. 14 (true flow curve) and the flow curve obtained using an average radius, R_{avg} , given by $R_{avg} = (R_{eqN} + R_V)/2$, are included in the plot. It can be seen that the flow curves constructed by using R_{eqN} and R_V , respectively, deviate from the true local data represented by the H-B model and provide boundaries for calculated flow curves; the former overestimate and the latter underestimate the true flow curve significantly. The absolute percentage error in the expected shear rate, $\% \delta \dot{\gamma}$, for given stress values higher than the yield stress is plotted in Fig. 16. $\% \delta \dot{\gamma}$ first increases with increasing shear stress to reach values as high as 100% when using R_V , and then decrease with increasing the shear stress to reach apparently constant values of the order of 75% and 30%, when using R_V and R_{eqN} , respectively. Surprisingly, the flow curve constructed using R_{avg} results in errors of the order of only about 7% for high shear stress values. One might be tempted to use this R_{avg} value to construct the flow curve, but this is an arbitrary value whose wellness is not guaranteed, it will most likely depend on the rheological behavior of the fluid.

From the results discussed above, there are several points to emphasize regarding the calculation of the yield stress and the construction of a flow curve for a viscoplastic fluid using a vane in cup geometry. First, note that the R_{eq} value was unnecessary to obtain the true flow curve in this work since the flow kinematics was available. This is, in general, not the

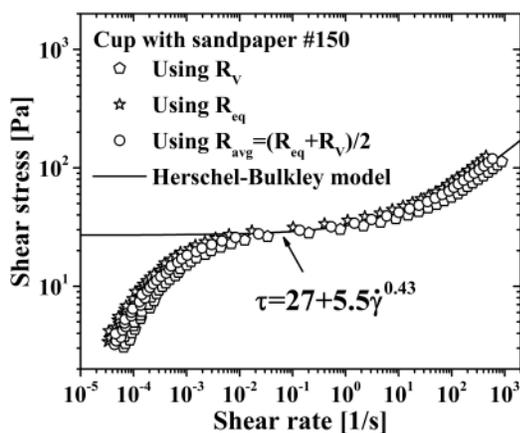


FIG. 15. Flow curves of the microgel obtained by using the vane in a cup with sandpaper #150 and R_V , $R_{eqN} = 10$ mm and $R_{avg} = (R_{eqN} + R_V)/2$, respectively. Continuous line represents the fitting to H-B model of the true flow curve in Fig. 14.

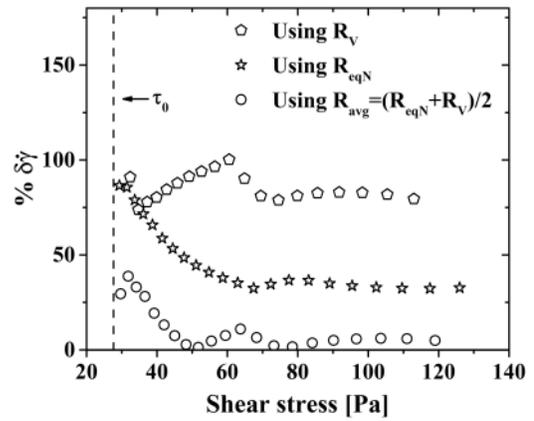


FIG. 16. Absolute percentage error in shear rate, $\% \delta \dot{\gamma}$, when comparing with the H-B model (true flow curve) for shear stress values higher than the yield stress; using R_V , $R_{eqN} = 10$ mm and $R_{avg} = (R_{eqN} + R_V)/2$, respectively. Continuous line represents the fitting to H-B model of the true flow curve in Fig. 14.

case and one is forced to use a R_{eq} value to calculate the flow curve. Nevertheless, as shown above, R_{eq} changes along with the flow conditions. Although demonstrated here for only one viscoplastic microgel, it is likely that R_{eq} would depend on the fluid, which further complicates the analysis.

Another natural approach to construct the flow curve is to use R_V or R_{eqN} . Both values, however, result in significant errors in calculating the yield stress and the flow curve of the microgel. Lastly, flow data must be free of slip before doing any analysis, but elucidating slip from a single flow curve (see flow curve with slip in Fig. 14) is not straightforward. Also, as we have shown in previous analyses of the Couette flow [4,23], using a wide gap does not preclude slip. In order to further substantiate this statement, we have run an experiment with the vane in a clean larger cup (42.5 mm in radius) constructed of borosilicate glass, which resulted in $\kappa = 0.26$, in other words, with the vane practically immersed in a sea of fluid. A line was marked in the microgel at the middle height of the vane, for the purpose of visualization [see Fig. 17 (Multimedia view)], and a

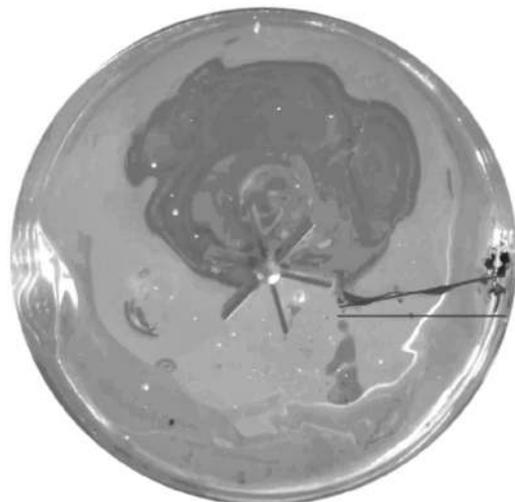


FIG. 17. Flow of the microgel produced by the vane in a sea of fluid with imposed $\Omega_2 = 0.5$ rad/s. Multimedia view: <https://doi.org/10.1122/1.5118900.1>

$\Omega_i = 0.5$ rad/s was imposed on the vane. The video clearly shows a small portion of microgel subjected to shear deformation in the neighborhood of the vane tips, as well as most of the microgel undergoing the rigid body motion or slip at the wall cup, which is evidenced by the lack of deformation of the line. The characteristic velocity profile under such a flow condition would be akin to that shown in Figs. 3 and 4 in [4].

Thus, the Couette analogy does not make sense since R_{eq} is not known *a priori*, and the shear rate cannot be calculated in the absence of local flow data (velocity distributions). Therefore, the preceding discussion indicates that the vane in cup flow is essentially an empirical method to characterize fluids and may generate different and significant error sources depending on the material tested.

V. CONCLUSIONS

The vane in cup flow of a Newtonian fluid, glycerol, and a viscoplastic Carbopol[®] microgel was investigated using Rheo-PIV. The Rheo-PIV method provided the velocity and the shear stress distributions for each torque. The velocity distributions were complex for both fluids showing that, once in flow, the vane only drags part of the specimen as a rigid body, with the boundary of the rigid body motion smaller than the radius of the vane at its tips, R_V . The tangential velocity increases monotonically up to a maximum for both fluids, thereafter decreases monotonically to zero at the wall cup for the Newtonian fluid, and decreases to a minimum at r_{0s} , followed by an increase up to $U_S(R)$ for the microgel. Furthermore, the radial locations which constitute the boundary of the rigid body motion or at which the maximum tangential velocity is observed in the microgel change with the imposed torque. Thus, there is no *a priori* known method for the determination of the equivalent radius, R_{eq} , for a given vane in cup geometry to allow the application of the “Couette analogy” that is the basis for the use of the vane in cup flow for rheological measurements. Also, slip at the wall of the cup is ubiquitous of viscoplastic microgels and further complicates the analysis of the vane in cup flow. Overall, consistent with the earlier magnetic resonance imaging-based analysis by Ovarlez *et al.* [16], the observed velocity distributions are too complex to establish a well-defined Couette analogy for the vane in cup flow, which may preclude its use as a reliable tool for the characterization of the shear viscosity material function, as demonstrated here for a viscoplastic microgel.

Finally, there may be situations in field in which a vane in cup geometry is the only available tool for rheological measurements. In such cases, the users should be warned in the light of the present results. Using R_V or a Newtonian based R_{eq} to calculate the flow curve may lead to significant errors.

ACKNOWLEDGMENTS

This research was supported by the SIP-IPN (Nos. 20195087 and 20195385) project. E.F.M.-B. is a recipient of CONACYT and BEIFI-IPN scholarships.

REFERENCES

- [1] Couette, M., “Etudes sur le frottement des liquids,” *Ann. Chim. Phys.* **21**, 433–510 (1890).
- [2] Jana, S. C., B. Kapoor, and A. Acrivos, “Apparent wall slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles,” *J. Rheol.* **39**, 1123–1132 (1995).
- [3] Coussot, P., L. Tocquer, C. Lanos, and G. Ovarlez, “Macroscopic vs. local rheology of yield stress fluids,” *J. Nonnewton. Fluid Mech.* **158**, 85–90 (2009).
- [4] Medina-Bañuelos, E. F., B. M. Marín-Santibáñez, J. Pérez-González, M. Malik, and D. M. Kalyon, “Couette flow of a viscoplastic microgel with wall slip,” *J. Rheol.* **61**, 1007–1022 (2017).
- [5] Dzuy, N. Q., and D. V. Boger, “Yield stress measurement for concentrated suspensions,” *J. Rheol.* **27**, 321–349 (1983).
- [6] Barnes, H. A., and J. O. Carnali, “The vane-in-cup as a novel rheometer geometry for shear thinning and thixotropic materials,” *J. Rheol.* **36**, 841–866 (1990).
- [7] Flodin, N., and B. Broms, Historical development of civil engineering in soft clay, in *Soft Clay Engineering (Development in Geotechnical Engineering)*, edited by E. W. Brand and R. P. Brenner (Elsevier, Amsterdam, 1981).
- [8] Bousmina, M., A. Ait-Kadi, and J. B. Faisant, “Determination of shear rate and viscosity from batch mixer data,” *J. Rheol.* **43**, 415–433 (1999).
- [9] Ait-Kadi, A., P. Marchal, L. Choplin, A.-S. Chrissemant, and M. Bousmina, “Quantitative analysis of mixer-type rheometers using the Couette analogy,” *Can. J. Chem. Eng.* **80**, 1166–1174 (2002).
- [10] Estellé, P., C. Lanos, A. Perrot, and S. Amziane, “Processing the vane shear flow data from Couette analogy,” *Appl. Rheol.* **18**, 34037–34481 (2008).
- [11] Keentok, M., J. F. Milthorpe, and E. O’Donovan, “On the shearing zone around rotating vanes in plastic liquids: Theory and experiment,” *J. Nonnewton. Fluid Mech.* **17**, 23–35 (1985).
- [12] Baravian, C., A. Lalante, and A. Parker, “Vane rheometry with a large, finite gap,” *Appl. Rheol.* **12**, 81–87 (2002).
- [13] Savarmand, S., M. Heniche, V. Bécharde, F. Bertrand, and P. J. Carreau, “Analysis of the vane rheometer using 3D finite element simulation,” *J. Rheol.* **51**, 161–177 (2007).
- [14] Zhu, H., N. S. Martys, C. Ferraris, and D. De Kee, “A numerical study of the flow of Bingham-like fluids in two-dimensional vane and cylinder rheometers using a smoothed particle hydrodynamics (SPH) based method,” *J. Nonnewton. Fluid Mech.* **165**, 362–375 (2010).
- [15] Potanin, A., “3D simulations of the flow of thixotropic fluids, in large-gap Couette and vane-cup geometries,” *J. Nonnewton. Fluid Mech.* **165**, 299–312 (2010).
- [16] Ovarlez, G., F. Mahaut, F. Bertrand, and X. Chateau, “Flows and heterogeneities with a vane tool: MRI measurements,” *J. Rheol.* **55**, 197–223 (2011).
- [17] Nazari, B., R. H. Moghaddam, and D. Bousfield, “A three dimensional model of a vane rheometer,” *Int. J. Heat Fluid Flow* **42**, 289–295 (2013).
- [18] Marchesini, F. H., M. F. Naccache, A. Abdu, A. A. Aliche, and P. R. de Souza Mendes, “Rheological characterization of yield-stress materials: Flow pattern and apparent wall slip,” *Appl. Rheol.* **25**, 53883 (2015).
- [19] Derakhshandeh, B., S. G. Hatzikiriakos, and C. P. J. Bennington, “Rheology of pulp suspensions using ultrasonic Doppler velocimetry,” *Rheol. Acta* **49**, 1127–1140 (2010).
- [20] Baudonnet, L., J. L. Grossiord, and F. Rodriguez, “Effect of dispersion stirring speed on the particle size distribution and rheological properties of three carbomers,” *J. Disper. Sci. Technol.* **25**, 183–192 (2004).

- [21] Aktas, S., D. M. Kalyon, B. M. Marín-Santibáñez, and J. Pérez-González, "Shear viscosity and wall slip behavior of a viscoplastic hydrogel," *J. Rheol.* **58** (2), 513–535 (2014).
- [22] Ortega-Avila, J. F., J. Pérez-González, B. M. Marín-Santibáñez, F. Rodríguez-González, S. Aktas, S. M. Malik, and D. M. Kalyon, "Axial annular flow of a viscoplastic microgel with wall slip," *J. Rheol.* **60**, 503–515 (2016).
- [23] Medina-Bañuelos, E. F., B. M. Marín-Santibáñez, J. Pérez-González, and F. Rodríguez-González, "Couette Flow as a yield-stress fluid with slip as studied by Rheo-PIV," *Appl. Rheol.* **27**, 53893 (2017).
- [24] Aral, B. K., and D. M. Kalyon, "Effects of temperature and surface roughness on time-dependent development of wall slip in steady torsional flow of concentrated suspensions," *J. Rheol.* **38**, 957–972 (1994).
- [25] Sherwood, J. D., and G. H. Meeten, "The use of the vane to measure the shear modulus of linear elastic solids," *J. Nonnewton. Fluid Mech.* **41**, 101–118 (1991).
- [26] Atkinson, C., and J. D. Sherwood, "The torque on a rotating n-bladed vane in a Newtonian fluid or linear elastic medium," *Proc. R. Soc. Lond. A* **438**, 183–196 (1992).
- [27] Zhang, X. D., D. W. Giles, V. H. Barocas, K. Yasunaga, and C. W. Macosko, "Measurement of foam modulus via a vane rheometer," *J. Rheol.* **42**, 871–888 (1998).
- [28] Macosko, C. W., *Rheology: Principles, Measurements, and Applications* (Wiley-VCH, New York, 1994).
- [29] Kalyon, D. M., "Apparent slip and viscoplasticity of concentrated suspensions," *J. Rheol.* **49**, 621–640 (2005).
- [30] Kalyon, D. M., and S. Aktas, "Factors affecting the rheology and processability of highly filled suspensions," *Annu. Rev. Chem. Biomol. Eng.* **5**, 229–254 (2014).
- [31] Meeker, S. P., R. T. Bonnecaze, and M. Cloitre, "Slip and flow in pastes of soft particles: Direct observation and rheology," *J. Rheol.* **48**, 1295–1320 (2004).
- [32] Meeker, S. P., R. T. Bonnecaze, and M. Cloitre, "Slip and flow in soft particle pastes," *Phys. Rev. Lett.* **92**, 198302 (2004).
- [33] Jiang, T. Q., A. C. Young, and A. B. Metzner, "The rheological characterization of HPG gels: Measurement of slip velocities in capillary tubes," *Rheol. Acta* **25**, 397–404 (1986).
- [34] Budtova, T. V., V. P. Budtov, P. Navard, and S. Y. Frenkel, "Rheological properties of highly swollen hydrogel suspensions," *J. Appl. Polym. Sci.* **52**, 721–726 (1994).
- [35] Bonn, D., and M. M. Denn, "Yield stress fluids slowly yield to analysis," *Science* **324**, 1401–1402 (2009).
- [36] Bonnecaze, R. T., and M. Cloitre, *Micromechanics of soft particle glasses*, in *High Solid Dispersions*, edited by M. Cloitre (Springer, Berlin, 2010).
- [37] Kalyon, D. M., "Letter to the editor: Comments on the use of rheometers with rough surfaces or surfaces with protrusions," *J. Rheol.* **49**, 1153–1155 (2005).

Tangential annular (Couette) flow of a viscoplastic microgel with wall slip

Esteban F. Medina-Bañuelos and Benjamín M. Marín-Santibáñez

*Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional,
U. P. Adolfo López Mateos, C. P. 07738 Ciudad de México, Mexico*

José Pérez-González^{a)}

*Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda, Escuela Superior de Física y Matemáticas,
Instituto Politécnico Nacional, U. P. Adolfo López Mateos, C. P. 07738 Ciudad de México, Mexico*

Moinuddin Malik

Highly Filled Materials Institute, Stevens Institute of Technology, Castle Point St., Hoboken, New Jersey 07030

Dilhan M. Kalyon^{b)}

*Highly Filled Materials Institute, Stevens Institute of Technology, Castle Point St., Hoboken, New Jersey 07030;
Chemical Engineering and Material Science, Stevens Institute of Technology, Castle Point St., Hoboken,
New Jersey 07030; and Biomedical Engineering, Chemistry, Biological Sciences, Stevens Institute of Technology,
Castle Point St., Hoboken, New Jersey 07030*

(Received 23 March 2017; final revision received 25 July 2017; published 16 August 2017)

Abstract

The tangential annular or Couette flow of a viscoplastic microgel, i.e., 0.12 wt. % aqueous solution of poly(acrylic acid), Carbopol[®] 940, under isothermal and creeping flow conditions was investigated by simultaneous particle image velocimetry and rheometrical measurements (Rheo-PIV). A wide range of ratios of the inner over the outer radii of the annuli, i.e., $\kappa = 0.329, 0.749$, and 0.933 , were used. The PIV measurements revealed the viscoplasticity of the microgel in Couette flow via the formation of plug flow (rigid body motion) and slip at the two walls. A procedure that relied on the characterization of the wall slip behavior was developed for the determination of the yield stress of the microgel, in turn leading to other parameters of the shear viscosity of the viscoplastic fluid. The wall slip velocity versus wall shear stress behavior of the microgel was overall consistent with the mechanism of apparent slip for all three gaps. However, the apparent slip layer thicknesses were dependent on the wall shear stress and were generally greater under deformation conditions, in comparison to those under which plug flow occurred. For all three Couette gaps, the experimental velocity distributions compared favorably with the predictions of the analytical solutions of the equation of motion for the tangential annular flow of the Herschel–Bulkley fluid subject to apparent wall slip. © 2017 The Society of Rheology. [<http://dx.doi.org/10.1122/1.4998177>]

I. INTRODUCTION

The flow and deformation behavior of viscoplastic fluids are described using various generalized Newtonian constitutive equations including Bingham, Casson, Herschel–Bulkley, and Robertson–Stiff equations in conjunction with the no-slip condition at the wall. However, like many other complex fluids, viscoplastic fluids exhibit wall slip [1–8]. A convenient extension of the viscoplastic models has been made to apply them also to viscometric and processing flows where there is slip at the wall [9–14]. In spite of the popularity of this *ad hoc* combination of viscoplastic constitutive equations with wall

slip, there are only a few experimental investigations which probe the validity of this approach [7,15,16].

The characterization of the rheological behavior of various microgels, including microgel pastes, presents special challenges due to solvent loss [7], possible changes in their structure [17], and wall slip [1,7,14,15]. Generally, capillary rheometry and steady torsional and axial annular or Couette flows have been used for the characterization of the steady flow and deformation and wall slip behavior of microgels. Jiang *et al.* [1], Pérez-González *et al.* [14], and Ortega-Avila *et al.* [16] have used pressure-driven capillary or axial annular flows, while other investigations have used drag-induced simple shear flows [18–21]. More recently, Aktas *et al.* [15] and Ortega-Avila *et al.* [16] have characterized the shear viscosity and wall slip behavior of viscoplastic microgels using Poiseuille and steady torsional and axial annular flows, respectively.

^{a)}Electronic mail: jpg@esfm.ipn.mx

^{b)}Author to whom correspondence should be addressed; electronic mail: dkalyon@stevens.edu

Among these methods, the steady, tangential, and laminar flow in the annular region between two coaxial cylinders, i.e., cylindrical Couette flow, offers significant advantages [22]. It is relatively easy to apply and accordingly has attracted significant interest for the rheological characterization of various complex fluids including microgels [18–21]. Coussot *et al.* [19] and Baudez *et al.* [23] have used magnetic resonance imaging for the characterization of the velocity distributions of a Carbopol gel in Couette flow at a ratio of the inner over the outer radii of the annuli at $\kappa = 0.69$ and of a commercial hair gel and two pasty suspensions at $\kappa = 0.51$. Jana *et al.* [4] have used a narrow-gapped Couette and laser Doppler anemometry for the characterization of the wall slip behavior of concentrated suspensions.

The analytical and numerical solutions of Couette flow of incompressible, generalized Newtonian fluids in the annular region between two coaxial cylinders under steady, laminar, and isothermal conditions have been presented for Newtonian, power-law, and viscoplastic fluids by using the no-slip boundary condition at the wall [24–27]. When Couette flow is used as a rheometer, one or both walls of the rheometer is/are generally roughened in an attempt to generate a no slip condition at the wall/s [28]. However, it is known that such methods involving roughened surfaces need to be very carefully applied since the sample can fracture or generate shear banding during simple shear flow [3].

Inverse problem solution methodologies can be implemented to obtain the flow curve of the viscoplastic fluid from tangential Couette flow without wall slip [29–33] and with wall slip [34]. Generally, narrow gaps are used so that the fluid can be completely deformed within the gap; otherwise, the unknown yield stress of the fluid, and thus not knowing where the transition from plug to deformation zones occurs, causes complications [34]. The mean values of the shear stress and shear rate can be determined across the Couette gap to represent the flow curve of the viscoplastic fluid [2,35]. However, the unambiguous determination of the parameters of shear viscosity of viscoplastic fluids in general and the yield stress in particular remains a challenge.

In this work, the tangential annular flow of a viscoplastic microgel (0.12 wt. % aqueous solution of poly(acrylic acid), Carbopol) under steady, isothermal, and creeping flow conditions is investigated by simultaneous particle image velocimetry and rheometrical measurements (Rheo-PIV). A new method is proposed for the characterization of the yield stress. An analytical model of the Couette flow of a Herschel–Bulkley fluid subject to apparent wall slip is also presented, and the predictions are compared with the experimental findings. The data and its analysis should provide additional insight into the flow behavior of viscoplastic fluids in general, as well as their Couette flow when wall slip plays a significant role. Specifically, the velocity distributions of the viscoplastic fluid were collected for a range of Couette gaps (three gaps with $\kappa = 0.329, 0.749, \text{ and } 0.933$). The wall slip velocity versus wall shear stress data were obtained over a broad range of shear stresses at the two cylinder walls and were elucidated using the apparent wall slip mechanism. The macroscopic data, i.e., the angular velocity versus the torque

on the cylinder, were analyzed under the light of the apparent wall slip behavior to first determine the yield stress and then the other two parameters of the Herschel–Bulkley fluid. The PIV-based experimental velocity distributions of the microgel for the three gaps (a total of 41 conditions with the angular velocity of the inner cylinder varying in the 0.009–24 rad/s range) were compared with the predictions of the analytical model, probing the appropriateness of the proposed methodologies that combine viscoplasticity with wall slip for both narrow and wide-gapped Couette geometries.

II. EXPERIMENT

Microgel samples were prepared by dissolving 0.12 wt. % of poly(acrylic acid), Carbopol[®] 940 (from Lubrizol Corporation), in distilled water under continuous stirring at 500 rpm for 3 h using a twisted-three blade turbine impeller. Carbopol gels at this concentration are known to be viscoplastic and do not exhibit thixotropic effects [15,16,19,36]. The structure and rheological behavior of such microgels are dependent on their preparation conditions including the type of mixing, mixing procedure, and pH [37]. The details of the preparation of the microgel samples and their incorporation with hollow glass spheres to act as velocity tracers are provided in Appendix A. The effects of sedimentation and the effects of the incorporation of the tracer particles on the rheological behavior of the microgel were determined to be negligible, as also discussed in Appendix A.

The Carbopol solutions incorporated with tracer particles were subjected to small-amplitude oscillatory and Couette flows using two stress-controlled rheometers, i.e., the AR G2 from TA Instruments and the UDS 200 from Paar Physica. The dynamic properties of the Carbopol solutions exhibited typical gel-like behavior (the storage, G' , and loss, G'' moduli, were independent of frequency and $G' \gg G''$) (Appendix A).

The Couette geometry [Fig. 1(a)] consisted of two concentric parts (one outer tube and one inner rod with a conical bottom shape). The cylinders were made up of borosilicate glass (DURAN[®] obtained from SCHOTT) to allow the imaging of the velocity distributions within the gap. The inner radii of the outer tubes, R , were 15, 18.7, and 42.5 mm, respectively, and the radius of the inner rod, κR , was maintained constant at 14 mm, thus generating κ values of 0.933, 0.749, and 0.329, respectively. This wide range of gaps should provide a good testing bed for methods that aim at the determination of the parameters of viscoplastic constitutive equations, for the assessment of the applicability of apparent slip mechanisms at the two walls, and for the validity of analytical models of Couette flow of viscoplastic fluids subject to wall slip.

The Couette geometry was attached to the UDS 200 rheometer, and the angular velocity of the inner cylinder was continuously monitored during flow. For each of the three gaps, the inner cylinder was rotated by applying various torque values, \mathfrak{T} (N m), and the corresponding steady state angular velocities, Ω_i (rad/s), were collected. The Couette

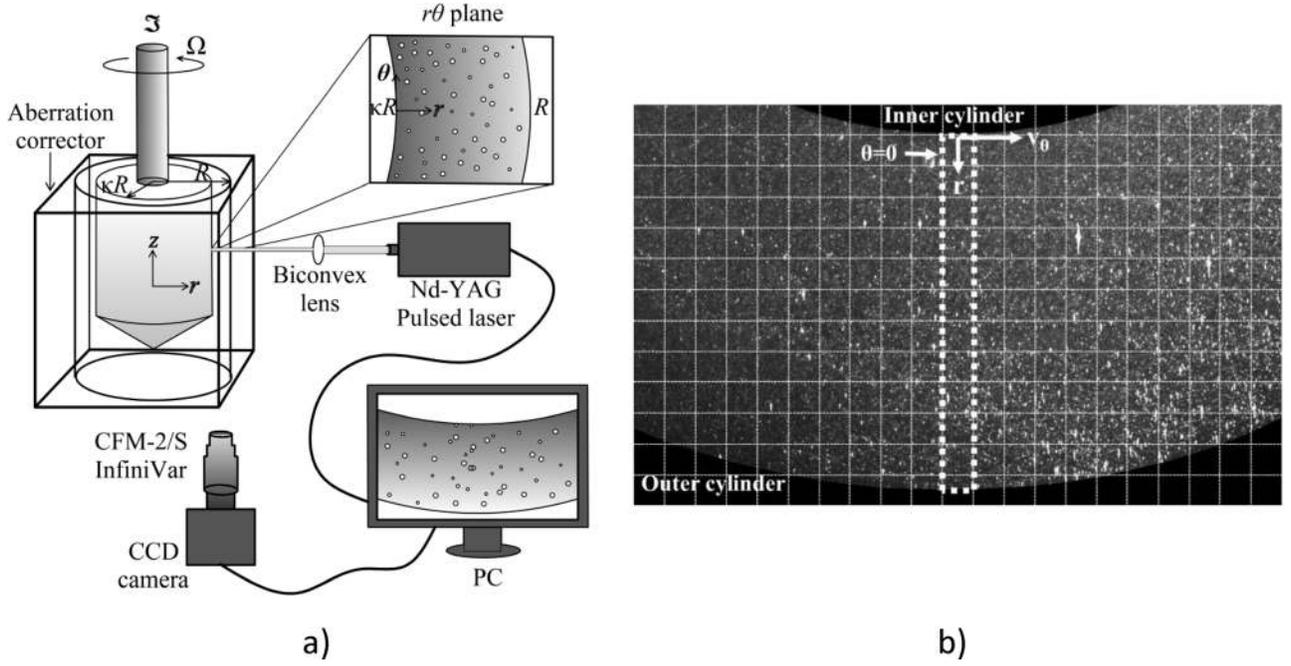


FIG. 1. (a) Couette flow and the implementation of the PIV method for the characterization of the tangential velocity distributions. (b) Region of interest for analysis of the Couette flow, showing the interrogation row at the selected $\theta = 0$ position.

experiments were run at a temperature of $T = 25.0 \pm 1.0^\circ\text{C}$. For each gap, 13–15 different torque values were applied.

The study of the flow kinematics in cylindrical Couette flow [Fig. 1(a)] was performed by using a two-dimensional PIV system from Dantec Dynamics as described by Pérez-González *et al.* [14] (also see [38] and [39] on the use of PIV to analyze the flow of yield-stress fluids). The PIV system consisted of a high-speed and high-sensitivity HiSense MKII CCD camera and a laser head comprised of two coupled Nd:YAG (neodymium-doped yttrium aluminium garnet) lasers (50 mJ and 532 nm), which operates alternately to produce the required pulse sequence, and Dantec Dynamic Studio 2015a software. A continuously focusable video microscope, InfiniVar CFM-2/S (Infinity), was attached to the CCD camera to increase the spatial resolution. The PIV data were collected in the $r\theta$ plane [see Fig. 1(b)] at an axial position that was sufficiently far away from both the free surface of the gel and the bottom of the rheometer, i.e., 5 mm away from the top of the conical section to ensure that end effects were negligible. The details of the PIV measurements are provided in Appendix A.

III. COUETTE FLOW OF VISCOPLASTIC FLUIDS SUBJECT TO APPARENT WALL SLIP

The flow regime under consideration (Fig. 2) is that occurring in a long annulus of inner and outer radii, κR and R , respectively, with the length of the Couette sufficiently long so that end effects can be neglected, i.e., length, $L \gg R(1 - \kappa)$. The flow conditions are considered to be those of steady, isothermal, and creeping (Reynolds, $Re \ll 1$) flow of an incompressible fluid. The angular velocities of the inner and outer cylinders are designated as Ω_i and Ω_o , respectively.

For one or both cylinders rotating in the same or opposite directions, viscoplasticity posits that the deformation rate is

zero when the absolute value of the shear stress, $|\tau_{r\theta}|$, is smaller than the yield stress of the fluid, τ_0

$$\tau_{r\theta} = \pm \tau_0 - m \left| r \frac{d(V_\theta/r)}{dr} \right|^{n-1} \left(r \frac{d(V_\theta/r)}{dr} \right) \quad \text{for } |\tau_{r\theta}| > \tau_0, \quad (1a)$$

$$\frac{d(V_\theta/r)}{dr} = 0 \quad \text{for } |\tau_{r\theta}| \leq \tau_0, \quad (1b)$$

where the yield stress, τ_0 , the consistency index, m , and the shear rate sensitivity index (power-law exponent), n , are the three characteristic parameters of the viscoplastic (Herschel–Bulkley) fluid. In Eq. (1a), the negative value of τ_0 is used for $d(V_\theta/r)/dr > 0$, i.e., for $\tau_{r\theta} < 0$. The simplifications of the Herschel–Bulkley fluid also provide the solutions for Bingham ($n = 1$), power-law ($\tau_0 = 0$), and Newtonian fluids.

A. Shear stress distribution

The shear stress profile for steady, isothermal, and creeping tangential annular flow of incompressible fluids is

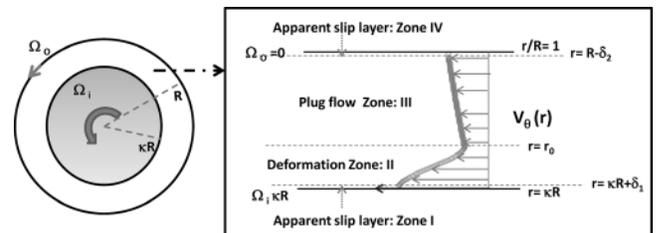


FIG. 2. Schematics of the tangential velocity distribution, $V_\theta(r)$, in Couette flow with apparent wall slip with the inner cylinder rotating at angular velocity, Ω_i .

obtained from the simplification of the momentum equation in the plane of shear

$$\tau_{r\theta}(r) = \frac{C}{r^2} = \frac{\mathfrak{S}}{2\pi L r^2}, \quad (2)$$

where \mathfrak{S} is the torque, L is the length of the Couette, and C is a constant. This $\tau_{r\theta}(r)$ distribution is valid regardless of the type of fluid or boundary conditions. Consequently, the shear stress values at the surfaces of the inner and outer cylinders are $\tau_{r\theta}(\kappa R) = C/(\kappa R)^2$ and $\tau_{r\theta}(R) = C/R^2$, respectively.

Three types of flows are possible for viscoplastic fluids, i.e., pure plug flow (rigid body motion only), deformation and plug flow that are simultaneously occurring at different flow zones, and deformation of the fluid over the entire gap. The plug flow would cover the entire flow gap when $|\tau_{r\theta}(\kappa R)| \leq \tau_0$. The viscoplastic fluid would be deformed over the entire gap if $|\tau_{r\theta}(R)| > \tau_0$. Part of the fluid adjacent to the inner cylinder would be deformed, and the rest would undergo plug flow if $|\tau_{r\theta}(\kappa R)| > \tau_0 > |\tau_{r\theta}(R)|$. If deformation and plug flow occur concomitantly within the gap, the plug flow would occur adjacent to the outer cylinder.

B. Wall slip velocity and velocity distributions

The wall slip velocity, U_s , is defined as the difference between the velocity of the fluid adjacent to the wall and the velocity of the wall. It is considered to be a function of the absolute value of the wall shear stress, $|\tau_w|$ [10,15]

$$U_s = \pm \beta |\tau_w|^{s_b}, \quad (3a)$$

where the slip coefficient, β , and the slip exponent, s_b , are dependent on the fluid, the materials of construction, and the surface characteristics of the flow channel. The slip coefficient, β , and the slip exponent, s_b , can also be functions of flow conditions for microgels [5,6,15]. For Couette flow, there would be two wall slip velocities, i.e., $U_s(\kappa R)$ and $U_s(R)$, which prevail at the inner and outer walls of the annulus

$$U_s(\kappa R) = V_\theta(\kappa R) - \Omega_i \kappa R, \quad (3b)$$

$$U_s(R) = V_\theta(R) - \Omega_o R, \quad (3c)$$

where $V_\theta(\kappa R)$ and $V_\theta(R)$ are the tangential velocities of the fluid at the inner and outer walls and Ω_i and Ω_o are the independent angular velocities of the inner and outer cylinders. If only the inner cylinder rotates, or if both cylinders rotate with $\Omega_i > \Omega_o$, then $U_s(\kappa R) < 0$ and $U_s(R) > 0$, whereas if only the outer cylinder rotates, or if both cylinders rotate with $\Omega_o > \Omega_i$, then $U_s(\kappa R) > 0$ and $U_s(R) < 0$.

For microgels, wall slip occurs primarily on the basis of the formation of an apparent slip layer with thicknesses of δ_1 and δ_2 at the inner and outer walls, respectively, as depicted in Fig. 2 [1,5,6,10,15,16,40,41]. The apparent slip mechanism suggests that there can be a maximum of four flow zones, i.e., the flows occurring in the apparent slip layers adjacent to the inner and outer cylinders, i.e., $\kappa R \leq r \leq (\kappa R + \delta_1)$ (zone I) and $(R - \delta_2) \leq r \leq R$ (zone IV), the deformation zone, zone II

at $(\kappa R + \delta_1) \leq r \leq r_0$, and the plug flow zone III at $r_0 \leq r \leq (R - \delta_2)$, where r_0 is the radial location at which the transition to plug flow occurs. In Appendices B and C, the apparent slip mechanism is elucidated in detail and the velocity distributions for the viscoplastic fluid are provided for the conditions under which either the inner or the outer cylinder rotates or both cylinders rotate with $\Omega_i > \Omega_o$ or $\Omega_i < \Omega_o$. The considerations of these different cases of the inner or the outer cylinders rotating or both rotating aim to facilitate the use of consistent sets of equations in future investigations. However, our experimental configuration involves only the rotation of the inner cylinder at Ω_i , and the equations that are presented below [Eqs. (3d)–(10)] belong to this specific case, with the more general expressions presented in the Appendices.

The analysis of the Couette flow in conjunction with the apparent slip mechanism at the walls (Appendix B) relates the wall slip velocities to the prevailing wall shear stress values at the inner and outer cylinders as (for $\Omega_i > \Omega_o$)

$$U_s(\kappa R) = -\beta_1 (\tau_{r\theta}(\kappa R))^{s_{b1}}, \quad (3d)$$

$$U_s(R) = \beta_2 (\tau_{r\theta}(R))^{s_{b2}}. \quad (3e)$$

The slip coefficients β_1 and β_2 would only be functions of the apparent slip layer thicknesses, δ_1 and δ_2 , and the shear viscosity of the fluid constituting the apparent slip layers (Appendix B).

Starting with $\tau_{r\theta}(r) = C/r^2 = -\eta(r)(r d(V_\theta/r)/dr)$ [where $\eta(r)$ is the distribution of the true shear viscosity of the fluid] and integration from the inner, $r = \kappa R$, to any radial location, r , for $\delta_1/\kappa R \ll 1$; $\delta_2/\kappa R \ll 1$ [35], we get

$$\frac{V_\theta^{II}(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - C \int_{\kappa R}^r \frac{dr}{\eta(r) r^3}, \quad (4a)$$

which becomes the following upon the consideration of the wall condition at $r = R$

$$\Omega_i = \frac{U_s(R)}{R} - \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + C \int_{\kappa R}^R \frac{dr}{\eta(r) r^3}. \quad (4b)$$

Using the shear stress, $\tau_{r\theta}(r) = C/r^2$ and $\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = (-r dV_\theta^{II}(r)/dr)$

$$\frac{V_\theta^{II}(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \int_{\kappa R}^r \frac{\dot{\gamma}_{r\theta}(r) dr}{r}, \quad (5a)$$

and

$$\Omega_i = \frac{U_s(R)}{R} - \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \frac{1}{2} \int_{\tau_{r\theta}(R)}^{\tau_{r\theta}(\kappa R)} \frac{\dot{\gamma}_{r\theta}(\tau_{r\theta})}{\tau_{r\theta}} d\tau_{r\theta}, \quad (5b)$$

The schematics of the velocity distribution and designations of the flow zones for apparent slip of the viscoplastic fluid are shown in Fig. 2. The velocity distributions for the deformation and plug flow zones are (for only the inner cylinder rotating)

$$\frac{V_{\theta}^{II}(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R + \delta_1}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_0 \right)^{1/n} \frac{dr}{r}$$

for $\kappa R + \delta_1 \leq r \leq r_0$,

(6)

and the plug flow velocity, $V_{\theta}^{III}(r)$

$$\frac{V_{\theta}^{III}(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R + \delta_1}^{r_0} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_0 \right)^{1/n} \frac{dr}{r}$$

$$= \frac{U_s(R)}{R} \quad \text{for } r_0 \leq r \leq R - \delta_2,$$
(7)

where $r_0 = (C/\tau_0)^{1/2}$, i.e., $\tau_{r\theta}(r_0) = \tau_0$. Constant C is determined from the steady state torque versus cylinder angular velocity data, $\mathfrak{S}(\Omega_i)$ where $\mathfrak{S} = 2\pi L r^2 \tau_{r\theta}(r) = 2\pi L C$. Equation (6) alone applies if $\tau_{r\theta}(R) > \tau_0$ (pure deformation), and both Eqs. (6) and (7) would apply if $\tau_{r\theta}(\kappa R) > \tau_0 > \tau_{r\theta}(R)$ (coexistence of sheared and plug flow zones). The differential quadrature method was used for the numerical solution of the integrals. If the constant C is not available from experimental torque data (but the slip and shear viscosity parameters of the fluid are known), it can be obtained from

$$\Omega_i = \frac{U_s(R)}{R} - \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R + \delta_1}^{r_0} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_0 \right)^{1/n} \frac{dr}{r}. \quad (8)$$

The additional solutions for either the inner or the outer cylinder rotating, or both cylinders rotating simultaneously are provided in Appendix C, which also provides the solutions for the Couette flow subject to apparent slip for the power law, Bingham, and Newtonian fluids.

IV. RESULTS AND DISCUSSION

In all experiments, the outer cylinder was kept stationary and the inner was rotated by applying various torque values in the 0.1–5 mN m range. The corresponding steady-state angular velocities of the inner cylinder, Ω_i , were observed to change in the 0.009–24 rad/s range. The typical velocity distribution of the microgel that is obtained using Rheo-PIV at the widest Couette gap, i.e., at $\kappa = 0.329$, is shown in Fig. 3 ($\Omega_i = 18$ rad/s). The velocity data are presented using 95% confidence intervals determined according to Student's t -distribution ($N = 50$). The velocity distribution is characterized by the presence of very significant slip velocities at the two walls. The slip velocity is negative at the inner wall, i.e., $U_s(\kappa R) = -0.168$ m/s, and is positive at the outer wall, i.e., $U_s(R) = 0.94$ mm/s.

The data of Fig. 3 are replotted in terms of $V_{\theta}^{II}(r)/r$ and $V_{\theta}^{III}(r)/r$ together with the corresponding shear stress distribution, $\tau_{r\theta}(r)$, in Fig. 4. The deformation and plug flow regions, i.e., zones II and III, respectively, are indicated. Over the plug flow region, i.e., over zone III, $V_{\theta}^{III}(r)/r$ is constant at 0.022 s^{-1} . The yield stress of the fluid is the shear stress at which the transition from the deformation to plug flow zone occurs. The concomitant analyses of the shear stress, $\tau_{r\theta}(r)$, and $V_{\theta}^{II}(r)/r$ and $V_{\theta}^{III}(r)/r$ distributions enable the estimation of the yield stress of the fluid to be approximately 27 Pa.

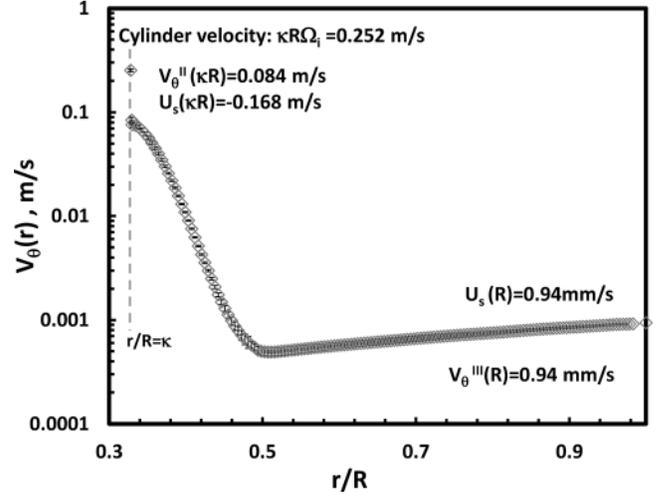


FIG. 3. Experimental tangential velocity distribution, $V_{\theta}(r)$, and slip of the microgel at the two cylinder surfaces for the Couette gap of 28.5 mm, $\kappa = 0.329$, $R = 42.5$ mm, and inner cylinder angular velocity, $\Omega_i = 18$ rad/s.

Similar data of $\tau_{r\theta}(r)$ and the corresponding $V_{\theta}^{II}(r)/r$ and $V_{\theta}^{III}(r)/r$ at various values of Ω_i (0.4–0.72 rad/s) for $\kappa = 0.749$ are shown in Fig. 5. Consistent with the velocity distributions in Figs. 3 and 4 (at $\kappa = 0.329$), there are significant slip velocities at the two walls. Constant $V_{\theta}^{III}(r)/r$ values are obtained for $\Omega_i = 0.4$ and 0.46 rad/s, indicating pure rigid body motion, i.e., pure plug flow, that prevails over the entire gap. What makes the rigid body motion, pure plug flow, possible is the slip of the microgel at the two walls. On the other hand, a transition from rigid body motion to a deforming microgel is observed at the higher Ω_i when the shear stress reaches the yield stress of the fluid. The analysis of all the data for the three gaps provided the yield stress value of 26.9 ± 1.9 Pa for the fluid. Can the yield stress of the viscoplastic fluid be determined if velocity distributions are not available, i.e., only using the torque versus cylinder angular velocity data? It is shown below that this is possible, provided that the wall slip behavior of the viscoplastic fluid is known.

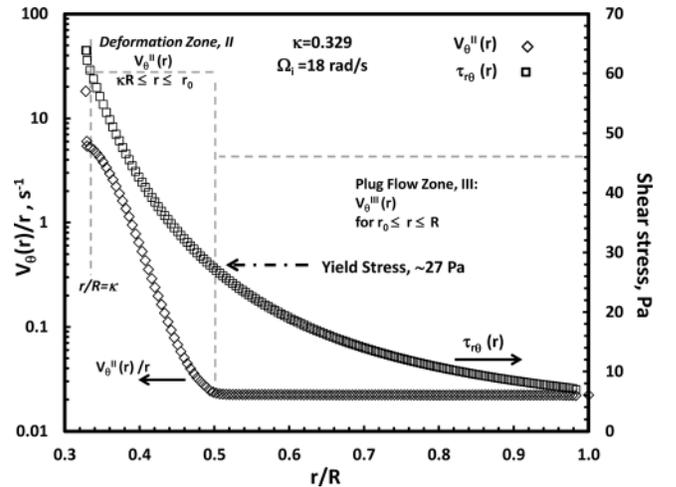


FIG. 4. Experimental distributions of $V_{\theta}(r)/r$ and shear stress, $\tau_{r\theta}(r)$, for the Couette gap of 28.5 mm, $\kappa = 0.329$, $R = 42.5$ mm, and $\Omega_i = 18$ rad/s.

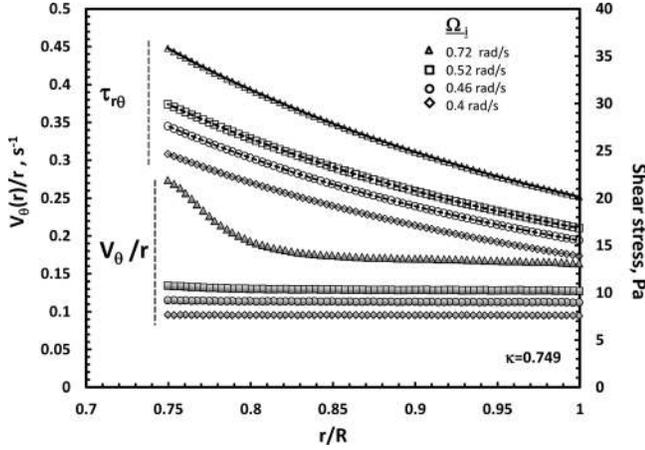


FIG. 5. Experimental distributions of $V_0(r)/r$ (filled symbols) and shear stress, $\tau_{r\theta}(r)$, (unfilled symbols with lines) for the Couette gap of 4.7 mm, $\kappa = 0.749$, and $R = 18.7$ mm at $\Omega_i = 0.4, 0.46, 0.52$, and 0.72 rad/s.

A. Wall slip behavior of the microgel

Generally, the wall slip behavior can develop differently when there is plug flow adjacent to the wall or if the viscoplastic fluid is being sheared at the wall [15,16,42]. Thus, it is important to separate the wall slip data associated with these two conditions. The wall slip velocity data for the case of plug flow occurring adjacent to the inner and/or the outer cylinder are shown in Fig. 6 [$\tau_{r\theta}(\kappa R) < 27$ Pa or $\tau_{r\theta}(\kappa R) > 27$ Pa and $\tau_{r\theta}(R) < 27$ Pa].

A power-law type relationship links the absolute values of the wall slip velocities to the wall shear stress values. The power law relationship is consistent with the apparent slip mechanism that is elucidated in Appendix B, leading to Eqs. (3d) and (3e), i.e., $U_s(\kappa R, R) = \mp \beta (\tau_{r\theta}(\kappa R, R))^{s_b}$. When there is plug flow occurring adjacent to the cylinder, the slip coefficient, β , can be best-fitted as 5.2×10^{-5} , 6.94×10^{-6} , and 1.2×10^{-5} m/(s Pa s_b) and the slip exponent, s_b , as 1.45, 2.11, and 1.86 for $\kappa = 0.329, 0.749$, and 0.933 , respectively. Appendix B further shows that the mechanism for apparent slip of the microgel is complicated, with the apparent slip layer thickness depending on the wall shear stress. Such a

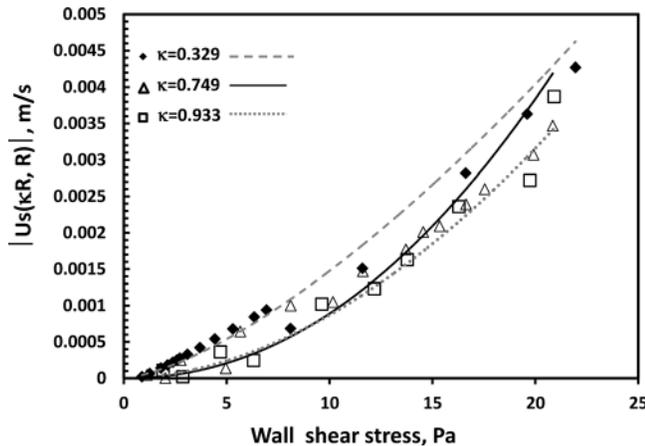


FIG. 6. Absolute values of the wall slip velocity versus the wall shear stress for plug flow and their best fit, i.e., $\beta = 5.2 \times 10^{-5}$, 6.94×10^{-6} , and 1.2×10^{-5} m/s Pa s_b and $s_b = 1.45, 2.11$, and 1.86 for $\kappa = 0.329, 0.749$, and 0.933 , respectively.

dependency of the apparent slip behavior on flow conditions is also observed for concentrated suspensions of rigid particles, but generally only for plug flow [42].

The absolute values of the wall slip velocities versus wall shear stresses, obtained when the fluid adjacent to the cylinder is being deformed, are reported in Fig. 7 (together with a few points obtained from the plug flow condition to show trends). The data include those collected at both the inner and outer walls provided that $\tau_{r\theta}(\kappa R)$ or $\tau_{r\theta}(R) > 27$ Pa. The slip velocity versus the wall shear stress behavior can again be fitted using $U_s(\kappa R, R) = \mp \beta (\tau_{r\theta}(\kappa R, R))^{s_b}$. However, there is a considerable dependence of the parameters on the gap, i.e., $\beta = 2.74 \times 10^{-8}, 7.86 \times 10^{-5}$, and 4.12×10^{-6} m/(s Pa s_b) and $s_b = 3.74, 1.24$, and 2.09 for $\kappa = 0.329, 0.749$, and 0.933 , respectively. It is shown in Appendix B that the thickness of the apparent slip layer depends on the flow conditions, possibly leading to the observed scatter in the wall slip velocity versus wall shear stress behavior. The observed dependencies of the wall slip behavior on the gap for both the plug flow and deformation regions mandate the use of the specific wall slip relationships determined at each gap for subsequent analyses.

B. Determination of the yield stress of the viscoplastic fluid

In earlier investigations focusing on capillary, rectangular slit, and steady torsional and axial annular flows, it was shown that the wall slip velocity versus shear stress data can be used directly to determine the yield stress of the fluid [10,12,15]. Can the wall slip behavior observed during Couette flow be also used for the determination of the yield stress values of viscoplastic fluids? Such an approach should be able to generate the parameters of the shear viscosity of the viscoplastic fluid, provided that the wall slip behavior of

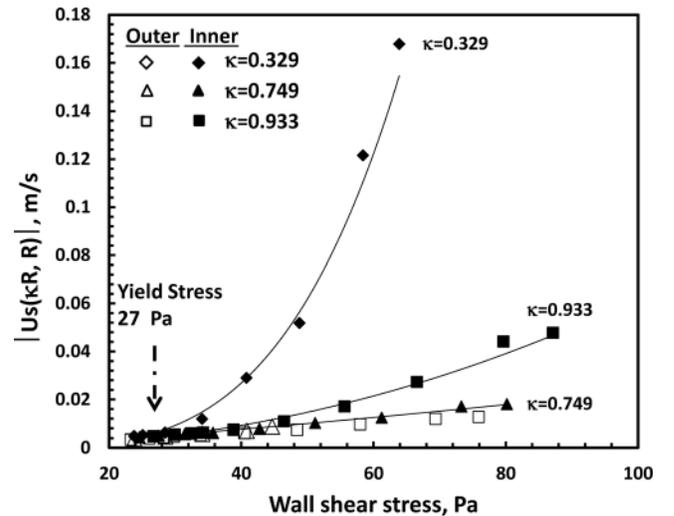


FIG. 7. Absolute values of wall slip velocity versus wall shear stress in the deformation region and their best fit, i.e., $\beta = 2.74 \times 10^{-8}$, 7.86×10^{-5} , and 4.12×10^{-6} m/s Pa s_b and $s_b = 3.74, 1.24$, and 2.09 for the inner cylinder at $\kappa = 0.329, 0.749$, and 0.933 , respectively (filled symbols refer to data collected at the inner cylinder and unfilled symbols to data collected at the outer cylinder).

the fluid and the relationship between the angular velocity, Ω_i , and the corresponding torque are available.

The analysis of the pure plug flow within the Couette gap, i.e., $\dot{\gamma}_{r\theta} = 0$ for $\kappa R \leq r \leq R$ in Eq. (5b), and the use of the wall slip velocity versus the wall shear stress relationships indicates that the shear stress values at the two walls can be determined on the basis of the slip coefficient, β , and the slip exponent, s_b , as

$$\begin{aligned} \tau_{r\theta}(\kappa R) &= \left(\frac{\Omega_i R}{\beta \left(1 + \frac{1}{\kappa^{1+2s_b}} \right)} \right)^{1/s_b} \frac{1}{\kappa^2} \quad \text{and} \\ \tau_{r\theta}(R) &= \left(\frac{\Omega_i R}{\beta \left(1 + \frac{1}{\kappa^{1+2s_b}} \right)} \right)^{1/s_b} \end{aligned} \quad (9)$$

The yield stress of the fluid would be identifiable as the critical wall shear stress at which the experimental wall shear stress values start to deviate from those calculated by using Eq. (9) in conjunction with wall slip parameters determined from the plug flow condition. This comparison is shown in Fig. 8 for $\kappa = 0.329$, i.e., $\beta = 5.2 \times 10^{-5} \text{ m/(s Pa}^{s_b})$ and $s_b = 1.45$. In this figure, the shear stress values $\tau_{r\theta}(\kappa R)$ and $\tau_{r\theta}(R)$ obtained with Eq. (9) are shown together with the experimentally determined $\tau_{r\theta}(\kappa R)$ and $\tau_{r\theta}(R)$ values for the widest gap, i.e., $\kappa = 0.329$ for various Ω_i values. For the relatively small wall shear stress values at the outer wall, $\tau_{r\theta}(R)$ (0.9–7 Pa), there is no difference between the experimental wall shear stress values and those predicted on the basis of plug flow [Eq. (9)], indicating that the microgel does not deform for $\tau_{r\theta}(R) \leq 7$ Pa. On the other hand, the experimentally observed shear stress values at the inner wall, $\tau_{r\theta}(\kappa R)$ (8–64 Pa) versus those predicted from Eq. (9), are similar

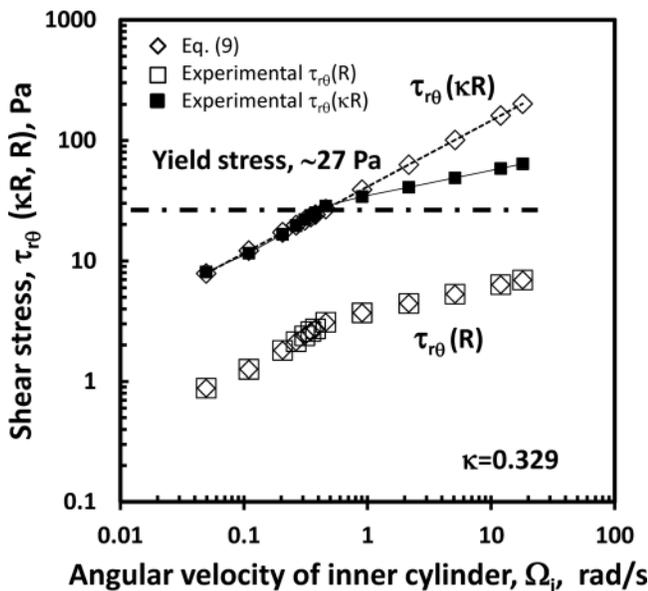


FIG. 8. Determination of the yield stress, τ_0 , of the viscoplastic microgel identified by using Eq. (9) from the wall slip velocity behavior in plug flow (diamonds) and the experimental wall shear stress values, $\tau_{r\theta}(\kappa R)$ (filled squares) and $\tau_{r\theta}(R)$ (unfilled squares) at $\kappa = 0.329$.

only up to $\tau_{r\theta}(\kappa R) \sim 20\text{--}30$ Pa, suggesting that the flow occurs as plug flow only up to $\tau_{r\theta}(\kappa R)$ values of 20–30 Pa. At wall shear stress values that are above this range, the shear stress values calculated on the basis of plug flow [via Eq. (9)] differ significantly from the experimentally determined shear stress values. Thus, the transition between the rigid body motion (plug flow) and the deformation of the viscoplastic fluid occurs at $\tau_{r\theta}(\kappa R) \sim 20\text{--}30$ Pa, indicating that the yield stress of the fluid is reached in this critical range.

Equation (9) provides the wall shear stress values that would be generated under plug flow conditions. The comparison of these predicted wall shear stress values with the experimentally determined wall shear stress values enables the determination of the yield stress value of the viscoplastic fluid. Alternatively, the slip velocities that are determined for specific flow conditions can be used directly for the determination of the yield stress. $\Omega_i = U_s(R)/R - U_s(\kappa R)/\kappa R + \frac{1}{2} \int_{\tau_{r\theta}(R)}^{\tau_{r\theta}(\kappa R)} (\dot{\gamma}_{r\theta}(\tau_{r\theta}) / \tau_{r\theta}) d\tau_{r\theta}$ becomes the following for pure plug flow, i.e., $\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = 0$ for $\kappa R \leq r \leq R$

$$\Omega_i = \frac{U_s(R)}{R} - \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R}. \quad (10)$$

Knowing the wall slip velocities, $U_s(\kappa R)$ and $U_s(R)$, and the shear stress distribution from the torque for each flow condition allows the calculation of the angular velocity of the inner cylinder, Ω_i , from Eq. (10) as a function of the wall shear stress. For a given Couette flow condition, if the flow is pluglike, the angular velocity of the inner cylinder, Ω_i , predicted from Eq. (10) would be equal to the experimentally determined angular velocity, Ω_i . The wall shear stress at which the predicted Ω_i value deviates from the experimental Ω_i value would correspond to the yield stress of the viscoplastic fluid, i.e., $\tau_{r\theta}(\kappa R) = \tau_0$.

The determination of the yield stress of the microgel is shown in Figs. 9–11 for $\kappa = 0.329, 0.749$, and 0.933 , respectively, where the experimental Ω_i values are plotted as a function of $\tau_{r\theta}(\kappa R)$, along with the Ω_i values predicted on the basis of the wall slip velocities. For all three gaps, the curves start to deviate from each other at wall shear stress values that are in the vicinity of 27 Pa, i.e., the yield stress of the fluid.

Overall, the findings reported in Figs. 8–11 indicate that the yielding at the three gaps occurs in a shear stress range that is consistent with the yield stress value of the fluid, 26.9 ± 1.9 Pa, which was determined from the analysis of all the velocity distributions for all three gaps. This suggests that the approach of using the deviation of the experimental wall shear stress values from those predicted under plug flow conditions, as obtained with the apparent slip mechanism (or the deviation of the predicted and experimental Ω_i values), can provide the yield stress of the viscoplastic fluid.

C. Determination of the other parameters of the Herschel–Bulkley fluid

Equation (8) can be pursued further to determine the other parameters of the shear viscosity of viscoplastic fluids. For the Herschel–Bulkley fluid model representing the shear

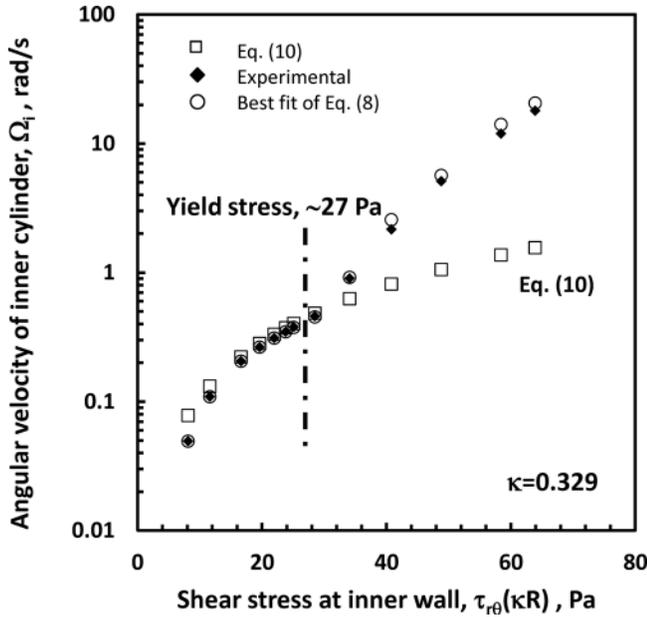


FIG. 9. Determination of yield stress, τ_0 , of the viscoplastic microgel based on the deviation of Ω_i calculated from plug flow behavior (squares) from experimental Ω_i (filled diamonds) at $\kappa=0.329$. Herschel–Bulkley parameters $m=5.5 \text{ Pa s}^n$ and $n=0.43$ are obtained from the best fit of Eq. (8) (circles).

viscosity of the microgel, a least squares fit of $\Omega_i = U_s(R)/R - U_s(\kappa R)/\kappa R + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R}^{r_0} ((C/r^2) - \tau_0)^{1/n} \frac{dr}{r}$ provides $m=5.5 \text{ Pa s}^n$ and $n=0.43$ for the yield stress of 27 Pa. The comparisons of the Ω_i values that were experimentally determined and calculated using $m=5.5 \text{ Pa s}^n$ and $n=0.43$ are shown in Figs. 9–11 for $\kappa=0.329$, 0.749, and 0.933, respectively. There is good agreement between the experimental and calculated Ω_i values for $m=5.5 \text{ Pa s}^n$, $n=0.43$, and $\tau_0=27 \text{ Pa}$, indicating that a single set of Herschel–Bulkley parameters is adequate to

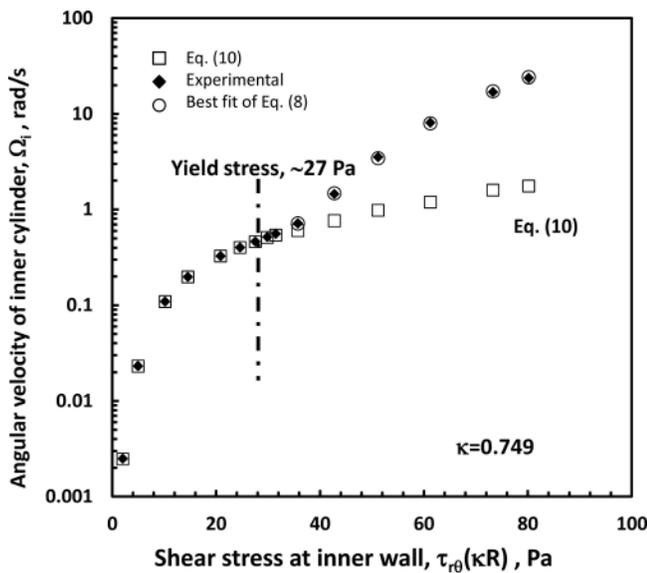


FIG. 10. Determination of yield stress, τ_0 , of the viscoplastic microgel based on the deviation of Ω_i calculated from plug flow behavior (squares) from experimental Ω_i (filled diamonds) at $\kappa=0.749$. Herschel–Bulkley parameters $m=5.5 \text{ Pa s}^n$ and $n=0.43$ are obtained from the best fit of Eq. (8) (circles).

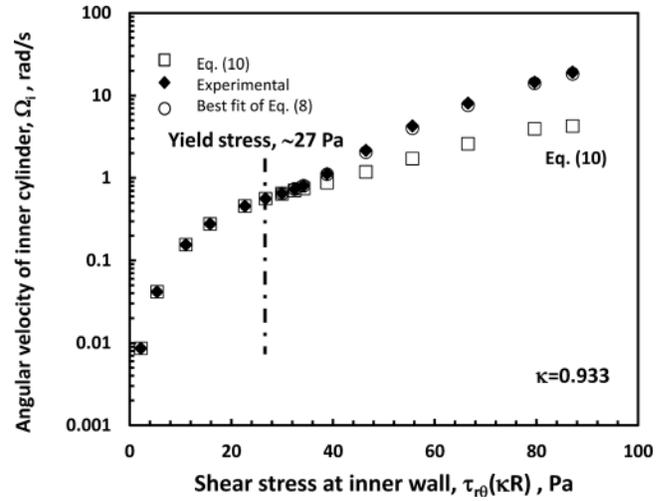


FIG. 11. Determination of yield stress, τ_0 , of the viscoplastic microgel based on the deviation of Ω_i calculated from plug flow behavior (squares) from experimental Ω_i (filled diamonds) at $\kappa=0.933$. Herschel–Bulkley parameters $m=5.5 \text{ Pa s}^n$ and $n=0.43$ are obtained from the best fit of Eq. (8) (circles).

represent the flow and deformation behavior over a wide range of gaps.

D. Comparisons of flow curves obtained using different methods

How does the flow curve obtained from the analysis of the wall slip behavior and torque versus Ω_i compare with flow curves determined using other methods? Such a comparison is shown in Fig. 12. The data include the shear rate distributions within the three gaps as determined from the PIV data and the apparent flow curve obtained from the Couette rheometer with smooth cylinder surfaces (UDS 200 rheometer). The software of the rheometer defines the apparent shear rate as $\dot{\gamma}_{app} = F\Omega_i$, where F is a geometrical factor. Since the shear rate versus shear stress data obtained from

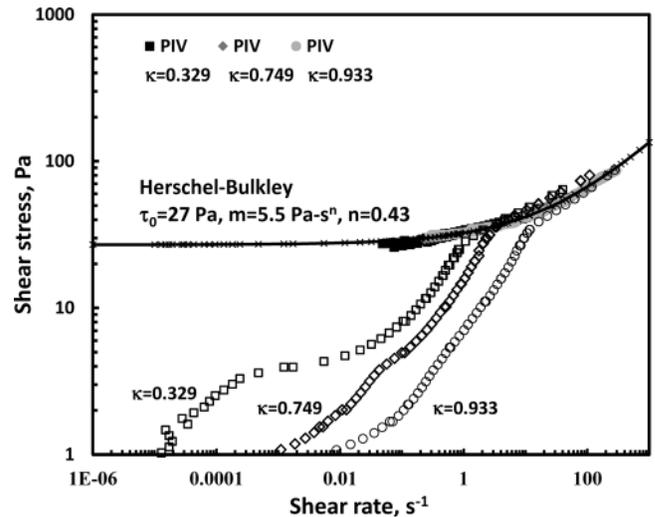


FIG. 12. Flow curve of the microgel generated by the Herschel–Bulkley parameters of $\tau_0=27 \text{ Pa}$, $m=5.5 \text{ Pa s}^n$, and $n=0.43$ and the uncorrected flow curves obtained from conventional Couette rheometry at three gaps (unfilled symbols) and from the shear rate versus shear stress data obtained from rheo-PIV (filled symbols).

the Couette rheometer with smooth surfaces were not corrected for wall slip, the Couette rheometer reports flow curves that are significantly different from the flow curve obtained upon the application of wall slip analysis. On the other hand, the agreement between the results of the analysis method associated with Figs. 8–11 and the flow curve obtained from the PIV-based shear rate distributions is excellent.

E. Comparisons of predicted and measured velocity profiles

An additional rigorous test of the validity of the Herschel–Bulkley equation and the parameters that were determined on the basis of the analysis associated with Figs. 8–11 involves the computation of the velocity distributions using Eqs. (6)–(8). These tangential velocity distributions, computed using the Herschel–Bulkley parameters that were identified to represent the shear viscosity of the microgel ($\tau_0 = 27$ Pa, $m = 5.5$ Pa sⁿ, and $n = 0.43$), are compared with the PIV-based velocity distributions in Figs. 13–15. The agreement between the experimental and calculated velocity distributions is acceptable. It is anticipated that better agreement would have ensued if the resolution of the PIV method were finer and if the specific values of wall slip velocities determined for each run were used, instead of fitting the wall slip velocity data into slip expressions and then using the fitted values for each gap. The overall agreement that is observed supports the validity of the proposed approaches based on the macroscopic torque versus the cylinder angular velocity data and the wall slip behavior of the viscoplastic fluid. The observed agreement also indicates that the parameters of the Herschel–Bulkley fluid thus determined apply for both narrow and wide gaps.

V. CONCLUSIONS

In this experimental investigation, the isothermal tangential annular flow of a viscoplastic fluid, i.e., a microgel, was investigated using particle imaging velocimetry. The velocity distributions and the torque versus cylindrical velocity data were collected using both narrow and wide-gapped

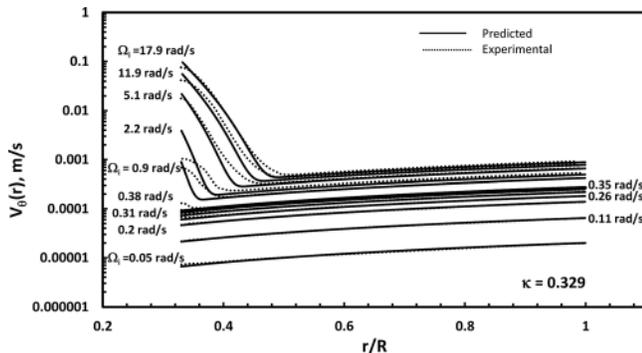


FIG. 13. Comparisons of the tangential velocity distributions, $V_\theta(r)$, obtained via PIV (discrete) and from the analytical model of the tangential flow of a viscoplastic fluid (Herschel–Bulkley with parameters of $\tau_0 = 27$ Pa, $m = 5.5$ Pa sⁿ, and $n = 0.43$) subject to apparent slip at both walls for $\kappa = 0.329$ (continuous).

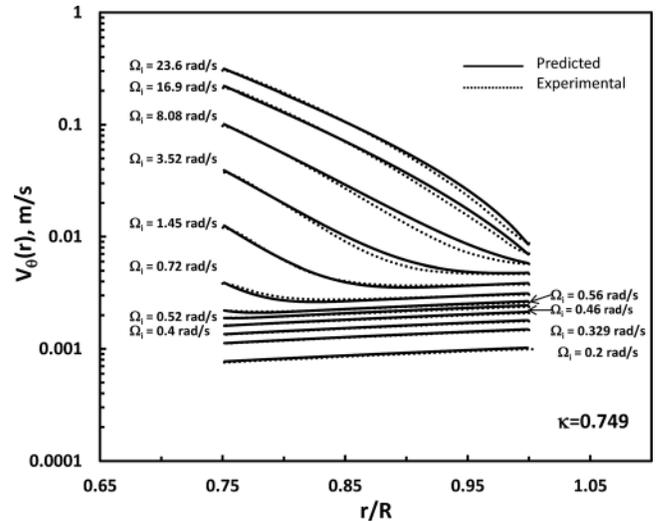


FIG. 14. Comparisons of the tangential velocity distributions, $V_\theta(r)$, obtained via PIV (discrete) and from the analytical model of the tangential flow of a viscoplastic fluid (Herschel–Bulkley with parameters of $\tau_0 = 27$ Pa, $m = 5.5$ Pa sⁿ, and $n = 0.43$) subject to apparent slip at both walls for $\kappa = 0.749$ (continuous).

Couette rheometers in the inner over the outer radius ratio, κ , range of 0.329–0.933. The development of the velocity distributions of the viscoplastic microgel is first and foremost affected by significant wall slip velocities at both walls. The slip velocity versus wall shear stress relationship obeys the general mechanism of apparent slip, i.e., the formation of a thin zone of a lower-viscosity fluid (water in this case) at the walls. However, the thickness of the apparent slip layer, δ , changes as a function of the flow conditions (Appendix B).

Overall, there are two general approaches for the characterization of the flow curves of viscoplastic fluids when velocity distributions are not available. The popular approach is to use roughened walls and hope that the wall

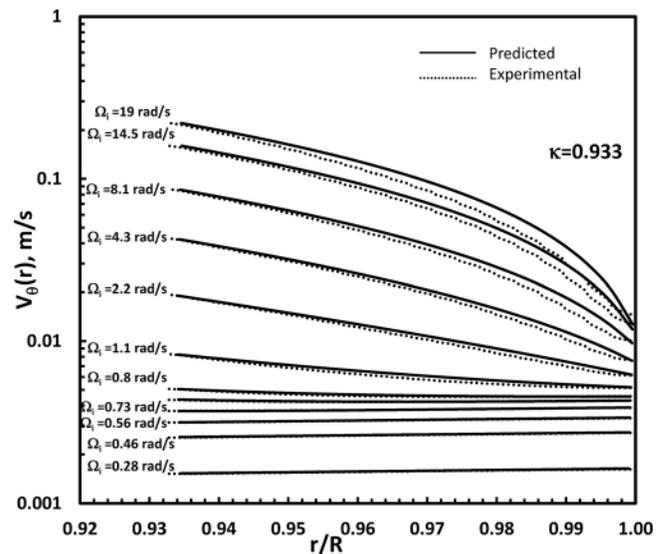


FIG. 15. Comparisons of the tangential velocity distributions, $V_\theta(r)$, obtained via PIV (discrete) and from the analytical model of the tangential flow of a viscoplastic fluid (Herschel–Bulkley with parameters of $\tau_0 = 27$ Pa, $m = 5.5$ Pa sⁿ, and $n = 0.43$) subject to apparent slip at both walls for $\kappa = 0.933$ (continuous).

roughness is appropriately tailored to generate a no-slip condition at the walls of the rheometer without fracturing the viscoplastic fluid. The second approach involves collecting wall slip velocity versus wall shear stress data to determine the conditions under which plug flow develops and identify the yield stress as the critical shear stress at which the transition from pure plug flow to deformation occurs [10,15,16]. This second approach was pursued here for Couette flow and was able to provide the value of the yield stress. The yield stress thus determined was found to be consistent with the yield stress value obtained from the analysis of the velocity distributions for both the narrow and wide gapped Couette experiments. The use of the wall slip data for the analysis of the torque versus cylinder velocity data in the deformation region enabled further determination of the other two parameters of the Herschel–Bulkley fluid. These findings emphasize that if the mechanism of the wall slip is well understood so that the relationship between the slip velocity and the stress condition at the wall is known *a priori*, the boundary condition can be used readily for the determination of the yield stress of the viscoplastic fluid from torque versus cylinder angular velocity data. However, the complex wall slip behavior observed in this investigation (Appendix B) is a testament to the difficulties which lie ahead for microgels.

The application of an analytical model of the Couette flow of the viscoplastic fluid subject to apparent wall slip generated velocity distributions which agreed with the experimental velocity distributions. This indicates that the Herschel–Bulkley constitutive equation and the parameters of Herschel–Bulkley fluid, obtained via the analysis of the torque versus cylinder velocity data in conjunction with wall slip analysis, remain valid for both the narrow and wide gapped Couette geometries. Overall, this finding is consistent with earlier investigations of the steady torsional, capillary, and axial annular flows of viscoplastic microgels [15,16,19,36] and points to the general validity of the method of using viscoplastic constitutive equations with wall slip, for steady Couette flow for both narrow and wide gaps.

ACKNOWLEDGMENTS

This work received funding from the Highly Filled Materials Institute of Stevens Institute of Technology, the SIP-IPN (20171240, 20171328) projects, and BEIFI-IPN and CONACYT scholarships for E.F.M.-B.

APPENDIX A: PREPARATION AND PROPERTIES OF THE MICROGEL AND PIV MEASUREMENTS

1. Preparation of the microgel

Microgel samples were prepared by dissolving 0.12 wt. % of Carbopol 940 in distilled water under continuous stirring at 500 rpm for 3 h using a twisted-three blade turbine impeller. The specific concentration of 0.12 wt. % was selected since this concentration results in percolated viscoelastic dispersions of fully swollen microgels [7]. Hollow glass spheres with an average diameter of 10 μm (Spherical 110P8, Potters) and a specific gravity of 1.1 ± 0.05 were added to the Carbopol solution at a concentration of 0.06 wt. % to

serve as velocity tracers (stirred at 500 rpm for 1 h more). The pH of the solution containing the tracer particles was adjusted via neutralization with a 5 N NaOH aqueous solution under the same stirring conditions until the gel was free of air bubbles (about an hour). The prepared microgel samples were kept under quiescent conditions at ambient temperature for one day prior to being subjected to tangential annular flow. The microgel samples were not reused.

2. Swelling coefficients

The swelling coefficient of the Carbopol particles was determined using $Q = (m - m_0)/(m_0\rho)$, where m is the mass of the swollen sample, m_0 is the mass of the dry sample, and ρ is the density of the swelling agent [43]. To obtain Q , the sample was first dried at 60 °C for 4 h and then conditioned at 25 °C and zero relative humidity for 24 h. The sample was further conditioned at 25 °C and 96% of relative humidity with distilled water for 72 h. The diameters of the dried and swollen particles were $1.27 \pm 0.138 \mu\text{m}$ and $13.6 \pm 5.15 \mu\text{m}$, respectively. The swelling coefficient, Q , and the ratio of final volume to the initial volume of particles were determined to be 1.43 cm^3/g and 1225, respectively. These values are in agreement with reported values for Carbopol dispersions [44]. The pH of the Carbopol dispersion incorporated with velocity tracer particles prior to neutralization was 3.36. The targeted pH for neutralization was 7.0 (however, the ultimate pH was 7.04). Neutralization increased the size of the swollen Carbopol particles to about 30 μm , to in turn increase the shear viscosity and the yield stress of the microgel. Considering that the minimum gap size utilized, 1 mm, is significantly greater than the 30 μm size of swollen particles (generating gap over particle diameter ratios that are greater than 30), the gap effects due to confinement of the microgel were assumed to be negligible.

3. Dynamic properties

The storage, G' , and the loss modulus, G'' , values of the Carbopol dispersion were characterized at 25 °C (0.1–100 rad/s) and were found to be within the narrow ranges of 210–270 and 14–52 Pa, respectively. Thus, the Carbopol dispersion exhibits the characteristic gel-like behavior with $G' \gg G''$ ($\tan\delta$ between 0.05 and 0.1) and with both moduli relatively independent of the frequency [45]. Such plateau behavior which spans a broad range of frequencies suggests the formation of a reversible network structure typically characterized by a yield stress. There were differences in the dynamic properties obtained using different materials of construction or roughness, i.e., whether smooth acrylic or stainless steel or roughened stainless steel surfaces were used. However, regardless of the materials of construction, the general nature of the dynamic properties remained the same, indicating the strong gel-like behavior of the Carbopol solution.

4. Sedimentation effects

Is the sedimentation of the tracer particles used for imaging velocimetry a problem? For viscoplastic suspensions, it is suggested that there would be no motion of the spherical

particles (in the absence of the deformation of the suspension) when the yield parameter, $Y = \tau_0 / (gD_p\Delta\rho) > 0.02\text{--}0.05$, where g is the acceleration of gravity [46]. For our microgel with a yield stress of $\tau_0 = 27$ Pa, a tracer particle diameter of $D_p = 10\ \mu\text{m}$, and a density difference between the tracer particles and the solution of $\Delta\rho = 98\ \text{kg/m}^3$, the yield parameter, Y , is 2814. Thus, sedimentation of the tracer particles should be negligible under conditions without deformation. Overlez *et al.* have indicated that sedimentation becomes an issue during shearing of viscoplastic particles with relatively high particle diameters and low yield stress [47]. Since our yield stress is higher and the diameter of our tracer particles is significantly smaller than those used in the study of Overlez *et al.*, we have assumed that sedimentation of the tracer particles during shearing was negligible.

5. Thixotropy assessment

In an earlier investigation on similar microgel samples, the effects of thixotropy and the incorporation of the tracer particles were assessed using steady torsional and small-amplitude oscillatory shear experiments [16]. For thixotropy assessment, the procedure was to start shearing with a low frequency or apparent shear rate, increase the frequency or the deformation rate in sequential steps until a maximum, and then to decrease the frequency or the apparent shear rate in successive steps. The results indicated that there are no significant differences in the shear stress versus apparent shear rate behavior for ascending versus descending shear rates, indicating that thixotropic effects were negligible.

6. Effects of incorporation of tracer particles on rheological behavior

For the assessment of the effects of incorporation of tracer particles on the rheological behavior of the microgel, both steady torsional and small-amplitude oscillatory shear experiments were carried out. The small-amplitude oscillatory shear data obtained with and without the tracer particles indicated that the incorporation of the tracer particles at a concentration of 0.12 wt. % affected slightly the loss modulus values, whereas the effects on the magnitude of complex viscosity and the storage modulus were negligible. Similar experiments were carried out using steady torsional flow, and the effects of the tracer particles on the flow curve were determined to be negligible.

7. PIV Measurements

The analysis of the velocity maps in a curved flow region can be carried out in different ways. For example, Blanc *et al.* [48] computed the radial and azimuthal components of the velocity field, namely, V_r and V_θ , and averaged them over θ . A different approach was followed by Serrano-Aguilera *et al.* [49], in which a transformation of the annular region, $r\theta$ coordinates, into a rectangle in the xy plane was made. Since we were interested in the velocity distribution across the gap, we have followed a simpler approach based on the velocity profile at $\theta = 0$, for which $V_r = 0$ [Fig. 1(b)]. The selection of the $\theta = 0$ value is explained as follows: For a given disposition of the experimental components, we

found an interrogation row [marked in white Fig. 1(b)] for which one side was most tangent to the rotating cylinder; this automatically results in the other side of the interrogation row to be collinear with the radial coordinate. Series of 50 image pairs were obtained for each flow condition, and all the image pairs were correlated (adaptive correlation algorithm with a central difference approximation [50,51]) to obtain the corresponding velocity maps. Finally, the 50 velocity maps were averaged in time to obtain a single one, from which the velocity profile was obtained for the desired azimuthal position. The spatial resolution changed with the gap size (due to the necessity of imaging the whole gap) and was $15.5\ \mu\text{m}$ for $\kappa = 0.933$, $66.5\ \mu\text{m}$ for $\kappa = 0.749$, and $183\ \mu\text{m}$ for $\kappa = 0.329$. The slip velocity values were determined by fitting the five closest points to the wall (inner and outer) to a linear relationship and then extrapolating to the wall.

APPENDIX B: APPARENT SLIP AT THE COUETTE WALLS

Whenever the rheological behavior of the fluid found adjacent to the wall becomes different from that of the bulk of the fluid flowing in the channel, apparent slip occurs [10,52]. The formation of a relatively thin layer of low-viscosity fluid adjacent to the wall, referred to as the “apparent slip layer” or the “Vand layer,” is depicted in an exaggerated manner in Fig. 2. Various numerical analyses of the simple shear flow of concentrated suspensions of rigid particles with a Newtonian continuous phase have explored the formation of apparent slip [53–56] and point to the depletion of the concentration of particles adjacent to the wall, with the depletion affected by the roughness of the walls. Outside of the plug flow region, concentrated suspensions with rigid particles exhibit slip layer thickness, δ , values which are functions of the volume fraction and the maximum packing fraction of the solid phase, and the harmonic mean particle diameter [10].

What is the relationship between the wall shear stress and the slip velocity when the apparent slip mechanism prevails at the two walls of the Couette? Let us consider the apparent slip mechanism when a Newtonian or non-Newtonian fluid with a power-law (Ostwald-de Waele) type shear viscosity material function constitutes the apparent slip layers, i.e., zone I ($\kappa R \leq r \leq \kappa R + \delta_1$) and zone IV ($R - \delta_2 \leq r \leq R$) in Fig. 2

$$\begin{aligned} \tau_{r\theta} &= -\mu_b \left(r \frac{d(V_\theta/r)}{dr} \right) \quad \text{or} \\ \tau_{r\theta} &= -m_b \left| r \frac{d(V_\theta/r)}{dr} \right|^{n_b-1} \left(r \frac{d(V_\theta/r)}{dr} \right), \end{aligned} \quad (\text{B1})$$

where μ_b is the Newtonian viscosity and m_b and n_b are the consistency index and power-law exponent, respectively, for the power-law fluid which constitutes the apparent slip layers (zones I and IV in Fig. 2). If the wall slip behavior is different at the two walls, then there would be two different sets of parameters at the two walls, i.e., m_{b1} and n_{b1} at the inner cylinder, i.e., zone I, and m_{b2} and n_{b2} at the outer cylinder, i.e., zone IV.

The velocity distribution in the apparent slip layers, zones I and IV, is given as follows when the possible rotations of both the inner and outer cylinders of the Couette are considered

$$\frac{V_{\theta}^I(r)}{r} = \pm \left(\frac{\pm C}{m_{b1}} \right)^{s_{b1}} \frac{(\kappa R)^{-2s_{b1}}}{2s_{b1}} \left(\left(\frac{r}{\kappa R} \right)^{-2s_{b1}} - 1 \right) + \Omega_i, \quad (\text{B2a})$$

$$\frac{V_{\theta}^{IV}(r)}{r} = \pm \left(\frac{\pm C}{m_{b2}} \right)^{s_{b2}} \frac{(R)^{-2s_{b2}}}{2s_{b2}} \left(\left(\frac{r}{R} \right)^{-2s_{b2}} - 1 \right) + \Omega_o, \quad (\text{B2b})$$

where $s_{b1} = 1/n_{b1}$, $s_{b2} = 1/n_{b2}$, and n_{b1} and n_{b2} are the power law exponents of the fluid at the two apparent slip layers. The + signs are used for $\Omega_i > \Omega_o$, and – signs are used for $\Omega_i < \Omega_o$.

The slip velocities for the apparent slip case are defined at the interface between the apparent slip layer and the viscoplastic fluid, i.e., $U_S(\kappa R) = V_{\theta}^{II}(\kappa R + \delta_1) - \kappa R \Omega_i = V_{\theta}^I(\kappa R + \delta_1) - \kappa R \Omega_i$ and $U_S(R) = V_{\theta}^{III}(R - \delta_2) - R \Omega_o = V_{\theta}^{IV}(R - \delta_2) - R \Omega_o$. At the inner wall, the use of first order MacLaurin series approximations, $\left(1 + \frac{\delta_1}{\kappa R}\right)^{-2s_{b1}} \cong 1 - \frac{\delta_1}{\kappa R} 2s_{b1}$, gives

$$U_S(\kappa R) \cong - \frac{\delta_1}{(m_{b1})^{s_{b1}}} \left(\frac{C}{(\kappa R)^2} \right)^{s_{b1}} + \delta_1 \Omega_i \cong -\beta_1 (\tau_{r\theta}(\kappa R))^{s_{b1}} \quad \text{for } \Omega_i > \Omega_o, \quad (\text{B3a})$$

$$U_S(\kappa R) \cong \frac{\delta_1}{(m_{b1})^{s_{b1}}} \left(\frac{-C}{(\kappa R)^2} \right)^{s_{b1}} + \delta_1 \Omega_i \cong \beta_1 |\tau_{r\theta}(\kappa R)|^{s_{b1}} \quad \text{for } \Omega_i < \Omega_o, \quad (\text{B3b})$$

with

$$\beta_1 = \frac{\delta_1}{(m_{b1})^{s_{b1}}} \quad \text{and} \quad s_{b1} = 1/n_{b1}. \quad (\text{B3c})$$

Similarly, the slip velocity at the outer cylinder surface, $U_S(R)$, can be determined as

$$U_S(R) = \frac{\delta_2}{(m_{b2})^{s_{b2}}} \left(\frac{C}{R^2} \right)^{s_{b2}} - \delta_2 \Omega_o \cong \beta_2 (\tau_{r\theta}(R))^{s_{b2}} \quad \text{for } \Omega_i > \Omega_o, \quad (\text{B4a})$$

$$U_S(R) = \frac{-\delta_2}{(m_{b2})^{s_{b2}}} \left(\frac{-C}{R^2} \right)^{s_{b2}} - \delta_2 \Omega_o \cong -\beta_2 |\tau_{r\theta}(R)|^{s_{b2}} \quad \text{for } \Omega_i < \Omega_o, \quad (\text{B4b})$$

with

$$\beta_2 = \frac{\delta_2}{(m_{b2})^{s_{b2}}} \quad \text{and} \quad s_{b2} = 1/n_{b2}. \quad (\text{B4c})$$

The typical percent truncation errors (1—approximation/exact values) regarding the simplifications of Eqs. (B3a) and

(B4b) for the data used in our calculations were determined. The maximum truncation error in all cases was less than 0.01%. For most of the cases, the truncation error was determined to be less than 0.001%. For Newtonian slip layers, the Navier slip coefficients at the two walls of the Couette, β_1 and β_2 , become the ratios of the apparent slip layer thicknesses over the shear viscosity of the Newtonian binder, i.e., δ_1/μ_b and δ_2/μ_b , respectively. In the derivations of Eqs. (B3) and (B4), it is assumed that the apparent slip layer thickness is not affected by the flow conditions. However, as will be shown next, the slip layer thickness of the microgel is a function of the wall shear stress, requiring modifications of the definitions of the slip coefficient and the slip exponent for the apparent slip law of the microgel.

1. Apparent slip of the microgel

What are the complications involved in the characterization of the apparent slip behavior of suspensions with soft particles? One possible complication involves the time dependence of Couette flow as was observed by Divoux *et al.* [20] during start-up flow of a Carbopol microgel. Wall slip velocities were observed to undergo significant changes during very long experiments (some lasting over 45 000 s) with the transient behavior hypothesized to be related to changes in the apparent slip layer thickness due to erosion processes [21]. In our study, Couette rheometry experiments did not reveal any changes in rheological behavior with time (60 min). Compression of entrained air is another complicating factor to lead to the pressure dependence of the slip coefficient [56]. However, this should not be a factor in Couette flow of the microgel since the pressure gradients associated with centrifugal and gravitational forces are negligible.

Figures 6 and 7 indicate that the slip exponent, s_b , ranges from 1.45 to 2.11 for the plug flow region and 1.24–3.74 for the deformation region. Water would constitute the apparent slip layer for the microgel, and thus, $m_{b1} = m_{b2} = \mu_b = \mu_w$, where μ_w is the viscosity of water. If δ values were to be independent of the flow conditions, $s_{b1} = s_{b2} = s_b = 1$. Clearly, this is not the case. Meeker *et al.* [5,6] have suggested that for Carbopol microgels, consisting of closely packed swollen soft particles with modulus of elasticity of G_p , and radius R_p , apparent slip layer thickness δ would be

$$\delta = \left(\frac{\mu_w |U_s| R_p}{G_p} \right)^{1/2}. \quad (\text{B5})$$

Following Eq. (B5), Aktas *et al.* [15] have shown that the relationship between the wall shear stress, τ_w , and the wall slip velocity, U_s , is

$$|U_s| = \left(\frac{R_p}{\mu_w G_p} \right) \tau_w^2, \quad (\text{B6})$$

and the apparent slip layer thickness would be [15]

$$\delta = \left(\frac{R_p}{G_p} \right) \tau_w. \quad (\text{B7})$$

To empirically analyze the behavior observed in Figs. 6 and 7, it can be assumed that $\delta = a \tau_w^b$, [where a and b are empirical parameters and $\tau_w = \tau_{r\theta}(\kappa R)$ or $\tau_{r\theta}(R)$] so that $|U_s| = (\delta/\mu_w)\tau_w = (a \tau_w^b/\mu_w)\tau_w = a \tau_w^{b+1}/\mu_w$. Thus, for $\delta(\tau_w)$, the definitions of the slip coefficient, β , and the slip exponent, s_b , change, i.e., $\beta = a/\mu_w$ and $s_b = b + 1$. The determination of $\delta(\tau_w)$ from Figs. 6 and 7 reveals a range of behaviors depending on κ and whether the flow is plug (Fig. 16). Figure 16 shows the apparent slip layer thickness versus the wall shear stress behavior at the three gaps. For the plug flow region, the exponent $b = 0.45, 1.1,$ and 0.86 for $\kappa = 0.329, 0.749,$ and 0.933 , respectively, with $b = 0$ indicating a constant slip layer thickness and $b = 1$ indicating a linear dependence of δ on $\tau_{r\theta}(\kappa R)$ as shown in Eq. (B7). For the deformation region, $b = 2.74, 0.24,$ and 1.09 for $\kappa = 0.329, 0.749,$ and 0.933 , respectively. Thus, Fig. 16 indicates that for the narrow gaps, the relationship between δ and $\tau_{r\theta}(\kappa R)$ in the deformation range varies between a constant δ and a linear dependence of δ on $\tau_{r\theta}(\kappa R)$. However, a significantly higher exponent of $b = 2.74$ is observed at the widest gap of $\kappa = 0.329$.

Possible explanations for the observed wide range of $\delta(\tau_w)$ behaviors can be based on the expected distortions of the soft particles from spherical (under quiescent or plug flow conditions) to oblate spheroids upon the deformation of the gel at relatively high wall shear stresses, with such a distortion possibly developing differently for different gaps. The shape change of the particle would require a modification of Eq. (B5). Upon deformation, the volume of the particle would remain the same, i.e., $(4/3)\pi R_p^3 = (4/3)\pi a^2 c$, but, c , the length of the semimajor axis and a the length of the semiminor axis of the oblate spheroid would depend on the deformation history.

Another complicating factor would be the shear-induced migration of the soft particles away from high shear rate regions of the gap to lead to an increase in the apparent slip

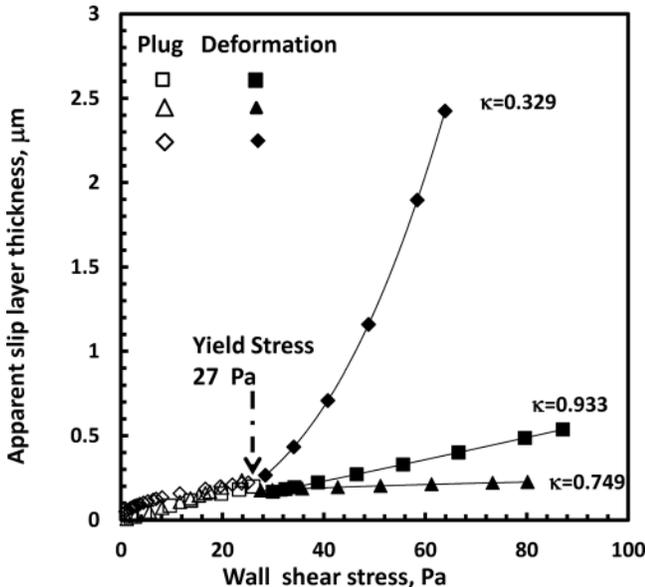


FIG. 16. Apparent slip layer thickness, δ , versus the wall shear stress in plug flow (unfilled symbols) and deformation (filled symbols) regions.

layer thickness. The mechanisms of shear-induced migration of rigid particles in Newtonian fluids are well-known [4,57,58]. Such shear-induced migration effects can exist for soft particles also [59]. Especially for large gaps, the differences in shear rates at the two walls are significant. For example, for the widest gap ($\kappa = 0.329$) and at $\Omega_i = 18$ rad/s, the shear rate experienced by the microgel is $O(10^2)$ s^{-1} at the inner wall versus zero at the outer cylinder. Thus, at the plug flow zone adjacent to the outer cylinder, there is no driving force for shear-induced migration. In contrast, at the inner wall, there exists a significant shear rate gradient, which could force the particles to move away from the high shear rate region at the inner wall, leading to $\delta_1 > \delta_2$ and to possibly contribute to the observed nonlinear increase in the slip layer thickness with the wall shear stress. At narrower gaps ($\kappa = 0.749$ and 0.933), the shear rate gradients are smaller, and consequently, the differences in the apparent slip layer thicknesses at the two walls should be smaller.

APPENDIX C: VELOCITY DISTRIBUTIONS WITH APPARENT SLIP AT BOTH WALLS ($\delta_1/\kappa R \ll 1$; $\delta_2/R \ll 1$) FOR EITHER THE INNER OR OUTER CYLINDER ROTATING OR BOTH CYLINDERS ROTATING SIMULTANEOUSLY

The schematics of the velocity distribution and designations of the flow zones for apparent slip of the viscoplastic fluid are shown in Fig. 2. Starting with $V_\theta^H(r)/r = U_s(\kappa R)/\kappa R + \Omega_i - C \int_{\kappa R + \delta_1}^r dr / (\eta(r) r^3)$, the following two cases are obtained depending on the sign of $(d/dr)(V_\theta^H(r)/r)$ with $\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = (-r(dV_\theta^H(r)/dr))$ for $\Omega_i > \Omega_o$ and $\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = (r(dV_\theta^H(r)/dr))$ for $\Omega_i < \Omega_o$

$$\frac{V_\theta^H(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \int_{\kappa R + \delta_1}^r \frac{\dot{\gamma}_{r\theta}(r) dr}{r} \quad \text{for } \Omega_i > \Omega_o, \quad (C1a)$$

$$\frac{V_\theta^H(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i + \int_{\kappa R + \delta_1}^r \frac{\dot{\gamma}_{r\theta}(r) dr}{r} \quad \text{for } \Omega_i > \Omega_o. \quad (C1b)$$

The velocity distributions for the deformation zone, i.e., for $(\kappa R) \leq r \leq \tau_o$

$$\frac{V_\theta^H(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R + \delta_1}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_0 \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \quad \text{for } \Omega_i > \Omega_o, \quad (C1c)$$

$$\frac{V_\theta^H(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R + \delta_1}^r \left[- \left(\frac{C}{r^2} + \tau_0 \right) \right]^{1/n} \frac{dr}{r} \quad \text{for } \Omega_i < \Omega_o, \quad (C1d)$$

and the plug flow velocity at $r_0 \leq r \leq R$

$$\begin{aligned} \frac{V_{\theta}^{III}(r)}{r} &= \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R + \delta_1}^{r_0} \left(\frac{C}{r^2} - \tau_0 \right)^{1/n} \frac{dr}{r} \\ &= \frac{U_s(R)}{\kappa R} + \Omega_o \quad \text{for } \Omega_i > \Omega_o, \end{aligned} \quad (C2a)$$

$$\begin{aligned} \frac{V_{\theta}^{III}(r)}{r} &= \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i + \frac{1}{m^{1/n}} \int_{\kappa R + \delta_1}^{r_0} \left[- \left(\frac{C}{r^2} + \tau_0 \right) \right]^{1/n} \frac{dr}{r} \\ &= \frac{U_s(R)}{\kappa R} + \Omega_o \quad \text{for } \Omega_i < \Omega_o. \end{aligned} \quad (C2b)$$

where $r_0 = (\pm(C/\tau_0))^{1/2}$, i.e., + is used for $\Omega_i > \Omega_o$ and - is used for $\Omega_i < \Omega_o$. The velocity distributions for the power law, Bingham, and Newtonian fluids subject to apparent wall slip at the two walls of the Couette can be obtained starting from Eq. (C1).

1. For the power law ($\tau_0=0$)

(a) For $\Omega_i > \Omega_o$

$$\frac{V_{\theta}^{II}(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i + \left(\frac{C}{m} \right)^{1/n} \frac{1}{(2/n)} \left(\frac{1}{r^{2/n}} - \frac{1}{(\kappa R)^{2/n}} \right), \quad (C3a)$$

$$C = (\kappa R)^2 m \left[\frac{\left(\Omega_i - \Omega_o + \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} - \frac{U_s(R)}{R} \right) \left(\frac{2}{n} \right)}{(1 - \kappa^2/n)} \right]^n. \quad (C3b)$$

(b) For $\Omega_i < \Omega_o$

$$\frac{V_{\theta}^{II}(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \left(\frac{-C}{m} \right)^{1/n} \frac{1}{(2/n)} \left(\frac{1}{r^{2/n}} - \frac{1}{(\kappa R)^{2/n}} \right), \quad (C3c)$$

$$C = -(\kappa R)^2 m \left[\frac{\left(-\Omega_i + \Omega_o - \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \frac{U_s(R)}{R} \right) \left(\frac{2}{n} \right)}{(1 - \kappa^2/n)} \right]^n. \quad (C3d)$$

2. For Bingham fluid ($n = 1, m = \mu$)

(a) For $\Omega_i > \Omega_o$

$$\begin{aligned} \frac{V_{\theta}^{II}(r)}{r} &= \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{\mu} \int_{\kappa R + \delta_1}^r \left(\frac{C}{r^2} - \tau_0 \right) \frac{dr}{r} \\ &\text{for } (\kappa R + \delta_1) \leq r \leq r_0 \end{aligned} \quad (C4a)$$

and $r_0 = (C/\tau_0)^{1/2}$ which becomes:

$$\frac{V_{\theta}^{II}(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{\mu} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R)^2} - \frac{1}{r^2} \right) - \tau_0 \ln \left(\frac{r}{\kappa R} \right) \right]. \quad (C4b)$$

If there is only deformation of the Bingham fluid in the Couette gap, i.e., $\tau_{r\theta}(R) > \tau_0$, then,

$$C = \left[\frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \Omega_o - \frac{U_s(R)}{R} - \frac{1}{\mu} \tau_0 \ln \kappa \right] \frac{2\mu R^2 \kappa^2}{(1 - \kappa^2)} \quad (C4c)$$

If there is also a plug flow zone in the Couette gap, i.e., $\tau_{r\theta}(R) \leq \tau_0$, then,

$$\begin{aligned} C &= \left[\frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \Omega_o - \frac{U_s(R)}{R} + \frac{1}{\mu} \tau_0 \ln \left(\frac{r_0}{\kappa R} \right) \right] \\ &\times \frac{2\mu}{\left(\frac{1}{(\kappa R)^2} - \frac{1}{r_0^2} \right)}, \end{aligned} \quad (C4d)$$

and the plug flow velocity, $V_{\theta}^{III}(r)$, then,

$$\begin{aligned} \frac{V_{\theta}^{III}(r)}{r} &= \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{\mu} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R)^2} - \frac{1}{r_0^2} \right) - \tau_0 \ln \left(\frac{r_0}{\kappa R} \right) \right] \\ &= \frac{U_s(R)}{R} + \Omega_o \quad \text{for } r_0 \leq r \leq (R - \delta_2). \end{aligned} \quad (C4e)$$

(b) For $\Omega_i < \Omega_o$

$$\begin{aligned} \frac{V_{\theta}^{II}(r)}{r} &= \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{\mu} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R)^2} - \frac{1}{r^2} \right) + \tau_0 \ln \left(\frac{r}{\kappa R} \right) \right] \\ &\text{for } (\kappa R + \delta_1) \leq r \leq r_0 \end{aligned} \quad (C4f)$$

where $r_0 = (-C/\tau_0)^{1/2}$. If there is only deformation of the Bingham fluid in the Couette gap, i.e., $|\tau_{r\theta}(R)| > \tau_0$, then,

$$C = \left[\frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \Omega_o - \frac{U_s(R)}{R} + \frac{1}{\mu} \tau_0 \ln \kappa \right] \frac{2\mu R^2 \kappa^2}{(1 - \kappa^2)}. \quad (C4g)$$

If there is also a plug flow zone in the Couette gap, i.e., $|\tau_{r\theta}(R)| \leq \tau_0$, then,

$$\begin{aligned} C &= \left[\frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \Omega_o - \frac{U_s(R)}{R} - \frac{1}{\mu} \tau_0 \ln \left(\frac{r_0}{\kappa R} \right) \right] \\ &\times \frac{2\mu}{\left(\frac{1}{(\kappa R)^2} - \frac{1}{r_0^2} \right)}, \end{aligned} \quad (C4h)$$

and the plug flow velocity, $V_{\theta}^{III}(r)$

$$\begin{aligned} \frac{V_{\theta}^{III}(r)}{r} &= \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i - \frac{1}{\mu} \left[\frac{C}{2} \left(\frac{1}{(\kappa R)^2} - \frac{1}{r_0^2} \right) + \tau_0 \ln \left(\frac{r_0}{\kappa R} \right) \right] \\ &= \frac{U_s(R)}{R} + \Omega_o \quad \text{for } r_0 \leq r \leq (R - \delta_2) \end{aligned} \quad (C4i)$$

3. For Newtonian fluid with $n = 1$ and $\mu = m$

$$\frac{V_{\theta}(r)}{r} = \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} + \Omega_i + \frac{C}{2\mu} \frac{1}{(\kappa R)^2} \left(\kappa^2 \left(\frac{R}{r} \right)^2 - 1 \right), \quad (C5a)$$

$$C = \frac{2\mu(\kappa R)^2 \left(\Omega_i - \Omega_o - \frac{U_s(R)}{R} + \frac{U_s(\kappa R)}{\kappa R} \right)}{(1 - \kappa^2)}. \quad (C5b)$$

References

[1] Jiang, T. Q., A. C. Young, and A. B. Metzner, "The rheological characterization of HPG gels: Measurement of slip velocities in capillary tubes," *Rheol. Acta* **25**, 397–404 (1986).

[2] Yoshimura, A., and R. K. Prud'homme, "Wall slip corrections for couette and parallel disk viscometers," *J. Rheol.* **32**, 53–67 (1988).

[3] Aral, B. K., and D. M. Kalyon, "Effects of temperature and surface roughness on time-dependent development of wall slip in steady torsional flow of concentrated suspensions," *J. Rheol.* **38**, 957–972 (1994).

[4] Jana, S. C., B. Kapoor, and A. Acrivos, "Apparent wall slip velocity coefficients in concentrated suspensions of noncolloidal particles," *J. Rheol.* **39**, 1123–1132 (1995).

[5] Meeker, S. P., R. T. Bonnecaze, and M. Cloitre, "Slip and flow in pastes of soft particles: Direct observation and rheology," *J. Rheol.* **48**, 1295–1320 (2004).

[6] Meeker, S. P., R. T. Bonnecaze, and M. Cloitre, "Slip and flow in soft particle pastes," *Phys. Rev. Lett.* **92**, 198302 (2004).

[7] Piau, J. M., "Carbopol gels: Elastoviscoplastic and slippery glasses made of individual swollen sponges: Meso- and macroscopic properties, constitutive equations and scaling laws," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **144**, 1–29 (2007).

[8] Ahuja, A., G. Zyliftari, and J. F. Morris, "Yield stress measurements of cyclopentane hydrate slurry," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **220**, 116–125 (2015).

[9] Lawal, A., and D. M. Kalyon, "Analysis of nonisothermal screw extrusion processing of viscoplastic fluids with significant back flow," *Chem. Eng. Sci.* **54**, 999–1013 (1999).

[10] Kalyon, D. M., "Apparent slip and viscoplasticity of concentrated suspensions," *J. Rheol.* **49**, 621–640 (2005).

[11] Kalyon, D. M., "An analytical model for steady coextrusion of viscoplastic fluids in thin slit dies with wall slip," *Polym. Eng. Sci.* **50**, 652–664 (2010).

[12] Kalyon, D. M., and M. Malik, "Axial laminar flow of viscoplastic fluids in a concentric annulus subject to wall slip," *Rheol. Acta* **51**, 805–820 (2012).

[13] Ferrás, L. L., J. M. Nóbrega, and F. T. Pinho, "Analytical solutions for Newtonian and inelastic non-Newtonian flows with wall slip," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **175–176**, 76–88 (2012).

[14] Pérez-González, J., J. J. López-Durán, B. M. Marín-Santibáñez, and F. Rodríguez-González, "Rheo-PIV of a yield-stress fluid in a capillary with slip at the wall," *Rheol. Acta* **51**, 937–946 (2012).

[15] Aktas, S., D. M. Kalyon, B. M. Marín-Santibáñez, and J. Pérez-González, "Shear viscosity and wall slip behavior of a viscoplastic hydrogel," *J. Rheol.* **58**, 513–535 (2014).

[16] Ortega-Avila, J. F., J. Pérez-González, B. M. Marín-Santibáñez, F. Rodríguez-González, S. Aktas, M. Malik, and D. M. Kalyon, "Axial annular flow of a viscoplastic microgel with wall slip," *J. Rheol.* **60**, 503–515 (2016).

[17] Bonn, D., and M. M. Denn, "Yield stress fluids slowly yield to analysis," *Science* **324**, 1401–1402 (2009).

[18] Budtova, T. V., V. P. Budtov, P. Navard, and S. Y. Frenkel, "Rheological properties of highly swollen hydrogel suspensions," *J. Appl. Polym. Sci.* **52**, 721–726 (1994).

[19] Coussot, P., L. Tocquer, C. Lanos, and G. Ovarlez, "Macroscopic vs. local rheology of yield stress fluids," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **158**, 85–90 (2009).

[20] Divoux, T., C. Barentin, and S. Manneville, "From stress-induced fluidization processes to Herschel-Bulkley behaviour in simple yield stress fluids," *Soft Matter* **7**, 8409–8418 (2011).

[21] Divoux, T., D. Tamarii, C. Barentin, S. Teitel, and S. Manneville, "Yielding dynamics of a Herschel-Bulkley fluid: A critical-like fluidization behaviour," *Soft Matter* **8**, 4151–4164 (2012).

[22] Couette, M., "Etudes sur le frottement des liquides," *Ann. Chim. Phys.* **6**, 433–510 (1890).

[23] Baudez, J., S. Rodts, X. Chateau, and P. Coussot, "New technique for reconstructing instantaneous velocity profiles from viscometric tests: Application to pasty materials," *J. Rheol.* **48**, 69–82 (2004).

[24] Chatzimina, M., G. Georgiou, and A. Alexandrou, "Wall shear rates in circular couette flow of a Herschel-Bulkley fluid," *Appl. Rheol.* **19**, 34288 (2009).

[25] Wu, Y.-H., and K.-F. Liu, "Formulas for calibration of rheological parameters of bingham fluid in couette rheometer," *J. Fluid Mech.* **137**, 041202 (2015).

[26] Estellé, P., C. Lanos, and A. Perrot, "Processing the Couette viscometry data using a Bingham approximation in shear rate calculation," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **154**, 31–38 (2008).

[27] Lacaze, L., A. Filella, and O. Thual, "Steady and unsteady shear flows of a viscoplastic fluid in a cylindrical Couette cell," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **220**, 126–136 (2015).

[28] Krieger, I. M., "Shear rate in the Couette viscometer," *Trans. Soc. Rheol.* **12**, 5–11 (1968).

[29] Yang, T., and I. Krieger, "Comparison of methods for calculating shear rates in coaxial viscometers," *J. Rheol.* **22**, 413–421 (1978).

[30] Darby, R., "Couette viscometer data reduction for materials with a yield stress," *J. Rheol.* **29**, 369–378 (1985).

[31] Yeow, Y. L., W. C. Ko, and P. P. Tang, "Solving the inverse problem of Couette viscometry by Tikhonov regularization," *J. Rheol.* **44**, 1335–1351 (2000).

[32] Ancey, C., "Solving the Couette inverse problem using a wavelet-vaguelette decomposition," *J. Rheol.* **49**, 441–460 (2005).

[33] De Hoog, F., and R. Anderssen, "Regularization of first kind integral equations with application to Couette viscometry," *J. Integr. Equations Appl.* **18**, 249–265 (2006).

[34] Yeow, Y. L., B. Choon, L. Karniawan, and L. Santoso, "Obtaining the shear rate function and the slip velocity function from Couette viscometry data," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **124**, 43–49 (2004).

[35] Mooney, M., "Explicit formulas for slip and fluidity," *J. Rheol.* **2**, 210–222 (1931).

[36] Coussot, P., "Yield stress fluid flows: A review of experimental data," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **211**, 31–49 (2014).

- [37] Baudonnet, L., J. L. Grossiord, and F. Rodriguez, "Effect of dispersion stirring speed on the particle size distribution and rheological properties of three carbomers," *J. Dispers. Sci. Technol.* **25**, 183–192 (2004).
- [38] Holenberg, Y., O. M. Lavrenteva, U. Shavit, and A. Nir, "Particle tracking velocimetry and particle image velocimetry study of the slow motion of rough and smooth solid spheres in a yield-stress fluid," *Phys. Rev. E* **86**, 066301 (2012).
- [39] Poumaere, A., M. Moyers-González, C. Castelain, and T. Burghelea, "Unsteady laminar flows of a Carbopol[®] gel in the presence of wall slip," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **205**, 28–40 (2014).
- [40] Martin, P. J., D. I. Wilson, and P. E. Bonnett, "Rheological study of a talc-based paste for extrusion-granulation," *J. Eur. Ceram. Soc.* **24**, 3155–3168 (2004).
- [41] Bonnecaze, R. T., and M. Cloitre, *Micromechanics of Soft Particle Glasses, High Solid Dispersions* (Springer, Berlin, 2010).
- [42] Yaras, P., D. M. Kalyon, and U. Yilmazer, "Flow instabilities in capillary flow of concentrated suspensions," *Rheol. Acta* **33**, 48–59 (1994).
- [43] Sperling, L. H., *Introduction to Physical Polymer Science* (Wiley, Hoboken, NJ, 2005).
- [44] Guo, J.-H., "Carbopol polymers for pharmaceutical drug delivery applications," *Drug Dev. Delivery* **3**, 1–4 (2003).
- [45] Henning, W. H., A. Izuka, and M. E. De Rosa, "Experimental observation of the molecular weight dependence of the critical exponents for the rheology near the gel point," *Polym. Gels Networks* **2**, 239–245 (1994).
- [46] Atapattu, D. D., R. P. Chhabra, and P. H. T. Uhlherr, "Creeping sphere motion in Herschel-Bulkley fluids: flow field and drag," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **59**, 245–265 (1995).
- [47] Ovarlez, G., Q. Barral, and P. Coussot, "Three-dimensional jamming and flows of soft glassy materials," *Nat. Mater.* **9**, 115–119 (2010).
- [48] Blanc, F., F. Peters, and E. Lemaire, "Local transient rheological behavior of concentrated suspensions," *J. Rheol.* **55**, 835–854 (2011).
- [49] Serrano-Aguilera, J. J., L. Parras, C. del Pino, and F. J. Rubio-Hernandez, "Rheo-PIV of Aerosil[®] R816/polypropylene glycol suspensions," *J. Non-Newtonian Fluid Mech.* **232**, 22–32 (2016).
- [50] Rodríguez-González, F., J. Pérez-González, L. de Vargas, and B. M. Marín-Santibáñez, "Rheo-PIV analysis of the slip flow of a metallocene linear low-density polyethylene melt," *Rheol. Acta* **49**, 145–154 (2010).
- [51] Wereley, S. T., and C. D. Meinhart, "Second-order accurate particle image velocimetry," *Exp. Fluids* **31**, 258–268 (2001).
- [52] Seth, J. R., M. Cloitre, and R. T. Bonnecaze, "Influence of short-range forces on wall-slip in microgel pastes," *J. Rheol.* **52**, 1241–1268 (2008).
- [53] Durlofsky, L. J., and J. F. Brady, "Dynamic simulation of bounded suspensions of hydrodynamically interacting particles," *J. Fluid Mech.* **200**, 39–67 (1989).
- [54] Bilodeau, R. R., and D. W. Bousfield, "Shear-thinning predictions from particle motion modeling," *J. Rheol.* **42**, 743–764 (1998).
- [55] Ahuja, A., and A. Singh, "Slip velocity of concentrated suspensions in Couette flow," *J. Rheol.* **53**, 1461–1485 (2009).
- [56] Tang, H. S., and D. M. Kalyon, "Time-dependent tube flow of compressible suspensions subject to pressure dependent wall slip: Ramifications on development of flow instabilities," *J. Rheol.* **52**, 1069–1090 (2008).
- [57] Gadala-Maria, F., and A. Acrivos, "Shear-induced structure in a concentrated suspension of solid spheres," *J. Rheol.* **24**, 799–814 (1980).
- [58] Leighton, D., and A. Acrivos, "The shear-induced migration of particles in concentrated suspensions," *J. Fluid Mech.* **181**, 415–439 (1987).
- [59] Chen, Y. L., "Inertia-and deformation-driven migration of a soft particle in confined shear and Poiseuille flow," *RSC Adv.* **4**, 17908–17916 (2014).

COUETTE FLOW OF A YIELD-STRESS FLUID WITH SLIP AS STUDIED BY RHEO-PIV

ESTEBAN F. MEDINA-BAÑUELOS¹, BENJAMÍN M. MARÍN-SANTIBÁÑEZ¹, JOSÉ PÉREZ-GONZÁLEZ^{2*}, FRANCISCO RODRÍGUEZ-GONZÁLEZ³

¹Sección de Estudios de Posgrado e Investigación, Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 8, Col. Lindavista, C.P. 07738, Ciudad de México, México

²Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 9, Col. Lindavista, C.P. 07738 Ciudad de México, México

³Departamento de Biotecnología, Centro de Desarrollo de Productos Bióticos, Instituto Politécnico Nacional, Col. San Isidro, C.P. 62731, Yauatepec, Morelos, México

*Corresponding author: jpg@esfm.ipn.mx

Received: 18.5.2017, Final version: 19.7.2017

ABSTRACT:

The Couette flow of a model yield-stress fluid with slip at the walls, a 0.12 % Carbopol[®] 940 microgel, was analyzed in this work by simultaneous rheometrical and particle image velocimetry measurements (Rheo-PIV). The Rheo-PIV technique was first tested in the analysis of the Couette flow of a Newtonian fluid and then used to determine the velocity and shear rate distributions of the microgel across gap. A reliable and full description of the different flow regimes occurring in the steady Couette flow of yield-stress fluids with slip at the rheometer walls was obtained, which includes rigid body-like motion at stresses below the yield one, rigid body-like motion and shear flow at stresses above the yield one, as well as pure shear flow once the shear stress at the outer cylinder overcomes the yield value. Slip occurred at both cylinders, which were made up of hydrophobic (inner) and hydrophilic (outer) materials, respectively. The slip velocity values measured at both walls increased along with the shear stress and the trends of these dependencies deviated from the predictions of the hydrodynamic and elasto-hydrodynamic lubrication mechanisms of slip in the flow of soft deformable particle dispersions [1]. Besides, the yield stress was determined with good accuracy from the velocity profiles, as well as the location of the yielded and non-yielded regions for each flow condition. Finally, the consistency of the obtained velocity profiles was tested by comparison with a theoretical prediction for the Couette flow problem of a Herschel-Bulkley fluid without slip.

KEY WORDS:

Couette flow, yield-stress fluids, microgels, slip, particle image velocimetry, surface effects

1 INTRODUCTION

Torsional or rotational rheometers are widely used for measuring the rheological properties of yield-stress fluids. Among this sort of rheometers, one of the most used to analyze low-viscosity fluids is the concentric cylinders or circular Couette rheometer. However, when dealing with yield-stress or viscoplastic fluids the existence of slip at solid boundaries of a rheometer must be of concern. The slip at solid boundaries has been one of the main problems in the characterization of yield-stress fluids, since it complicates the determination of both, a reliable yield stress value and a faithful

description of the overall flow behavior [2–4]. Moreover, slip may occur at both walls in rotational rheometers, which further complicates the rheological measurements. Even linear viscoelastic measurements at shear stresses below the yield point may be affected by slip [3], but its presence is not evident by inspection of a single flow curve.

Buscall [2] has emphasized the relevance of slip in the characterization of disperse systems, since it is, along with a yield stress, an intrinsic feature of this sort of systems. Also, different authors have drawn attention to some problems and limitations encountered in the rheological characterization of yield-stress fluids [2,

3, 5], which are more difficult to address without appealing to the knowledge of the flow kinematics [6]. The influence of slip is often neglected in the characterization of yield-stress fluids or it is sometimes simply assumed to be suppressed by using milled, serrated or textured surfaces in rheometers. Then, prominently textured geometries are often used, which may result in undesirable effects as inaccurate measurement of the dynamic variables, fracture of the sample or the appearance of shear banding across the gap, as commonly encountered with suspensions of rigid particles [7, 8]. Very recently, Cloitre and Bonnecaze [9] have reviewed the wall slip phenomenon in high solid dispersions. These authors discussed the ways to detect wall slip, the influence of the type of shearing surfaces and its negative/positive effects in rheometry as well as in natural and industrial processes. In addition, Cloitre and Bonnecaze revised the methods to avoid or correct wall slip and the effects that surface texture may have on the flow behavior of concentrated yield-stress materials.

Apart from the relevance of a proper evaluation of slip in rheometrical measurements and flow applications of yield-stress fluids, there are still open questions regarding the overall flow behavior of yield-stress fluids that deserve attention, as for example the location of the yielding surfaces, the measurement of the yield stress in the presence of wall slip as well as the consistency of existing numerical solutions for flow problems with slip.

Recently, the use of velocimetry techniques has brought new light on the behavior of yield-stress fluids under flow, since they may be useful to locate yielded and non-yielded regions, as well as to describe the velocity distributions and true shear rates in a given flow cell. The different microscopic techniques used to detect slip in high solid dispersions have been recently reviewed by Cloitre and Bonnecaze [9]. In particular, magnetic resonance imaging (MRI) techniques and ultrasound Doppler velocimetry (UDV) have been utilized to study the flow of nontransparent pasty materials [10–20]. For transparent viscoplastic materials, optical techniques as laser Doppler velocimetry and PIV have also been utilized to describe their kinematics in Couette and Poiseuille flows [3, 21, 22].

As stated by Magnin and Piau [6], it is “unthinkable to carry out rheometrical tests on yield stress fluids without monitoring the real kinematic field, which can differ considerably from the theoretical kinematic field deduced from the movement of the mechanical parts”. Thus, in this work we present a detailed analysis of the Couette flow of a model yield-stress fluid, a 0.12 % Carbopol® 940 microgel with slip at the walls. The aim of the work was to obtain a reliable and full description of the different flow regimes occurring in the steady Cou-

ette flow of yield-stress fluids, with a focus on the slip occurring at the rheometer walls. With this purpose, we have used rheometrical measurements along with the particle image velocimetry technique (Rheo-PIV) to obtain the velocity and shear rate distributions across gap. Rheo-PIV measurements are robust and allow the determination of the true flow curve irrespective of the gap size or the existence of slip at solid boundaries. The Rheo-PIV technique to analyze the Couette flow was first tested with a Newtonian fluid. Then, by following this approach we obtained a description of the different flow regimes occurring in the steady Couette flow of yield-stress fluids with slip at the rheometer walls, namely, rigid body-like motion at stresses below the yield one, rigid body-like motion and shear flow at stresses above the yield one, as well as pure shear flow once the shear stress at the outer cylinder overcomes the yield value. The slip behavior at both cylinders is discussed in terms of the influence of the type of shearing surface according to the hydrodynamic and elastohydrodynamic lubrication mechanisms of slip in the flow of soft deformable particle dispersions proposed by Seth et al. [1]. Besides, the yield stress was determined from the velocity profiles, as well as the location of the yielded and non-yielded regions for each flow condition. Finally, we tested the consistency of the obtained velocity profiles with the solution proposed by Chatzimina et al. [23] for the Couette flow of Herschel-Bulkley fluids without slip.

2 THEORY OF CIRCULAR COUETTE FLOW

Several approaches have been proposed for the solution of the concentric cylinders Couette flow problem with small and large gaps for different types of fluids and neglecting slip effects [24–34]. Nevertheless, in the absence of a priori knowledge of the constitutive behavior of the fluid, determination of the flow kinematics, namely, the shear rate and the velocity distribution across the gap, from data measured in a Couette rheometer is an ill posed problem whose solution necessitates the evaluation of an integral equation. In the particular case of yield-stress fluids different methodologies have been implemented to solve the inverse problem and to obtain the flow curve using Couette rheometers without wall slip [25–27, 31–34] as well as with wall slip [35]. In order to overcome this limitation, narrow gap Couette rheometers are used in practice since they allow the determination of an approximately constant average shear rate through the gap, irrespective of the constitutive equation of the fluid. Also, the Couette flow problem for yield-stress fluids without slip has been solved numerically assuming a constitutive be-

havior [23, 36], a Herschel-Bulkley's one in most cases, to obtain a description of the flow kinematics across the gap. However, such approaches require validations that in most cases are not provided, which may lead to draw misleading conclusions. In this work, we tested the consistency of the obtained velocity profiles by comparison with the solution of the Couette flow problem of Herschel-Bulkley fluids without slip proposed by Chatzimina et al. [23].

The problem of torsional flow between two concentric cylinders or circular Couette flow is analyzed in this work (see Figure 1). The flow cell consists of two cylinders with radii R_i and R_o and radii ratio $\kappa = R_i/R_o$. The inner cylinder, having a length L is considered to rotate at an angular velocity ω meanwhile the outer cylinder is static. The motion equations are solved in cylindrical coordinates assuming that a) the flow is steady (creeping flow conditions), laminar and isothermal, b) the flow is axisymmetric with negligible end effects, c) there is not influence of gravity, d) the fluid is incompressible, and e) the no-slip boundary condition at the cylinders walls holds [37]. With these considerations, the only component of the velocity field different from zero is given by $v_\theta = v_\theta(r)$ and the integration of the θ -component of the momentum equation gives:

$$\tau_{r\theta} = \frac{c}{r^2} \tag{1}$$

Where $c = M/2\pi L$ is obtained from a torque balance in the inner cylinder M is the applied torque and L the length of the rotating cylinder. Thus, the shear stress $\tau_{r\theta}$, independent of the type of fluid is given by:

$$\tau_{r\theta} = \frac{M}{2\pi r^2 L} \tag{2}$$

On the other hand, the shear rate $\dot{\gamma}_{r\theta}$ is given by:

$$\dot{\gamma}_{r\theta} = -r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \tag{3}$$

For a Newtonian fluid, the constitutive equation is:

$$\tau_{r\theta} = -\mu \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) \tag{4}$$

Considering the established boundary conditions, the velocity distribution $v_\theta(r)$ for a Newtonian fluid in a circular Couette rheometer is calculated as:

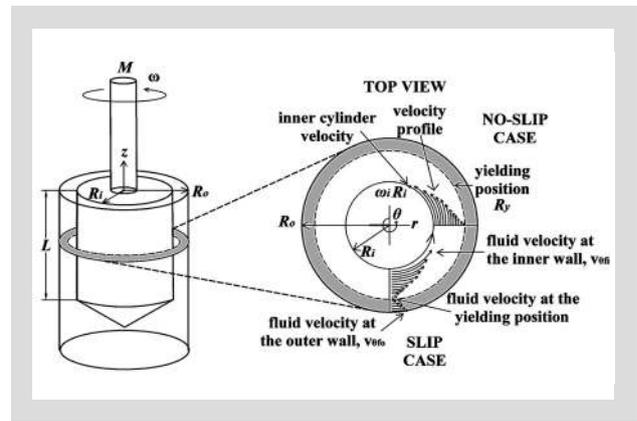


Figure 1: Schematic representation of the Couette flow between two concentric cylinders with radii R_i and R_o , respectively, and ratio $\kappa = R_i/R_o$. The inner cylinder, of length L , rotates at an angular velocity ω meanwhile the outer cylinder is static. The enlargement shows a top view of the flow field of a yield-stress fluid in the gap for a) no-slip and b) slip cases. The dashed line indicates the radial position R_y limiting the yielded and non-yielded regions.

$$v_\theta(r) = \frac{\omega \kappa R_o}{\left(\frac{1}{\kappa} - \kappa\right)} \left[\frac{R_o}{r} - \frac{r}{R_o} \right] \tag{5}$$

The velocity distribution in Equation 5 may be approached to a linear velocity profile throughout the gap for $0.92 < \kappa < 1$, otherwise errors are introduced by using this equation [38]. For a Herschel-Bulkley fluid, which is of interest to this work, the constitutive equation in scalar form is given by:

$$\begin{aligned} \dot{\gamma}_{r\theta} &= 0 & \text{for } \tau_{r\theta} \leq \tau_y \\ \tau_{r\theta} &= \tau_y + m \dot{\gamma}_{r\theta}^n & \text{for } \tau_{r\theta} > \tau_y \end{aligned} \tag{6}$$

In which τ_y is the yield stress, m is the consistency index, and n is the power-law exponent. Equation 6 may be rewritten in a dimensionless form using the following variables $\rho = r/R_i$, $V = v_\theta/\omega R_i$, $Y = \dot{\gamma}_{r\theta}/\omega$, and $T = \tau_{r\theta}/\tau_y$ as [23]:

$$\begin{aligned} Y &= 0 & \text{for } T \leq 1 \\ T(Y) &= 1 + \frac{1}{Bn} Y^n & \text{for } T > 1 \end{aligned} \tag{7}$$

and

$$Y(\rho) = Bn^{1/n} \left(\frac{c}{\rho^2} - 1 \right)^{1/n} \tag{8}$$

Where $Bn = \tau_y/m\omega^n$ is the dimensionless Bingham number. In addition

$$\dot{\gamma}_{r\theta}(r) = -r \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) = -\frac{\omega}{\rho} \frac{\partial}{\partial \rho} \left(\frac{V(\rho)}{\rho} \right) = \omega Y(\rho) \tag{9}$$

yields therefore:

$$Y(\rho) = -\rho \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{V(\rho)}{\rho} \right) = Bn^{1/n} \left(\frac{c}{\rho^2} - 1 \right)^{1/n} \quad (10)$$

Finally, integration of Equation 10 from 1 to ρ and considering the no-slip boundary condition provides an expression for the dimensionless velocity profile $V(\rho)$ inside the Couette cell irrespective of the gap size as:

$$V(\rho) = \left[1 - Bn^{1/n} \int_1^\rho \frac{1}{\rho'} \left(\frac{c}{\rho'^2} - 1 \right)^{1/n} d\rho' \right] \rho \quad (11)$$

And for the shear rate at the inner cylinder ($\rho = 1$):

$$Y(1) = Bn^{1/n} (c-1)^{1/n} \quad (12)$$

Two different situations are considered for the flow of a yield-stress fluid without slip at the wall [23], the first one corresponds to partial shearing in which the fluid has yielded in a region $1 \leq \rho < \rho_y$, where $\rho_y = R_y/R_i$ is the yielding position (see the no-slip case in Figure 1). In this case, both the shear rate and the velocity become zero at $\rho = \rho_y$, then $c = \rho_y^2$ and the velocity distribution in the region $1 \leq \rho < \rho_y$ takes the form:

$$V(\rho) = \left[1 - Bn^{1/n} \int_1^\rho \frac{1}{\rho'} \left(\frac{\rho_y^2}{\rho'^2} - 1 \right)^{1/n} d\rho' \right] \rho \quad \text{for } 1 < \rho < \rho_y \quad (13)$$

With $Bn^{1/n}$ given as:

$$Bn^{1/n} = \frac{1}{\int_1^{\rho_y} \frac{1}{\rho} \left(\frac{\rho_y^2}{\rho^2} - 1 \right)^{1/n} d\rho} \quad (14)$$

The second case corresponds to a situation in which all the fluid in the gap is exposed to shear flow, in such a case the angular velocity becomes zero at the outer cylinder ($\rho_1 = R_o/R_i$) and the velocity distribution in the region between $1 \leq \rho \leq \rho_1$ is given by Equation 13 with $Bn^{1/n}$ given by:

$$Bn^{1/n} = \frac{1}{\int_1^{\rho_1} \frac{1}{\rho} \left(\frac{c}{\rho^2} - 1 \right)^{1/n} d\rho} \quad (15)$$

The minimum $Bn^{1/n}$ for which all the fluid in the gap is under flow ($Bn_{crit}^{1/n}$) corresponds to $c = \rho_1^2$, then:

$$(Bn_{crit}^{1/n})^{1/n} = \frac{1}{\int_1^{\rho_1} \frac{1}{\rho} \left(\frac{\rho_1^2}{\rho^2} - 1 \right)^{1/n} d\rho} \quad (16)$$

Finally, considering that yield-stress fluids are very prone to slip at solid boundaries, another flow regime consisting of pure rigid body-like motion $v_\theta(r) = r\omega$ must be considered for $\tau_{r\theta} \leq \tau_y$ to describe the true flow kinematics, as well as the corresponding slip velocities v_{si} and v_{so} at the inner and outer cylinder, respectively, which are defined as:

$$v_{si} = v_{\theta Ri} - v_{\theta fi} \quad (17)$$

$$v_{so} = v_{\theta fo} \quad (18)$$

Where $v_{\theta Ri}$ is the velocity of the rotating cylinder and $v_{\theta fi}$ and $v_{\theta fo}$ are the fluid velocities at the inner and outer cylinder, respectively, which were calculated by extrapolation of the velocity profile to each wall. Note that Equation 17 corresponds to the Money's assumption to calculate the slip velocity [39, 40].

2 EXPERIMENTAL

The model fluid analyzed in this work was a microgel prepared by dissolving 0.12 % by weight of Carbopol® 940 (Lubrizol Company) in distilled water. Carbopol® microgels are well known to behave as simple yield-stress fluids, i. e. they do not exhibit thixotropy [41, 42]. Hollow glass spheres (Potters Industries) with an average diameter of 10 μm and a specific gravity of 1.1 ± 0.05 were added at a concentration of 0.12 wt.% to serve as velocity tracers. The pH of the solution containing the tracer particles was controlled with a 5N NaOH aqueous solution up to obtain the microgel with $\text{pH} = 7.04 \pm 0.02$. Once prepared, microgel samples were kept under quiescent conditions at ambient temperature for one day prior to Couette flow experiments in which only fresh samples were utilized. All the details regarding the sample preparation, the influence of tracer particles on the rheological behavior of the microgel, the evaluation of possible thixotropy and sedimentation effects as well as the linear viscoelastic behavior for this microgel are discussed elsewhere [22].

Rheometrical measurements were carried out at $25 \pm 1^\circ\text{C}$ by using a controlled stress rheometer UDS 200 (Paar Physica) with a Couette cell. The rotating inner

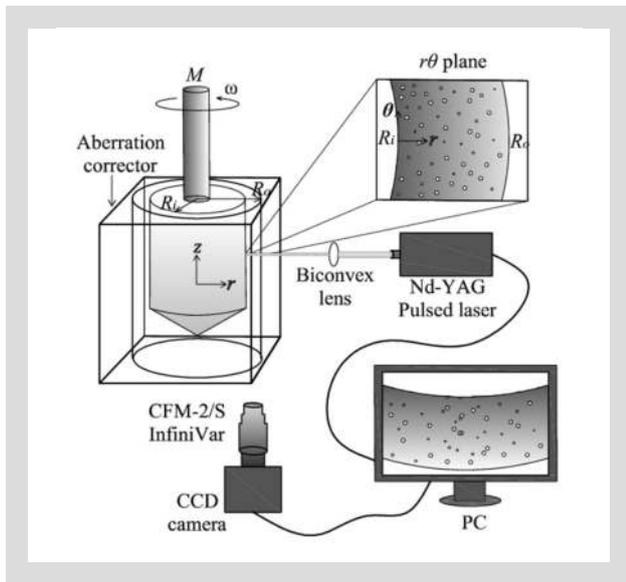


Figure 2: Schematic representation of the PIV set up for the Couette flow.

cylinder was a DIN type one made up of black painted aluminum (to avoid spurious light reflections) with radius, R_i of 13.8 mm and two cups were constructed of borosilicate glass with internal radius R_o of 15 mm and 18.65 mm, respectively, which gave two different radii ratios of $\kappa = R_i/R_o = 0.92$ and 0.74 , respectively. The flow behavior was analyzed via slow shear stress ramps making sure that a steady state was reached for each imposed shear stress. Also, rheometrical measurements were performed by using a parallel-plate geometry of 50 mm in diameter, whose surfaces were covered with sand paper #150 mesh size to suppress slip and for the purpose of comparison.

End effects are often neglected in the calculation of the shear stress at the rotating cylinder of a Couette cell. In this work, the shear stresses were corrected by following the analysis presented by Macosko [38]. For a DIN type rotating cylinder (see Figure 1) the true torque M is given by $M = M_{cc} + M_{cp}$, where M_{cc} is the contribution to the torque by the cylindrical part of the bob and M_{cp} is the corresponding to the conical part. Thus, the corrected shear stress at the inner cylinder is given by:

$$\tau_{R_i} = \frac{M}{2\pi L R_i^2 C_L} \quad (19)$$

where C_L is the end effect correction factor. The C_L values for our geometry were calculated by comparison with the data obtained for a Newtonian fluid of known viscosity, Glycerol (0.91 Pas) in this case (see below). The C_L values obtained were 1.1 and 1.12 for $\kappa = 0.92$ and 0.74 , respectively. Finally, all the data for the microgel were corrected by using this factor, namely 1.12 for $\kappa = 0.74$. This may still give some uncertainty when computing the shear stress for the non-Newtonian fluid (microgel), but it is certainly decreased as compared to the case

where no correction is applied. Note in addition that, according with Equation 5 this correction does not affect the kinematic data.

The study of the flow kinematics in the Couette cell (Figure 2) was performed by using a two-dimensional PIV system from Dantec Dynamics as described by Pérez-González et al. [21]. The PIV system consisted of a high-speed and high-sensitivity HiSense MKII charge coupled device (CCD) camera, two coupled Nd:YAG lasers (50 mJ and 532 nm), and the Dantec Dynamic Studio 2015a software. A continuously focusable video microscope InfiniVar CFM-2/S was attached to the CCD camera to increase the spatial resolution. The PIV data were collected in the $r\theta$ plane at an axial position of $z = 5$ mm above the onset of the conical part of the bob, which was sufficiently far away from its tip. An aberration corrector made up of borosilicate glass and filled with Glycerol (USP grade, Drogueria Cosmopolita) surrounded the whole cell in order to eliminate lens effects on the PIV images. Finally, both the rheometer and the flow cell were maintained in a room with controlled temperature and variations in the temperature of the fluid were at most 1.0°C .

On the other hand, the analysis of the velocity maps in a curved flow region can be carried out in different ways. For example, Blanc et al. [43] computed the radial and azimuthal components of the velocity field, namely v_r and v_θ , and averaged them over θ . A different approach was followed by Serrano-Aguilera et al. [44] in which the authors made a transformation of the annular region, $r\theta$ coordinates, into a rectangle in the xy plane. Since we are interested in the velocity distribution across the gap, in this work we have followed a much simpler approach consisting on the selection of the velocity profile at a fixed $\theta = 0$ for which $v_r \sim 0$. Thus, series of 50 image pairs were obtained for each flow condition and all the image pairs were correlated to obtain the corresponding velocity maps. Then, the 50 velocity maps were averaged in time to obtain a single one from which the velocity profile was obtained for the desired azimuthal position. In all the velocity profiles reported in this work $v_r/v_\theta \sim O(10^{-3})$ and the uncertainty in the velocity data corresponds to the standard deviation of the 50 profiles. An additional analysis of the velocity data by using 95 % confidence intervals determined according to Student's t-distribution ($N = 50$) was also performed, which resulted in smaller uncertainties than those reported here.

At last, before using the Rheo-PIV approach to analyze the Couette flow of the yield-stress model fluid, the experimental procedure and analysis were tested to describe the flow of a Newtonian fluid, pure Glycerol (USP grade, Drogueria Cosmopolita), in the narrow Couette cell ($\kappa = 0.92$)

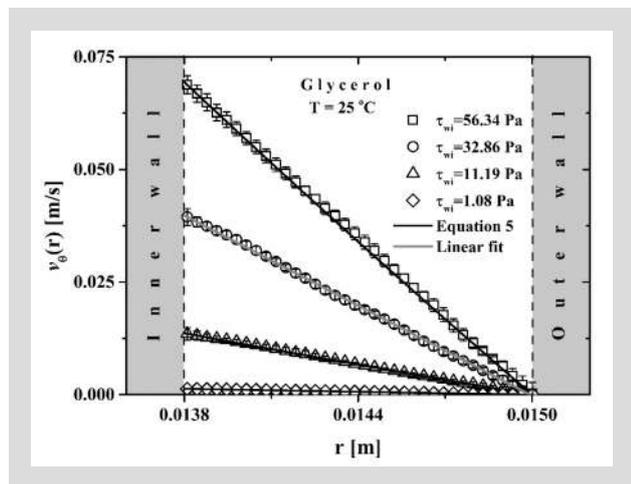


Figure 3: Velocity profiles of pure Glycerol inside the gap ($\kappa = 0.92$) along with those predicted by Equation 5 for the different imposed shear stresses. A linear fit was included to show that velocity distribution may be approached to a linear one for $0.92 < \kappa < 1$.

3 RESULTS AND DISCUSSION

3.1 TESTING OF THE RHEO-PIV TECHNIQUE WITH A NEWTONIAN FLUID IN COUETTE FLOW

The velocity profiles inside the gap along those predicted by Equation 5 for pure Glycerol are displayed in Figure 3 for the different imposed shear stresses. As can be seen from Figure 3 measured velocity profiles and those predicted by Equation 5 are in excellent agreement. Note in addition that the shape of velocity profiles approaches to a linear one, which shows that the narrow gap approximation is valid for the $\kappa = 0.92$ value used in this work [38]. On the other hand, the rheometrical flow curve obtained for Glycerol is shown in Figure 4 accompanied by that resulting from the calculation of the shear rates from the velocity profiles using Equation 3. For this, the derivative was computed by a central difference approximation and the shear stress corresponding to each radial position was obtained by using Equation 2. Figure 4 shows that the flow curve reconstructed from the velocity profiles agrees very well with the rheometrical one; the maximum difference in viscosity calculated between both sets of data was 1%, which validates our rheo-PIV approach to the study of the Couette flow.

3.2 RHEOMETRY OF THE MICROGEL

The flow curves of the microgel obtained with the Couette ($\kappa = 0.92$ and 0.74) and parallel-plate geometries are shown in Figure 5 along with the flow curve obtained from PIV measurements. Clearly, the rheometrical flow curves differ from each other for $\tau_{r\theta} < \tau_y$. Notably, the Couette flow curves display higher shear rates than the parallel-plate one and the shear rate increases with decreasing the gap size. This indicates the presence of slip in the Couette cell. In contrast, slip

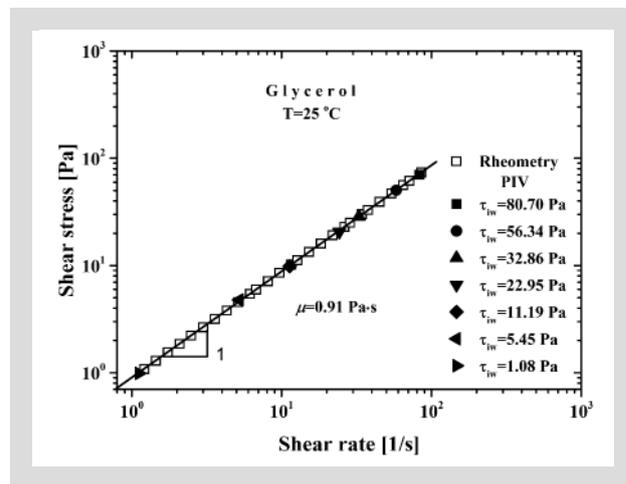


Figure 4: Rheometrical and PIV flow curves obtained for pure Glycerol in a Couette rheometer ($\kappa = 0.92$).

seems to be suppressed by using the sand paper in the parallel-plate geometry (these facts will be corroborated in the next section). Finally, for $\tau_{r\theta} > \tau_y$ the different flow curves seem to collapse into a single one, a fact that evidences the predominance of shear over slip flow, namely, the predominance of bulk over interfacial interactions at high shear stresses (see for example [21]). Cloitre and Bonnecaze [9] have described this sort of flow curves for a concentrated microgel suspension in a parallel plate geometry as indicative of the presence of slip and consisting of three flow regimes in the order of increasing stress, namely, full slip, intermediate and bulk flow. Such flow curves resulted from the use of different surfaces of the plates, hydrophobic (polymer) and hydrophilic (glass). In this work, however, since the type of surfaces in the Couette cell were not changed, the differences in the flow curves are due to the different gap sizes. In other words, different gap sizes have similar effect as that of changing the type of surface, namely, they result in different slip velocities. This is an interesting issue that remains to be explored.

3.3 PIV OF THE MICROGEL AND SLIP IN THE COUETTE CELL

The velocity profiles $v_\theta = v_\theta(r)$ in the Couette cell ($\kappa = 0.74$) for different shear stress values at the inner cylinder τ_{iw} are shown in Figure 6. It may be seen that the profiles do not show any development. Instead, in all the cases the velocity is an increasing function of the radial position with ω as slope. Therefore, for the flow conditions shown in Figure 6 the shear rate given by Equation 3 has a zero value, in agreement with a rigid body-like motion or the absence of shear flow. This behavior clearly shows that the fluid has a yield stress and that the applied stress lies below the yield value. Note in addition that the velocity profiles exhibit non-zero relative velocity values at both cylinders, i. e. the tangential velocity of the inner cylinder is higher than the measured velocity at the wall, meanwhile the velocity at the

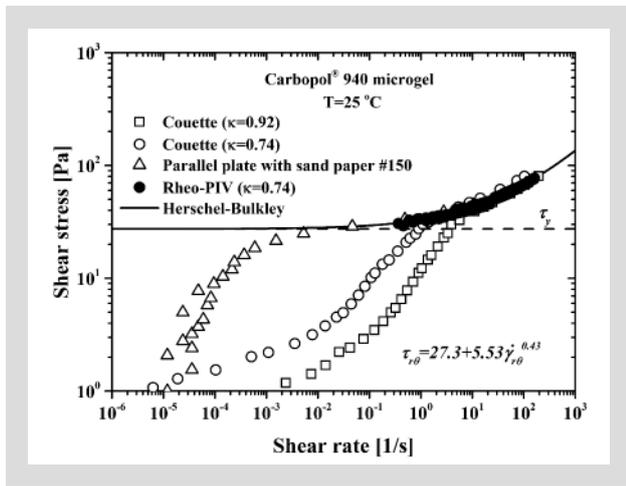


Figure 5: Flow curves for the microgel obtained with the Couette cells ($\kappa = 0.92$ and 0.74) and parallel-plate geometry with sand paper. The flow curve reconstructed from Rheo-PIV data in the Couette cell with $\kappa = 0.74$ is also included in this figure. The solid and dashed lines indicate the fit of Rheo-PIV data to the Herschel-Bulkley model and yield stress value, respectively.

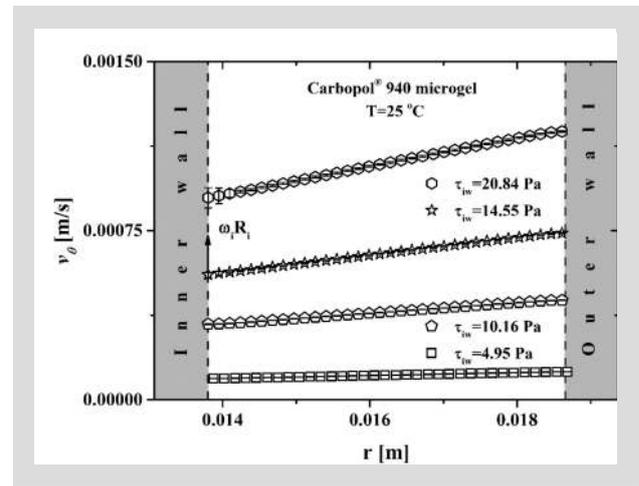


Figure 6: Velocity profiles, $v_\theta = v_\theta(r)$ in the Couette cell ($\kappa = 0.74$) for $\tau_{iw} < 30$ Pa. The arrow in the figure indicates the magnitude of the slip velocity.

static outer cylinder is different from zero, which evidences the existence of slip at both walls. Once the shear stress τ_{iw} is increased beyond 30 Pa a significant change in the shape of the velocity profiles occurs as shown in Figure 7a. In this case, the velocity profiles are composed by a decreasing hyperbolic part in the neighborhood of the rotating cylinder and a rigid body-like motion one close to the outer cylinder. The shape of these profiles is a sign that the yield stress has been surpassed from the rotating cylinder up to a radial position R_y which limits the non-yielded region. At even higher shear stress shown in Figure 7b the rigid body-like motion region disappears, indicating that all the fluid in the gap is exposed to shear flow. Also, the relative velocity at both walls continued being different from zero and changed along with the shear stress.

The slip velocity values for both walls (v_{si} and v_{so} at the inner and outer cylinder, respectively) are shown in Figure 8 as functions of the shear stress. The v_s values for both walls follow a different trend and $v_{si} < v_{so}$ at low shear stresses. This is expected to occur due to the rigid body-like motion as long as the shear stress at the outer cylinder does not surpass the yield value. However, in the whole range of stresses, different slipping mechanism may be acting at each wall due to the different materials of construction of the inner and outer cylinder, respectively, or to different slip regimes influenced by the shear stress levels [22]. Note that, as expected [3, 21, 22], the slip velocity is an increasing function of the shear stress, in contrast to recent results suggesting that the slip velocity at both cylinders tends to zero with increasing the shear stress [36]. It is well known that in the flow of suspensions of rigid or soft particles these may be excluded from regions near to solid boundaries, which leads to the formation of a thin and low-viscosity layer, δ , of fluid adjacent to the walls, also known as

“apparent slip layer” or “Vand layer” [45]. Such a layer is typically nano or micrometric in size and acts as a lubricant for the fluid in the bulk, giving rise to the apparent slip phenomenon. A detailed discussion of the apparent slip in this type of Carbopol microgel may be found elsewhere [3, 22, 25].

Seth et al. [46] analyzed the motion of emulsions and microgel suspensions near to smooth solid boundaries and identified two different mechanisms of local deformation depending on whether the particle-wall interactions were repulsive or weakly attractive, these mechanisms are referred to as hydrodynamic lubrication (HL) and elastohydrodynamic lubrication (EHL), respectively. Seth et al. suggested that for hydrophobic surfaces that favor weak attraction on particles (EHL) $v_s \propto \tau^2$: Meanwhile for hydrophilic surfaces that produce repulsive interactions $v_s \propto \tau$. Also, these authors reported higher v_s values at the hydrophilic surface than at the hydrophobic one. The nature of the surfaces of the inner and outer cylinder in our Couette cell, namely, hydrophobic (paint) and hydrophilic (glass), respectively, resemble those analyzed by Seth et al., as also does the trend of our v_s values, i. e. higher v_s values were measured at the glass outer surface than at the painted inner one. Also, it is noteworthy the similitude of our Figure 8 with Figure 5a in Seth et al. work [46]. As it may be clearly seen, both sets of data describe a non-linear relationship between v_s and τ . Surprisingly, Seth et al. fitted their data from the hydrophilic surface to a linear relationship. For the shear stress range studied in this work we found $v_s \propto \tau^{1.16}$ and $v_s \propto \tau^{2.88}$ for the hydrophilic and hydrophobic surfaces, respectively (see the fittings inside Figure 8). In the light of these results, it is clear that further studies are necessary to validate the HL and EHL mechanisms of slip in the flow of soft deformable particle dispersions [1]. Finally, the fact that the slip velocity is higher at the hydrophilic surface than at the hydrophobic one is in part attributed to a thicker lubricating water layer near the hydrophilic surface.

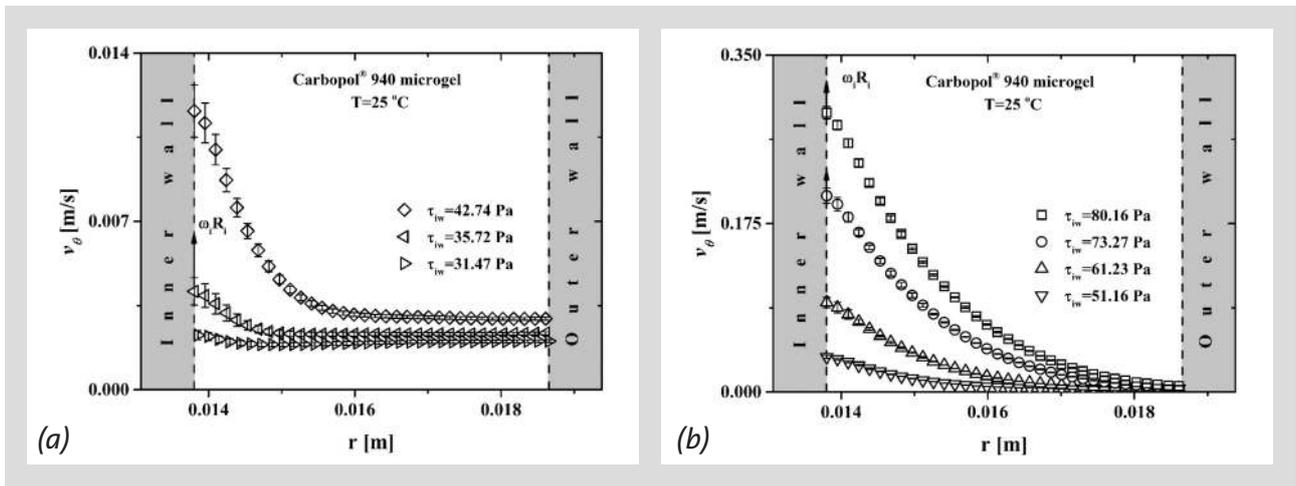


Figure 7: Velocity profiles $v_\theta = v_\theta(r)$ in the Couette cell ($\kappa = 0.74$) for different τ_{iw} values for which a) the fluid is partially subjected to shear flow and rigid body-like motion in the gap and b) the fluid is exposed to shear flow in the entire gap. The arrows in the figure indicate the magnitude of the slip velocity.

3.4 CALCULATION OF THE YIELD STRESS

In order to complete the analysis of the velocity profiles for the hydrogel in the Couette cell, these were used to calculate the yield stress of the fluid, which corresponds to the shear stress value at the radial position R_y where the transition from rigid body-like motion to shear flow takes place, namely, the radial position at which the shear rate becomes zero [21, 47]. For this, the shear rate was calculated by using the first derivative (a central difference approximation) of the angular velocity profile (v_θ/r) and finding by inspection the radial position at which this becomes zero. Thus, the yield stress may be calculated as:

$$\tau_y = \tau_{R_i} \left(\frac{R_i}{R_y} \right)^2 \quad (20)$$

The method is illustrated in Figures 9a and b by using the velocity profile obtained at 35.72 Pa at the inner cylinder and the analysis was carried out for all the available velocity profiles, namely, the different flow conditions in which the yielding position was located inside the gap (five conditions). Once the yield stress was calculated from each profile, the different yield values were averaged to obtain a value of 26.90 ± 1.9 Pa ($\pm 7\%$). Note that once the shear stress has been corrected (see the experimental part), the main source of uncertainty in the determination of yield stress via Equation 20 is that arising from the calculation of R_y . However, due to the good spatial resolution allowed by the use of the microscope in our experiments, R_y could be located with good accuracy, at most into an interval of one quarter of the width of one interrogation window ($72 \mu\text{m}$) for the $\kappa = 0.74$ used in this work. Therefore, the uncertainty in the reported yield stress value (26.90 ± 1.9 Pa) indeed depends on the quality of the velocity profiles. Finally, the velocity profiles were utilized to cal-

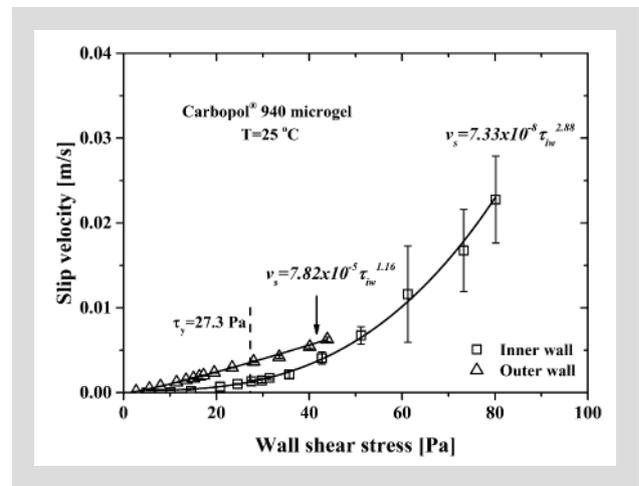


Figure 8: Slip velocity values for both walls (v_{s_i} and v_{s_o}) as functions of the corresponding shear stress. The solid and dashed lines indicate the power-law fittings and the τ_y value, respectively.

culate the shear rate with Equation 3 and the true flow curve for the microgel (free of slip effects) is included in Figure 5 along with those obtained by using the parallel-plate geometry with sand paper as well as the Couette ones. The agreement of the PIV flow curve with the parallel-plates geometry is outstanding and shows that while the Couette geometry suffers from slip, the attachment of sand paper at the parallel-plate geometry was enough to suppress slip. The true flow curve was very well fitted by the Herschel-Bulkley model, from which a $\tau_y = 27.3$ Pa was obtained, also in very good agreement with the corresponding value determined from the velocity profiles.

3.5 CONSISTENCY OF THE OBTAINED VELOCITY PROFILES WITH THEORETICAL PREDICTIONS

Once a full description of the kinematics and flow parameters for the microgel have been obtained, we tested the consistency of the velocity profiles with the so-

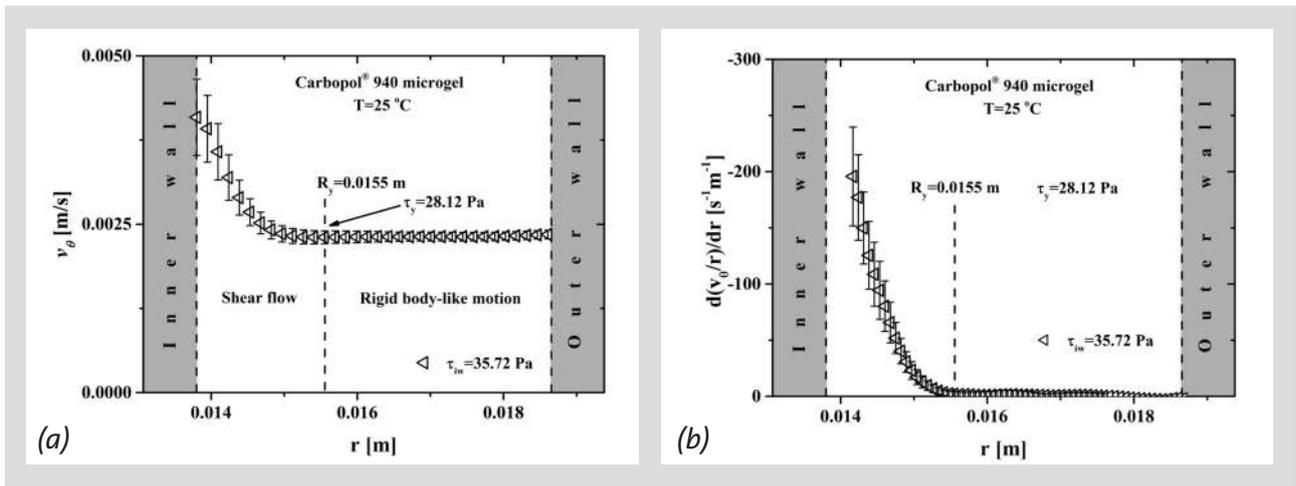


Figure 9: Method for computing the yield stress: a) velocity profile and b) first derivative of the angular velocity profile for a shear stress of 35.72 Pa at the inner wall. The dashed-vertical lines indicate the R_y position.

lution proposed by Chatzimina et al. [23] for the Couette flow of a Herschel-Bulkley fluid without slip. In this work, the effect of slip was removed by subtracting the velocity at R_y for each velocity profile. Then, the free of slip velocity profile was normalized by the corresponding fluid velocity at the inner wall. The normalized velocity profiles obtained by PIV were compared to those predicted by Equation 11 with the constitutive equation inserted in Figure 5. The dimensionless velocity profiles are shown in Figure 10 for different post yielding flow conditions. Note that pre yielding conditions are not shown since the Chatzimina et al. [23] solution only considers no-slip flow conditions. From Figure 10 it can be observed that for shear stresses of 35.72 and 42.74 Pa at the inner cylinder, the fluid has partially yielded and shows two flow regions inside the gap, namely, a region with shear flow near the rotating cylinder as well as rigid body-like motion in the neighborhood of the outer cylinder. As the shear stress at the inner cylinder is further increased the whole volume of fluid inside the gap yields and exhibits only shear flow. The previously described flow regimes agree with those described in the theory section, meanwhile the calculated velocity profiles agree well with those obtained by PIV, which indicates that the approach by Chatzimina et al. [23] describes well the flow behavior of Herschel-Bulkley fluids. It is interesting to note here that there is a slight deviation of the predicted velocity profiles from those measured by PIV once the whole volume of fluid in the gap has yielded. This is due to the fact that in such a case the R_y lies out of the gap and is not known a priori, and since the solution of the flow problem assumes no-slip, the calculation in Equation 15, and therefore the velocity profile, Equation 11, contains an error, because the integrals are limited to the position of the outer cylinder. Finally, we can conclude that the Couette flow of yield stress fluids can be described in a reliable way by using the Rheo-PIV technique. Also, the results presented in this work may be used to test existing solutions of the Couette flow with or without slip.

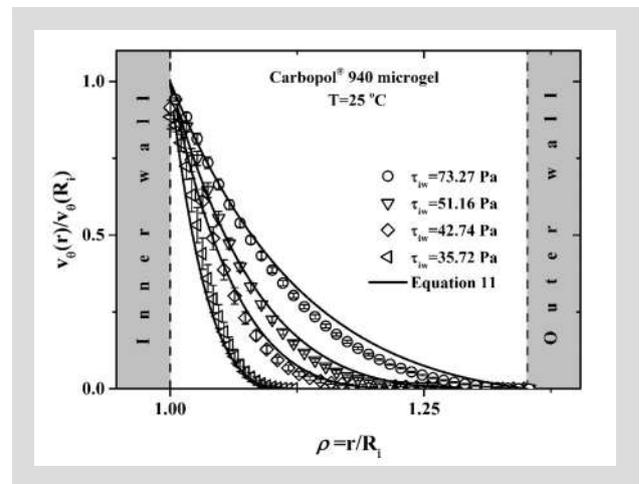


Figure 10: Comparison of the dimensionless PIV velocity profiles for different post yielding flow conditions with those predicted by the Chatzimina et al. [23] solution for the Couette flow of a Herschel-Bulkley fluid without slip.

4 CONCLUDING REMARKS

The flow behavior of a model yield-stress fluid, 0.12 wt. % Carbopol® microgel, in a Couette rheometer with slip at the walls was analyzed in this work by using Rheo-PIV. The reliability of the PIV technique to analyze the flow in the Couette cell was confirmed by testing a Newtonian fluid (Glycerol), as well as the microgel. A full description of the flow kinematics in the different flow regimes occurring in the steady Couette flow of yield-stress fluids with slip at the rheometer walls was obtained, which includes rigid body-like motion and shear flow at stresses below the yield one, rigid body-like motion and shear flow at stresses above the yield one, as well as pure shear flow once the shear stress at the outer cylinder overcomes the yield value. Slip occurred at both cylinders, which were made up of hydrophobic (inner) and hydrophilic (outer) surfaces, respectively, for all the studied flow conditions, and the slip velocity values measured at both walls increased along with the shear

stress. However, the trends of these dependencies deviated from the predictions of the hydrodynamic and elastohydrodynamic lubrication mechanisms of slip proposed by Seth et al. [1, 46] for the flow of soft deformable particle dispersions. The yield stress was accurately determined from the velocity profiles, as well as the location of the yielded and non-yielded regions for each flow condition. Finally, the consistency of the obtained velocity profiles was tested by comparison with theoretical predictions for the Couette flow problem of a Herschel-Bulkley fluid without slip proposed by Chatzimina et al. [23].

ACKNOWLEDGEMENTS

This research was supported by SIP-IPN (20171240, 20171328) projects. E. F. M.-B. had BEIFI-IPN and CONACYT scholarships to carry out this work.

REFERENCES

- [1] Seth JR, Cloitre M, Bonnecaze RT: Influence of short-range forces on wall-slip in microgel pastes, *J. Rheol.* 52 (2008) 1241–1268.
- [2] Buscall R: Letter to the Editor: Wall slip in dispersion rheometry, *J. Rheol.* 54 (2010) 1177–1183.
- [3] Aktas S, Kalyon DM, Marín-Santibáñez BM, Pérez-González J: Shear viscosity and wall slip behavior of a viscoplastic hydrogel, *J. Rheol.* 58 (2014) 513–535.
- [4] Caballero-Hernandez J, Gomez-Ramirez A, Duran JDG, Gonzalez-Caballero F, Zubarev A, Lopez-Lopez MT: On the effect of wall slip on the determination of the yield stress of magnetorheological fluids, *Appl. Rheol.* 27 (2017) 15001.
- [5] Coussot P: Yield stress fluid flows: A review of experimental data, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 211 (2014) 31–49.
- [6] Magnin A, Piau JM: Cone-and-plate rheometry of yield stress fluids. Study of an aqueous gel, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 36 (1990) 85–108.
- [7] Aral BK, Kalyon DM: Effects of temperature and surface roughness on time-dependent development of wall slip in steady torsional flow of concentrated suspensions, *J. Rheol.* 38 (1994) 957–972.
- [8] Kalyon DM: Apparent slip and viscoplasticity of concentrated suspensions, *J. Rheol.* 49 (2005) 621–640.
- [9] Cloitre M, Bonnecaze RT: A review on wall slip in high solid dispersions, *Rheol. Acta* 56 (2017) 283–305.
- [10] Fukushima E: Nuclear magnetic resonance as a tool to study flow, *Ann. Rev. Fluid Mech.* 31 (1999) 95–123.
- [11] Götz J, Kreibich W, Peciar M: Extrusion of pastes with a piston extruder for the determination of the local solid and fluid concentration, the local porosity and saturation and displacement profiles by means of NMR imaging, *Rheol. Acta* 41 (2002) 134–143.
- [12] Ouriev B, Windhab EJ: Rheological study of concentrated suspensions in pressure-driven shear flow using a novel in-line ultrasound Doppler method, *Exp. Fluids* 32 (2002) 204–211.
- [13] Raynaud JS, Moucheront P, Baudez JC, Bertrand F, Guilbaud JP, Coussot P: Direct determination by nuclear magnetic resonance of the thixotropic and yielding behavior of suspensions, *J. Rheol.* 46 (2002) 709–732.
- [14] Bécu L, Grondin P, Colin A, Manneville S: How does a concentrated emulsion flow? *Colloid Surface A* 263 (2005) 146–152.
- [15] Bonn D, Rodts S, Groenink M, Rafai S, Shahidzadeh-Bonn N, Coussot P: Some Applications of Magnetic Resonance Imaging in Fluid Mechanics: Complex Flows and Complex Fluids, *Ann. Rev. Fluid Mech.* 40 (2008) 209–233.
- [16] Coussot P, Tocquer L, Lanos C, Ovarlez G: Macroscopic versus local rheology of yield stress fluids, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 158 (2009) 85–90.
- [17] Derakhshandeh B, Hatzikiriakos SG, Bennington CPJ: Rheology of pulp suspensions using ultrasonic Doppler velocimetry, *Rheol. Acta* 49 (2010) 1127–1140.
- [18] Derakhshandeh B, Hatzikiriakos SG, Bennington CPJ: The apparent yield stress of pulp fiber suspensions, *J. Rheol.* 54 (2010) 1137–1154.
- [19] Rabideau BD, Moucheront P, Bertrand F, Rodts S, Roussel N, Lanos C, Coussot P: The extrusion of a model yield stress fluid imaged by MRI velocimetry, *J. Non-Newton. Fluid Mech.* 165 (2010) 394–408.
- [20] Derakhshandeh B, Vlassopoulos D, Hatzikiriakos SG: Thixotropy, yielding and ultrasonic Doppler velocimetry in pulp fibre suspensions, *Rheol. Acta* 51 (2012) 201–214.
- [21] Pérez-González J, López-Durán JJ, Marín-Santibáñez BM, Rodríguez-González F: Rheo-PIV of a yield-stress fluid in a capillary with slip at the wall, *Rheol. Acta* 51 (2012) 937–946.
- [22] Ortega-Avila JF, Pérez-González J, Marín-Santibáñez BM, Rodríguez-González F, Aktas S, Malik M, Kalyon DM: Axial annular flow of a viscoplastic microgel with wall slip, *J. Rheol.* 60 (2016) 503–515.
- [23] Chatzimina M, Gerogiou G, Alexandrou A: Wall shear rates in circular Couette flow of a Herschel-Bulkley fluid, *Appl. Rheol.* 19 (2009) 34288.
- [24] Krieger IM, Elrod H: Direct determination of the flow curves of Non-Newtonian fluids. II. Shearing rate in the concentric cylinder viscometer, *J. Appl. Phys.* 24 (1953) 134–136.
- [25] Krieger IM: Shear rate in the Couette viscometer, *Trans. Soc. Rheol.* 12 (1968) 5–11.
- [26] Yang TMT, Krieger IM: Comparison of methods for calculating shear rates in coaxial viscometers, *J. Rheol.* 22 (1978) 413–421.
- [27] Darby R: Couette viscometer data reduction for materials with a yield stress, *J. Rheol.* 29 (1985) 369–378.
- [28] MacSporran WC: Direct numerical evaluation of shear rates in concentric cylinder viscometry, *J. Rheol.* 30 (1986) 125–132.
- [29] Nguyen QD, Boger DV: Characterization of yield stress fluids with concentric cylinder viscometers, *Rheol. Acta* 26 (1987) 508–515.
- [30] Borgia A, Spera FJ: Error analysis for reducing noisy wide-gap concentric cylinder rheometric data for non-linear fluids: Theory and applications, *J. Rheol.* 34 (1990) 117–136.

- [31] Yeow YL, Ko WC, Tang PPP: Solving the inverse problem of Couette viscometry by Tikhonov regularization, *J. Rheol.* 44 (2000) 1335–1351.
- [32] Leong YK, Yeow YL: Obtaining the shear stress shear rate relationship and yield stress of liquid foods from Couette viscometry data, *Rheol. Acta* 42 (2003) 365–371.
- [33] Ancey C: Solving the Couette inverse problem using a wavelet-vaguelette decomposition, *J. Rheol.* 49 (2005) 441–460.
- [34] De Hoog FR, Anderssen RS: Regularization of first kind integral equations with application to Couette viscometry, *J. Int. Equ. Appl.* 18 (2006) 249–265.
- [35] Yeow YL, Choon B, Karniawan L, Santoso L: Obtaining the shear rate function and the slip velocity function from Couette viscometry data, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* 124 (2004) 43–49.
- [36] Marchesini FH, Naccache MF, Abdu A, Alicke AA, de Souza Mendes PR: Rheological characterization of yield-stress materials: Flow pattern and apparent wall slip, *Appl. Rheol.* 25 (2015) 53883.
- [37] Bird RB, Armstrong RC, Hassager O, Curtiss CF: Dynamics of polymeric liquids: Fluid mechanics, Vol. 1, Wiley (1977).
- [38] Macosko CW: Rheology: Principles, measurements, and applications, VCH (1994).
- [39] Mooney M: Explicit formulas for slip and fluidity, *J. Rheol.* 2 (1931) 210–222.
- [40] Yoshimura A, Prud'homme RK: Wall slip corrections for Couette and parallel disk viscometers, *J. Rheol.* 32 (1988) 53–67.
- [41] Bonn D, Denn MM: Yield stress fluids slowly yield to analysis, *Science* 324 (2009) 1401–1402.
- [42] Ovarlez G, Cohen-Addad S, Krishan K, Goyon J, Coussot P: On the existence of a simple yield stress fluid behavior, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* 193 (2013) 68–79.
- [43] Blanc F, Peters F, Lemaire E: Local transient rheological behavior of concentrated suspensions, *J. Rheol.* 55 (2011) 835–854.
- [44] Serrano-Aguilera JJ, Parras L, del Pino C, Rubio-Hernandez FJ: Rheo-PIV of Aerosil® R816/polypropylene glycol suspensions, *J. Non-Newt. Fluid Mech.* 232 (2016) 22–32.
- [45] Vand V: Viscosity of solutions and suspensions. I. Theory, *J. Phys. Colloid Chem.* 52 (1948) 277–299.
- [46] Seth JR, Locatelli-Champagne C, Monti F, Bonnecaze RT, Cloitre M: How do soft particle glasses yield and flow near solid surfaces?, *Soft Matter* 8 (2012) 140–148.
- [47] López-Durán JJ, Pérez-González J, Marín-Santibáñez BM, Rodríguez-González F: A new method to determine the yield stress of a fluid from velocity profiles in a capillary, *Rev. Mex. Ing. Quim.* 12 (2013) 121–128.



Hands-On Research in Complex Systems School



16 Jul 2018 - 27 Jul 2018
Trieste, Italy

Further information:

Activity URL: <http://indico.ictp.it/event/8323/smr3224@ictp.it>

The School provides early stage researchers with interactive experiences of hands-on research involving table-top experiments with computer data acquisition and modeling. Participants will also take part in professional development of improved scientific communication in English.

Directors:

M. F. SCHATZ, Georgia Institute of Technology, USA
M. SHATTUCK, The City College of New York, USA
H. L. SWINNEY, University of Texas, Austin USA
M.L. CRESPO, ICTP
J. NIEMELA, ICTP

Description:

An intensive programme of laboratory experiments, mathematical modeling, and lectures give participants immersive experiences with complex systems in the physical and life sciences. Additionally, participants will present their own research in talks and posters with extensive faculty feedback to enhance the presentation quality. The faculty are eminent scientists who have conducted frontier table-top research published in leading international scientific journals.

Topics:

- Biological Physics
- Modeling of Epidemics
- Soft Matter Physics-Dynamic light scattering
- Interfacial fracture of particle rafts
- Turbulence - Flow analysis by imaging particles
- Fluid Instabilities-Digital movies to determine dynamics
- Machine learning in table-top experiments
- Microfluidics
- Granular Materials
- Modeling in MATLAB - Molecular Dynamics
- Chemical patterns
- Cardiac dynamics
- Computational Modeling

Local Organizers:

M.L. CRESPO, ICTP MLab

Speakers:

M.M. BANDI, Okinawa Institute of Science and Technology, JAPAN
L. CRISTOFOLINI, University of Parma, ITALY
F. FENTON, Georgia Institute of Technology, USA
V. GORDON, University of Texas, Austin, USA
A. JUEL, University of Manchester, UK (tentative)
E. KOSTELICH, Arizona State University, USA
D. LATHROP, University of Maryland, College Park, USA (tentative)
B. RODENBORN, Centre College, USA
M. TINSLEY, West Virginia University, USA

How to apply:

Online application:
<http://indico.ictp.it/event/8323/>

Female students and scientists are encouraged to apply.

Grants:

A limited number of grants are available to support the attendance of selected participants, with priority given to participants from developing countries. There is no registration fee.

Deadline:

4 March 2018



The Abdus Salam
International Centre
for Theoretical Physics
www.ictp.it
Trieste, Italy





Ref: SMR/3224/TA31035804

Trieste, 11 April 2018

Dear Mr. MEDINA BAÑUELOS,

I have pleasure in inviting you to participate in the following ICTP activity:

Hands-On Research in Complex Systems School

to be held at the Abdus Salam International Centre for Theoretical Physics (ICTP), in Trieste from **16 July 2018 to 27 July 2018**.

On the understanding that you will attend the whole activity, the ICTP will offer you:

- a fixed living allowance of Euro 130;
- free accommodation (sharing, in a double room) assigned by the ICTP Housing Office and meal coupons (one per night of stay) for the period covered by this letter of invitation in one of the ICTP guesthouses;
- We offer you Euro 1000.00 as a travel grant. This is an all inclusive contribution towards your travel expenses to the activity. You will have to purchase the travel tickets yourself. The payment of the travel grant will be made upon your arrival.
- Health Insurance coverage is mandatory in Italy and you are requested to bring your policy with you. In case that you and, if accompanied, your spouse and/or your child/children, are nationals of a developing country you will immediately, upon your arrival at the ICTP, be enrolled in an international health insurance scheme (providing each of you is under the age of 75) for the duration of your visit.

This is the complete offer from the ICTP, no other benefits of any kind, either payments or travel reimbursements will be considered.

Please complete the online visit confirmation/accommodation form as soon as possible since no arrangements can be made for you until this form has been completed. Without your confirmation we understand that you do not wish to take advantage of this offer.

/...

MEDINA BAÑUELOS Francisco Esteban
Moyobamba #349, Col. Residencial Zacatenco
07369
Gustavo A. Madero
MEXICO

We kindly request you to collect your dues during your visit at the ICTP. Should this not be feasible, please send the relevant financial claim to the Operations and Travel Unit, Finance Office within 42 days from the end date of the visit. It is regretted to inform you that no claims shall be considered after that expiry date.

If you are unable to accept this offer, or should you have to withdraw your participation at any time, we ask you to kindly notify us promptly, so that your place may be offered to another applicant.

We hope that we shall have the pleasure of welcoming you here.

Yours sincerely,

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Maria Liz Crespo', with a stylized flourish at the end.

Maria Liz Crespo,
Local Organiser

Esteban F. Medina-Bañuelos¹, Benjamín M. Marín-Santibáñez¹, José Pérez-González²

¹Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 8, C.P. 07738, Ciudad de México, México

²Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 9, C.P. 07738, Ciudad de México, México

INTRODUCTION

Yield-stress or viscoplastic fluids do not flow unless a critical shear stress, known as yield stress, is overcome. These fluids are found in daily life, so the knowledge of their rheological properties is important for quality control, equipment design, processing and transportation. Torsional rheometers are widely used to determine the rheological properties of yield-stress fluids; however, they exhibit slip at the rheometer walls, which affects rheological measurements. In this work, the 2D particle image velocimetry technique (PIV) was used to obtain a reliable determination of the yield stress and a full description of the flow kinematics of a Carbopol® 940 hydrogel in Couette or concentric cylinder flow regardless the presence of slip.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

In this work, a Carbopol® 940 hydrogel was prepared at a concentration of 0.12 wt.% and used as a model yield-stress fluid. The hydrogel was seeded with hollow glass spheres with an average diameter of 10 μm and a specific gravity of 1.1, which served as flow tracers. Rheometrical measurements for the hydrogel were carried out by using a controlled stress rheometer with a concentric cylinder geometry, meanwhile local measurements of the flow kinematics were carried out by using the PIV technique.

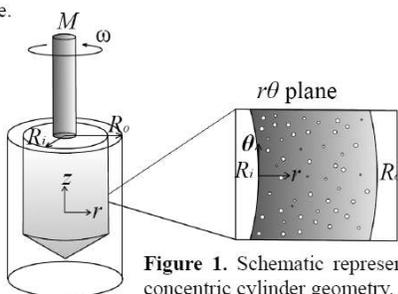


Figure 1. Schematic representation of the concentric cylinder geometry.

RESULTS AND DISCUSSION

1. Test of the PIV technique with a Newtonian fluid in concentric cylinders

Fig. 2a shows the velocity profiles for a Newtonian fluid, glycerol, in the concentric cylinders. It can be observed that the velocity profile is almost linear for all the flow conditions as expected for a Newtonian fluid in a narrow gap. Fig. 2b shows a good agreement between the rheometrical and local flow curves for the glycerol.

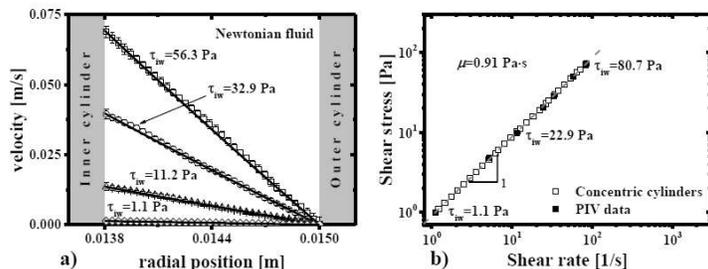


Figure 2. a) Velocity profiles via PIV and b) rheometrical and local flow curves for the glycerol.

2. Flow curves for the model yield-stress fluid

Fig. 3 displays the rheometrical flow curve obtained for the hydrogel with the concentric cylinders, as well as the PIV flow curve fitted to the Herschel-Bulkley model. Note that the PIV flow curve tends to zero shear rate for a stress value of 27.3 Pa, the actual yield stress, while the rheometrical one tends to zero shear rate for a stress value much less than 10 Pa, which may be attributed to the slip phenomenon affecting the concentric cylinder flow curve.

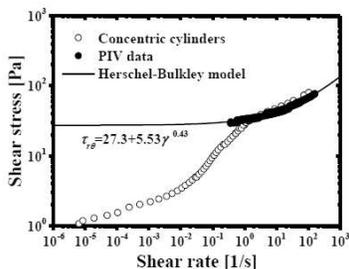


Figure 3. Rheometrical and local flow curves for the hydrogel.

3. Velocity profiles for the hydrogel in the concentric cylinders

Figs. 4a-b show the velocity profiles of the hydrogel for several flow conditions studied in this work. Two regimes of flow were found for the hydrogel in the presence of slip as the stress increased, namely, rigid body-like motion (Fig. 4a) and rigid body-like motion and shear flow (Fig. 4b). Besides, slip occurred at both cylinders for all the flow conditions, i.e., the velocity at the outer cylinder is different from zero, and the velocity at the inner cylinder differs from that having the cylinder $\omega_i R_i$, the magnitude of this difference is indicated by the arrows in Figs. 4a and b.

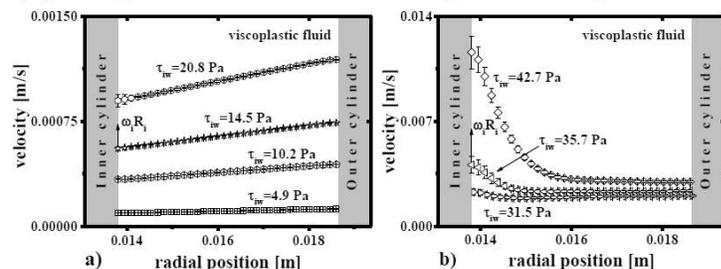


Figure 4. Velocity profiles for the hydrogel in the concentric cylinders. a) Rigid body-like motion and b) rigid body-like motion and shear flow.

4. Calculation of the yield stress by using the velocity profiles

Figure 5a shows the first derivative of the angular velocity profile for a wall shear stress of $\tau_{iw} = 35.7$ Pa. The dashed line indicates the yield position R_y where the derivative becomes zero, the stress reaches the yield value and the transition from shear flow to rigid body-like motion occurs. Figure 5b shows the shear stress distribution for $\tau_{iw} = 35.7$ Pa.

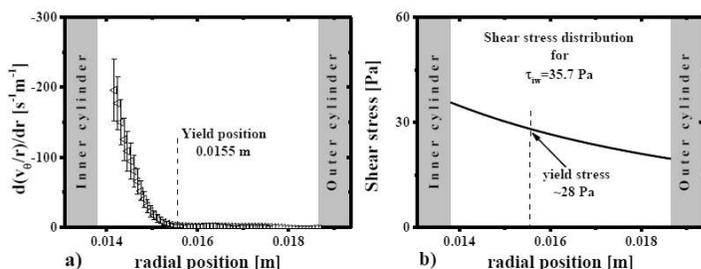


Figure 5. a) Calculation of the yield stress using the first derivative of the angular velocity profile and b) shear stress distribution.

5. Comparison between PIV and theoretical velocity profiles

Finally, Fig. 6 shows the comparison between the experimental velocity profiles corrected for slip and a theoretical model. It can be observed that there is a good agreement between experimental results and theoretical predictions.

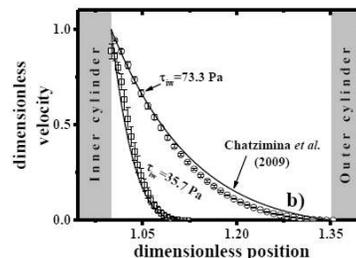


Figure 6. Comparison between experimental and theoretical velocity profiles for the hydrogel in concentric cylinder flow.

CONCLUSIONS

- A full description of the flow kinematics for the hydrogel in Couette flow with slip at the walls was obtained, which includes rigid body-like motion, rigid body-like motion and shear flow, as well as pure shear flow.
- Slip occurred at both cylinders of the Couette cell for all the flow conditions studied in this work.
- The yield stress was accurately determined from the velocity profiles as well as the yield position, where the transition from shear flow to rigid body-like motion occurs.
- The theoretical model proposed by Chatzimina *et al.* (2009) can be used to describe the rheological behavior of viscoplastic fluids in Couette flow without slip at the walls.



THE SOCIETY OF RHEOLOGY

90TH ANNUAL MEETING PROGRAM AND ABSTRACTS

Westin Galleria Houston
Houston, Texas
October 14 - 18, 2018

Program Committee:

Nicolas J. Alvarez

Drexel University

Patrick Anderson

Eindhoven University of Technology

Matthew J. Armstrong

USMA West Point

Michael Boehm

PepsiCo

Gordon Christopher (co-chair)

Texas Tech University

Christian Clasen

KU Leuven

Cari Dutcher

University of Minnesota

Randy Ewoldt

University of Illinois at Urbana-Champaign

Reza Foudazi

New Mexico State University

John Frostad

University of British Columbia

Richard Graham

The University of Nottingham

Marie-Claude Heuzey (co-chair)

Polytechnique Montréal

Lilian Hsiao

North Carolina State University

Aditya Khair

Carnegie Mellon University

Rajesh Khare

Texas Tech University

Anthony Kotula

NIST

Pushkar Lele

Texas A&M University

Jeffrey Martin

Johnson & Johnson

Kalman Migler

NIST

Monica F. Naccache

PUC Rio

Vivek Narsimhan

Purdue University

Giovannantonio Natale

University of Calgary

Denis Rodrigue

Université Laval

Simon Rogers

University of Illinois at Urbana-Champaign

Joseph Samaniuk

Colorado School of Mines

Kelly Schulz

Lehigh University

Jonathan Seppala

NIST

Vivek Sharma

University of Illinois at Chicago

Siva A. Vanapalli

Texas Tech University

Rama Venkatesan

Chevron

Nick Virgilio

Polytechnique Montréal

Roseanna N. Zia

Stanford University

Local Arrangements:

Jason Maxey (chair)

Halliburton Company

Jacinta Conrad

University of Houston

Sibani Lisa Biswal

Rice University

Carlos López-Barrón

ExxonMobil Chemical Co.

Suraj Deshmukh

The Dow Chemical Company

Abstract Book Editor and Webmaster:

Albert Co, *University of Maine*

common models for viscoelastic fluids, is used to predict the viscoelastic behavior of the polymer melt. The effects of geometrical parameters (e.g. cross section shape and area) and the flow characteristics (e.g. nozzle and moving substrate velocities) on the deposition of layers on the moving substrate are investigated. Additionally, the results for thickness of the extruded strands have been related to dimensionless number of the systems (i.e. Re and Wi). The results from both the Newtonian and the viscoelastic fluid simulations are also compared with experimental results. For experimental investigation, Acrylonitrile Butadiene Styrene (ABS) filaments are utilized for extrusion in Prusa 3D printer. Results prove significant impacts of gap between plate and nozzle and the ratio of nozzle velocity to substrate velocity on the thickness and width of extruded layers. Moreover, if the surface tension effect is neglected, melt profile after extrusion is similar in processes with the same Reynolds number.

Wednesday 6:30 Woodway II/III

PO67

Shear banding and delayed yielding in thixotropic yield stress fluids

Mayank Agarwal, Lakshmi Kushwaha, Yogesh M. Joshi, and V Shankar

Chemical Engineering, Indian Institute of Technology Kanpur, KANPUR, UTTAR PRADESH 208016, India

In this work, we investigate the shear banding and delayed yielding in the thixotropic yield stress fluids experimentally and with the numerical solution of a simple fluidity model. We perform creep experiments on Ludox gel (an aqueous suspension of charged colloidal particles) for stresses above and below the yield stress. We observe an increase in yield stress and delayed yielding as we increase the waiting time after shear rejuvenation. The timescale at which yielding starts in material decreases with the difference between the stress and the yield stress as the power law. Then we study the transient response of the Couette flow subjected to step stress using fluidity model proposed by Coussot et al., 2002. We observe that the inclusion of inertia has a significant influence on the existence of the transient as well as steady state shear bands. For non-monotonic flow curves, the system shows transient and/or apparent steady-state shear banding only for zero waiting time. On the other hand, for monotonic flow curve, the system does not show the presence of shear banding. Furthermore, irrespective of the nature of flow curves, sufficiently aged samples (non-zero waiting time) show the presence of delayed yielding. The experimental results are in good agreement with simulations.

Wednesday 6:30 Woodway II/III

PO69

Evolution of shear bands in Carbopol gel under transient and oscillatory shear

Yufei Wei¹, Luofu Liu², Michael J. Solomon¹, and Ronald G. Larson¹

¹*Department of Chemical Engineering, University of Michigan, Ann Arbor, MI, United States;* ²*School of Chemistry, Beihang University, Haidian Dist, Beijing 100191, China*

Shear banding often occurs in yield-stress materials and greatly alters the flow field as well as the bulk rheological properties. Understanding the onset and evolution of shear bands is crucial to correctly interpreting the rheological response of yield-stress materials and is important in the design of processing flows that enhance or mitigate shear banding as needed. This poster presents our experimental results of rheological tests and the simultaneous velocimetry measurement. The testing material is a Carbopol gel, a model yield-stress fluid, seeded with fluorescent tracer particles for particle image velocimetry. The rheological experiments include shear startup tests, flow reversal tests, and large amplitude oscillatory shear (LAOS) tests. We used a parallel plate geometry with rough surfaces to prevent wall-slip. We calculated the degree of banding (DOB) based on the results of time-resolved velocimetry. We found that upon shear startup, the DOB increases, reaches an overshoot, and then gradually decays towards a plateau. The overshoot of the DOB typically occurs shortly after the stress overshoot, but shear banding starts before the stress overshoot is reached. The banded flow becomes uniform if the shearing direction is suddenly changed. Shear bands gradually develop after shear reversal. In LAOS tests, as the amplitude increases, shear bands occur along with the emergence of a nonlinear rheological response. For large amplitudes, the DOB exhibits a hysteresis loop when plotted versus shear strain or shear rate. We examine the experiments in light of recent theoretical studies.

Wednesday 6:30 Woodway II/III

PO70

Influence of the materials of the walls on the slip behavior of a microgel in Couette flow as studied by PIV

Esteban F. Medina-Bañuelos¹, Benjamín M. Marín-Santibáñez¹, and José Pérez-González²

¹*SEPI-ESIQIE, Instituto Politécnico Nacional, Ciudad de Mexico 07738, Mexico;* ²*Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda, Instituto Politécnico Nacional, Ciudad de Mexico 07738, Mexico*

In this work, the flow kinematics of a model yield-stress fluid, a Carbopol 940 hydrogel, in a Couette cell with slip at the walls was analyzed under steady and laminar flow conditions by using the particle image velocimetry technique. The inner and outer cylinders were made up of hydrophobic and hydrophilic materials, respectively, to study the surface effect on the slip behavior of the hydrogel. The obtained velocity profiles evidenced the viscoplastic behavior of the hydrogel as rigid body-like motion across the gap for stresses below the yield value. Above the yield value, the fluid showed rigid body-like motion and shear flow partially in the gap, as well as pure shear flow once the shear stress at the outer cylinder surpassed the yield stress. Slip occurred at both cylinders for all the flow conditions and the slip velocity values increased along with the wall shear stress, but followed different trends due to differences in hydrophobicity of the surfaces of the cylinders. Finally, the yield stress was calculated with good accuracy from the velocity profiles and these were utilized to test a numerical solution to describe the flow kinematics of Herschel-Bulkley fluids in Couette flow without slip.

Esteban F. Medina-Bañuelos¹, Benjamin M. Marín-Santibáñez¹, José Pérez-González²

¹Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 8, C.P. 07738, Ciudad de México, México

²Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 9, C.P. 07738, Ciudad de México, México

INTRODUCTION

Yield-stress or viscoplastic fluids do not flow unless a critical shear stress, known as yield stress, is overcome. Examples of yield-stress fluids are concentrated suspensions and emulsions, hydrogels as well as some food and personal care products. Torsional rheometers, as the concentric cylinders or Couette rheometer, are widely used to determine the rheological properties of low-viscosity yield-stress fluids. However, these materials are very prone to slip at the rheometer walls, which affects rheological measurements and complicates the determination of the yield stress. The purpose of this work was to obtain a reliable and full description of the flow kinematics of a Carbopol® 940 hydrogel in Couette flow considering the influence of the materials of the walls on its slip behavior.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

In this work, a 0.12 wt. % Carbopol® 940 hydrogel, seeded with micrometric hollow glass spheres which served as flow tracers, was used as a model yield-stress fluid. Rheometrical measurements of the hydrogel were carried out in a controlled stress rheometer with a Couette cell made up of hydrophilic (external) and hydrophobic (inner) cylinders, respectively. Simultaneously, local measurements of the flow kinematics were performed using the particle image velocimetry technique (PIV), see Fig. 1.

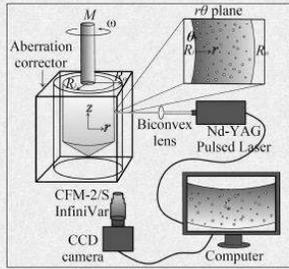


Figure 1. Schematic representation of the PIV technique coupled to the Couette cell.

RESULTS AND DISCUSSION

1.1 Validation of the PIV technique with a Newtonian fluid in the Couette cell
Fig. 2a shows the velocity profiles of a Newtonian fluid, glycerol, in the Couette cell. It can be observed that the velocity profile is almost linear for all the flow conditions as expected for a Newtonian fluid in a narrow gap. Fig. 2b shows a good agreement between the rheometrical and local flow curves for glycerol.

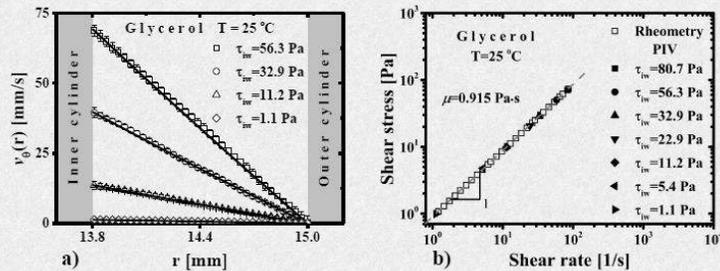


Figure 2. a) Velocity profiles via PIV and b) rheometrical and local flow curves for the glycerol.

1.2 Velocity profiles of the hydrogel in the Couette cell

Figs. 3a-c show the velocity profiles of the hydrogel for all the flow conditions studied in this work. Three flow regimes were found in the presence of slip as the shear stress was increased, namely, rigid body-like motion (Fig. 3a), rigid body-like motion and shear flow (Fig. 3b), as well as pure shear flow (Fig. 3c). Besides, slip occurred at both cylinders of the Couette cell for all the flow conditions, i.e., the fluid velocity at the outer cylinder was different from zero, while the velocity at the inner cylinder differs from that having the cylinder $\omega_i R_i$, the magnitude of this difference is indicated by the arrows in Figs. 3a-c.

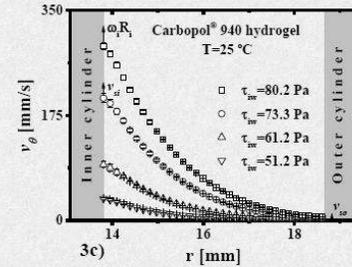
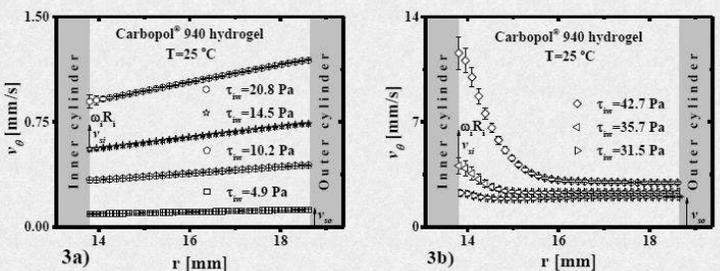


Figure 3. Velocity profiles of the hydrogel in Couette flow with slip at the walls. a) Rigid body-like motion, b) rigid body-like motion and shear flow, c) pure shear flow.

1.3 Slip behavior of the hydrogel and calculation of the yield stress by using the velocity profiles

Fig. 4 shows the inner (v_{si}) and outer (v_{so}) slip velocities as functions of the corresponding wall shear stress. Note that different slipping mechanisms may be acting at each wall due to the different materials of construction of cylinders. Separately, Fig. 5 shows the first derivative of the angular velocity profile for a wall shear stress of $\tau_{iw} = 35.7$ Pa. The dashed line indicates the yielding position R_y where the derivative becomes zero or $(\dot{\gamma}_{r\theta}) = 0$ and the transition from rigid body-like motion to shear flow occurs. Thus, $\tau_y = (R_i/R_y)^2 \tau_{iw}$

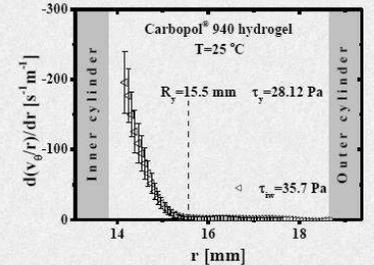
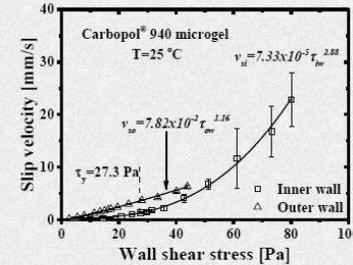


Figure 4. Slip behavior of the hydrogel Figure 5. Calculation of the yield stress

1.4 Flow curves of the hydrogel and comparison between PIV and theoretical velocity profiles

The rheometrical flow curves obtained with the Couette cell and a parallel plate geometry are shown in Fig. 6 along with that reconstructed from the velocity profiles. Also, the Herschel-Bulkley model is included for comparison. Clearly, the Couette flow curve differs from the parallel plate and PIV flow curves due to the slip. Besides, there is a good agreement between the parallel plate and PIV flow curves for shear stresses above the yield one. Finally, Fig. 7 shows the comparison between the normalized velocity profiles corrected for slip and the solution proposed by Chatzimina *et al.* (2009). Note that there is a good agreement between experimental results and theoretical predictions.

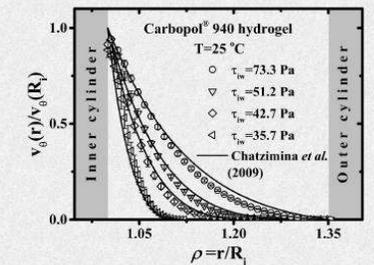
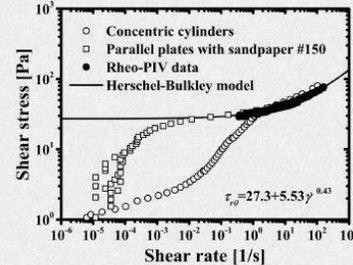


Figure 6. Rheometrical and local flow curves of the hydrogel. Figure 7. Experimental and theoretical velocity profiles in Couette flow.

CONCLUSIONS

- A full description of the flow kinematics of the hydrogel in Couette flow with slip at the walls was obtained, which includes rigid body-like motion, rigid body-like motion and shear flow, as well as pure shear flow.
- Slip occurred at both cylinders of the Couette cell for all the flow conditions studied in this work and different slipping mechanisms at the walls were observed due to the different materials of construction of the cylinders.
- The yield stress was accurately determined from the velocity profiles irrespective of the presence of slip.
- The theoretical model proposed by Chatzimina *et al.* (2009) can be used to describe the rheological behavior of viscoplastic fluids in Couette flow without slip at the walls.



THE SOCIETY OF RHEOLOGY

91ST ANNUAL MEETING PROGRAM AND ABSTRACTS

Raleigh Convention Center
Raleigh, North Carolina
October 20 - 24, 2019

Program Committee:

Nick Alvarez
Drexel University
Arezoo Ardekani
Purdue University
Sibani Lisa Biswal (co-chair)
Rice University
Michelle Calabrese
University of Minnesota
Xiang F. Cheng
University of Minnesota
Sujit Datta
Princeton University
Cari Dutcher
University of Minnesota
Heather Emady
Arizona State University
Suzanne Fielding
University of Durham
Reza Foudazi
New Mexico State University
John Frostad
University of British Columbia
Sarah Hormozi
Ohio University
Steve Hudson (co-chair)
NIST
Alan Jacob
North Carolina State University
Safa Jamali
Northeastern University

Helen Joyner
University of Idaho
Stephanie Lam
Glaxo Smith Klein
Amanda Marciel
Rice University
Hadi Mohammadigoushki
Florida A&M University-Florida State University
Ehssan Nazockdast
The University of North Carolina at Chapel Hill
Joseph Samaniuk
Colorado School of Mines
Jon Seppala
NIST
Vivek Sharma
University of Illinois at Chicago
Samanvaya Srivastava
UCLA
Ran Tao
NIST
Evelyne van Ruymbeke
UCLouvain
Sachin Velankar
University of Pittsburg
Travis Walker
South Dakota School of Mines & Technology
Javen Weston
University of Tulsa
Rosanna Zia
Stanford University

Local Arrangements:

Saad Khan
*North Carolina State
University*

Lilian Hsiao
*North Carolina State
University*

Michael Rubinstein
Duke University

Abstract Book Editor and Webmaster:

Albert Co, *University of Maine*

Poster Session

Symposium PO Poster Session

Organizers: Alan Jacob and Vivek Sharma

Wednesday 6:30 Ballroom on 4th floor

PO1

Remote sensing of coagulation process by electro-magnetically spinning system

Keiji Sakai¹, Maiko Hosoda², and Yoshikazu Yamakawa³

¹*Institute of Industrial Science, University of Tokyo, Meguro-ku, Tokyo 153-8505, Japan;* ²*Tokyo Denki University, Saitama, Japan;* ³*Triple Eye Co., Ltd, Kyoto, Japan*

Recently, we succeeded in improving Electro-Magnetically-Spinning(EMS) viscometer system for remote sensing of the coagulation process of fluid samples. In the measurement by EMS method, a thin metal disk is used as a probe rotor, which is set on the surface of the layered sample with thickness of 0.5mm. The system applies rotating magnetic field to the rotor and induces current in it. The Lorentz interaction between the magnetic field and the current drives the rotor to follow the rotation of the magnetic field. Viscosity and its dependence on shear rate can be obtained from the relation between the rotational speeds of the magnetic field and the probe. Non-Contact, sealable, disposable and safe measurements are possible, which is useful features especially for the medical field treating bio-hazardous materials. The coagulation can be detected as the appearance of elasticity, which is detected as the restoration of the deformation of samples under the alternative torque. In the presentation, we introduce a new video analysis system, which gives quantitative measure for the sample elasticity.

Wednesday 6:30 Ballroom on 4th floor

PO2

PIV analysis of the vane in cup flow of a viscoplastic microgel

Esteban F. Medina-Bañuelos¹, Benjamín M. Marín-Santibáñez¹, and José Pérez-González²

¹*SEPI-ESIQIE, Instituto Politécnico Nacional, Ciudad de México 07738, Mexico;* ²*Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda-ESFM, Instituto Politécnico Nacional, Ciudad de México 07738, Mexico*

The vane in cup flow of a Newtonian fluid and a model yield-stress fluid, a 0.12 wt.% Carbopol® 940 microgel, with slip at the cup were analyzed in this work using particle image velocimetry (PIV). The velocity distributions for the Newtonian fluid indicate that the fluid trapped in between two adjacent blades rotates as a rigid body along with the vane up to a radial position smaller than the radius of the vane R_v , and such radial position was found to be independent of the vane rotational speed. Also, for radial locations, r , greater than that at which rigid body-like motion ends, the tangential velocity exhibits a maximum, which is located at a radial position smaller than R_v and is also independent of the rotational speed. In the region between the radius of the vane and the cup, the tangential velocity profiles resemble those observed between two concentric cylinders. This observation suggests that a Couette analogy may be applied to analyze the vane in cup flow of Newtonian fluids provided that an equivalent radius, R_{eq} , is defined, being R_{eq} the radius of a virtual inner cylinder of a Couette geometry. Regardless of how it is determined, R_{eq} remains constant for all Newtonian fluids in a given vane and cup geometry. However, the velocity profiles of the viscoplastic microgel showed that both, the radial position at which the rigid body-like motion ends and that where the maximum is located, change with the flow conditions. This result suggests that R_{eq} will depend on the flow conditions for a non-Newtonian fluid in a vane in cup geometry and that it will be different for different non-Newtonian fluids. Consequently, there is not a definite method to determine the value of R_{eq} for non-Newtonian fluids, which precludes the use of the vane in cup geometry as a rheometer for complex fluids.

Wednesday 6:30 Ballroom on 4th floor

PO3

Using non-lubricated squeeze flow to determine empirical parameters for modeling long fiber injection molded thermoplastics

Kennedy Boyce, Greg Lambert, and Donald Baird

Chemical Engineering, Virginia Tech, Blacksburg, VA 24060, United States

Polymer fiber composites provide a solution to the demand for lighter and stronger materials. Injection molding is likely to be the most common method for part production and chopped long fibers such as glass and carbon are used to reinforce thermoplastics. The mechanical performance of the parts is dependent on the length and orientation of the reinforcing fibers. Models have been designed to predict the orientation evolution of the fibers during injection molding. The models require a set of empirical parameters. In order to improve the design process, a method for determining these material and flow dependent parameters has been developed. Mold filling is a combination of shear and extensional flows. Research has shown that neither simple shear nor simple extensional flow can be used to accurately represent the suspension behavior. Non-lubricated squeeze flow (NLSF) provides a combination of flows. The flow generated in NLSF is simple enough for investigation but complex enough to induce fiber bending and includes the effects of shear and extensional flows. Glass fiber reinforced polypropylene parameters have been calculated and verified using this technique. Further verification is being conducted to determine if non-lubricated squeeze flow can be used to rheologically determine the parameters for different composites using a carbon fiber reinforced nylon 6,6.

Esteban F. Medina-Bañuelos¹, Benjamín M. Marín-Santibáñez¹, José Pérez-González²

¹Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 8, C.P. 07738, Ciudad de México, México

²Laboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 9, C.P. 07738, Ciudad de México, México

INTRODUCTION

The use of the vane in cup geometry for rheological characterization of non-Newtonian fluids is based on the Couette analogy. The vane, with 4, 6 or 8 blades, is immersed in a sample contained in a cup and made it to rotate whether under strain or stress-controlled manner. The vane is supposed to grab and drag the sample as a solid bob, with an equivalent radius R_{eq} that shears the rest of the sample in the gap. Then, the flow field generated in between such a bob and the cup is assumed akin to that occurring in the gap of two solid concentric cylinders, i. e., Couette flow, hence the “Couette analogy”. The aim of this work was to analyze the vane in cup flow of a Newtonian fluid (glycerol), and a 0.12 wt.% Carbopol® 940 microgel with slip at the cup to describe their flow kinematics and test the Couette analogy.

EXPERIMENTAL PROCEDURE

In this work, a 0.12 wt.% Carbopol® 940 microgel seeded with micrometric hollow glass spheres as flow tracers was used. Rheometrical measurements for the microgel were run in a controlled stress rheometer with a vane in cup geometry. Meanwhile, local measurements of the velocity of the fluid were performed with the particle image velocimetry (PIV) technique coupled to the vane in cup geometry, as shown in Fig. 1.

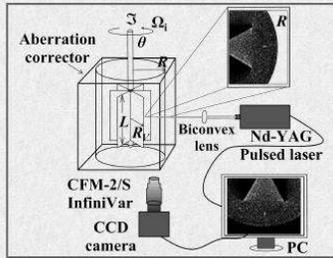


Figure 1. Sketch of the PIV technique coupled to the vane in cup geometry.

RESULTS AND DISCUSSION

1.1 Couette analogy of the vane in cup flow of a Newtonian fluid, glycerol

Figure 2 shows the velocity profiles of the glycerol in the vane in cup geometry. The radial location at which the rigid body-like motion of the fluid ends and that where the maximum in velocity is reached, at about $R_{eq} = 10$ mm, both are smaller than the vane radius R_v , and remained constant regardless of the rotational speed Ω_i . Thus, if R_{eq} is selected as one of these locations, it is expected to be constant for any Newtonian fluid independently of Ω_i for a given vane in cup geometry. The agreement between the Newton model, for $R_{eq} = 10$ mm, and experimental data in Fig. 2 supports the Couette analogy for the vane in cup flow of Newtonian fluids.

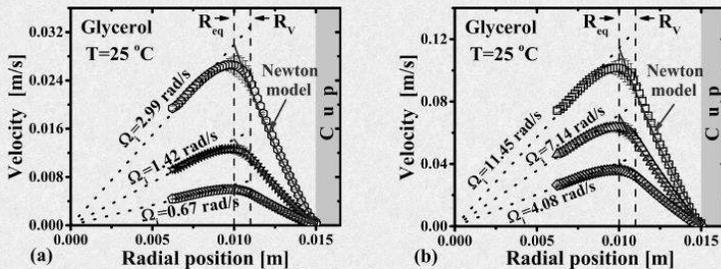


Figure 2. Velocity profiles for the glycerol in the vane in cup geometry.

1.2 Velocity profiles of the microgel in the vane in cup geometry

Figure 3 shows velocity profiles of the microgel for torque values $\mathfrak{S} \leq 0.48$ mN-m. These profiles do not show any development either in the gap or between blades, instead the velocity of the fluid is a linear function of the radial position with Ω_i as slope. This indicates that the fluid behaves as a solid in rotation and that has a yield stress. Also, the velocity at the cup is different from zero, indicating that slip occurred at the wall cup.

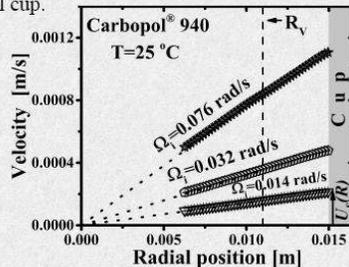


Figure 3. Velocity profiles of the microgel for $\mathfrak{S} \leq 0.48$ mN-m.

Figure 4 displays velocity profiles of the microgel for $\mathfrak{S} > 0.48$ mN-m. In this case, the velocity profiles show that the radial location at which the maximum velocity occurs R_{Vmax} , and that where the rigid body-like motion ends are smaller than R_v , but unlike the Newtonian fluid, they change with the flow conditions, i. e. with Ω_i . Then, if R_{Vmax} is considered as the R_{eq} of the Couette analogy, results from Fig. 5 clearly indicate that R_{eq} is expected to change with Ω_i for non-Newtonian fluids as a result of their non-linear response. This observation creates a significant problem for the use of the vane in cup flow to carry out rheological measurements of non-Newtonian fluids along with the Couette analogy.

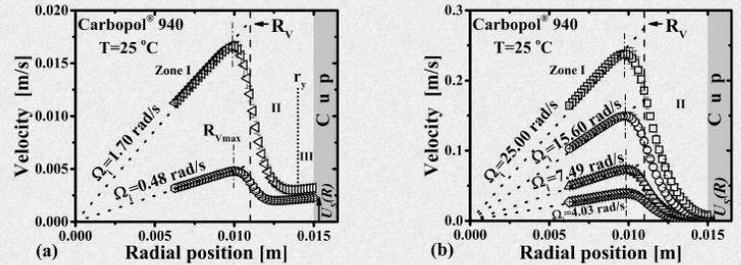


Figure 4. Velocity profiles of the microgel for $\mathfrak{S} > 0.48$ mN-m. I) Rigid body-like motion, II) deformation and III) plug flow. r_y is the yielding position.

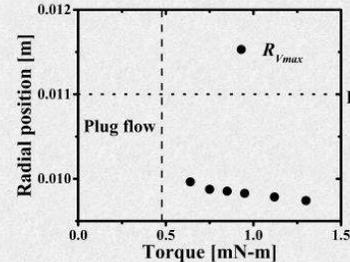


Figure 5. R_{Vmax} as a function of the torque imposed on the vane.

1.3 Local and vane in cup flow curves of the microgel

The true flow curve of the microgel calculated via the velocity profiles and assuming the Couette analogy is shown in Fig. 6a and it is fitted to the Herschel-Bulkley model. Also, the flow curve of the same microgel obtained by Medina-Bañuelos *et al.* (2017) with Rheo-PIV in Couette flow is included in Fig. 6a. The agreement between these flow curves is outstanding, which validates our PIV measurements. However in the absence of velocity profiles, R_{eq} must be assumed to construct the flow curve using the Couette analogy. Figure 6b shows two vane in cup flow curves calculated using $R_{eqN} = 10$ mm (value obtained from calibration with the Newtonian fluid) and with R_v , respectively. These flow curves deviate considerably from the true one, i. e. H-B model from Fig. 6a. Errors of about 70% may be obtained in computing the shear rate by using R_{eqN} or R_v to construct the flow curve.

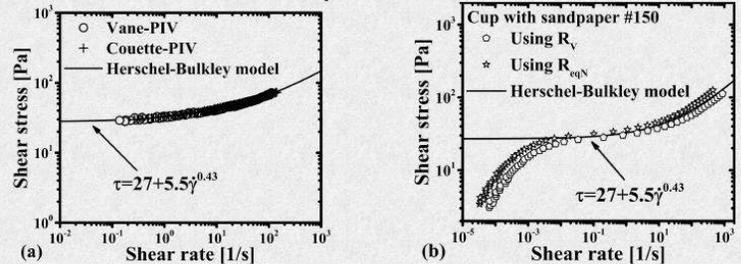


Figure 6. a) True and b) vane in cup flow curves of the microgel.

CONCLUSIONS

- The vane in cup flow of a Newtonian fluid, glycerol, and a viscoplastic Carbopol® 940 microgel was analyzed by using the 2D-PIV technique.
- The radial locations at which the rigid body-like motion ends or at which the maximum tangential velocity is observed are smaller than R_v and change with the imposed torque for the microgel. This suggests that R_{eq} is expected to be different for different non-Newtonian fluids, and for a given non-Newtonian fluid will depend on the flow conditions. Thus, since the R_{eq} value is not known *a priori* the Couette analogy is difficult to define in practice and cannot be used in the absence of local flow data.
- Using the R_{eq} value calculated by calibration with a Newtonian fluid, i. e. R_{eqN} , or the vane radius to calculate the flow curve for non-Newtonian fluids may lead to significant errors.

AMIDIQ

Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química A.C.



UNIVERSIDAD DE
GUANAJUATO



XXXIX ENCUENTRO NACIONAL **DE LA AMIDIQ**

"La Ingeniería Química como motor de la innovación"

SAN JOSÉ DEL CABO, BCS

del 1 al 4 de mayo de 2018

AMIDIQ
Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química A.C.



Memorias del XXXIX Encuentro Nacional de la AMIDIQ

**San José del Cabo, BJS, México
1 al 4 de Mayo de 2018**

REO-VELOCIMETRÍA POR IMÁGENES DE PARTÍCULAS DE UN FLUIDO MODELO CON ESFUERZO DE CEDENCIA EN FLUJO DE COUETTE

Esteban F. Medina Bañuelos^a, Benjamín M. Marín Santibáñez^a, José Pérez González^b

^aSección de Estudios de Posgrado e Investigación, Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 8, Col. Lindavista, Ciudad de México, C.P. 07738, México.

efmedinab1400@alumno.ipn.mx

^bLaboratorio de Reología y Física de la Materia Blanda, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Instituto Politécnico Nacional, U.P. Adolfo López Mateos Edif. 9, Col. Lindavista, Ciudad de México, C.P. 07738, México.

Resumen

En este trabajo se describió la cinemática de flujo de un fluido modelo con esfuerzo de cedencia, un hidrogel de Carbopol[®] 940 al 0.12% p/p, en flujo de Couette con deslizamiento en la pared empleando la técnica de velocimetría por imágenes de partículas, VIP. Mediante el uso de dicha técnica se observaron varios regímenes de flujo para el hidrogel en flujo de Couette, los cuales mostraron que el hidrogel se comporta como un sólido en rotación para esfuerzos de corte menores al de cedencia, que hay flujo de corte y movimiento de cuerpo rígido en rotación para esfuerzos mayores al de cedencia y flujo de corte cuando el esfuerzo sobrepasa al de cedencia en toda la región anular. Por otra parte, se observó deslizamiento para cada condición de flujo en ambos cilindros de la geometría de Couette. Además, la posición radial en la cual ocurrió la transición de flujo de corte a movimiento de cuerpo rígido se determinó a partir de los perfiles de velocidad para posteriormente calcular el esfuerzo de cedencia del hidrogel. Finalmente, los perfiles de velocidad se compararon con una predicción teórica derivada de la mecánica del medio continuo para el flujo de Couette de fluidos de Herschel-Bulkley sin deslizamiento [1].

Introducción

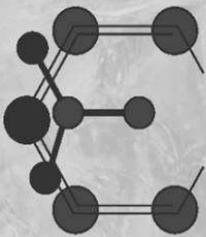
Los fluidos complejos o no newtonianos son fluidos que no obedecen la ley de Newton de la viscosidad y tienen propiedades intermedias entre los líquidos puramente viscosos y los sólidos elásticos. Entre ellos se encuentran los fluidos con esfuerzo de cedencia o viscoplásticos, dichos materiales no fluyen a menos que un esfuerzo de corte crítico, conocido como esfuerzo de cedencia (τ_y), sea superado; estos materiales se comportan como sólidos elásticos para esfuerzos menores al de cedencia y como líquidos cuando dicho esfuerzo ha sido rebasado. Ejemplos de ellos son los lodos de perforación, emulsiones, geles y algunos productos alimenticios como la mayonesa y la catsup, entre otros. A diferencia de los fluidos newtonianos, cuando se trata con fluidos viscoplásticos la determinación de sus propiedades reológicas en flujo cortante se torna complicada debido, entre otras cosas, al fenómeno de deslizamiento en las paredes de la geometría de medición exhibido por este tipo de materiales [2-4]. Por lo anterior, resulta difícil determinar un valor exacto del esfuerzo de cedencia, así como describir de manera confiable su comportamiento reológico a través de mediciones reométricas [5-7], lo cual podría influir de forma negativa en el diseño de equipos involucrados en su transporte, por ejemplo, bombas. Recientemente, se han desarrollado técnicas de visualización de flujo que permiten describir la cinemática de flujo de fluidos complejos [8-10]. Un ejemplo de estas técnicas es la velocimetría por imágenes de partículas, VIP, la cual puede ser acoplada a diferentes reómetros para obtener información sobre el comportamiento reológico de diferentes fluidos, reo-VIP [11-14]. Así, en este trabajo se estudió la cinemática de flujo de un fluido modelo con esfuerzo de cedencia con deslizamiento en la pared, un hidrogel de Carbopol[®] 940 al 0.12% p/p, en flujo de Couette empleando la técnica de velocimetría por imágenes de partículas, reo-VIP, con el fin de obtener una descripción confiable del comportamiento reológico de fluidos con esfuerzo de cedencia cuando son sometidos a flujo cortante.



Convoca al
7º SIMPOSIO ANUAL DE ESTUDIANTES DEL IIM

Y A LA

5ª REUNIÓN ANUAL DEL CAPÍTULO ESTUDIANTIL IIM-SMM



Capítulo Estudiantil
IIM-SMM

10, 11 Y 12
DE ABRIL DE 2019



SIMPOSIO ANUAL
DE ESTUDIANTES
ASOCIADOS
AL IIM

PREMIOS A LOS MEJORES TRABAJOS

- Investigadores de talla internacional
- Posters
- Presentaciones orales
- Difusión Científica
- Interacción con proveedores



**Periodo de recepción de resúmenes:
29 de enero al 8 de marzo de 2019**

Convocatoria en:

www.iim.unam.mx/simpest

Dudas o comentarios, escríbenos: capituloieiimsmm@gmail.com

Simposio Anual de Estudiantes

Instituto de Investigaciones en Materiales
Universidad Nacional Autónoma de México

Mayo 2019

A quien corresponda

Este documento certifica que los autores:

*“Esteban Francisco Medina Bañuelos, Benjamín Marcos Marín Santibáñez y
José Pérez González”*

Presentaron el trabajo:

*“Reo-velocimetría por imágenes de partículas de un hidrogel de Carbopol en
flujo de Couette con deslizamiento”*

En el Simposio Anual de Estudiantes, llevado a cabo del 10 al
12 de abril del 2019 en las instalaciones del Instituto de
Investigaciones en Materiales - CU.

Atentamente


Dr. José Israel Betancourt Reyes
Director
IIM-UNAM


M. en C. e I. Juan Manuel Pérez Osorio
Presidente
Capítulo Estudiantil IIM-SMM

AMIDIO

Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química A.C.



XLI
Encuentro
Nacional

La Ingeniería Química, el Desarrollo Nacional
y la Responsabilidad Social

Otorga el presente
RECONOCIMIENTO

a:

Esteban Francisco Medina Bañuelos, Benjamín Marcos Marín Santibáñez, José Pérez González

Por la presentación del trabajo:

Descripción de la cinemática del flujo de un fluido viscoplastico en la geometría de propela en copa
usando Reo-velocimetría por imágenes de partículas: limitaciones prácticas

ID: 316

Dra. María del Rosario Enriquez Rosado
PRESIDENTE DEL AMIDIO Y DEL COMITÉ ORGANIZADOR

Dr. Tomás Viveros Garcia
PRESIDENTE DEL COMITÉ TÉCNICO

Evento virtual del 22 al 24 de octubre 2020