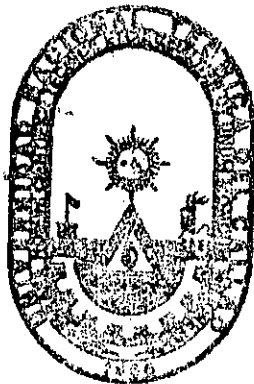


UNIVERSIDAD NACIONAL DEL CALLAO

Facultad de Ingeniería Química



***"Estudio Experimental de las Propiedades Reológicas
de los Geles de Gelatina Comestible"***

Tesis para optar el Título de:

INGENIERO QUIMICO

Presentado por:

ZOILA MARGARITA DIAZ CORDOVA

Asesor: Ing. Carlos Ancieta Dextre

CALLAO — PERU

1992

DEDICATORIA

A mis amados padres
Luis y Catalina que
con amor y buenos
ejemplos edificaron
mi vida.

A mi querido esposo
Jorge por la comprensión
y apoyo que me brindó
para lograr mis aspira-
ciones.

A mis queridos hijos
Jorge y Miguel por todo
el sacrificio que repre-
sentó para ellos las ho-
ras dedicadas al trabajo.

AGRADECIMIENTO

Mi agradecimiento eterno
a mis padres y hermanos
a mis colegas y muy espe-
cialmente :

Al Ing. Estanislao Bellodas
A la Srta. Gladys Reyna M.
Al Ing. Guillermo Jaramillo
Al Ing. Raymundo Carranza.

A quienes de alguna forma
ayudaron en la culminación
exitosa de esta tesis.

I N D I C E

I	INTRODUCCION	1
II	RESUMEN	3
III	FUNDAMENTOS TEORICOS	
	3.1 Reología	7
	3.2 Patrones reológicos	7
	3.3 Propiedades reológicas preponderantes	11
IV	ASPECTOS GENERALES DE LA GELATINA	
	4.1 Estructura química	13
	4.2 Propiedades físicas	15
	4.3 Propiedades químicas	19
	4.4 Fabricación de gelatina	22
	4.5 Usos de la gelatina	32
V	ESTUDIO REOLOGICO DEL GEL DE LAS GELATINAS COMESTIBLES	
	5.1 Estudio experimental de la viscosidad	37
	5.1.1 Aspectos generales sobre la viscosidad	37
	5.1.2 Descripción del equipo utilizado ...	43
	5.1.3 Parámetros de operación	48

5.2	Estudio experimental de módulo de rigidez	52
5.2.1	Descripción del equipo utilizado ..	54
5.2.2	Parámetros de operación	55
5.3	Estudio experimental del poder de gelifi- cación	56
5.3.1	Descripción del equipo utilizado ..	57
5.3.2	Parámetros de operación	58
5.4	Tablas y Gráficas	62
VI	RESULTADOS Y DISCUSION	78
VII	CONCLUSIONES	92
VIII	RECOMENDACIONES	94
IX	BIBLIOGRAFIA	95
A N E X O S	98

I INTRODUCCION

La gelatina es un producto natural cuya característica principal en la cual se basan muchas de sus aplicaciones es la de formar un gelacuoso cuyo comportamiento no es propiamente de un líquido si no mas bien de un sólido.

Los geles formados con gelatina son cuerpos reales que presentan propiedades tales como viscosidad, elasticidad, punto de fusión, poder de gelificación, índice de rigidez, etc., que son estudiados por la Reología.

La Reología es la ciencia que estudia el comportamiento mecánico de los materiales, se define como la ciencia de la deformación de la materia, del cambio de la forma y el flujo.

Es necesario determinar las propiedades reológicas de una sustancia para desarrollar nuevos productos con parámetros reológicos prefijados, concertar la tecnología de fabricación mas eficaz con las propiedades de elaboración de un producto; como una medida directa o indirecta de características de calidad, porque la venta de los productos acabados es más fácil si ellos tienen adecuadas propiedades

reológicas y porque el conocimiento de su comportamiento puede llevar a modificaciones de su estructura.

Podemos decir que la importancia del estudio reológico se centra en cuatro puntos:

Primero contribuye al conocimiento del comportamiento de su estructura.

Segundo en la industria se efectúan con frecuencia medidas reológicas para materias primas y productos terminados.

Tercero la reología presta una valiosa ayuda al diseño de maquinarias.

Y finalmente las características reológicas influyen de modo considerable sobre los distintos factores de calidad.

El objetivo general es de realizar estudios de las propiedades reológicas preponderantes de los geles de gelatina tales como viscosidad, poder de gelificación e índice de rigidez.

Los objetivos secundarios son:

- Indicar el método de análisis más adecuado para cada una de estas propiedades.
- Indicar equipos adecuados para su análisis.
- Establecer relaciones, tablas y gráficos para la interpretación de las propiedades.

II RESUMEN

La gelatina es un producto natural, derivada del colágeno que es la principal proteína de los tejidos conectivos y óseos es la más abundante en el reino animal. Está compuesta por 19 aminoácidos de los 20 que existen en la naturaleza, es decir es una proteína casi completa, siendo la proteína ausente el triptófano, por lo que se puede decir que constituye uno de los alimentos ricos en proteínas.

Se considera importante realizar estudios reológicos en los geles de gelatina tales como la viscosidad, poder de gelificación o índice de rigidez por que necesitamos conocer su estructura y su comportamiento mecánico, para concertar tecnología de fabricación más eficaz a fin de mantener las propiedades del producto, por que las propiedades reológicas son una medida de la calidad en la fabricación de sus productos, porque requiere cumplir ciertas normas con el cliente quien elabora sus semi-productos, por que la venta de producto acabada resulta más fácil si ellos tienen adecuadas propiedades reológicas para la aplicación requerida, por que presta una valiosa ayuda al diseño de las máquinas.

Este trabajo tiene por objetivo realizar estudios de las propiedades reológicas más resaltantes de los geles de gelatina, indicando el método de análisis adecuado para cada una de estas propiedades y los equipos que se pueden utilizar para este estudio, estableciendo relaciones, tablas y gráficos que permitan la interpretación de los mismos.

Las muestras de gel estudiadas provienen de gelatina tipo A, se fijan a una concentración de 6.66% en peso de gelatina a una temperatura de 10°C y con un tiempo de maduración de 16 a 18 horas.

Las muestras fueron tratadas como cuerpos viscoelásticos debido a que previamente se realizó la prueba de weinssenberg (9), que consiste en hacer girar una varilla en el seno del líquido (solución), el movimiento origina un torbellino, si el líquido es viscolástico puede trepar por la varilla. Lo cual se realizó.

Los métodos experimentales utilizados son: método de relajación de tensión para la viscosidad (1), es un método de larga duración en el cual se observa el decaimiento de la tensión con el tiempo, el equipo utilizado es el viscosímetro Rheotest No 2 de cilindros concéntricos. (Anexo 1)

Para la determinación del índice de rigidez o módulo de elasticidad se utilizó el método experimental del esfuerzo de cizallamiento (15), que es un método para pruebas de corto tiempo, el equipo utilizado es el tubo de saundersward. (Anexo 3)

Para el poder de gelificación se utilizó el método empírico del gelómetro de bloom (10). (Anexo 4)

La representación de los datos obtenidos en la prueba del rheotest, están presentados en las tablas 4, 5, 6, 7 y 8, estos datos fueron tratados en una computadora que mediante el software "Energy Grafic" se obtuvo la gráfica de tipo exponencial y una ecuación matemática que representa la curva del tipo:

$$\zeta = 82.52 + 83.11 (t/64) - 19.29 (t/64)^2$$

que coincide con el modelo propuesto en la tesis basado en el modelo mecánico de Maxwell para cuerpo viscoelástico (1):

$$d\zeta/dt + G \tau_0 / \eta = G d\mathcal{D}/dt$$

se concluye que el modelo es el siguiente:

$$\zeta(t) = \zeta_0 + G (\beta - \zeta_0/\eta) t - G^2 / 2\eta (\beta - \zeta_0/\eta) t^2$$

Donde ζ_0 representa el grado de solidez de un cuerpo, η y G son coeficientes de viscosidad e índice de rigidez o módulo de elasticidad respectivamente.

Se observa en la curva un aumento inicial de tensión que posiblemente se deba a la acumulación de energía de las moléculas debido al movimiento térmico de las cadenas, luego se produce una deformación brusca de la curva y el decaimiento de la tensión con el tiempo debido a la ruptura de ciertos enlaces peptídicos de las moléculas de gelatina, produciendo la relajación interna, según este modelo se puede determinar los valores para η : $\eta = 191026,4$ y $\eta = 212338$ Pascal.

Los valores del índice de rigidez G obtenidos experimentalmente con el tubo saunders-ward mostrados en la Tabla 12 arrojan un promedio para este parámetro de 7533 N/m² es decir, poseen alta elasticidad y baja rigidez.

Los valores obtenidos en el gelómetro de Bloom dan como promedio 227 grados (Tabla 10) lo cual podemos aproximar a 230 grados Bloom que indica convencionalmente que este puede ser una medida de la calidad de la gelatina, ya que se producen gelatinas con bloomaje desde 75 grados a 300 grados (10).

Se concluye finalmente que las propiedades reológicas de estos geles pueden estudiarse por varios métodos y diferentes equipos, se recomiendan principalmente trabajar en condiciones muy estrictas a fin de que los datos reproducidos en cada experiencia sean reales.

III FUNDAMENTOS TEORICOS

3.1 Reología

Se llama "reología al estudio físico del comportamiento mecánico de los materiales; es una rama de la física que puede definirse como la ciencia de la deformación de la materia". "Es el estudio del cambio en forma y flujo de la materia abarcando la elasticidad, viscosidad y plasticidad" (9).

3.2 Patrones reológicos

Dos dificultades ofrece en definitiva la clasificación reológica de los diversos productos:

- 1) la gran diversidad de productos
- 2) y el hecho de que todas ofrezcan propiedades distintas según las condiciones en que la observación se efectúe (9).

Para resolver la dificultad que supone la casi infinita diversidad de productos, el reólogo toma puntos de referencia (o patrones) constituidos por sustancias ideales: sólido ideal y líquido ideal.

Al sólido ideal se le llama sólido de Hooke, en memoria de Robert Hooke.

El líquido ideal o líquido de Newton deriva su nombre de Sir Isacc Newton. El sólido de Hooke al igual que el

líquido de Newton constituyen los límites del comportamiento reológico. Ningún producto real es más sólido que el sólido de Hooke ni más líquido que el líquido de Newton (son isotrópicos y siguen con precisión sus respectivas leyes). Los cuerpos de Hooke y Newton se pueden representar de tres formas: un modelo, un símbolo y una ecuación matemática. Para representar el modelo de Hooke se emplean un muelle o resorte (9) Figura 1



Figura
1

y para el modelo de Newton se emplea un amortiguador.

Figura 2

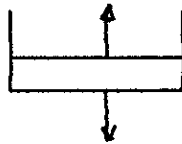


Figura
2

combinando estos dos modelos reológicos se obtienen otros intermedios:

- El modelo de Bingham (18) que representa un plástico ideal. El modelo de Bingham se logra combinando un elemento de Newton y otro de Hooke acoplado a una corredera de rozamiento a la que se denomina elemento St. Venant, que se representa como una pinza de fleje. El Elemento Saint Venant se ilustra también con frecuencia como un bloque que se desliza sobre una superficie.

La pinza indica que el producto es rígido por debajo del rozamiento límite (Tensión de deformación plástica) y se desliza libremente por encima de este valor aun que en contra donde la fuerza al rozamiento límite (9). Figura 3

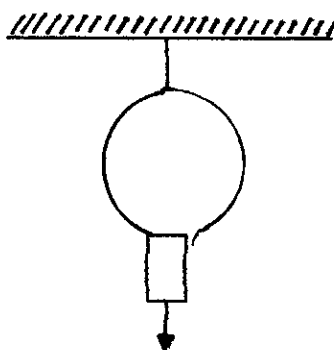


Figura
3

- El modelo de Maxwell: (1) consta de un muelle y una caldera unidas en serie y representa el líquido visco-elástico ideal, en el que la aplicación de la menor fuerza producirá un flujo (Figura 4).

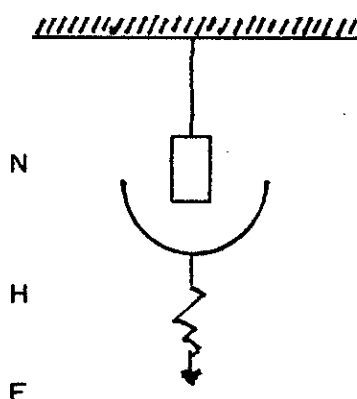


Figura
4

$$M = H - N$$

Al aplicar una carga F , H se alarga de inmediato y luego lo hace N lentamente; al retirar la fuerza, H se deforma la contraerse en tanto que N permanece inalter-

rable. En el diagrama de deformación puede apreciarse el incremento del módulo de alargamiento al estirarlo y la contracción parcial al retirar la carga (12)

Figura 5.

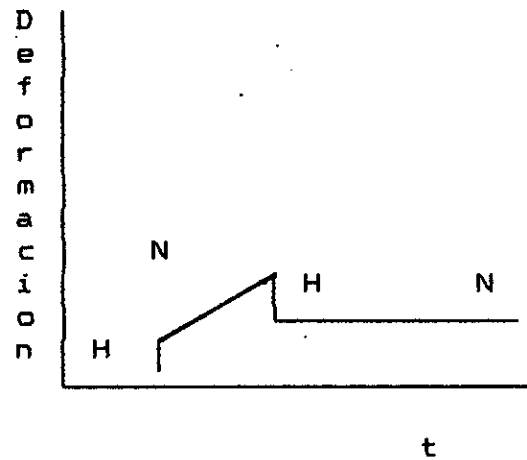


Figura
5

- En el modelo de Kelvin- Voigh, (1) los dos elementos que intervienen en el modelo de Maxwell se acoplan en paralelo, representa un sólido.

El alargamiento límite después de un tiempo largo depende exclusivamente de la magnitud de la fuerza y es totalmente recuperable cuando la carga cesa.

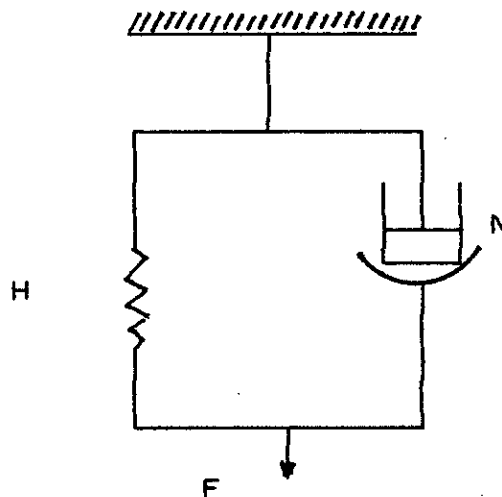


Figura
6

Cuando se aplica una fuerza F , aumenta tanto H como N . Cuando la fuerza H cesa acorta lentamente a N , lo que da origen al fenómeno conocido como elasticidad retardada (figura 6).

Para resolver el segundo problema constituido por el comportamiento diferente que cualquier producto ofrece al modificar las condiciones imperantes, es necesario especificar las condiciones en que se efectúan sus determinaciones, la temperatura del producto estudiado.

3.3 Propiedades reológicas preponderantes

Las propiedades reológicas a saber son :

1. Viscosidad
2. Plasticidad { untuosidad, extensibilidad }
3. Elasticidad
4. Dureza
5. Resistencia a la cizalladura
6. Resistencia a la tracción
7. Punto de fusión, etc.

IV ASPECTOS GENERALES DE LA GELATINA

La gelatina es un producto natural, derivada del colágeno, que es la principal proteína estructural de los tejidos conectivos y óseos, por consiguiente, la más abundante en el reino animal (7,11).

Entre los tejidos llamados colágenos (productores de colas) se encuentra la mayoría de los tegumentos, el periostio, los tendones, las membranas y los cartílagos hialinos permanentes. La característica principal de la gelatina es que en contacto con el agua fría se hincha absorbiendo el 40% de agua aproximadamente (aunque no se disuelve de manera sensible) y pierde su transparencia, es soluble en agua caliente y la disolución al enfriarse se solidifica aún cuando la concentración sea del 1%.

Para la fabricación de gelatina, el colágeno (proteína insoluble) debe convertirse en gelatina (proteína soluble) mediante la extracción por agua caliente, de tejidos ricos en colágenos, después del pre-tratamiento físico-químico de la materia prima.

Las propiedades físicas y la composición molecular de la gelatina depende de los tipos de materia prima y del método de fabricación utilizados (10).

Básicamente existe dos tipos de gelatina. La de tipo A proviene casi exclusivamente de la piel del cerdo y se la somete a un pre-tratamiento ácido. La de tipo B se obtiene generalmente del material bovino y se le somete a un pre-tratamiento alcalino (10).

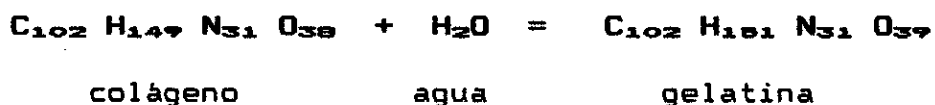
4.1 ESTRUCTURA QUIMICA

En observación microscópica el colágeno aparece en general como un conjunto de fibras lisas y opacas superpuestos en un contexto de proteínas anexas y mucopolisacáridos (16).

Como las moléculas de otras proteínas, los de gelatinas son muy grandes y complejas. Varía entre 10,300 y 100,000 pero dependiendo del procedimiento de fraccionamiento ha dado materias con pesos moleculares hasta de 250,000 (10).

Mediante el proceso de hidrólisis (llamado comúnmente ebullición) se consigue el rompimiento gradual de las grandes cadenas moleculares de los coloides primitivos (este cambio se cree que se opera sobre las grandes moléculas los que están formadas por moléculas más pequeñas y mantenidas por la fuerza atractiva molecular) (11).

Los cambios han sido estimados de acuerdo a la respectiva ecuación fundamental :



Al término de la hidrólisis la gelatina se descompone en los diferentes aminoácidos, originando una degradación progresiva de su molécula a medida que aumenta la temperatura y el tiempo de tratamiento.

Los aminoácidos que constituyen la gelatina en 100 gramos de muestra son: (16)

Cistina	0.1	Asparaguina	
Metionina	0.9	Serina	3.4
Isoleucina	1.6	Acido aspártico	6.4
Leucina	3.0	Alanina	9.0
Tirosina	0.6	Valina	2.4
Filinamina	1.8	Acido glutámico	10.4
Lisina	3.5	Prolina	24.0
Histina	0.8	Hidroxiprolina	11.0
Arginina	0.3	Treonina	1.9
Glicina	2.5		

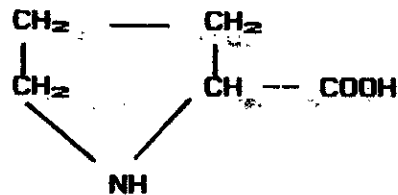
Los cambios que se producen en las gelatinas están acompañado por la variedad de propiedades físicas y químicas del material que se manifiesta por la cantidad de agua absorbida y otros.

En las gelatinas los cambios químicos se encuentran íntimamente asociados a los cambios físicos y no existe

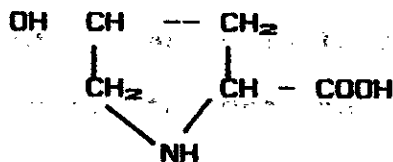
línea de separación que puede ser trazado entre los dos (10).

En cuanto a su composición química se diferencia de todas las proteínas por su fuerte contenido en dos aminoácidos cíclicos: proleína e hidroxiproleína, constituyendo un 14% del peso total de su composición, es prácticamente específica de los colágenos, ya que sólo figura en otra proteína en un contenido más reducido, 2%. Se atribuye a estos aminoácidos un papel importante en la rigidez de su estructura.

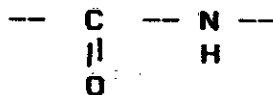
proleína



hidroxiproleína



Los aminoácidos se unen entre ellos por la conjunción de un grupo amino y otro carboxilo lo que constituye el enlace peptídico característico.



4.2 PROPIEDADES FÍSICAS

La gelatina comercial pura y seca es un sólido inodoro, insípido, duro, transparente, quebradizo, vítreo y de

color amarillo muy pálido o de color ámbar.

Consistencia de jalea o poder de gelificación.- El principal atributo de la gelatina es su capacidad que al ser enfriada forma una jalea que se licúa nuevamente cuando se calienta, al enfriarse de nuevo la jalea se forma otra vez. La mayoría de sustancias gelatinosas no presentan esta característica de reversibilidad.

La consistencia de la jalea varía dentro de límites amplios modificando la fuerza gelatinosa y/o la concentración de la gelatina. Su punto de fusión es inferior a los 37 °C, esta característica se puede identificar muy fácilmente: cuando se prepara un postre de gelatina, se derrite en la boca.

De acuerdo a la convención mundial, su consistencia se expresa en gramos bloom; además de la temperatura, el pH y la concentración son otros factores que influyen en la consistencia (11).

Viscosidad.- En numerosas aplicaciones industriales de la gelatina es tan importante la viscosidad como la capacidad para formar un gel y en algunos casos es más importante aún. La consistencia de jalea no es una indicación o una función de la viscosidad, esta si tiene relación directa con el peso molecular (7).

La viscosidad de solución de gelatina varían entre 20 y 60 milipoises según el tipo y la calidad básica. Esta

propiedad se determina en soluciones de gelatina a una concentración de 6.66%. El pH, la temperatura y la concentración son factores que influyen en la viscosidad (3).

pH y Punto Isoeléctrico.- El valor del pH propio de las moléculas de gelatina y del pH de sales minerales. Dependiendo del proceso de fabricación, de la desmineralización, el pH se puede manipular.

Punto isoelectrico: puesto que en las soluciones ácidas o alcalinas las partículas de gelatina están cargadas estas emigrarán en un campo eléctrico. El pH en que no se produce ninguna migración se llama punto isoelectrico. En este pH existe una concentración máxima de moléculas de gelatina no cargadas. El punto isoelectrico de la gelatina es el punto de propiedades físicas mínimas o el pH de máxima turbiedad en el estado gel. Corresponde también al punto de capacidad mínima de combinación con ácidos y bases (16).

La gelatina de tipo A tiene una solución isoelectrica entre pH 7-9 y la de tipo B tiene una solución isoelectrica entre 4.7-5.0. La de tipo A es catiónica cuando el pH es inferior a 4.7 y aniónica a pH mayor que 4.7 (16).

Solubilidad.- Al entrar en contacto con el agua fría las gelatinas se hinchan y forman partículas hidratadas que entran en solución cuando se eleva la temperatura. Por consiguiente se puede considerar que la gelatina es

relativamente insoluble en agua fría, no obstante rápidamente soluble en agua caliente, alcoholes polihíbridos y glicerina siempre y cuando haya agua suficiente actuando como cosolvente. La gelatina es insoluble en acetona, alcohol y solventes no polares. Las concentraciones bajas de fosfatos, citratos y sulfatos facilitan la disolución de la gelatina, mientras que las concentraciones elevadas pueden precipitarlos (6, 7).

La gelatina es soluble en alcoholes polivalentes, como el glicerol, el glicol polipropilénico, el sorbitol y el monitol especialmente con agua como disolvente accesorio. Es casi insoluble en alcohol, acetona, tetracloruro de carbono, benceno, éter de petróleo y otros disolventes orgánicos. En condiciones especiales hay solubilidad parcial en mezclas de acetona-agua y alcohol-agua. Por su naturaleza altamente reactiva de la gelatina es necesario tener mucho cuidado al disolverse en disolventes acuosos y especialmente en los orgánicos, para impedir cualquier modificación (7).

Humedad.- La gelatina se presenta en polvo fino o barras cuyo contenido de humedad depende del proceso de secado que normalmente se mantiene alrededor del 10 al 12% (10) .

Claridad y color.- La solución de gelatina presenta una cierta claridad y color. Estas características se pueden medir en escalas, a través de convenciones interna-

cionales, que evalúan ópticamente las soluciones de gelatinas, patronizada para todas las aplicaciones.

La claridad se relaciona al fenómeno del esparcimiento de luz por partículas insolubles, presentes como suspensiones o emulsiones ultrafinos en la solución de la gelatina. Pero tanto la claridad como el color dependen del procesamiento empleado en la fabricación del producto y son factores importantes para la preparación de postres y productos de alta calidad (10).

4.3 PROPIEDADES QUIMICAS

Precipita con alcohol de sus soluciones acuosas. Abandonado durante largo tiempo al aire y a una temperatura de 16 a 18 °C la gelatina húmeda entra en fermentación y despiden un olor desagradable de amoníaco (10).

La adición de pequeña cantidad de ácido salicílico o fenol detiene por mucho tiempo la putrefacción, lo mismo se consigue añadiendo 1% de fucsina.

La gelatina seca funde con el calor, despidiendo un olor particular a una temperatura elevada se hincha y después arde con olor a cuerno quemado. La combustión se realiza con dificultad y deja como residuo una sustancia carbonosa, que se caracteriza por su gran poder decolorante. Al someterse a ebullición prolongada la solución de gelatina pierde su poder de gelificación (17).

La gelatina completamente desmineralizada obtenida por diálisis y tratamiento en campo eléctrico es electronegativo y más difícil de solidificar que las gelatinas que aún contiene algunas impurezas de sustancias minerales.

El poder de inhibición de la gelatina para el agua disminuye mucho por la acción de la luz o del formaldehído, el cual la hincha y endurece, la misma reacción se obtiene con el bicromato de potasio. El hinchamiento de la gelatina es mucho mayor en los ácidos diluidos que en el agua. Si el ácido es concentrado, entonces se llega mucho antes al máximo de su volumen y añadiendo luego una sal neutra se produce por deshidratación una masa sólida y granujienta. La cantidad del ácido absorbido por la gelatina es siempre mayor que la que corresponde a la disolución acuosa retenida por ella. En disolución neutra las sales aumentan la hidratación de la gelatina mientras que, por el contrario, en disolución ácida estas mismas sales provocan una deshidratación considerable de aquella. En presencia de electrolitos la gelatina se disuelve en mezclas de agua y ciertos no electrolitos tales como el alcohol y la acetona.

La gelatina como coloide.- La propiedad característica de la gelatina es su capacidad para formar un gel (jalea) en medio acuoso a temperaturas inferiores a 35-40° C. Un gel de gelatina es un sistema transparente o

translúcido de dos componentes, agua y gelatina que tiene las propiedades de un sólido, esto es: conserva la forma y resiste a la deformación (10).

La capacidad de la gelatina para formar un gel en un medio acuoso se atribuye a una red coherente al azar, que retiene líquido y comunica al sistema caracteres de sólido. Los estudios con rayos X han indicado que los geles de gelatina contienen una ordenación definida de residuos o grupos proteínicos particulares.

La formación de las sales transversales electrostáticas entre los grupos polares y de enlaces de hidrógeno entre agrupamientos o moléculas adyacentes pueden influir en la orientación (16).

Caracter anfótero.— La gelatina es una proteína típica en la capacidad para actuar como ácido o como base. La galatina en solución es un ión dipolar llamado Zwitterion. En un medio ácido se forma el ión positivo: $+ \text{NH}_3\text{-CH}_2\text{COOH}$, mientras que en un medio alcalino se forma un ión negativo $\text{NH}_3\text{-CH}_2\text{-COO}^-$; el grado de ionización depende del pH de la solución. Esta capacidad del ión polar para reaccionar con ácidos y bases explica el carácter anfótero de los aminoácidos y de las proteínas (16).

Algunas proteínas son capaces de absorber , aproximadamente 1 gramo de agua por cada 5 gramos de proteína anhidra. Algunas proteínas forman geles que inmovilizan

mayor cantidad de agua, de tal manera que se peso llega a aumentar unas 10 veces. Se trata en realidad de agua retenida físicamente, que no está fuertemente unida a la molécula y susceptible de eliminar fácilmente el gel y en condiciones incluso menos rigurosa que los requeridos para suprimir el agua de la hidratación.

Los grupos funcionales ionizados ayudan a mantener las moléculas de agua en el interior de la estructura. Si aumentan las fuerzas de atracción, por ejemplo a un pH cercano al punto isoeléctrico, el gel tiende a contraerse y con ello se provoca la expulsión de determinada cantidad de agua retenida, proceso denominado sinéresis, inversamente la disminución de las fuerzas de atracción entre las moléculas, por ejemplo ajustan la solución a un pH distante del punto isoeléctrico el que suscita aumento de la cantidad de agua retenida.

4.4 FABRICACION DE GELATINA

Las gelatinas se clasifican en dos grandes grupos: Tipo A, los obtenidos por preparación ácida y de Tipo B obtenidas por preparación básica. Ciertas materias primas son comunes a los procedimientos, otros son más adecuados para uno solo de ellos. La gelatina Tipo A procede principalmente de la piel fresca de cerdo, pero igualmente y en menor proporción de oseína y pieles de tene-
ria.

Las de Tipo B se obtiene de la oseína, las pieles de teria no curtidas y las pre-curtidas mineral (11).

Procesos de fabricación

Proceso Acido

En este proceso se debe fijar sobre la materia prima la cantidad de ácido suficiente para permitir la transformación en gelatina por calentamiento en medio acuoso a temperatura moderada. Se procede el baño de ácido en exceso, en el tiempo suficiente para alcanzar el equilibrio (mínimo 8 horas). Esta acidulación provoca un inchado con coeficiente próximo a 1.2. Después del drenado se procede a lavados sucesivos o continuos para eliminar el exceso de ácidos y diversos compuestos solubles. Los lavados se suspenden cuando la materia prima obtiene un valor cercano a 3.8. Estas operaciones se realizan en frío (15°C). En ocasiones el lavado acentúa el hinchado hasta un coeficiente 2. Esta variación de volumen y caracter corrosivo de los baños son los factores que definen los materiales utilizados. La selección del ácido utilizado (HCl, H₂SO₄) se efectúa con fines cualitativos particulares (10).

Las proteínas constitutivas insolubles no se modifican por acidulación. La concentración del pH interviene en el tratamiento para permitir la ruptura del colágeno y sin duda de la gelatina, por el contrario favorece la coagulación inicial de otras proteínas y mucoides, cuya

solubilización conduce a temperaturas más elevadas en tratamientos posteriores y a coagulación diversas que impiden la obtención de gelatina de buena claridad en solución o gel.

La importancia de cada extracto, se regula por el volumen de agua inicial para obtener un extracto seco lo más alto posible sin una duración excesiva. La temperatura debe efectuar la desnaturalización y segmentación del polímero con un mínimo de peptidizaciones secundarias. El interés es reducirlas al máximo pero debe tener una fluidez suficiente para la filtración y sobre todo permitir una separación espontánea de las grasas liberadas. Estas son separadas por flotación, extraídas y dirigidas a una depuración física por centrifugación. La filtración por tratamiento en soportes de alta porosidad, tiene el doble efecto de clarificar (eliminación de residuos de coloides floculados y compuestos grasos) y esterificación (retención mecánica de microorganismos presentes). El ciclo normal de extracción, la fuerza en el gel disminuye por lo regular de la primera a la última extracción. En ocasiones, por su título muy bajo para secado rápido, y económico se utiliza en el líquido de carga para una nueva extracción en el siguiente lote.

La concentración al vacío permite al mismo tiempo economías de energía con respecto a sistemas clásicos de evaporación o efectos múltiples y el mantenimiento de las

características físicas del producto.

Una esterilización final en corto tiempo y alta temperatura completa la seguridad con respecto a la fuerza microbiológica.

El secado se efectúa por lo general por suministro de aire caliente sobre el gel dividido en partículas. Las técnicas sin previa gelificación son de poca aplicación, el secado de lecho fluidizado, resulta un producto de mala calidad. El secado en tambor implica una alta inversión y un mantenimiento costoso, la atomización es imposible, ya que las soluciones de gelatina son difíciles de modificar en forma de niebla o gotas separadas.

Después de diversas prácticas de gelificación en especial la circulación en bandas coagulantes seguido de un cortado del gel el proceso de coagulación por extrusión se generaliza. El dispositivo es un cilindro horizontal largo de diámetro pequeño, con una pared interna que es raspada por unas cuchillas fijas en un árbol central paralelo al eje y con paredes externas fuertemente enfriadas. Una bomba de alta presión asegura la alimentación del líquido a coagular en una extremidad y el movimiento progresivo y continuo de la masa gelificada. Por el extremo externo, el gel es extruido en forma cilíndrica por una placa perforada (6).

Anteriormente el gel dividido se secaba en sistemas discontinuos, pero la mayor parte de las fábricas em-

plean hoy en día secadores automáticos continuos constituidos esencialmente por bandas metálicas de gran longitud programadas por sectores con ventiladores a temperaturas progresivas reguladas y alimentados con aire filtrado y deshumidificado. Las temperaturas son reguladas para ser los más elevadas posibles pero sin provocar la fusión del gel o la formación de una película semi-seca. Un contenido de agua de 10 al 11% se debe obtener para el producto seco. Este valor sólo se puede mantener mediante un empaçado hermético, ya que el equilibrio natural de la gelatina con el aire ambiental llevaría este valor a 15%.

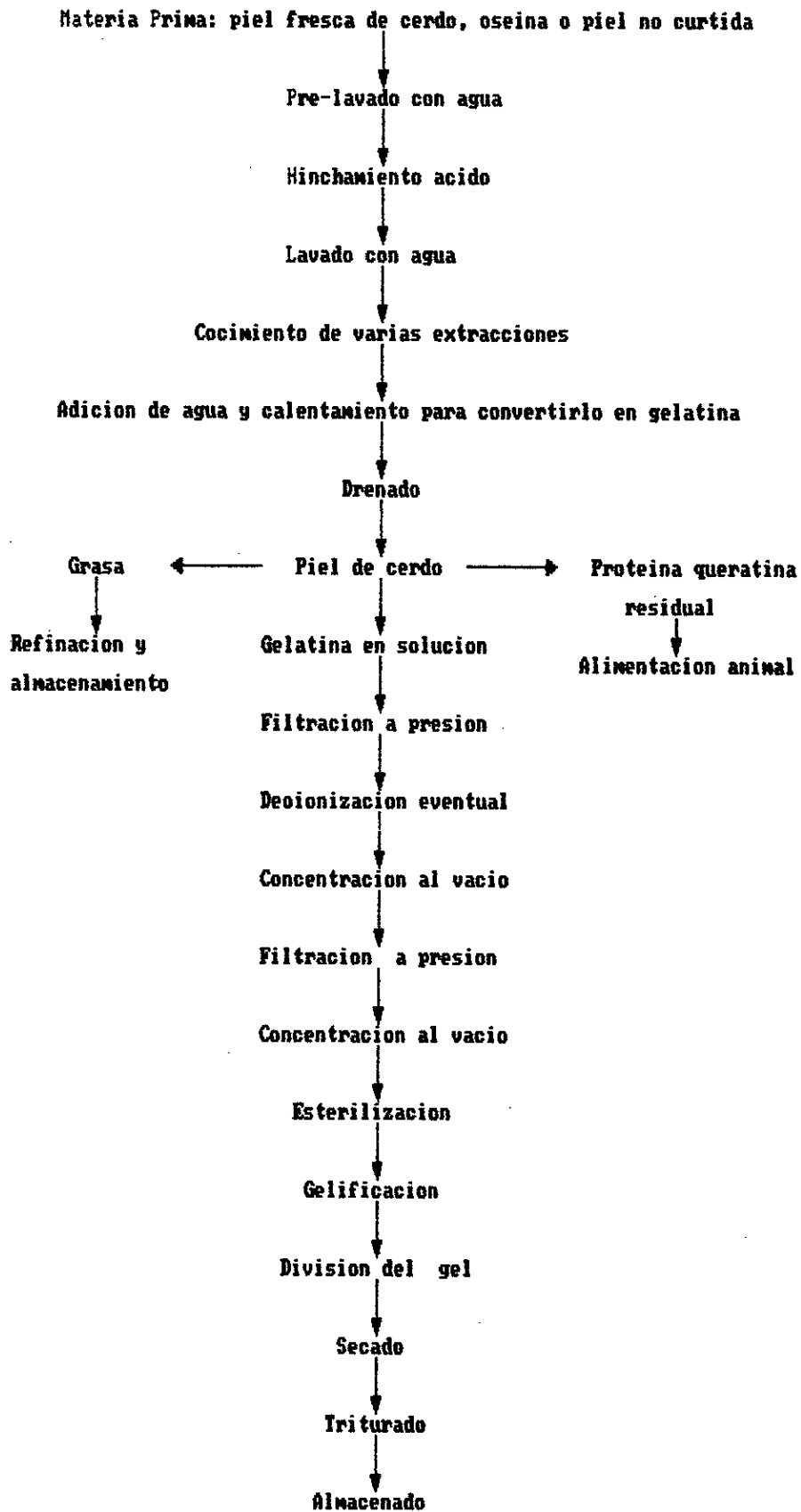
El triturado se efectúa en continuo con una granulometría la más gruesa posible, aceptable para la comercialización, cada extracción se seca y almacena por separado.

El conjunto de operaciones se debe efectuar siguiendo las reglas disponibles e indispensables para obtener un producto alimentario de alta pureza bacteriana y ausente de antisépticos lo que requiere :

- Selección de aceros inoxidables especiales en equipos.
- Idear circuitos de fabricación que permitan el limpieza automático y frecuente, así como su esterilización por cloración y vapor.
- Aprovechamiento del agua estéril, controlada en forma sistemática.

- Cuartos presurizados.
- Control permanente de calidad sanitaria del conjunto de cadenas de fabricación y todos los productos terminados.
- Personal calificado consciente de la limpieza constante en todas las etapas del proceso.

DIAGRAMA DE ELABORACION INDUSTRIAL DE GELATINA TIPO A (10)

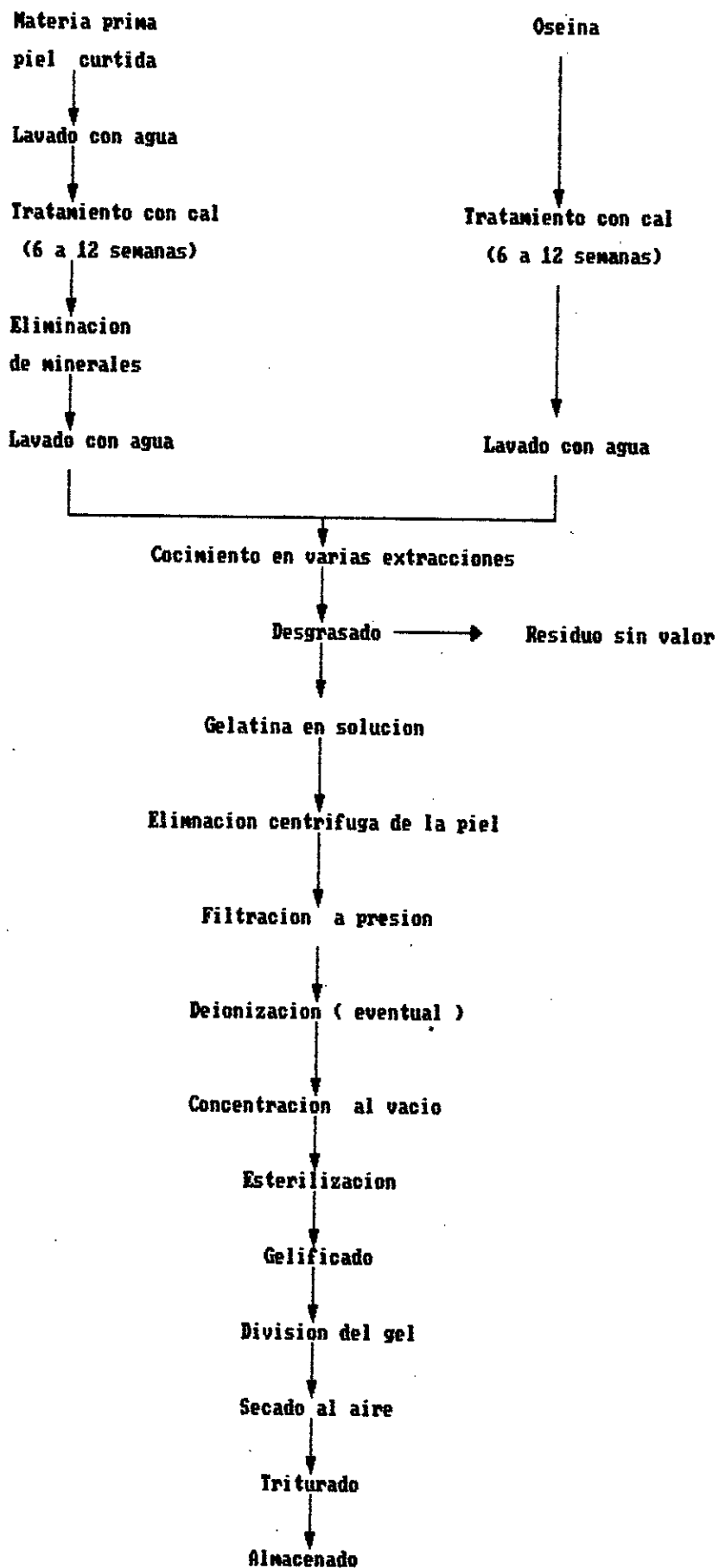


Proceso Básico

Tanto la oseína como la piel reciben una preparación similar. La materia prima cuidadosamente pre-lavada, se coloca en recipiente para efectuar el tratamiento con cal. Las necesidades de cal varían según el tipo de piel u oseína (calibre, espesor, estructura interna y origen). La homogeneidad en el tratamiento con cal se mantiene con agitaciones programadas; la agitación del conjunto redispersa la cal que siempre está en exceso con respecto a su solubilidad, renovando el contacto con la materia prima en la elaboración. En el caso de la oseína, con frecuencia destinada a la industria fotográfica es normal acentuar la depuración del material no colágeno mediante varias eliminaciones y renovación del baño de cal. El tratamiento con cal ideal provoca la solubilización exclusiva de los constituyentes anexos: queratinos, alburnoides, globulinas, mucopolisacáridos, pigmentos coloridos, sin provocar pérdidas en el colágeno. La evolución del tratamiento se puede efectuar por análisis del caldo o por la evaluación práctica de la elasticidad de la oseína (10).

La elaboración es aún un proceso largo, el empleo de aditivos químicos para acelerar el tratamiento es poco usual. El empleo de álcalis más energéticos en presencia de salinidad, que impulsan el hinchamiento o peptización, podría ser una variante. El tratamiento con cal

simple es aún el proceso más empleado. Al terminar el proceso, la cal en exceso se solubiliza y elimina por lavados con agua fría. Un baño de ácido mineral permite fijar el pH cerca de la neutralidad y después del último lavado, el producto está listo para el cocimiento. Contrariamente a lo que sucede en el proceso ácido, la colágena es modificada, desorganizada de su estructura fibrilar y sólo el calentamiento en medio acuoso sin acción química complementaria, puede terminar la transformación. Desde el cocimiento las operaciones subsiguientes son similares a los descritos con anterioridad para el proceso ácido (10).



4.5 USOS DE GELATINA

Las diversas clases de gelatinas que se encuentran en el mercado, se clasifican en gelatinas fotográfica, comestible, farmacéutica, técnica (cola-gelatina, cola-fuerte) Esta clasificación se efectúa en relación a sus propiedades físicas y a su pureza químico-bacteriológico. Por las utilidades que dan sus propiedades se le utiliza para diferentes aplicaciones (Información Técnica):

Por ser termoreversible

La formación de geles termoreversibles es una propiedad muy importante en la fabricación de postres de gelatina y varias formas de productos de confitería, como normalmente, el punto de fusión de un postre preparado con gelatina es inferior a los 37°C, el gel adquiere características de fusión diferente de la mayoría de otros agentes gelificantes hidrocoloidales de temperatura de fusión mucho más altas.

Solución activa de superficie

Esta propiedad permite la producción y estabilización de espumas aereadas, por ejemplo en la fabricación de confituras, actúa en la temperatura superficial de la mezcla líquido-aire la gelatina se fija rápidamente y se retiene la espuma, a través de una película fría (Información).

Agente coloidal

En el congelamiento de helados y de otras confituras que necesitan de refrigeración, la gelatina permite la incorporación de aire. Como agente coloidal controla la estructura de los productos congelados, la gelatina asegura una textura lisa, exenta de cristales de hielo o inclusive cristales de azúcar (Información).

Agente de ligazón

Las propiedades cohesivas intrínsecas de la gelatina hacen de la misma un agente ligador comestible ideal en la fabricación de pastillas farmacéuticas. En los preparados farmacéuticos la gelatina frecuentemente exhibe importantes propiedades como perfeccionador de viscosidad y agente de ligazón.

La industria de conservas utiliza la gelatina en gran escala en el enlatamiento de productos cocidos y tortas de carne. En el proceso la gelatina absorbe los jugos de carne liberadas en la cocción, asegurando un aspecto agradable y la posibilidad de cortar en tajadas.

Agente formador de película

Propiedad muy importante para evitar la humedad en la estructura y textura de la película de superficie, en productos de confitería, recubrimiento de golosinas y frutas en conservas y para uso protector en los embalajes de carnes.

Coloide protector

En la industria fotográfica, la gelatina es útil para varios fines en la preparación de emulsiones de plata. Actúa como un coloide protector durante la precipitación de halitas de plata. Es un factor importante en el control del tamaño de las partículas de halita y en la acción de reducción en la proporción correcta para exposiciones a la luz (Información).

Agente anfótero

Al utilizar la característica anfótera de la gelatina, produce la precipitación de todos los taninos presentes y así se garantiza el aspecto y sabor agradables del producto. Esta propiedad se aplica para la purificación y clarificación de jugos de frutas, cerveza y otras bebidas (Información).

Instrucciones para su uso

Se utiliza de diversas formas según la fabricación a que se destina y el producto a obtener. Puede usarse sólida, en preparados de jugos de frutas, verduras, en la cocción de jamón York, líquidos en helados, clarificaciones etc. Para obtener soluciones de gelatina se deben tener en cuenta las siguientes normas (Información):

- a) La cantidad de gelatina a emplear debe ponerse en remojo en poca cantidad de líquido durante 20 a 30 minutos para que absorba humedad, se hinche y reblandesca, facilitando su posterior disolución.

- b) Una vez hinchada se añade líquido hasta la proporción deseada se calienta suavemente (preferible a baño maría) hasta conseguir su total disolución. Si es posible debe evitarse temperaturas superiores a 60 - 70 °C. Si hay que hervir procurar que sea durante el menor tiempo posible.
- c) La gelatina se destruye por acción del calor prolongado y por la excesiva acidez o alcalinidad (pH inferior a 4, superior a 9).
- d) La gelatina seca se conserva indefinidamente. Una vez disuelta hay que emplearla pronto para evitar posibles degradaciones (Información).

V ESTUDIO REOLOGICO DEL GEL DE LAS GELATINAS COMESTIBLES

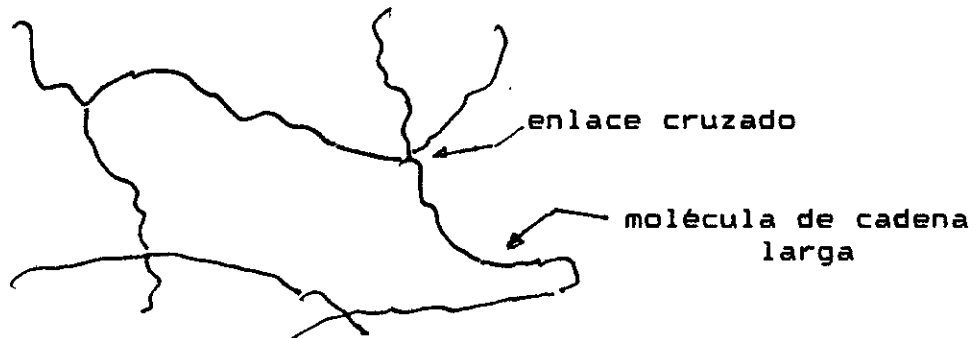
El estudio reológico del gel de gelatina comestible en este trabajo comprenderá:

el estudio de la viscosidad, poder de gelificación y módulo de rigidez.

Para realizar estos estudios debemos recordar que la gelatina presenta tres características: (8,9)

- 1.- Está constituido por moléculas de cadenas larga cuyos enlaces pueden rotar libremente.
- 2.- Ofrecen fuerzas intermoleculares débiles.
- 3.- Poseen en unos cuantos puntos a lo largo de la cadena macromolecular, fuertes enlaces cruzados intermoleculares.

El resultado de este conjunto de características es una red tridimensional como la que se representa.



Se ha demostrado que los geles de gelatina poseen alta elasticidad por poseer estas características, como el trata-

miento químico puede modificar el grado de entrecruzamiento también altera sus propiedades. La causa física de la alta elasticidad radica en la multiplicidad de disposiciones de las moléculas de las cadenas.

Las moléculas de gelatina son hidrófilas interaccionan con las del agua adyacentes y las inmovilizan. Las moléculas adquieren así mayor volumen debido a su diámetro aparentemente agrandado .(9)

5.1 ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA VISCOSIDAD

5.1.1 ASPECTOS GENERALES SOBRE LA VISCOSIDAD

La viscosidad de la soluciones de gelatina varía entre 20 y 60 milipoises, se determinan a una concentración de 6.66% a 60°C de temperatura. (10)

Para entender el comportamiento de los geles de gelatina hacemos una previa determinación para clasificar que tipo de sustancia es. Se le hace una pequeña prueba al hacer girar una varilla en el seno del líquido, el movimiento circular origina un torbellino. Si el líquido es viscoelástico puede trepar por la varilla, a este fenómeno se le denomina efecto Weissenberg. El efecto Weissenberg se define como una fuerza centrípeta que se produce durante la deformación rotacional y puede verificarse del siguiente modo: cuando se estira una varilla se alarga y adelgaza, en la compresión ocurre lo contrario se acorta y engrosa. En un líquido viscoelástico este componente produce el ascenso de un líquido a lo largo de la varilla. El fenómeno fue predicho sobre bases teo-

ricas de Karl Weisseberg .(9) Se mide fácilmente por medio de un reogoniómetro. Realizada la prueba con la solución de gelatina acusó un ascenso del líquido por la varilla por lo tanto se puede decir que aparentemente posee un comportamiento viscoelástico; es decir el material por un lado exhibe un comportamiento viscoso y sigue la ley de Newton y por otro muestra comportamiento elástico y obedece la ley de Hooke. Por lo tanto la gelatina será tratada como un cuerpo viscoelástico.

La viscosidad es otra característica importante de la gelatina que varía según el tipo y la calidad básica.

La temperatura y la concentración son factores que influyen en la viscosidad. Este propiedad se determina en soluciones de gelatina de 6.66% a 60°C de temperatura la que varía entre 20 y 60 milipoises.

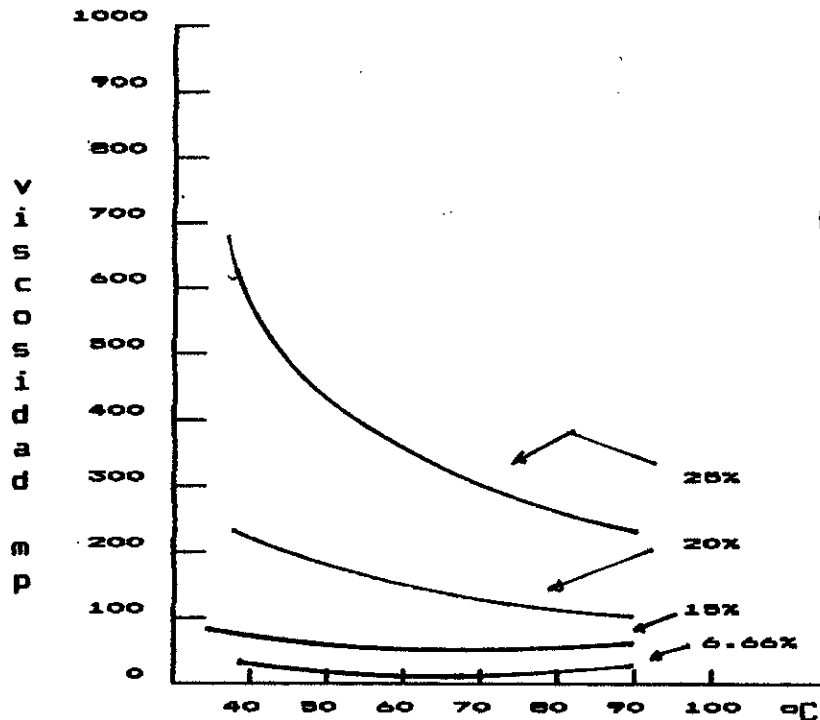


Figura
7

Figura 7

Valores de Viscosidad en mp.

para diferentes temperaturas y concentraciones.

Fuente: Información Técnica de SAIRSA GELITA

La gelatina es un coloide, consideramos los sistemas coloidales como líquidos cuando se estudia sus características mecánicas, sin embargo muchas de sus propiedades se pueden explicar al considerar como sólido. Es necesario tomar esta aproximación para los sistemas coloidales que son elásticos en determinadas circunstancias.

Antes de abordar las propiedades mecánicas de los geles de la gelatina, es necesario definir las características del sistema.

Módulo de corte (E)..- Caracteriza la rigidez de un cuerpo y su habilidad para retener su forma. Se puede calcular por la ecuación de Hooke, en el que la deformación es proporcional a la fuerza (Tracción) que la produce.

(18)

$$\text{Tensión} = \text{Deformación} \times \text{Módulo}$$

$$\frac{\sigma}{E} = \epsilon \quad (1)$$

Esta ecuación es válida solo a bajos esfuerzos por que un cuerpo pierde propiedades elásticas y retiene esfuerzos permanentes en fuerzas críticas definidos, conocido como límite elástico. El módulo de corte E depende de la naturaleza del corte y la temperatura. Para sólidos, la cantidad E puede alcanzar valores altos pero para li-

quidos verdaderos $E = 0$ por que pequeñas fuerzas de corte causan flujo del fluido.

Los valores del módulo de corte E (kgf/cm^2) para una gelatina a una concentración de :

0.5%	solución	4×10^{-10}
10%	jalea	5×10^{-2}

Módulo de Young de sol. al 10% a 10°C ; $600\text{--}2000 \text{ N/m}^2$

Tiempo de relajación.— Es producido por las moléculas u otros elementos estructurales de un sistema poseen movilidad y pueden moverse relativamente unos a otros, como resultado la fuerza creada en un cuerpo debido a su deformación es capaz de ser disipado a una capacidad considerable con el tiempo. El proceso de disminución de fuerza con el tiempo se conoce como relajación.

Muchas ecuaciones han sido propuesta para describir los esfuerzos del sistema que son capaces de producir relajación. La más simple es la de Maxwell que se deriva de su teoría de cuerpo viscoelástico: (14)

$$\frac{d\zeta}{dt} = E \frac{d\mathcal{D}}{dt} - \frac{\zeta}{\Gamma^*} \quad (2)$$

Γ^* es la constante de tiempo de relajación.

La ecuación de Maxwell nos da regularidades de relajación a temperatura constante. Si la deformación (\mathcal{D}) se mantiene constante entonces $d\mathcal{D}/dt = 0$, entonces la fuerza cambia con el tiempo de acuerdo a :

$$d \zeta / dt + \zeta / \Gamma^* = 0 \quad (3)$$

Integrando la ecuación (3) se tiene :

$$\zeta = \zeta_0 e^{-t/\Gamma^*} \quad (4)$$

Por tanto la fuerza de un cuerpo deformado disminuye con el tiempo de acuerdo a la ley exponencial y a la constante Γ^* que caracteriza a la relación de relajación igual al tiempo durante el cual la fuerza inicial de un cuerpo con esfuerzo cortante disminuye por $e = 2.72$ veces ($e =$ base de los logaritmos naturales). (18)

El tiempo de relajación de líquidos que tienen baja viscosidad es muy pequeño debido a la gran movilidad de sus moléculas. Cuando la viscosidad aumenta, el tiempo de relajación del líquido crece y se aproxima a la fuerza de sólido. El tiempo de relajación de fuerzas Γ^* (en segundos) para la gelatina a 0.5% (solución 8×10^{-2}).

Una solución acuosa de gelatina muy diluida tiene tiempo de relajación relativamente largo, el cual es más cercano a las fuerzas de sólidos que a la de líquidos. Esto es causado por la presencia de elementos estructurales comparativamente grandes (macromoléculas de gelatina en solución) que requieren un tiempo más largo para el rearrreglo. (18)

Elasticidad retardada.— El fenómeno conocido como elasticidad retardada o post efecto elástico, se observa junto con la relajación cuando los cuerpos reales son

deformados, se define como la recuperación retardada de una deformación elástica. Teóricamente la recuperación tarda un tiempo infinito en producirse; el tiempo para la recuperación efectiva depende del tamaño relativo de las constantes de los elementos viscosos y elásticos.

(1)

Determinaciones viscoelásticas. - Métodos experimentales.

La gran diversidad de los productos visco-elásticos determina la existencia de muy diversas técnicas de ensayo. En contraste con los productos plásticos en que los componentes viscosos y elástico quedan eficazmente distanciados por el valor de deformación plástica; en los productos visco-elásticos ambos componentes suelen expresarse conjuntamente. Es posible sin embargo separar ambos componentes mediante técnicas cuidadosamente diseñados: (1)

- 1) **Relajación de Tensión:** consiste en la observación directa y medición de la fuerza o Tensión cuando decrece con el tiempo a medida que la muestra se aproxima al equilibrio o cuasi-equilibrio, bajo la deformación impuesta. Usualmente la muestra se deforma rápidamente hasta la deformación especificada y la Tensión para esta deformación se observa durante periodos que van de varios minutos o varios días.
- 2) **Flujo lento:** se estudia sometiendo a una muestra a una Tensión constante y observando la deformación dependiente del tiempo resultante, durante periodos de

tiempo relativamente largos, frecuentemente durante unas semanas o más, o aún durante un año o más.

- 3) **Métodos dinámicos:** la reacción retardada a la tensión y deformación afecta también a sus propiedades dinámicas, se expresa en términos de frecuencia, módulo dinámico y fricción interna.

Para este trabajo se utilizará el método de relajación de la Tensión y el instrumento a utilizar es un viscosímetro rotatorio.

5.1.2 DESCRIPCION DEL EQUIPO UTILIZADO :

El viscosímetro rotatorio utilizado es el Rheotest 2 con dispositivos de medición de cilindros concéntricos (Manual).

El Rheotest 2 es útil para determinar la viscosidad dinámica de líquidos newtonianos así como profundas investigaciones reológicas de líquidos no newtonianos.

El Rheotest permite medir las siguientes anomalías de fluencia; la viscosidad estructural, la dilatancia, la plasticidad (límite de fluencia) la tixotropía y la reopexia (Ver Anexo 1).

El instrumento posee amplios alcances de medición concernientes a la tensión tangencial, el gradiente de cizallamiento y de la viscosidad; posee, sistema doble y tiene dispositivos de medición de cilindros coaxiales, así como un dispositivo de cono y placa. Las magnitudes

medidas se obtienen en unidades del sistema internacional (S.I.).

Los cilindros del dispositivo de medición son 5 (N, S₁, S₂, S₃, H).

En la presente tabla se presenta de acuerdo al alcance I o II el rango de tensión y el rango de gradiente de cizallamiento y viscosidad. Los alcances se refieren a los valores de 5 a 100 graduaciones.

Tabla N° 1

Tabla de dispositivos de medición, alcance del esfuerzo de corte, tensión tangencial, gradiente de cizallamiento y viscosidad dinámica.

Dispositivo de medición	Alcance de	Tensión tangencial [Pa]	Gradiente cizallamiento D _r [s ⁻¹]	Viscosidad [mPa.s]
N	I	1.6 a 32	1.5 a 1310	1 - 2x10 ⁴
	II	16 a 320		10 - 2x10 ⁵
S ₁	I	2.8 a 56	1.5 a 1310	2 - 3.8x10 ⁴
	II	28 a 560		20 - 3.8x10 ⁵
S ₂	I	5 a 60	0.5 a 437	7 - 1.2x10 ⁵
	II	30 a 600		70 - 1.2x10 ⁶
S ₃	I	4 a 80	1/6 a 145.8	30 - 5x10 ⁵
	II	40 a 800		300 - 5x10 ⁶
H	I	15 a 300	1/6 a 145.8	100 - 1.8x10 ⁶
	II	150 a 3000		1000 - 1.8x10 ⁷

Fuente: Manual de Rheotest

Principio de la medición

Es un dispositivo de medición de cilindros, el cilindro exterior estacionario cuyo radio R constituye en recipiente de ensayo que toma la sustancia y que está dentro de un recipiente de templar que sirve para ajustar la temperatura de la sustancia a ser investigada. El cilindro interior rotatorio a una velocidad angular constante ω y de radio r y un largo l está unido por el árbol de medición con un resorte helicoidal cilíndrico cuya desviación constituye una medida del momento de torsión M efectivo en el cilindro interior. El momento de torsión es proporcional a la tensión tangencial, por lo que resulta posible calcularla. La cantidad de muestra a utilizar para cada dispositivo de medición se da en la siguiente tabla.

Tabla N° 2

cilindro	ml.de relleno ($\pm 5\%$)
N	11
S ₁	25
S ₂	30
S ₃	50
H	17

Fuente: Manual Rheotest

Como se va a caracterizar las propiedades reológicas de la sustancia a investigar, es necesario determinar la

relación de dependencia de la tensión tangencial del gradiente de cizallamiento. Se comienza la medición a valores bajos del gradiente de cizallamiento y se toman las respectivas lecturas del instrumento; la lectura α que va en graduaciones de 0 a 100 obtenidos al hacer funcionar el motor de doce escalonamientos.

La tensión tangencial efectiva ζ_r en la sustancia se obtiene por la relación:

$$\zeta_r = \alpha z \quad (5)$$

z = constante del cilindro

ζ_r = tensión superficial

α = lectura del valor de escala del instrumento

El gradiente de cizallamiento, \mathcal{D}_r que muchas veces es denominado velocidad de deformación, da el gradiente de velocidad dentro de la hendidura anular. Este depende de las medidas del sistema de cilindros y proporcional al régimen del cilindro rotatorio, se registra en la Tabla N° 1 .

La constante del cilindro z que depende de las medidas del sistema de cilindros y de la constante del resorte del dinamómetro, se desconocía pues ello se especificaba por cada dispositivo de medición en el certificado de ensayo, documento que no vino con el equipo Rheotest.

La comparación efectuada con los resultados obtenidos en instrumentos similares de la Universidad de Huacho, se ha podido determinar los valores aproximados de z para algunos cilindros de medición.

Constantes de Cilindro

	z_1	z_{z1}
N	2.28	22.67
S ₁	4.46	43.90
S ₂	6.19	53.42
S ₃	7.26	62.75

Como equipos complementarios para se ha utilizado un sistema refrigerante conectado a un ultratermostato a fin de que se pueda mantener el baño a la temperatura constante de 8°C.

Circuito del baño de templar : Puesta en marcha la bomba del ultratermostato esta impulsa el agua hacia el refrigerante, atraviesa el serpentín que se encuentra dentro de la mezcla refrigerante para luego llegar al recipiente de templar donde se encuentra el cilindro de medición con la muestra a ensayar, del cual sale hacia el ultratermostato. (Ver Anexo 2)

Preparación de la muestra a ensayar

La muestra a ensayar es gelatina en polvo en polvo tipo A de SAIRSA GELITA.

Para obtener la solución de gelatina con una concentración de 6.66%, pesar 7.5 gramos de muestra, colocar en un vaso y poner en remojo con 105 mililitros de agua de 10 - 15 °C, agítese y espere durante 1 hora para que absorba humedad, se hinche y reblandezca facilitando su

disolución, luego elevar la temperatura a 62°C en 15 minutos, introducirse en un baño de agua regulada a 65°C (debe agitarse varias veces por rotación). Una vez fría la solución emplearla para los diferentes ensayos. Para la prueba de viscosidad, en el cilindro seleccionado llenar el volumen requerido, introducir el cilindro de medición del viscosímetro rotatorio en un baño de agua de 10 ± 1 °C mantener en refrigeración por 18 horas (tiempo de maduración). Una vez alcanzada la maduración colocar el cilindro en el dispositivo de accionamiento y mantener la temperatura de 10°C constante durante la prueba; para lo cual se hará uso del circuito complementario. Poner en funcionamiento el Rheotest y fijar una Deformación definida, observar directamente como varía la Tensión en función del tiempo.

5.1.3 PARAMETROS DE OPERACION

Para este ensayo hay que tener presente que el estudio del comportamiento viscoelástico puede hacerse mediante la evaluación de las deformaciones sufridas a cargas constantes. Las curvas obtenidas llamadas curvas "creep" (deformación- tiempo) o bien curva "creep- compliance" (relacion de deformación / Tensión de corte frente al tiempo). (4)

Por lo tanto los parámetros de operación son :

Tensión de corte τ , Deformación α y tiempo .

CURVAS

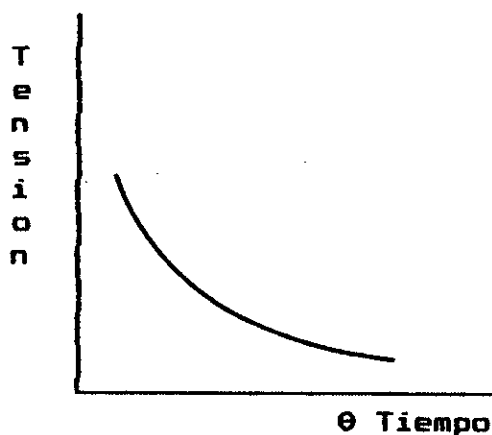


Figura 8

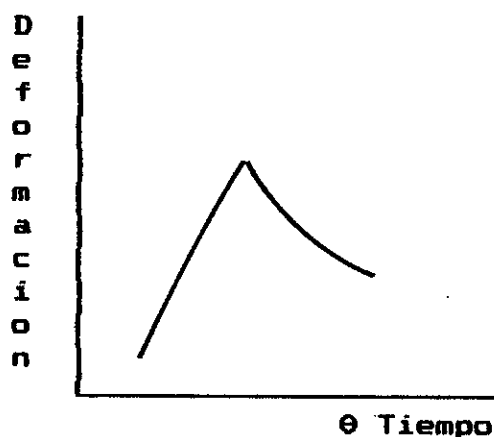


Figura 9

Para el estudio del comportamiento viscoelástico existen modelos mecánicos que consisten en muelles y amortiguadores. Si el comportamiento mecánico puede expresarse en diagrama Esfuerzo - Deformación y Tiempo los resultados pueden llevar a ecuaciones reológicas. Un elemento elástico ideal está representado por un muelle que obedece la ley de Hooke, con un módulo de elasticidad G . La deformación elástica es instantánea e independiente del

tiempo : (12)
$$D = \frac{1}{G} \epsilon \quad (6)$$

Deformación en función del tiempo de un elemento elástico

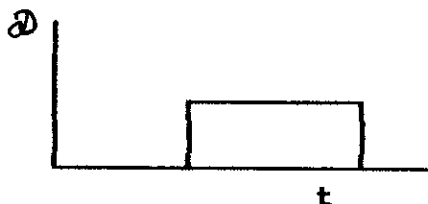


Figura 10

Una respuesta completamente viscosa es la de un fluido newtoniano, cuya deformación es lineal con el tiempo mientras se aplica la Tensión y es completamente irre recuperable $d\mathcal{D} / dt = (1/\eta) \mathcal{E}$ (7) donde η es la viscosidad del fluido y está representada por el amortiguador. (12)

Deformación en función del tiempo de un elemento viscoso

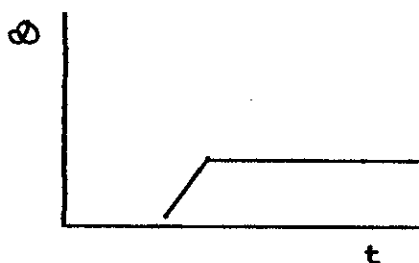


Figura 11

Estos dos elementos muelle y amortiguador pueden combinarse. Se se coloca en serie se llama elemento Maxwell (1) y es aplicable a líquido visco-elástico y el resultante exhibe flujo y elasticidad al aplicarle una Tensión. (12)

Deformación en función del tiempo de un elemento de Maxwell.

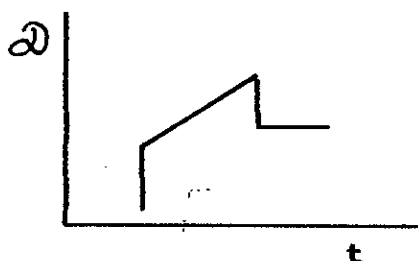


Figura 12

La Deformación viene dada por la ecuación:

$$\frac{d\mathcal{D}}{dt} = \frac{1}{\eta} \mathcal{C} + \frac{1}{G} \frac{d\mathcal{C}}{dt} \quad (8)$$

Para un experimento en que se obtiene la deformación y se mantiene constante $d\tau/dt = 0$, se puede resolver la ecuación: (1)

$$\mathcal{C} = \mathcal{C}_0 e^{-(G/\eta)t} = \mathcal{C}_0 e^{-t/\tau^*} \quad (9)$$

En donde la tensión se relaja desde su valor inicial exponencialmente como una función del tiempo. El tiempo η/G tras el cual la (\mathcal{C}) tensión alcanza $1/e$ de su valor inicial es el tiempo de relajación.

La combinación paralela de resorte y amortiguador, es un elemento de Kelvin - Voigt, que representa a un sólido viscoelástico (gelatina). El amortiguador actúa como una resistencia amortiguadora para el establecimiento del equilibrio del muelle.

Deformación en función del tiempo
de un elemento de Kelvin - Voigt

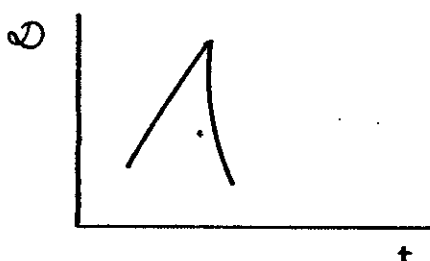


Figura
13

La ecuación para la Deformación es:

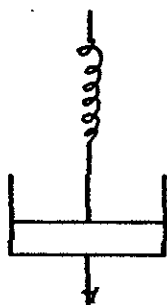
$$\eta \frac{d \mathcal{D}}{d t} + G \mathcal{D} = \zeta \quad (10)$$

Si se aplica una tensión y se retira al cabo de un cierto tiempo, la curva de Deformación - Tiempo viene dado:

$$\mathcal{D} = \frac{\zeta}{G} (1 - e^{-(G/\eta)t}) = \frac{\zeta}{G} (1 - e^{-t/\Gamma^*}) \quad (11)$$

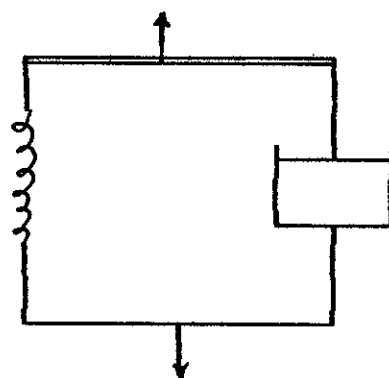
Donde Γ^* es el tiempo del retardo. Cuando se suprime la Tensión, la muestra recobra su estado original según la curva exponencial:

$$\mathcal{D} = \mathcal{D}_0 e^{-t/\Gamma^*} \quad (12)$$



Elemento Maxwell

Figura 14



Elemento Kelvin - Voigt

Figura 15

5.2 ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL MODULO DE RIGIDEZ

La rigidez es una propiedad reológica que constituye la medida de la textura de un cuerpo. (15)

La rigidez de una gelatina es generalmente atribuida a la estructura helicoidal de las macromoléculas. La ri-

gidez de una gelatina es independiente del peso molecular. Sin embargo Ferry (3) encontró que la rigidez es proporcional al cuadrado de la concentración de la solución para gelatinas diluidas.

La variación del índice de rigidez o módulo de rigidez es función de la temperatura e la concentración.

El módulo de rigidez es la constante del cual depende el elemento Hookoniano y representa elasticidad de un cuerpo sólido: (9)

$$\zeta = G D \quad (13)$$

Las pruebas para la determinación del módulo de rigidez son experimentos relativamente cortos, un método adecuado para medir el módulo de rigidez o módulo de cizalladura en los geles es a través del tubo de Saunders-Ward.

(15) Cuando un gel de gelatina se encuentra en las condiciones indicadas: 6.66% de concentración y 10°C se comporta como un sólido, acusa por lo tanto el elemento Hookoniano, si bien es cierto en los cuerpos viscoelásticos los componentes elásticos y viscosos se manifiestan simultáneamente bajo estas condiciones, para pruebas cortas se puede considerar el elemento Hookoniano H.

Para el sólido de Hooke la fuerza es proporcional a la deformación, y la constante de proporcionalidad puede ser: (9)

a) Módulo de Young $\zeta = D \times E \quad (14)$

Donde es la deformación lineal relativa debido al

esfuerzo de tracción o compresión.

$$\text{b) Módulo de Rigidez} \quad \zeta = \mathcal{D} \times G \quad (15)$$

Donde \mathcal{D} es la deformación causada por la fuerza

$$\text{tangencial} \quad G = 1/3 E \quad (16)$$

c) Módulo de Compresión o volumen

$$\zeta = \mathcal{D} K \quad (17)$$

$$K = v / V \quad (18)$$

Donde \mathcal{D} es la deformación del volumen debido a la presión hidrostática; v , es el volumen específico y V es el volumen total.

5.2.1 DESCRIPCION DEL EQUIPO UTILIZADO

Descripción

El tubo de Saunders-Ward consta de un tubo (A) de un radio r_1 que termina en un capilar (B) de radio r_2 doblado en U que contiene mercurio, al otro extremo del tubo (A) está conectado un manómetro (C) y éste a una fuente de aire (compresor) (D), el tubo se encuentra sostenido en un soporte (E). (Ver Anexo 3)

Secuencia de experimento

La muestra de gelatina se dejó gelificar a las condiciones de 10°C y a la concentración indicada, con un tiempo de maduración de 16 - 18 horas, esta muestra gelificada llegará a un altura l . Sobre el mercurio que llena el capilar, se aplica por el otro extremo del tubo una presión de aire y se mide la deformación causada por la presión de aire basándose en el ascen-

so del mercurio en el capilar.

Se realizó 3 experiencias cuidando de que se realicen a las mismas condiciones.

5.2.2 PARAMETROS DE OPERACION

Los parámetros de operación observadas para el trabajo con el tubo Saunders-Ward (15) son:

G = índice de rigidez o módulo de rigidez

P = presión de aire - la contrapresión del mercurio

r_1 = radio del tubo

r_2 = radio del capilar

h = altura del mercurio en el capilar

l = altura de muestra (gel)

La determinación del índice de rigidez estará representado por:

$$G = \frac{P r_1^4}{8 l r_2^2 h} \quad (19)$$

Para la experiencia

$r_1 = 4 \text{ cms.} = 0.04 \text{ m}$

$r_2 = 1 \text{ mm} = 0.001 \text{ m}$

$l = 10.7 \text{ cms} = 0.107 \text{ m}$

Se realizaron 3 experiencias cuyos valores de h y P se encuentran en las Tablas 11 y 12 respectivamente.

Ejemplo de cálculo:

Para la determinación del índice de rigidez, G , para los primeros valores de las tablas se calcula:

$$G = \frac{475.9 (0.04)^4}{8 \times 0.107 \times (0.001)^2 \times 0.195} = 7\,300 \text{ N/m}^2$$

Los otros valores de G se encuentran en la Tabla 12.

5.3 ESTUDIO EXPERIMENTAL DEL PODER DE GELIFICACION

Desde el punto de vista reológico para los geles se han hecho determinaciones empíricas y determinaciones fundamentales. Los métodos fundamentales se hacen usando técnicas de determinaciones viscoelásticas tales como, el vibracional, de carga y de descarga, tiempo de relajación, etc. que dan buenos resultados, pero los métodos a utilizar son complicados y útiles sólo con fines de investigación pero no industrialmente para control.

En los ensayos empíricos muchas veces no se sabe lo que se está midiendo pero sea lo que sea, resulta útil como punto de comparación y no resultan laboriosos y los resultados sólo sirven para el instrumento utilizado.

Uno de los métodos empíricos, es el que emplea el gelómetro de Bloom (Ver anexo 4).

En el gelómetro de Bloom se determina los gramos necesarios para undir una escudilla normalizada de 4 mm en la superficie de un gel.

Este método fue adoptado en 1924 por la Edible Gelatin Manufacturer's Society. De acuerdo con los fabricantes de postres de gelatina, el gelómetro ha sido modificado muchas veces, uno de los modificadores fueron Berker y colaboradores del General Foods Technical Center, y John y Lipowitz (8), las modificaciones se hicieron para lograr el uso más eficaz en pruebas de control de calidad en consistencia de postre de gelatina. Tomando en cuenta que la consistencia es la resistencia del gel a la deformación.

5.3.1 DESCRIPCION DEL EQUIPO UTILIZADO

El equipo consiste en un banquillo de metal que se asienta sobre el vaso de 800 ml, en el centro del banquillo se tiene un eje de metal que se mueve de arriba hacia abajo; al final de este eje se tiene una escudilla de hojalata en forma cóncava soldada, al otro extremo del eje se tiene un embudo conectado a un sistema de registro hacia una escala.

(Ver Anexo 4)

Secuencia del experimento

La muestra de gel a las condiciones adecuadas se deposita en el vaso de 800 ml, sobre la superficie del gel descansa una escudilla y sobre el vaso el banquillo de hojalata, luego en el embudo se deja caer pesos o billas y se observa que la escudilla hunda la superficie en 4 mm registrándose en la escala el peso en gramos necesarios para que esto suceda.

Se expresa en grados Bloom y representa la dureza de un gel, puesto que la dureza a veces resulta más fácil observarla que medirla.

El precio de las gelatinas comerciales se dan en base al grado Bloom obtenido y a mayor grado Bloom mayor es el precio por tonelada de producto.

5.3.2 PARAMETROS DE OPERACION

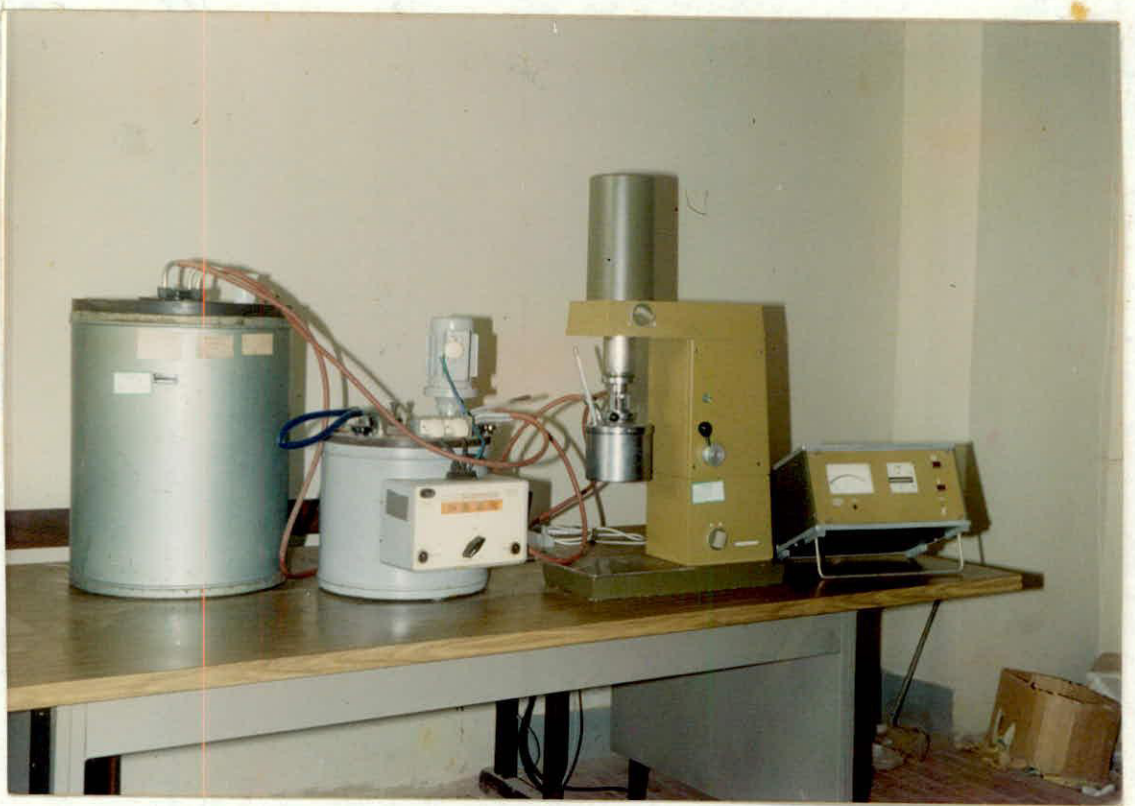
El método del gelómetro de Bloom es básicamente empírico, por lo que la medida observada no tiene una magnitud definida.

Las medidas que se toman en cuenta para efectos de la evaluación del poder de gelificación son: el área de exposición a la escudilla y el peso de billas. Como el área de exposición es constante, se toma únicamente el peso de la billas.

El gelómetro está estandarizado para evaluar la consistencia de la gelatina cuando se somete a un peso el cual debe producir un hundimiento de 4 mm en la superficie del gel.(7)

El resultado de evaluar este parámetro está condensado en la Tabla N° 10.

FOTOGRAFIA 1
VISCOSIMETRO RHEOTEST N° 2 Y EQUIPO COMPLEMENTARIO



FOTOGRAFIA 2
TUBO DE SAUNDERS Y WARD



FOTOGRAFIA 3
GELOMETRO DE BLOOM



5.4 TABLAS Y GRAFICAS

Las Tablas 1 y 2 se han tomado del Manual del Rheotest 2, mientras que la Tabla 3 fue proporcionada por un profesor que tenía un equipo similar al nuestro. Las demás Tablas son el resultado de los valores experimentales obtenidos en la evaluación de los parámetros de interés para la investigación planteada en la Tesis.

Los Gráficos son el resultado de llevar los valores tabulados de las Tablas correspondientes en papel para gráficos.

Tabla N°1 : Tabla de dispositivos de medición, alcance del esfuerzo de corte, Tensión Tangencial, gradiente de cizalladura y viscosidad dinámica (Pág.44).

Tabla N°2 : Cantidad de muestra a utilizar para cada cada dispositivo de medición (Pág.45).

Tabla N°3 : Valores de $\dot{\gamma}$ (s^{-1}) gradiente de deformación para cada cilindro y escalonamiento de velocidad.

Tabla N° 3(20)

ESCALA MÍNIMA SISTEMA DE CILINDROS		1a		2a		3a		4a		5a		6a		7a		8a		9a		10a		11a		12a	
		1b	2b	3b	4b	5b	6b	7b	8b	9b	10b	11b	12b	13b	14b	15b	16b	17b	18b	19b	20b	21b	22b	23b	24b
51	Dr	3.600	6.480	10.800	19.440	32.400	58.320	97.200	175.000	291.600	524.900	875.000	1.029.000	1.143.000	1.267.200	1.391.400	1.515.600	1.639.800	1.764.000	1.888.200	2.012.400	2.136.600	2.260.800	2.385.000	2.509.200
	f	2.778	5.400	9.720	15.430	29.160	48.600	87.500	145.800	262.400	437.400	787.000	1.029.000	1.143.000	1.267.200	1.391.400	1.515.600	1.639.800	1.764.000	1.888.200	2.012.400	2.136.600	2.260.800	2.385.000	2.509.200
52	Dr	1.200	2.160	3.600	6.480	10.800	19.440	32.400	58.320	97.200	175.000	291.600	524.900	875.000	1.029.000	1.143.000	1.267.200	1.391.400	1.515.600	1.639.800	1.764.000	1.888.200	2.012.400	2.136.600	2.260.800
	f	0.600	1.080	1.800	3.240	5.400	9.720	16.200	29.160	48.600	87.500	145.800	262.400	437.400	787.000	1.029.000	1.143.000	1.267.200	1.391.400	1.515.600	1.639.800	1.764.000	1.888.200	2.012.400	2.136.600
53	Dr	0.400	0.720	1.200	2.160	3.600	6.480	10.800	19.440	32.400	58.320	97.200	175.000	291.600	524.900	875.000	1.029.000	1.143.000	1.267.200	1.391.400	1.515.600	1.639.800	1.764.000	1.888.200	2.012.400
	f	0.200	0.360	0.600	1.080	1.800	3.240	5.400	9.720	16.200	29.160	48.600	87.500	145.800	262.400	437.400	787.000	1.029.000	1.143.000	1.267.200	1.391.400	1.515.600	1.639.800	1.764.000	1.888.200
H	Dr	0.400	0.720	1.200	2.160	3.600	6.480	10.800	19.440	32.400	58.320	97.200	175.000	291.600	524.900	875.000	1.029.000	1.143.000	1.267.200	1.391.400	1.515.600	1.639.800	1.764.000	1.888.200	2.012.400
	f	0.200	0.360	0.600	1.080	1.800	3.240	5.400	9.720	16.200	29.160	48.600	87.500	145.800	262.400	437.400	787.000	1.029.000	1.143.000	1.267.200	1.391.400	1.515.600	1.639.800	1.764.000	1.888.200

Tabla N°4

Valores de la Tensión (Pascal) en función del tiempo (min.) a Deformación constante. Primera experiencia			
Tiempo(min.)	Tensión(Pa)	Tiempo(min.)	Tensión(Pa)
0	83.0	32	87.5
2	84.5	34	91.0
4	84.5	36	91.5
6	84.5	38	90.0
8	85.0	40	91.0
10	85.0	42	91.5
12	86.5	44	91.0
14	87.5	46	91.0
16	87.5	48	89.0
18	87.5	50	89.5
20	86.5	52	89.5
22	87.0	54	87.5
24	86.5	56	87.5
26	87.5	58	86.0
28	86.5	60	80.0
30	87.5	62	85.0

Tabla N° 5

Valores de la Tensión (Pascal) en función del tiempo (min.) a Deformación constante. Segunda Experiencia			
Tiempo(min.)	Tensión(Pa)	Tiempo(min.)	Tensión(Pa)
0	85.0	28	91.5
2	85.0	30	90.0
4	86.5	32	91.5
6	87.5	34	91.5
8	88.5	36	91.0
10	87.5	38	91.0
12	86.5	40	89.0
14	87.0	42	89.5
16	86.5	44	89.5
18	87.5	46	87.5
20	86.5	48	87.5
22	87.5	50	86.0
24	87.5	52	86.0
26	91.0	54	85.0

Valores experimentales obtenidos con el Rheotest N° 2, experiencia N° 1 y experiencia N° 2

Tabla N° 6

Valores de la Tensión (Pascal) en función del tiempo (min.) a Deformación constante. Tercera Experiencia			
Tiempo(min.)	Tensión(Pa)	Tiempo(min.)	Tensión(Pa)
0	85.0	50	92.5
2	87.5	52	91.0
4	87.5	54	90.0
6	87.5	56	89.5
8	88.0	58	90.0
10	88.0	60	89.5
12	88.5	62	89.0
14	86.5	64	90.0
16	88.0	66	89.5
18	87.5	68	89.0
20	89.5	70	88.5
24	90.5	72	88.5
26	91.5	74	88.5
28	90.5	76	88.5
30	91.5	78	89.0
32	90.5	80	87.5
34	90.5	82	86.5
36	89.5	84	86.0
38	90.0	86	86.5
40	88.0	88	86.6
42	88.5	90	84.0
44	90.0	92	84.5
46	89.0	94	84.5
48	89.0		

Valores obtenidos con el Rheotest N° 2, experiencia 3.

Tabla N° 7

Valores de la Tensión (Pascal) en función del tiempo (min.) a Deformación constante. Cuarta Experiencia			
Tiempo(min.)	Tensión(Pa)	Tiempo(min.)	Tensión(Pa)
0	85.0	16	84.0
2	84.0	18	88.8
4	86.0	20	86.5
6	84.0	22	85.8
8	83.5	24	88.0
10	84.0	26	88.0
12	84.0	28	85.0
14	87.5	30	85.0

Tabla N° 8

Valores de la Tensión (Pascal) en función del tiempo (min.) a Deformación constante. Quinta Experiencia			
Tiempo(min.)	Tensión(Pa)	Tiempo(min.)	Tensión(Pa)
0	85.0	22	87.0
2	84.5	24	86.5
4	85.0	26	86.5
6	84.5	28	86.0
8	85.5	30	88.0
10	87.0	32	86.5
12	88.8	34	85.5
14	87.0	36	85.0
16	86.0	38	84.0
18	85.5	40	84.5
20	86.0	42	84.5

Valores experimentales obtenidos con el Rheotest, experiencias N° 4 y 5.

Tabla N° 9

Valores del pH de las muestras	
N° muestra	pH
1	5.5
2	5.45
3	5.5
4	5.45
5	5.6
Promedio	pH = 5.5

Tabla N° 10

Peso en gramos necesarios para hundir 4 mm de la escudilla en el gelómetro	
N° muestra	Peso en gramos
1	220
2	233
3	225
4	230
5	225

Tabla N° 11

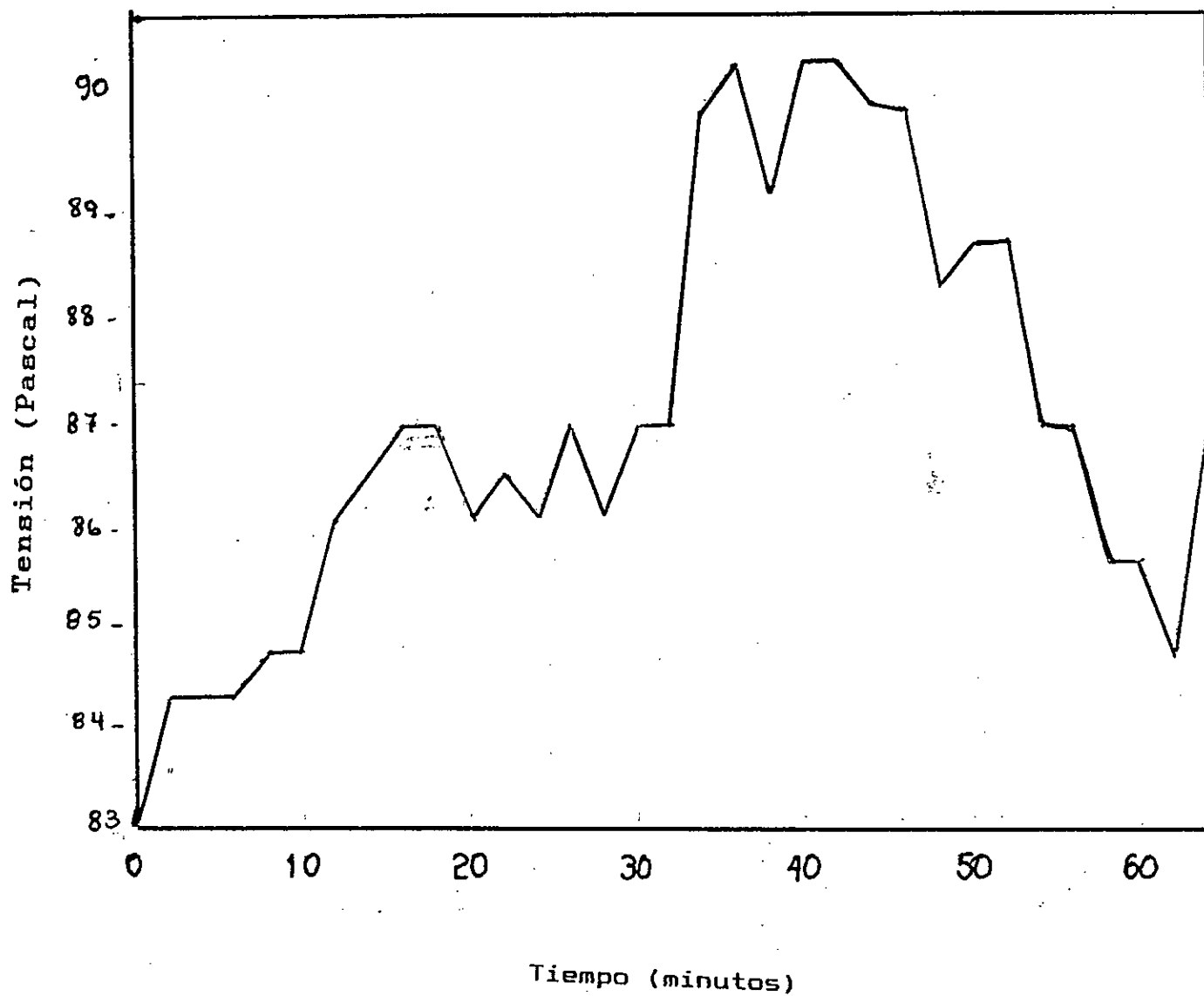
Valores de presión de entrada del aire al tubo Saunders-Ward en cms. Hg y altura alcanzada en el capilar h en cms. de Hg.		
N° muestra	altura del manómetro cms. Hg.	altura del capilar h cms. Hg
1	9.1	19.5
2	10.0	12.2
3	9.3	13.5

Tabla N° 12

Valores de P (Presión de aire-contrapresión del mercurio) en N/m ² y ε módulo de rigidez en N/m ²		
N° prueba	P(presión de aire-contrapresión del mercurio) N/m ²	Módulo de Rigidez N/m ²
1	475.9	7300
2	305.9	7500
3	352.0	7800

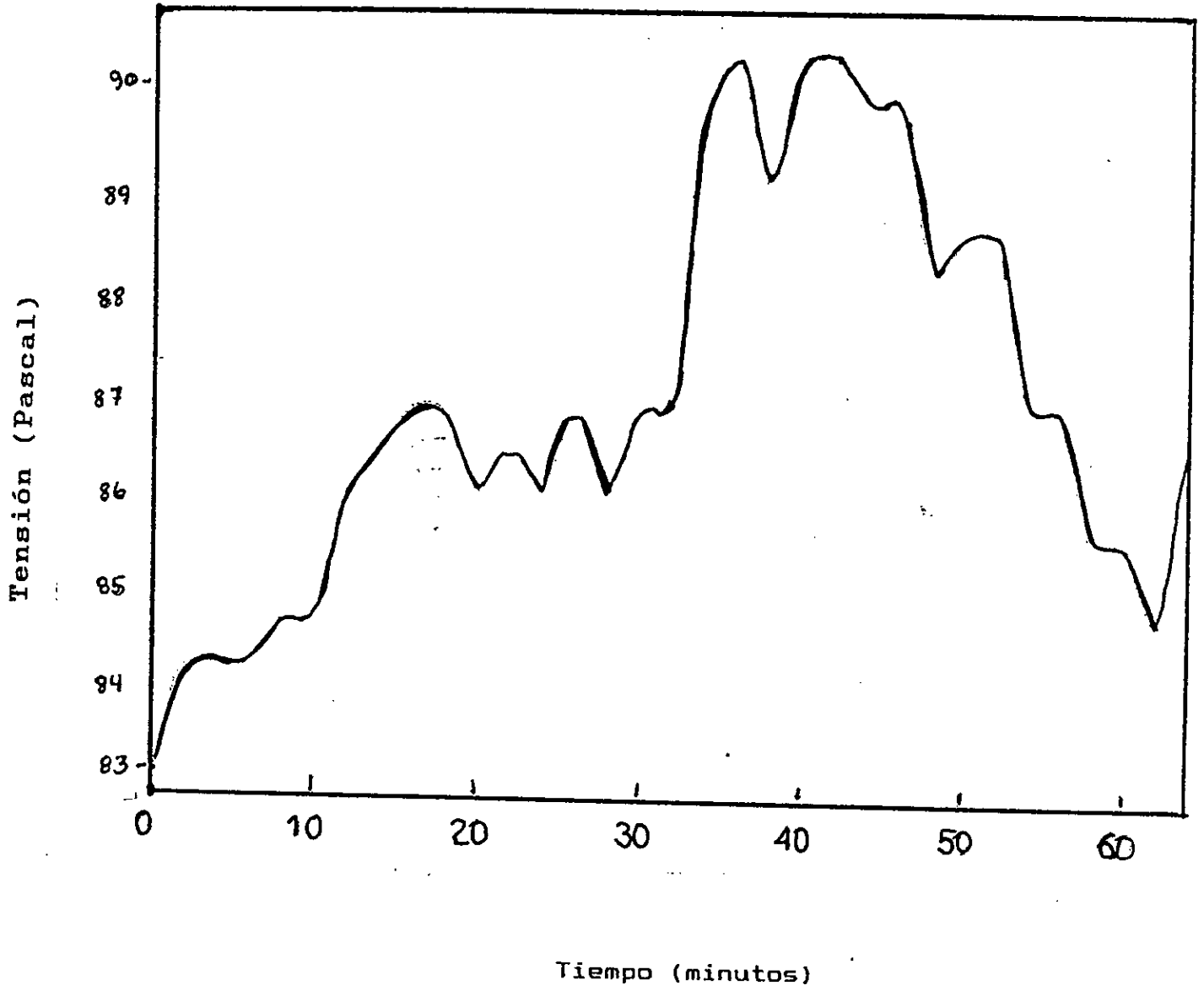
DATOS EXPERIMENTALES DE LA TENSION EN PASCAL
EN FUNCION DEL TIEMPO PARA LA PRIMERA
EXPERIENCIA.

GRAFICA N° 1



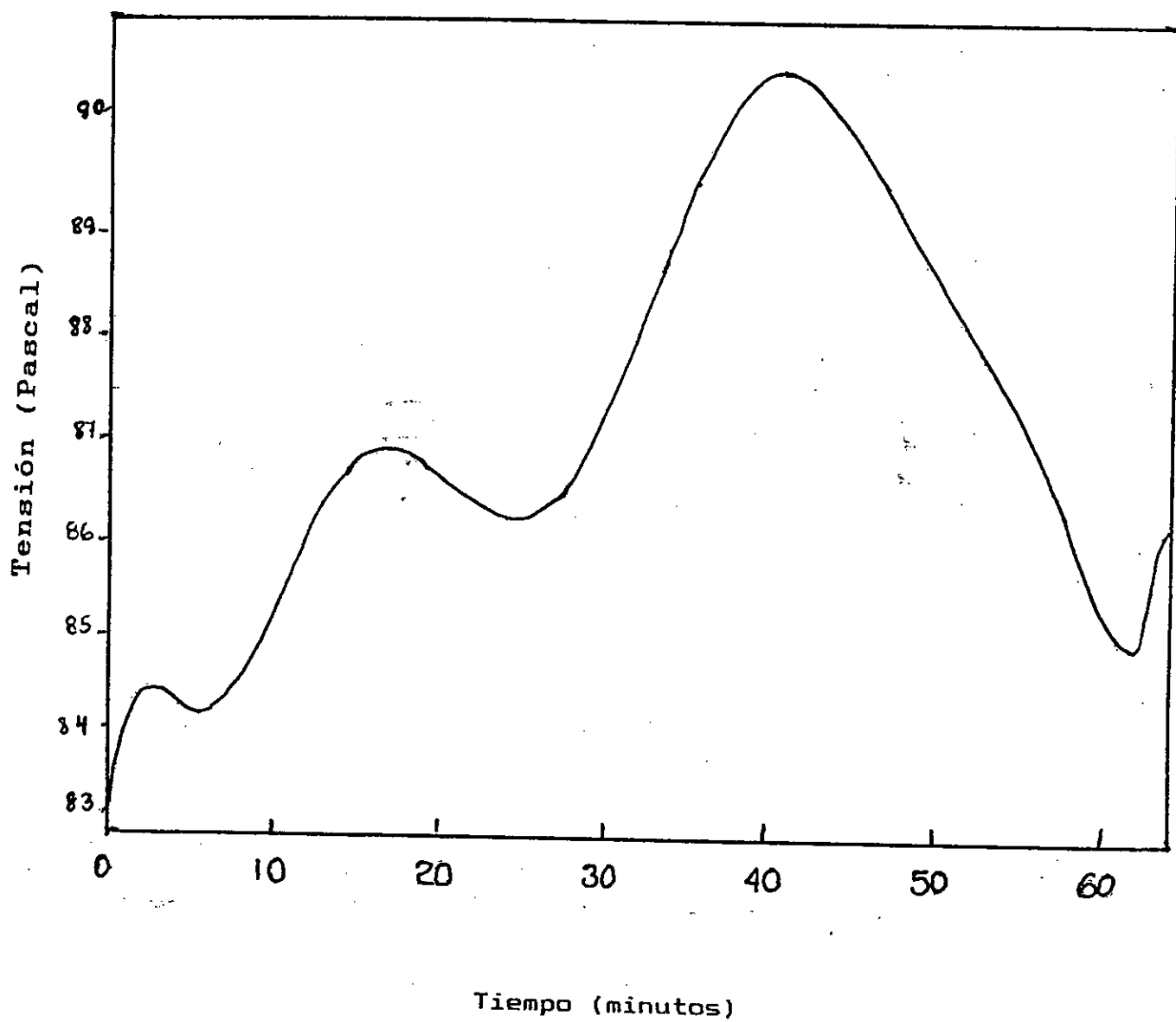
MODELACION POR COMPUTADORA DE LA GRAFICA N° 1

GRAFICA N° 2



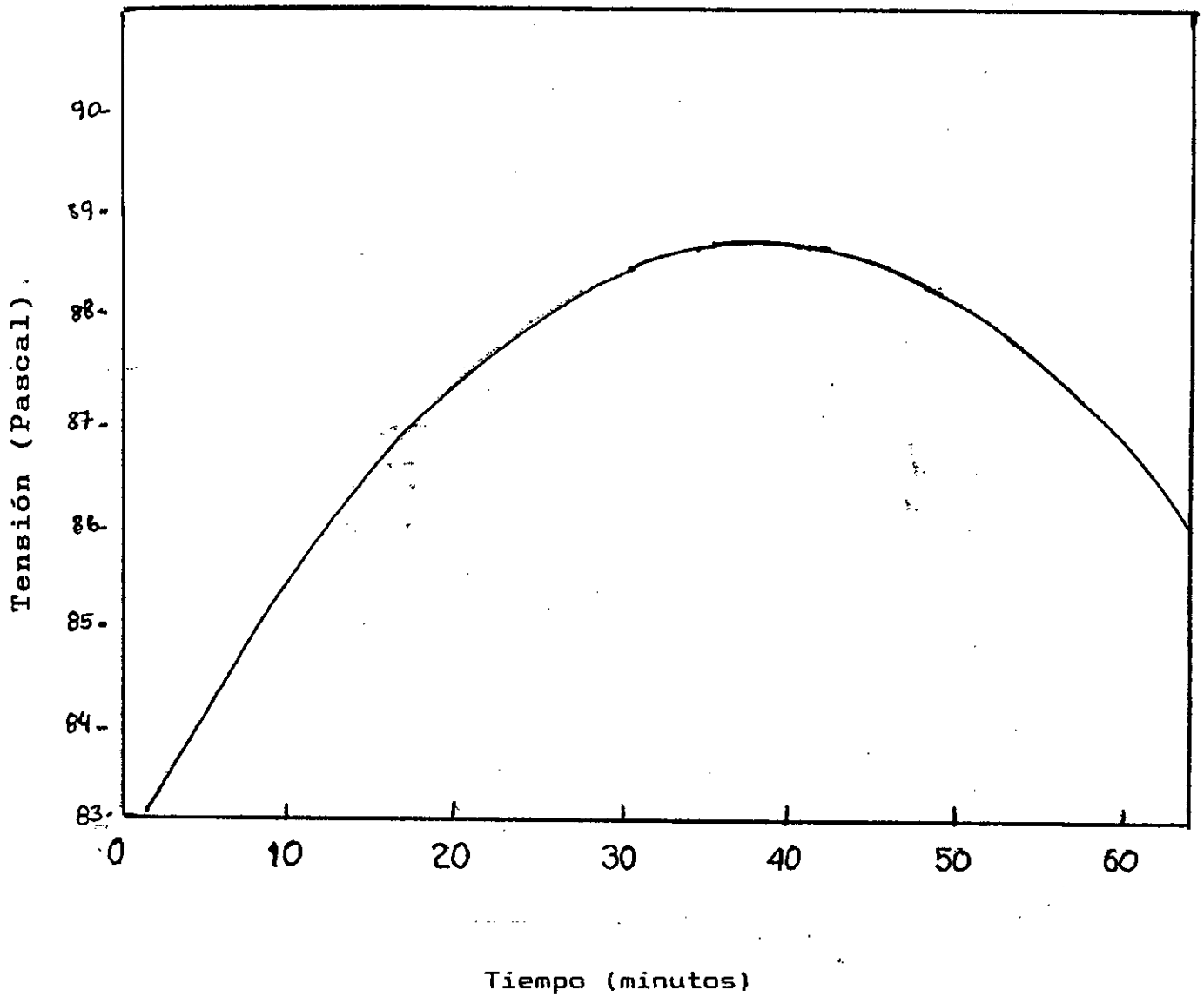
AJUSTE POR COMPUTADORA DE LA MODELACION

GRAFICA N° 3

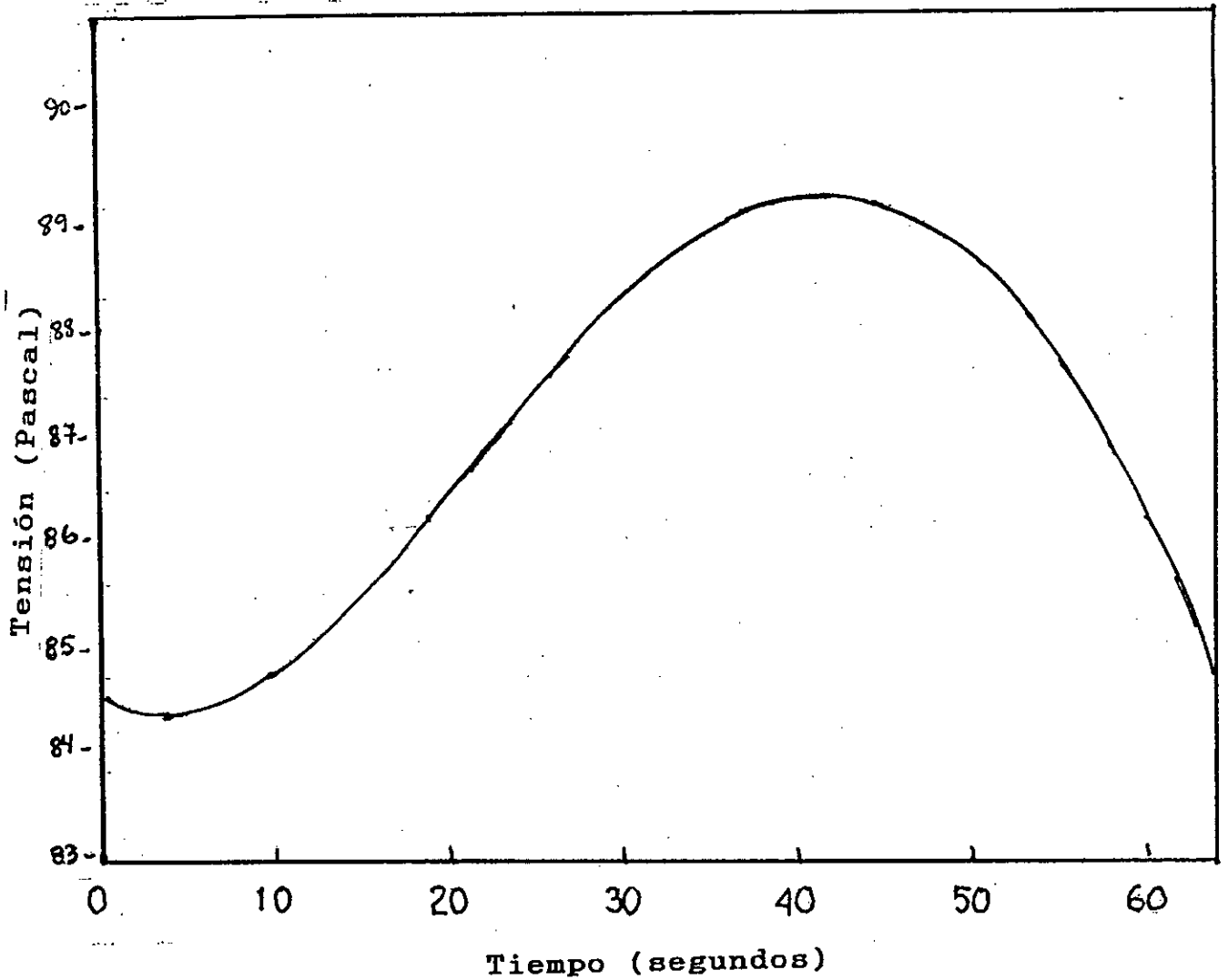


AJUSTE FINAL POR COMPUTADORA DE LA MODELACION

GRAFICA N° 4



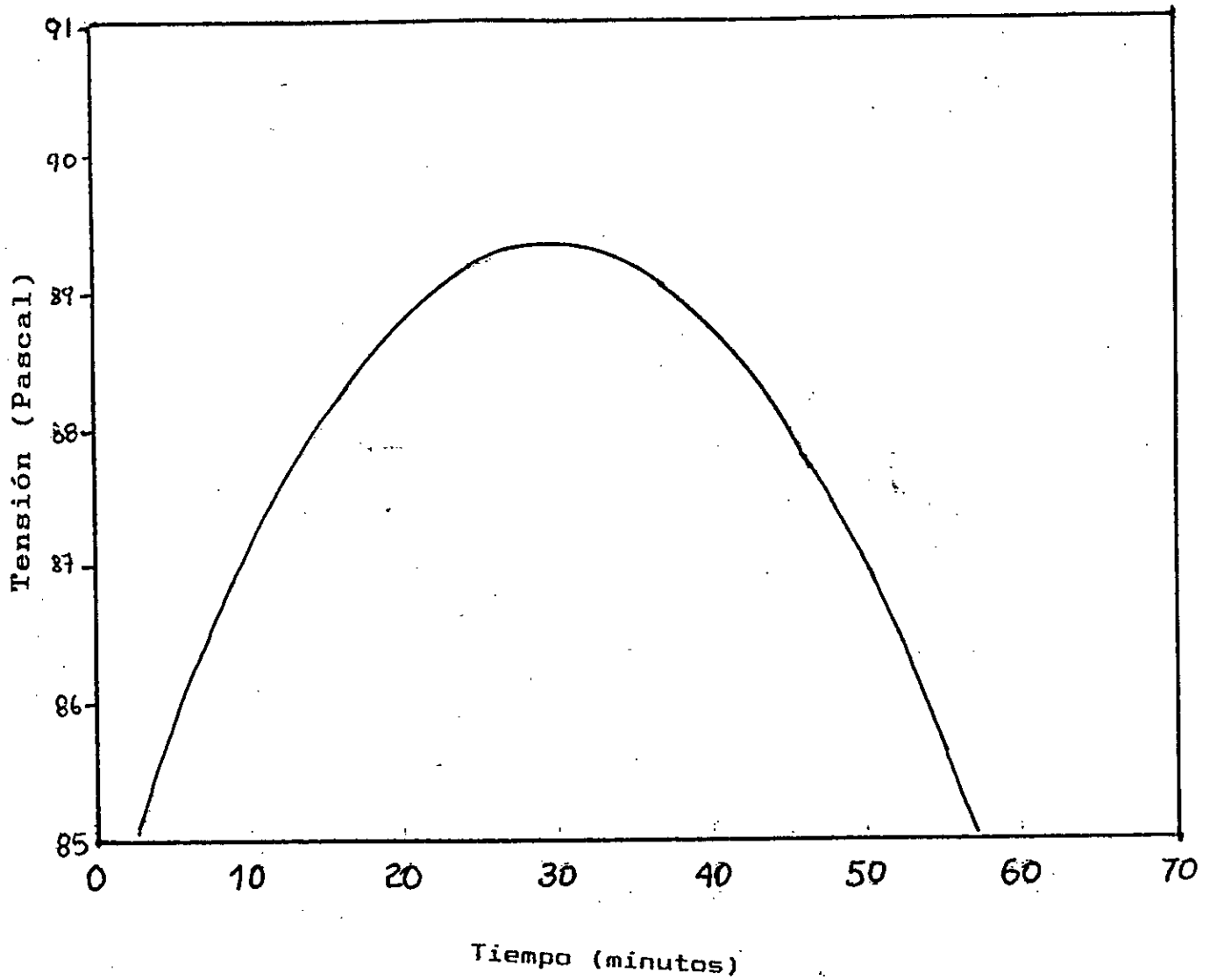
GRAFICA N° 5

ECUACION

$$S = 82.52 + 83.11 (t/64) - 19.29 (t/64)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO .
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 4, EX-
PERIENCIA 1.

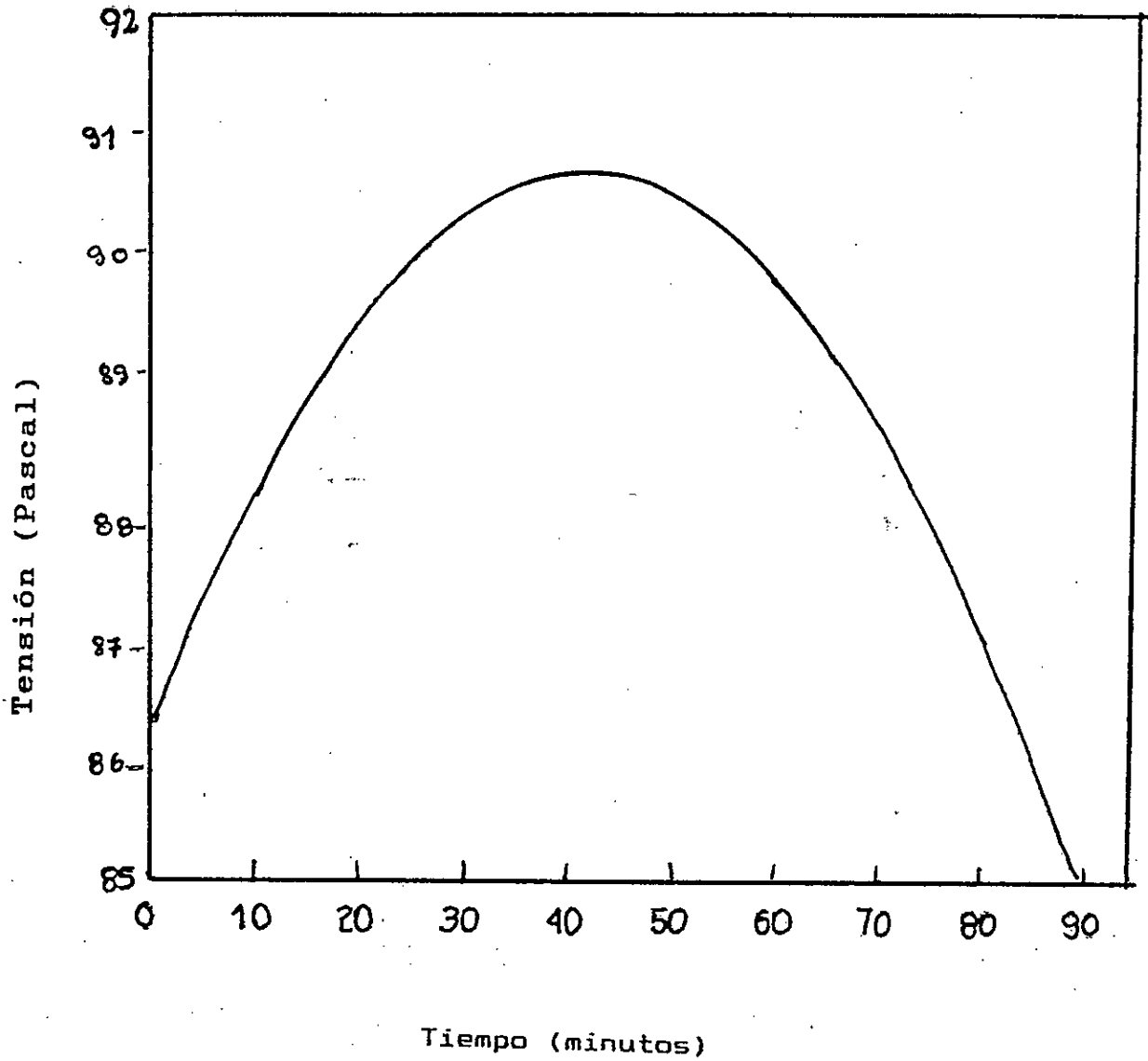
GRAFICA N° 6

**ECUACION**

$$S = 84.10 + 26.58 (t/70) - 31.19 (t/70)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 5, EX-
PERIENCIA 2.

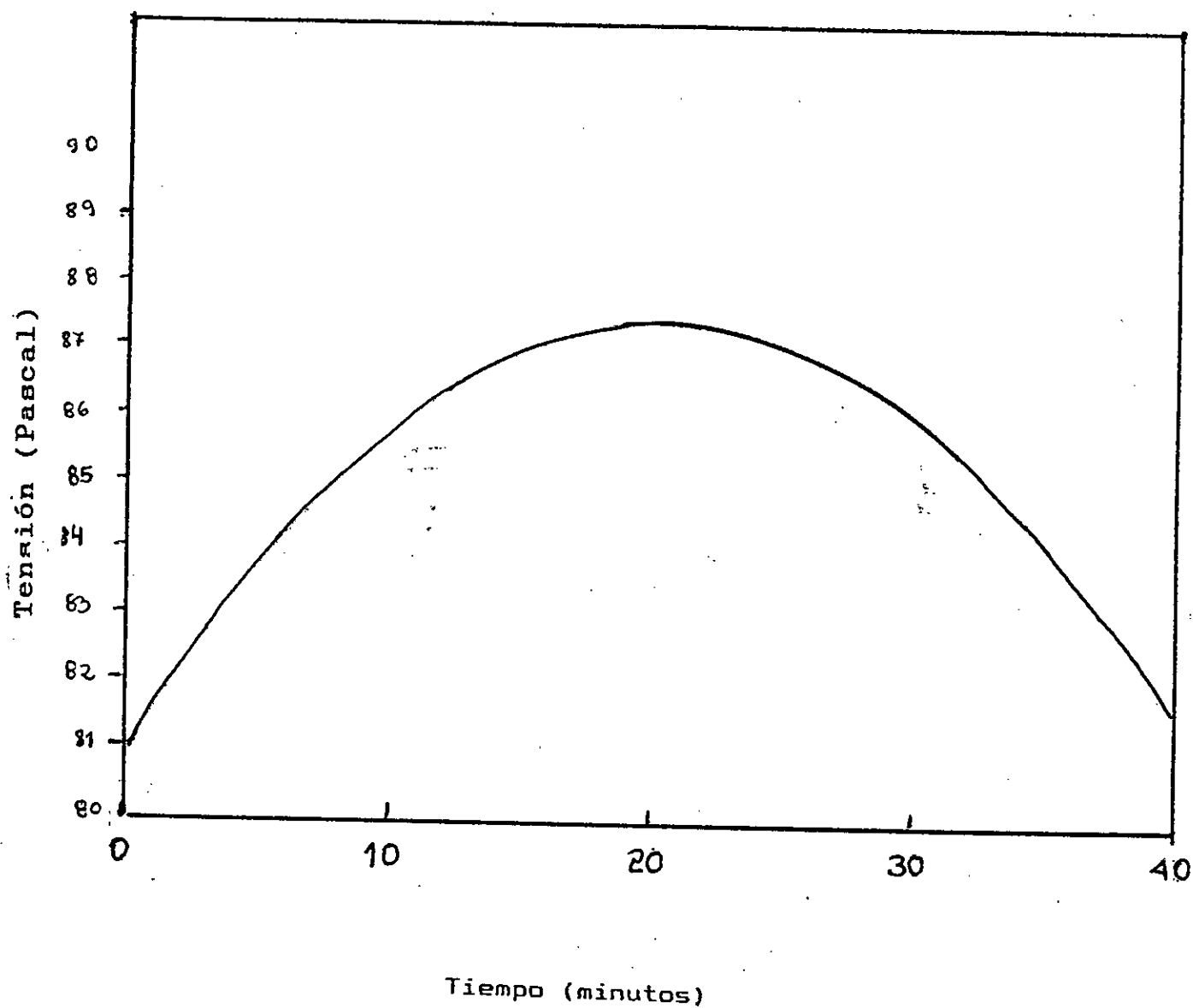
GRAFICA N° 7

**ECUACION**

$$S = 86.14 + 22.08 (t/110) - 28.88 (t/110)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 6, EX-
PERIENCIA 3.

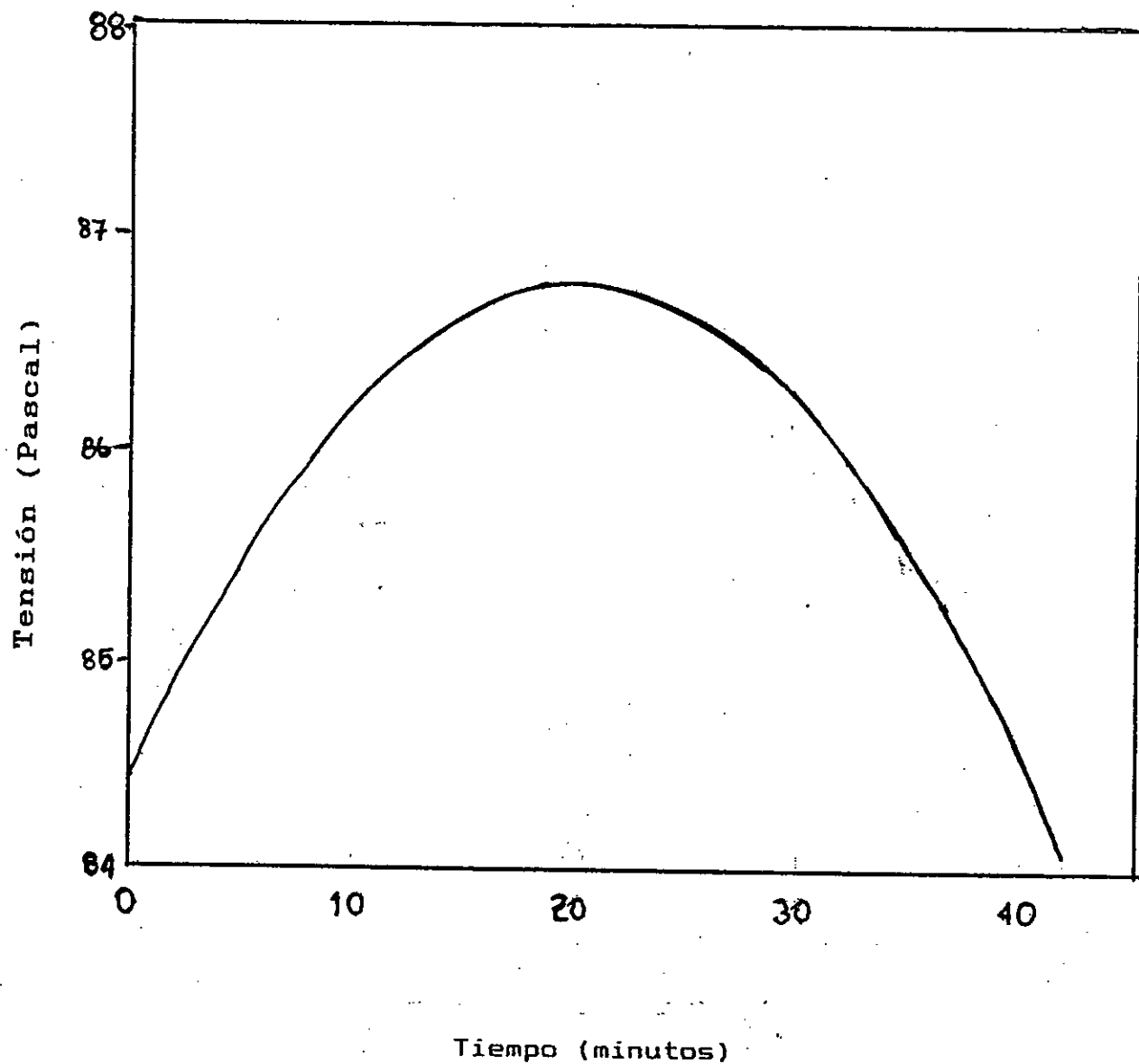
GRAFICA N° 8

ECUACION

$$S = 83.52 + 12.74 (t/40) - 12.45 (t/40)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 7, EX-
PERIENCIA 4.

GRAFICA N° 9

**ECUACION**

$$S = 84.42 + 11.74 (t/50) - 14.53 (t/50)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 8, EX-
PERIENCIA 5.

VI RESULTADOS Y DISCUSION

Viscosidad

Para el estudio de esta propiedad reológica se realizaron cinco experiencias con el Rheotest N° 2, manteniendo las condiciones de trabajo ya indicada: 6.66% de concentración 16 a 18 horas de maduración y a 10 °C de una gel de gelatina tipo A de SAIRSA GELITA.

Los valores obtenidos en el instrumento se presentan en las Tablas 4, 5, 6, 7, 8, los valores son de la tensión y el tiempo.

Estos valores fueron tratados en computadora, se utilizó el software energy graphic los cuales por medio de regresiones se han ido modelando las curvas hasta llegar a las que se presentan en los gráficos 5, 6, 7, 8, 9.

Para la explicación del comportamiento de estas curvas, se realizó la deducción matemática, para la cual se asume el modelo de Maxwell para viscoelásticos.(1)

$$G \frac{dD}{dt} = \frac{d\tau}{dt} + \frac{G\tau}{\eta}$$

Debido a que experimentalmente se mantiene fijo el valor de $\frac{dD}{dt} = \beta$ que es el valor de la velocidad de deformación

o . gradiente de cizallamiento.

Reemplazando :

$$d\zeta/dt + G\zeta/\eta = G\beta$$

Ecuación diferencial de primer orden con coeficiente constante la cual resolvemos utilizando el factor integrante.

$$e^{\int \frac{G}{\eta} dt} = e^{\int \frac{G}{\eta} dt}$$

$$e^{\int \frac{G}{\eta} dt} \left(\frac{d\zeta}{dt} + \frac{G\zeta}{\eta} \right) = e^{\int \frac{G}{\eta} dt} G\beta$$

$$d/dt \left(e^{\int \frac{G}{\eta} dt} \zeta(t) \right) = G\beta e^{\int \frac{G}{\eta} dt}$$

$$d e^{\int \frac{G}{\eta} dt} \zeta(t) = G\beta e^{\int \frac{G}{\eta} dt} dt =$$

$$\int_0^t d \left(e^{\int \frac{G}{\eta} dt} \zeta(t) \right) = \int_0^t G\beta e^{\int \frac{G}{\eta} dt} dt =$$

$$G\beta \left(\eta/G \right) \int_0^t e^{\int \frac{G}{\eta} dt} d \left(\frac{G}{\eta} t \right)$$

$$e^{\int \frac{G}{\eta} dt} \zeta(t) - \zeta(0) = G\beta \left(\eta/G \right) \left(e^{\int \frac{G}{\eta} dt} - 1 \right)$$

$$e^{\int \frac{G}{\eta} dt} \zeta(t) = \zeta_0 + \beta \eta \left(e^{\int \frac{G}{\eta} dt} - 1 \right)$$

Donde $\sigma_0 = \tau_0$

$$\tau(t) = \tau_0 e^{-\frac{t}{\tau}} + \beta \eta \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right)$$

$$\tau(t) = \beta \eta + (\tau_0 - \beta \eta) e^{-\frac{t}{\tau}}$$

Este modelo es similar al presentado por Michel en 1976 (17) cuya forma general obedece:

$$\tau(t) = a_0 + \sum_{j=1}^n a_j e^{-t/\tau_j}; \tau_1 = \eta/G$$

que predice el comportamiento del cuerpo viscoelástico, donde a_0 lo llama esfuerzo no relajado tal que si $a_0 = 0$ el material es considerado líquido si a_0 es diferente de cero el esfuerzo es residual siempre y cuando $t \rightarrow \infty$ siendo el material considerado sólido pudiendo servir como una medida de su solidez, bastando con 2 a 4 términos de la solución para describir las curvas experimentales con un alto grado de ajuste.

En el modelo propuesto $a_0 = \beta \eta$ esfuerzo no relajado

$$a_1 = (\tau_0 - \beta \eta)$$

Dando otra forma a nuestra solución para describir las curvas experimentales obtenidas, esto es expresando la fase exponencial relajada:

$$e^{-\frac{G}{\eta} t} = 1 - (G/\eta) t + G^2 t^2 / 2 \eta^2$$

con aproximación al tercer término. Así:

$$\zeta(t) = \beta \eta + \zeta_0 (1 - G t / \eta + G^2 t^2 / 2 \eta^2) - \beta \eta (1 - \frac{G}{\eta} t + G^2 t^2 / 2 \eta^2)$$

reordenando se tiene:

$$\zeta(t) = \zeta_0 + G (\beta - \zeta_0 / \eta) t - (G^2 / 2 \eta) (\beta - \zeta_0 / \eta) t^2$$

Curva teórica que describe adecuadamente las curvas experimentales tales como las representadas.

$$(t) = 82.52 + 83.11 (t/64) - 19.29 (t/64)^2 \quad \text{Gráfico 5}$$

$$(t) = 84.10 + 26.58 (t/70) - 31.19 (t/70)^2 \quad \text{Gráfico 6}$$

$$(t) = 86.14 + 22.08 (t/110) - 28.88 (t/110)^2 \quad \text{Gráfico 7}$$

$$(t) = 83.52 + 12.74 (t/40) - 12.45 (t/40)^2 \quad \text{Gráfico 8}$$

$$(t) = 84.42 + 11.74 (t/50) - 14.53 (t/50)^2 \quad \text{Gráfico 9}$$

Observando la solución $\zeta(t)$ vemos que existe un crecimiento contra el tiempo (t) del tipo aproximadamente lineal, para posteriormente disminuir en forma no lineal. En términos termodinámicos esto se manifiesta como una mayor energía libre propia de su estado intermedio inestable. El material alcanza su equilibrio dinámico cuando el efecto térmico

comienza efectivamente a producir todo el proceso de relajación, disminuyendo el esfuerzo, $\sigma(t)$.

Cuando se observa en los gráficos inicialmente se produce una deformación brusca de la curva para el decaimiento de la tensión, la expresión matemática para esta porción de la curva es de tipo exponencial similar a la determinada en el modelo matemático en esta tesis.

Las ecuaciones expresadas en cada una de las curvas de los gráficos 5, 6, 7, 8, y 9 sólo sirven para el rango de aplicación y para esas condiciones de trabajo, mientras que en el modelo se está generalizando y puede explicar el comportamiento de los geles como viscoelástico es decir en su conjunto presentando su fase viscosa y su fase elástica.

Se puede apreciar que el tiempo en que se obtienen cada una de las curvas es aproximadamente 60 minutos, el aumento inicial de la tensión es posible que se deba a la acumulación de energía en las moléculas de gel debido a las fuerzas centrífugas por el movimiento de rotación del cilindro interno que son contrastadas por las fuerzas de resistencias de las paredes del cilindro exterior llegando el momento que el desequilibrio de fuerzas produce la ruptura de ciertos enlaces peptídicos de las moléculas produciéndose la relajación interna observándose como la caída de tensión.

De las ecuaciones teóricas se observa que el valor del esfuerzo no relajado se encuentra entre 82.52 y 86.14, la magnitud de este valor puede depender de la deformación histórica del espécimen de gel y consecuentemente este puede exhibir diferente grado de solidificación a diferentes esfuerzos.

A partir de estas ecuaciones teóricas se pueda evaluar el coeficiente de viscosidad η :

Para ello, tomamos la primera curva:

$$\zeta(t) = 82.52 + 83.11 (t/64) - 19.29 (t/64)^2$$

$$\zeta(t) = 82.52 \text{ Pa.}$$

$$G (\beta - \zeta_0/\eta) = 83.11 / 64 ; \quad G = 7300 \text{ Pa.}$$

$$dD/dt = 4.32 \text{ s}^{-1}$$

$$G^2 / 2\eta (\beta - \zeta_0/\eta) = 19.29 / 64^2 , \text{ obtenemos}$$

$$\eta = \frac{G \zeta_0}{(\beta G - 83.11/64)} = 191026.4 \text{ Pa. s.}$$

$$\text{o,} \quad \eta = 212338.0 \text{ Pa. s.}$$

$$\eta = 244414.6 \text{ Pa. s.}$$

Para el caso particular de la primera experiencia se observa que η no tiene un único valor y por lo tanto se puede decir que presenta varios tiempos de relajación o un espectro de relajación.

Para este modelo la recuperación dependerá de los valores de η y G , se puede decir que es casi instantánea, pero el tiempo de recuperación efectiva no se conoce, teóricamente se dice que es un tiempo infinito. (9)

INDICE DE RIGIDEZ

Los valores de G obtenidos experimentalmente con el tubo Saunders - Ward se presenta en la Tabla N° 12 para tres pruebas realizadas a diferentes valores de P (Presión de aire - contrapresión del mercurio).

Tabla N° 12

Valores de P (Presión de aire - contrapresión del mercurio) en N/m^2 y el módulo de rigidez en N/m^2		
N° prueba	P (presión de aire-contrapresión del mercurio, N/m^2)	Módulo de rigidez N/m^2
1	475.9	7300
2	305.9	7500
3	352.0	7800

Los valores oscilan entre 7300 y 7800, notándose el predominio del elemento elástico, por que para este tipo de pruebas de corta duración, sólo este elemento se toma en cuenta, en este caso de un gel de gelatina se considera casi totalmente

hookiano y como se puede ver es muy poco dependiente de la deformación relativa.

Los valores de G dependen de la concentración y la temperatura en que se encuentra el gel, por que se tiene referencias de que para geles con una concentración de 5.5% y a la misma temperatura el valor de G es del orden de 6600 a 6880 N/m² (9) y la geles de 20% de concentración es del orden de 2×10^6 N/m² a mayor concentración el módulo de rigidez aumenta, disminuyendo la deformación elástica, por lo que a tensión constante, cuanto menor sea el módulo de rigidez mayor será la deformación elástica y por tanto más fácil será la deformación elástica del material. (Ver foto N°2)

PODER DE GELIFICACION

Con el método empírico del gelómetro de Bloom se obtuvo los valores que se representan en la Tabla N° 10.

Tabla N° 10

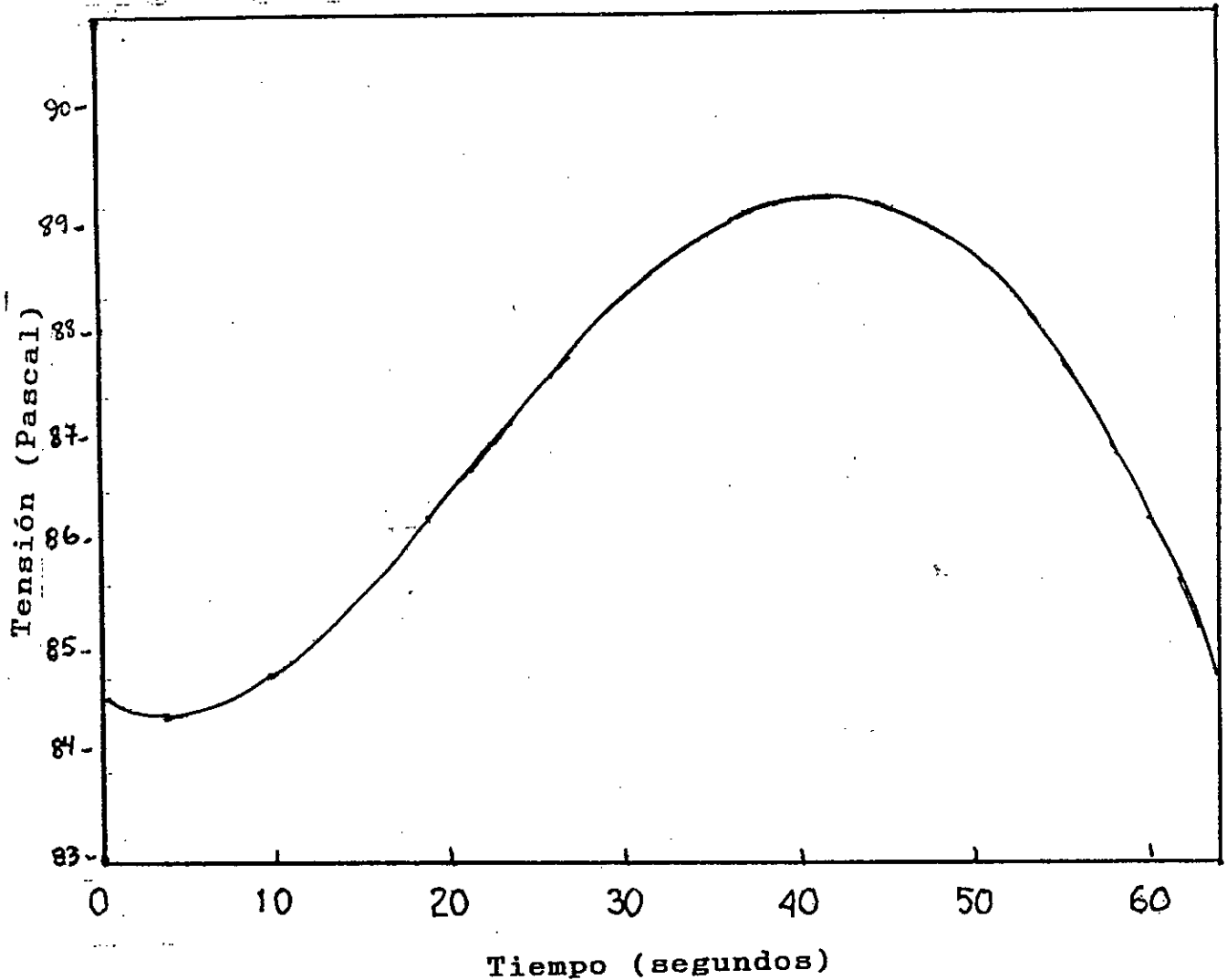
Peso en gramos necesarios para hundir 4 mm de la escudilla en el gelómetro.	
N° muestra	Peso en gramos
1	220
2	233
3	225
4	230
5	225

El promedio de estos valores es de 227 es decir que se necesita 227 gramos para que la escudilla pueda hundir 4 mm. en la superficie del gel de gelatina que se encuentra en estudio bajo las condiciones indicadas.

Los gramos necesarios son designados como grados bloom y es bajo esta denominación que se expenden las gelatinas comercialmente, se fabrican gelatinas entre 70 y 300 bloom y a mayor grado bloom mayor poder de gelificación, que queda ligeramente modificado al variar la concentración o su temperatura.

El grado bloom por convención indican la calidad de las gelatinas y marcan el precio por tonelada en el mercado.

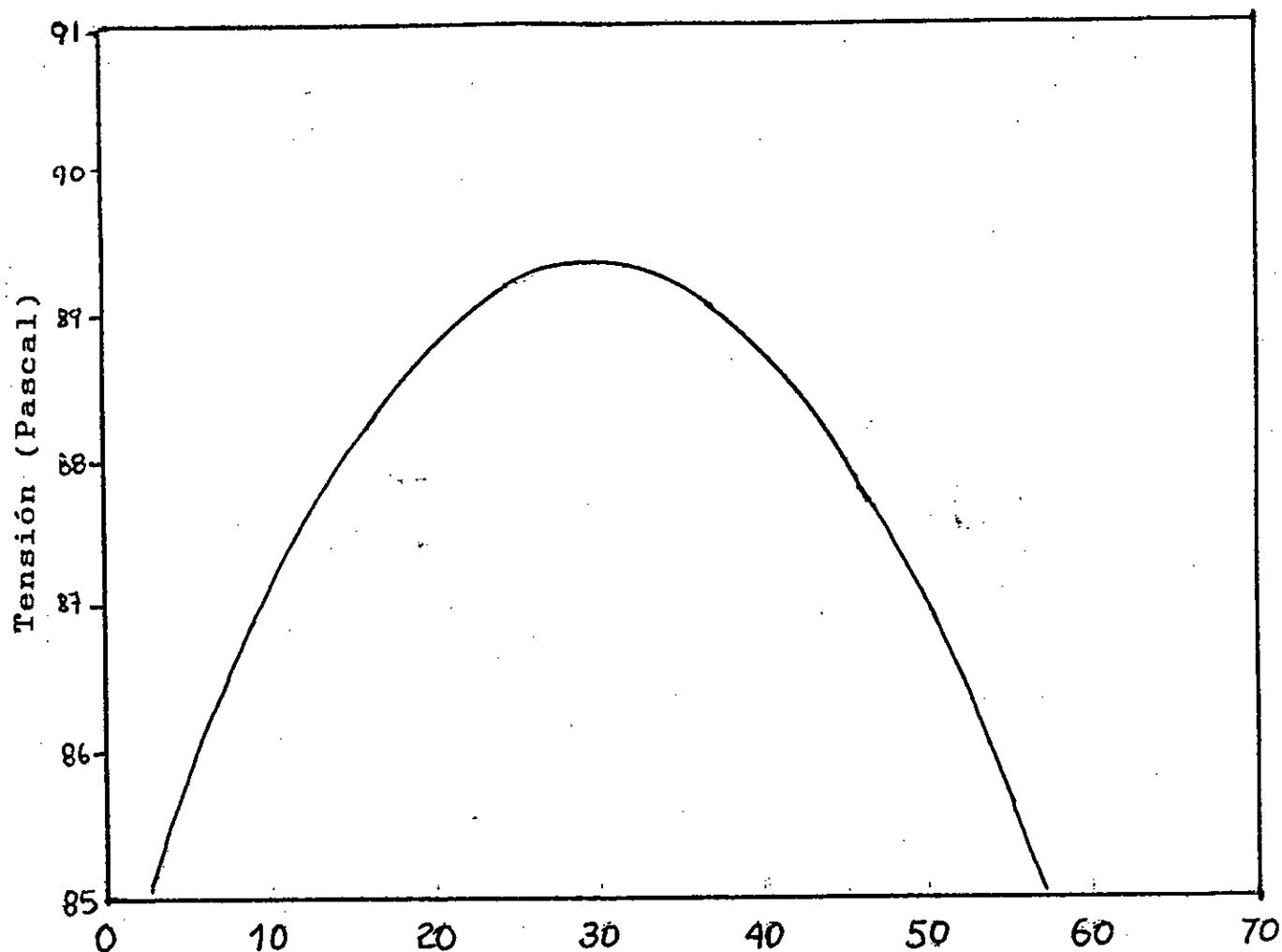
GRAFICA N° 5

ECUACION

$$S = 82.52 + 83.11 (t/64) - 19.29 (t/64)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 4, EX-
PERIENCIA 1.

GRAFICA N° 6



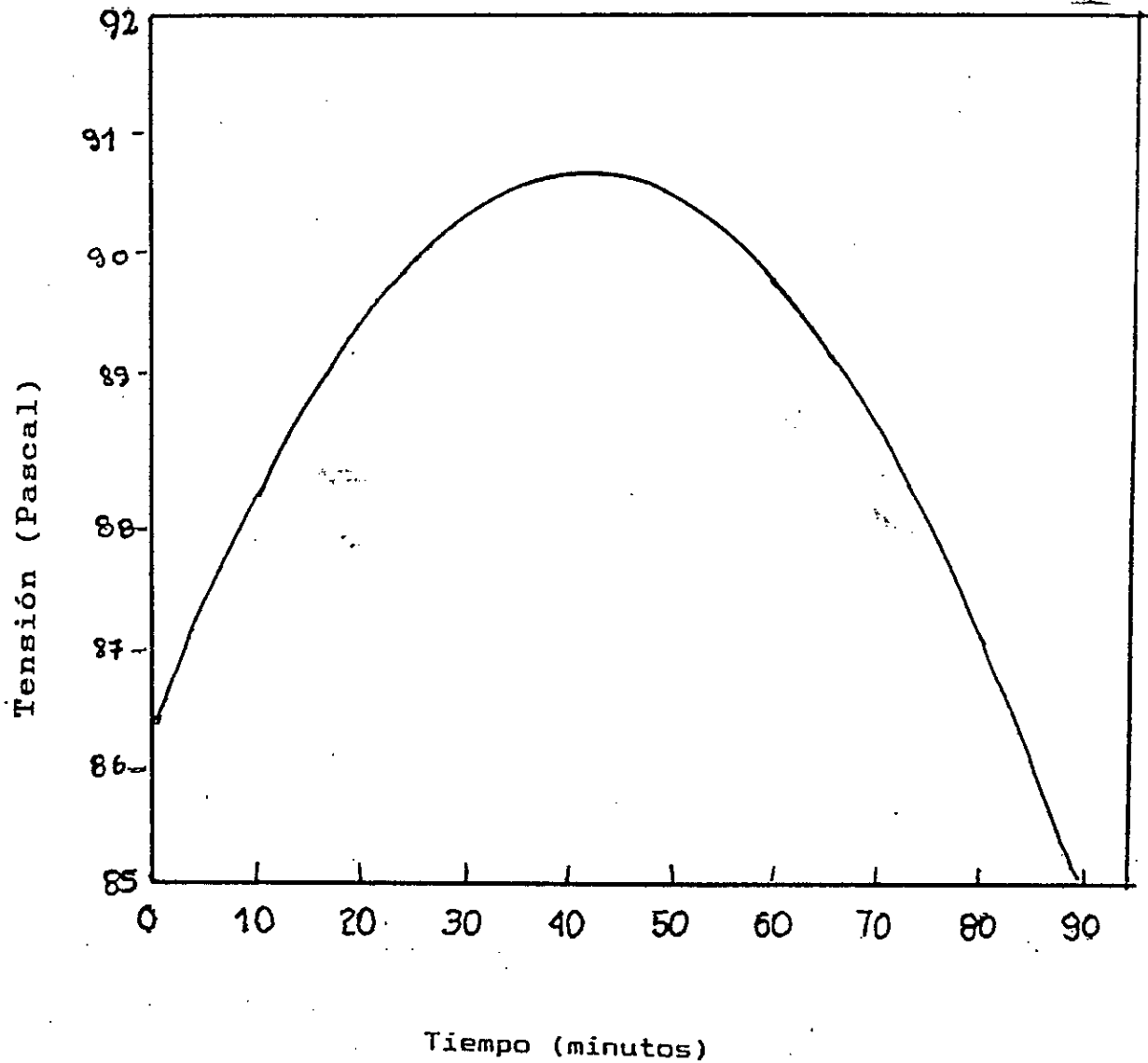
Tiempo (minutos)

ECUACION

$$S = 84.10 + 26.58 (t/70) - 31.19 (t/70)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 5, EX-
PERIENCIA 2.

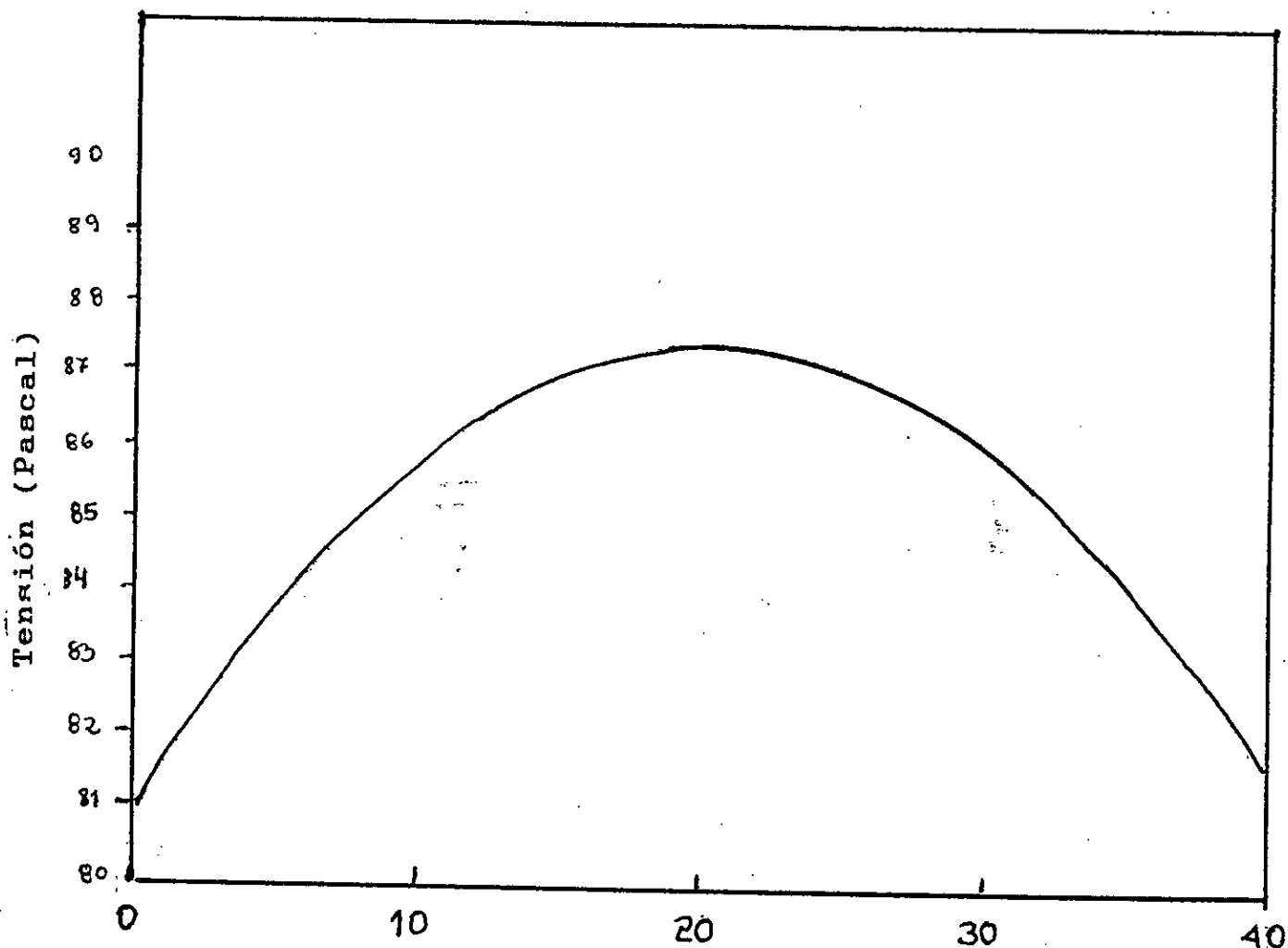
GRAFICA N° 7

**ECUACION**

$$S = 86.14 + 22.08 (t/110) - 28.88 (t/110)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA, 6, EX-
PERIENCIA 3.

GRAFICA N° 8

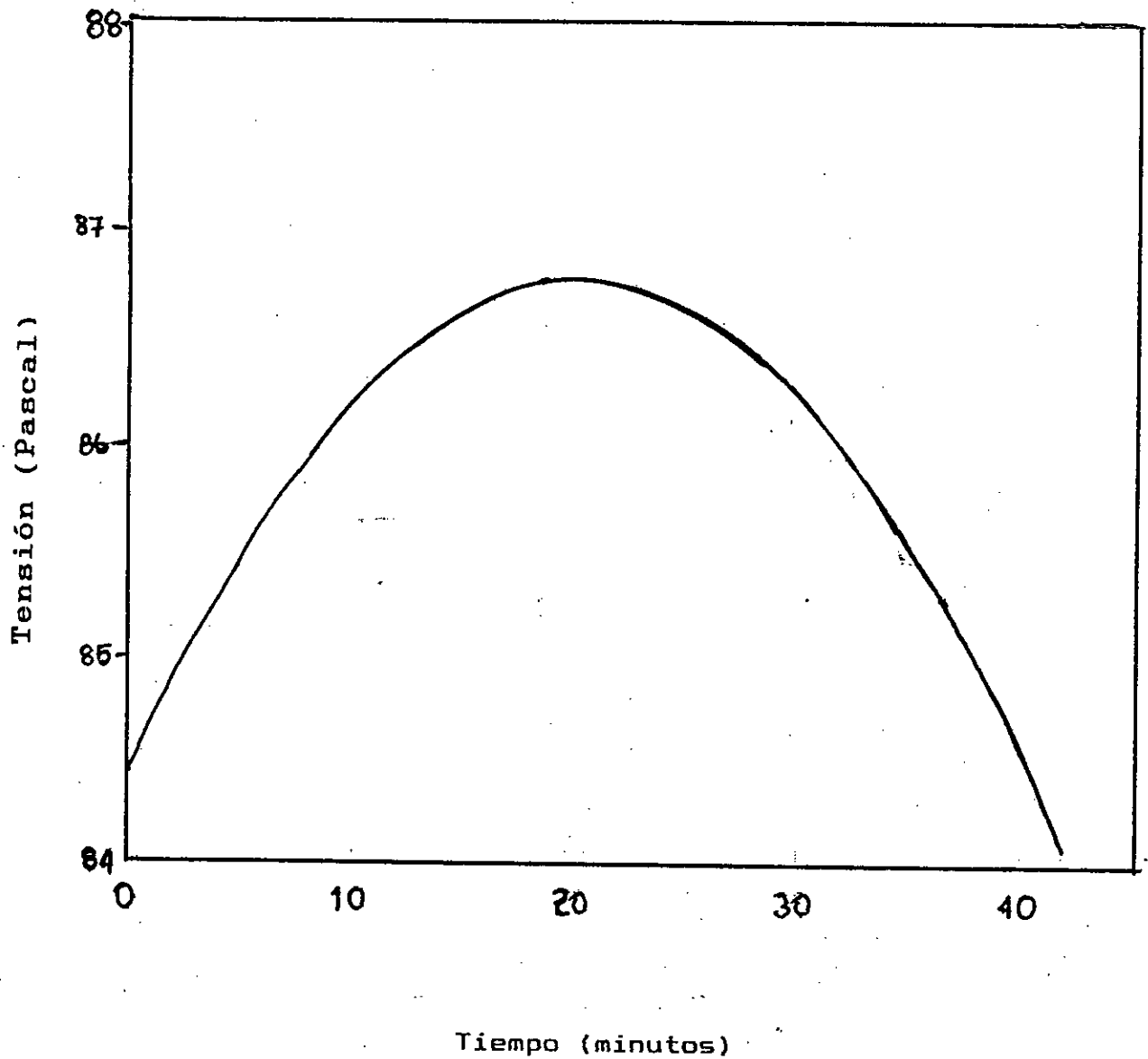


Tiempo (minutos)
ECUACION

$$S = 83.52 + 12.74 (t/40) - 12.45 (t/40)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
 CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 7, EX-
 PERIENCIA 4.

GRAFICA N° 9

ECUACION

$$S = 84.42 + 11.74 (t/50) - 14.53 (t/50)^2$$

ECUACION TEORICA Y CURVA TENSION VERSUS TIEMPO
CORRESPONDIENTE A LOS DATOS DE LA TABLA 8, EX-
PERIENCIA 5.

VII CONCLUSIONES

De este trabajo de investigación se concluye que:

Los geles de gelatina tratados en este estudio es de tipo A SAIRSA GELITA en condiciones de concentración 6.6% a 10° C y 18 horas de maduración presentan comportamiento viscoelástico, es decir simultáneamente el elemento viscoso y el elemento elástico.

El estudio reológico de los geles de gelatina se basó en el modelo mecánico de Maxwell ya que para esto se pueden tratar como líquidos muy viscosos, como sólidos elásticos o ambos, dependiendo de los métodos y equipos utilizados.

Las curvas que representan el comportamiento viscoelástico son de tipo exponencial.

De acuerdo a las gráficas experimentales se demuestra que se tiene una fase de esfuerzo no relajado y una fase de relajación.

Los valores del esfuerzo no relajado puede ser una medida del grado de solidez y estos valores oscilan entre 82.52 y 86.14.

La fase de relajación depende de los valores de G .

El valor de τ no es único por lo que no se puede hablar de tiempo de relajación sino de espectro de relajación.

A esta concentración el gel de gelatina puede considerarse como un sólido elástico puesto que los valores de G índice de rigidez son valores medios entre 7,300 y 7,800.

El promedio obtenido para las pruebas de poder de gelificación indican que la muestra tiene una buena consistencia ya que la más alta consistencia se tiene con geles de 300 grados.

El método de Relajación de la tensión es un método propio para investigación y se trata los geles en forma completa con ambos elementos, es un método de medidas fundamentales y de larga duración puede durar horas, días y hasta meses.

El método de cizalladura con el tubo de Saunders - Ward estudia el gel, en uno solo de sus componentes, en esta caso como sólido elástico, considerándose como sólido de Hooke, es de corta duración y la determinación no es complicada.

En el método empírico para determinar el poder de gelificación, se opera como si el gel a estudiar fuera un sólido elástico y se desprecia las demás componentes, para las determinaciones se empleó el gelómetro, estas medidas son frecuentemente de gran utilidad práctica pero no se sienta sobre bases teóricas.

VIII RECOMENDACIONES

Al concluir el trabajo de investigación con el instrumento de gran utilidad como es el Rheotest, es posible continuar investigando comportamientos reológico y determinar la viscosidad estructural de una diversidad de sustancias, tanto del campo de la industria alimentaria, de los no-metálicos, etc.

En general se recomienda:

- La implementación de un ambiente adecuado dotado de los servicios mínimos (agua, aire comprimido) para continuar los trabajos en este campo de la reología que es novedoso en nuestro país.
- Mejorar el equipamiento del Rheotest, con un Potenciómetro Registrador y de una computadora con la finalidad de obtener el registro de los datos, las curvas y las ecuaciones de deducción de cada comportamiento.
- Trabajar a condiciones controladas muy estrictas a fin de que los datos reproducidos en cada experiencia sean reales.
- Incentivar a través del Instituto de Investigación de la Facultad de Ingeniería Química, a docentes y estudiantes para incursionar en el campo de la Reología.

IX BIBLIOGRAFIA

1. Billmeyer, Fred W.; "Ciencia de los Polímeros"; Editorial Reverté S.A Barcelona.España .1975 .Pág. 187
2. Burgeres, C.M.; Roux, D.E; "Technique et Documentatin Paris, Francia"; Editorial El Manual Moderno. México D.F. 1972.
3. Ferry, J. D.; Die Leim und Gelatinefabrikatun; Viena y Leipzig. Editorial A. Harrtlebins. 1975 .
4. Fito, Pedro; Copia de curso de Tecnología Alimentaria, dictado en la Universidad Nacional del Callao en 1986.
5. Hart, F. L., Fisher, H. J.; "Análisis Moderno de los Alimentos". Editorial Acribia; Zaragoza. España. 1969.
6. Journal of Food Sciencie. Vol. 54 N°4. Paris. Francia 1989.
7. Journal of Pharmaceutical Sciencies. Thermal Degradation of Gelatin as Applied to Processing of Gel Mass. Paris. Francia. Vol 67. N°2. February 1979/223
8. Lipowitz y John; "Gran Enciclopedia de Química Industrial". Editorial Seix Barral. Tomo VII, Cap. XVIII. Argentina. 1974. Pág. 195.

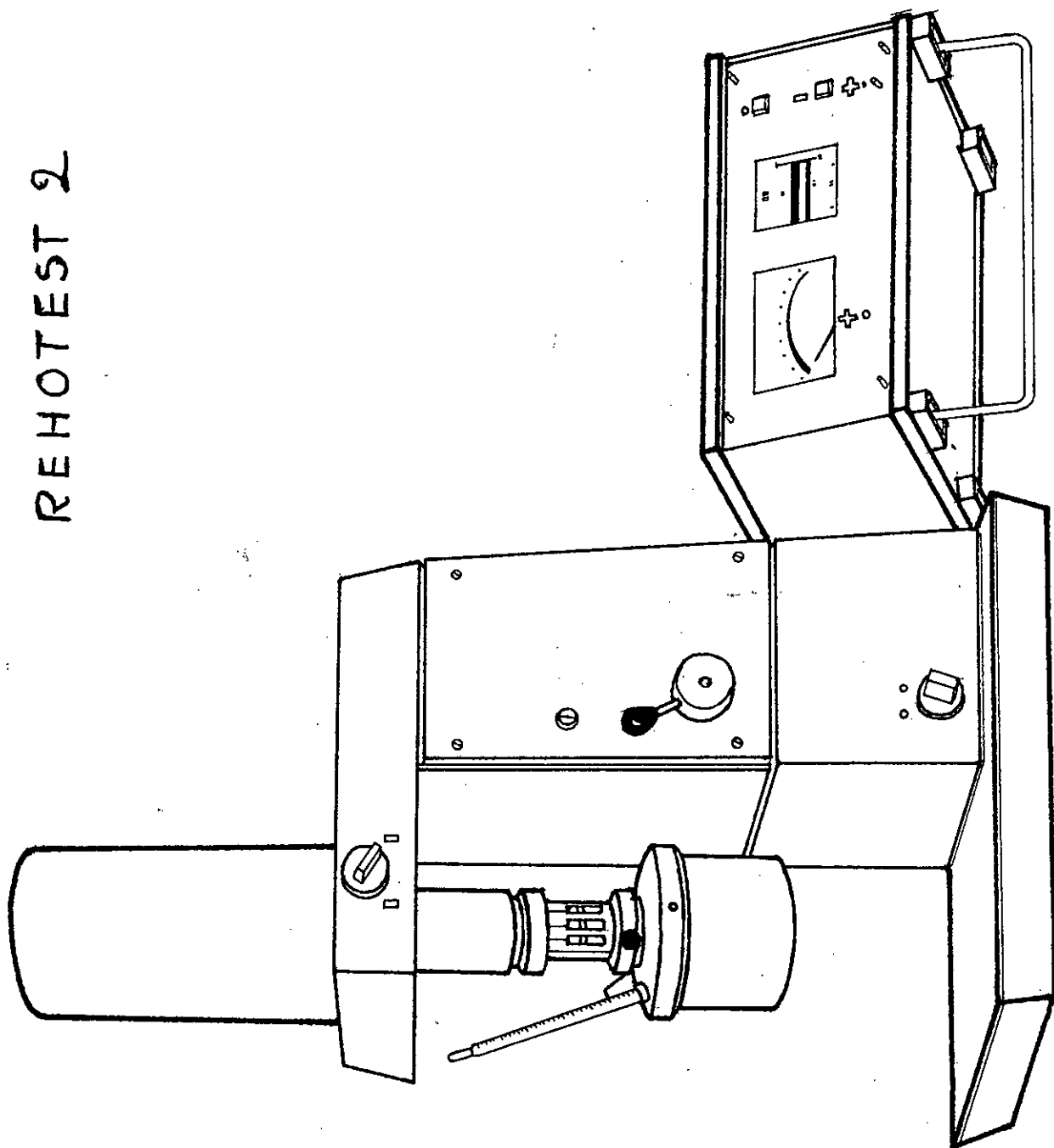
9. Muller, H. G. "Introducción a la Reología de los Alimentos"; Editorial Acribia. Zaragoza. España. 1973.
10. Othmer, Kirk; "Enciclopedia de Tecnología Química". 1ra. Edición en Español; Unión Tipográfica Editorial Hispano America. México. 1962.
11. Peña, María Esther ; "Proyecto para la fabricación de colas y gelatinas"; Tesis. U.N.M.S.M. Facultad de Química. 1979.
12. Pomeranz, Meloan. "Food Analysis. Teory & Practice"; THE AVI. Publishing Company, Inc, Westport, Connecticut, United States of America. March 1972. Cap. 28. Rheology. Págs. 402 - 418.
13. Romo, Luis. A. "Coloides". Editorial Labor. Barcelona. 1982. Pág. 134.
14. Seminario de Area de Engenary da Alimento; "Hidrocoloides e seu comportamento Reologico" Coordinado por Grandi, J.G. Universidad Sao Paulo. Brasil. 1987.
15. Saunders P. R. and Ward A. G. "Nature" 176, 26 (1950)
16. Stryer L. Bioquímica; Edición revisada y corregida Editorial Reverté S.A. España. 1979

17. Sixto Chevalier, Mirtha García, Mario de Armail
"Contenido de pectina y caracter reológico de mermeladas y pulpas de frutas Camagueyanos" Revista Tecnología Química. Año III N°3. Cuba. 1982.
18. Villarreal, M.; Costell E. "Revista de Agroquímica y Tecnología de Alimentos"; Vol. 29. Valencia.España. Marzo, 1989
19. Voyutsky, S. "Colloid Chemistry"; Mir Publishers, Moscow, Pág. 361.
20. Manual de Viscosímetro Rheotest N° 2. DDR 821. Frital 1975. Traducido al español 1977.
21. Información Técnica proporcionada por SAIRSA GELITA de Brasil. Mococa. Sao Paulo. 1990.

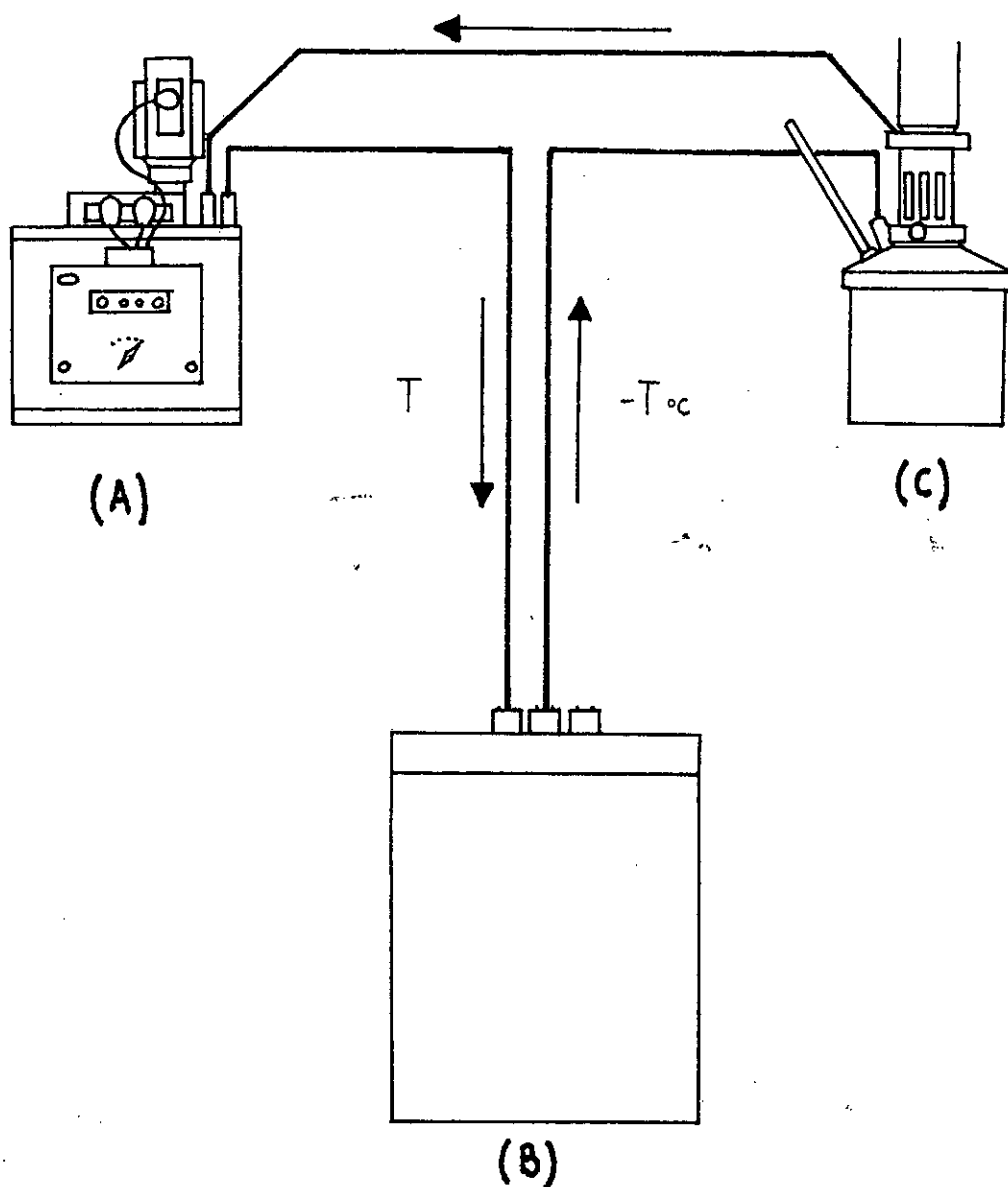
A N E X O S

- Anexo 1 . Dibujo de viscosímetro
- Anexo 2 . Dibujo de equipos complementarios
- Anexo 3 . Dibujo del tubo Saunders-Ward
- Anexo 4 . Dibujo de gelómetro de Bloom

REHOTEST 2



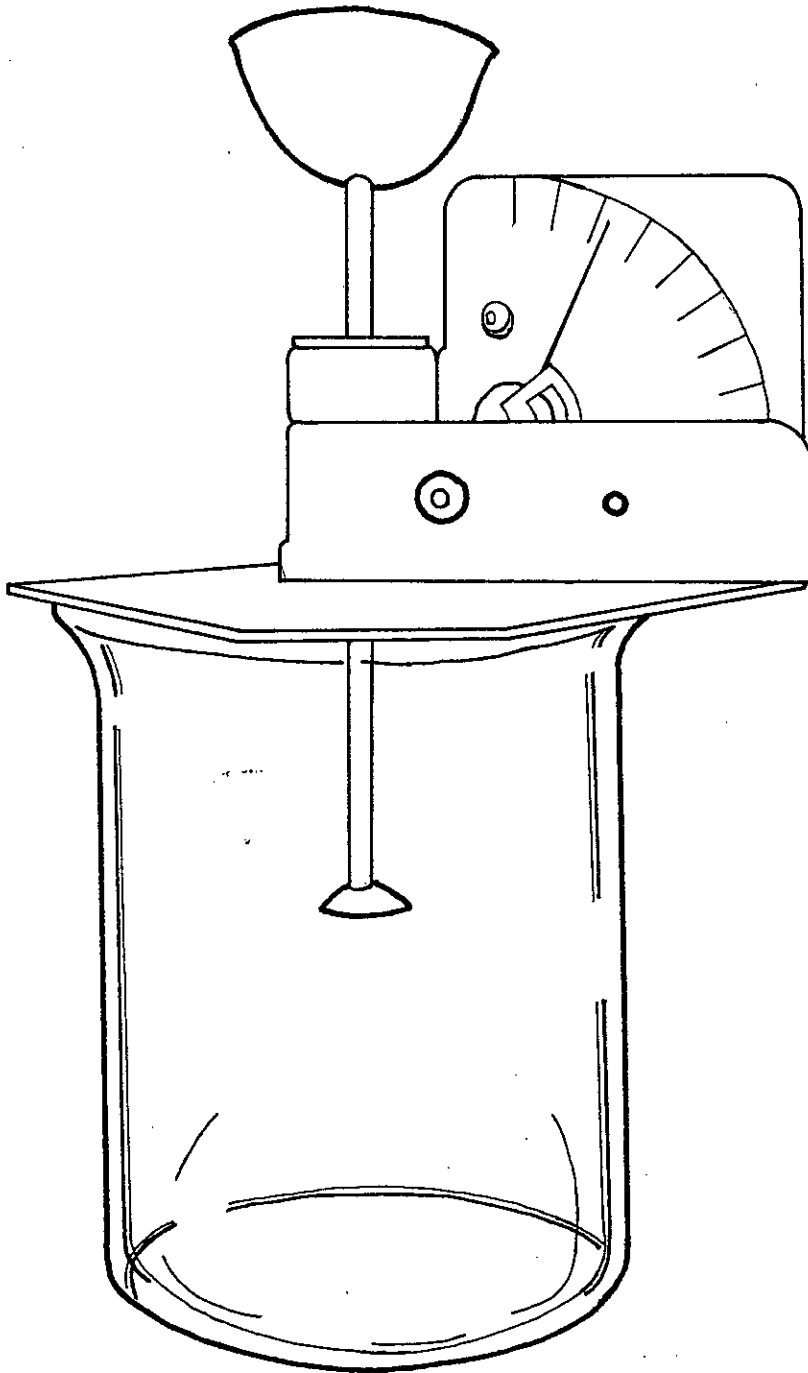
EQUIPO COMPLEMENTARIO :



LEYENDA :

- A: Ultratermostato
- B: Refrigerante
- C: Viscosímetro

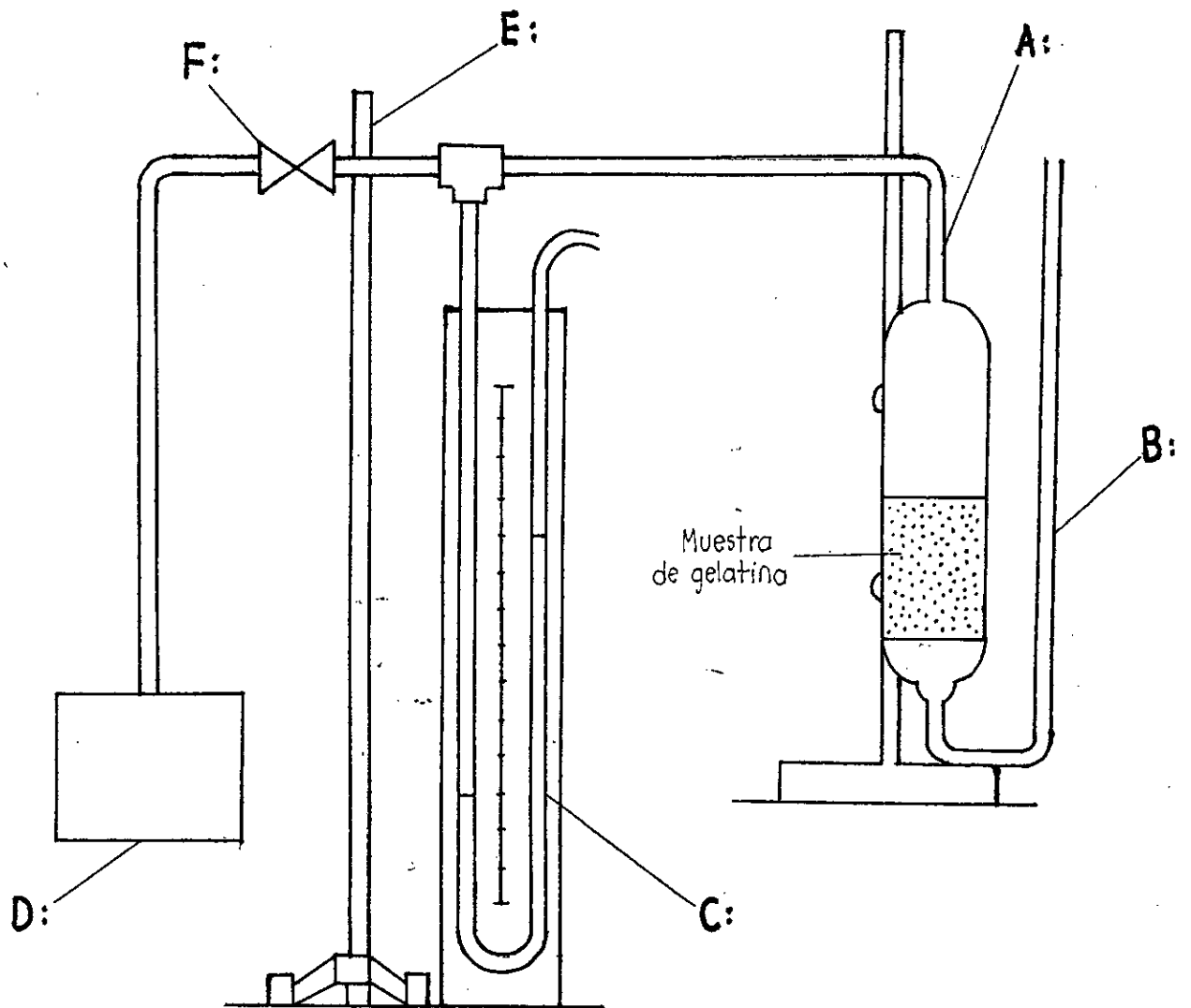
GELOMETRO DE BLOOM :



LEYENDA :

- A: Banquillo de hojalata.
- B: Eje de metal.
- C: Escudillo o disco de hojalata.
- D: Embudo.
- E: Escala.

TUBO DE SAUNDERS Y WARD



LEYENDA :

- A:** Tubo
- B:** Manómetro o capilar de mercurio
- C:** Manómetro de mercurio
- D:** Compresor
- E:** Soporte universal
- F:** Válvula de control de entrada de aire.