

# Escalamiento del proceso de mezclado de emulsiones O/W concentradas

## Concentrated O/W emulsions mixing process scale-up

M. I. Briceño\* y S. Cobos

Laboratorio FIRP\*\*, Universidad de Los Andes, Mérida, 5101

\* [mabel@ula.ve](mailto:mabel@ula.ve); \*\* [firp@ula.ve](mailto:firp@ula.ve)

### Resumen

En este trabajo se presenta el procedimiento seguido para escalar el mezclado de emulsiones o/w concentradas en tanque agitado. El objetivo del escalamiento era preparar emulsiones de concentración creciente (50 a 80% de aceite), en condiciones de mezclado que fueran similares para todas las concentraciones evaluadas, de modo que fuera posible determinar el efecto de otras variables fisico-químicas, en igualdad de condiciones hidrodinámicas. Esto reviste una gran dificultad ya que la viscosidad de una emulsión concentrada varía de forma exponencial con el contenido de fase interna; esta fuerte variación de viscosidad es acompañada por un incremento de la complejidad del comportamiento reológico. Como primer paso se evaluó el comportamiento reológico de las emulsiones en cuestión, para varios tamaños de gota. Esto permitió determinar correlaciones empíricas para la predicción de la viscosidad en función de la concentración a un tamaño dado de gota. Luego, siguiendo un método de escalamiento convencional, aunado a la caracterización reológica, se determinó el volumen de mezclado necesario para cada caso, de modo que el régimen de flujo fuera de transición y que el flujo de energía por unidad de masa fuera también del mismo orden. Los resultados experimentales obtenidos señalan que el método de escalamiento usado fue adecuado.

**Palabras clave:** Emulsiones concentradas O/W, mezclado, escalamiento.

### Abstract

In this work the scale-up procedure for the mixing process of concentrated o/w emulsions is presented. The goal was to prepare emulsions of increasing concentration (50 to 80 % of oil) but for similar hydrodynamic conditions in such a way that the effect of physico-chemical variables could be isolated and evaluated. This is not a straight forward procedure due to the steep increase of viscosity and rheological complexity of these emulsions as concentration increases. Within this framework of analysis, rheological behavior was first evaluated as a function of oil concentration and droplet size. From this evaluation, empirical correlations were obtained for predicting emulsion viscosity as a function of volume fraction for a given droplet size. Then, following a conventional scale-up procedure and the results of the rheological study, the mixing volume of emulsion required for every concentration of oil was calculated. This mixing volume tends to increase with oil content, but in doing so, the flow regime (transition) and specific power were of the same magnitude for all systems evaluated. The experimental results show that the scale-up procedure was adequate.

**Key words:** Concentrated o/w emulsions, mixing, scale-up.

## 1 Introducción

La preparación de emulsiones y dispersiones líquido-líquido es una de las operaciones unitarias más comunes en la industria. El análisis exhaustivo de este tipo de proceso es, casi sin excepción, de innegable complejidad. Por un lado, se tiene el fenómeno hidrodinámico, frecuentemente de tipo turbulento, donde intervienen la geometría del dispositivo de mezclado, la velocidad de flujo o del agitador, el flujo de energía y la viscosidad de las fases, por sólo mencionar algunas de las variables de mayor importancia. Por otro lado, la composición y naturaleza de las fases son también determinantes del proceso, especialmente si alguna o varias de las especies presentes poseen actividad interfacial. La situación se vuelve particularmente complicada en emulsiones concentradas, las cuales no son sólo altamente viscosas sino también viscoplásticas y viscoelásticas (Barnes, 1994).

Puede entenderse entonces por qué el estado del arte del mezclado de dispersiones líquido-líquido concentradas es aún muy empírico, sobre todo el saber-hacer que se maneja a nivel industrial. Esto se refleja en las estadísticas mundiales para el año 1991: las pérdidas industriales por concepto de fallas en las operaciones de mezclado y dispersión eran del orden de 1 a 60 millardos de US\$ (Tatterson y col., 1991). Esta situación no ha cambiado mucho en estos últimos años y, sin embargo, es notorio que los enfoques en el estudio de este problema han sido más bien parciales; es decir, o completamente dirigidos a la hidrodinámica de formación de dispersiones líquido-líquido poco concentradas (< 40%) en régimen turbulento y en ausencia de surfactantes, u orientado casi exclusivamente al estudio del comportamiento de fase y su relación con las propiedades de la emulsión, sin otorgar mayor importancia a los aspectos hidrodinámicos.

Los resultados obtenidos por ambos enfoques han mejorado notoriamente la comprensión del problema; sin embargo, los sistemas evaluados por los trabajos de orientación exclusivamente hidrodinámica no se corresponden con la realidad industrial (emulsiones concentradas y estabilizadas con uno o varios surfactantes, polímeros u otros). Por otro lado, los trabajos de orientación fisicoquímica son difícilmente escalables debido a la falta de datos sobre las propiedades del fluido y los aspectos geométricos e hidrodinámicos que permitan obtener, por lo menos, el régimen de flujo y la potencia suministrada.

En la Fig. 1 hemos resumido en forma gráfica lo que conocemos sobre la preparación de emulsiones. El gráfico ha sido dividido en dos zonas bien definidas, la zona correspondiente a emulsiones poco concentradas (< 40 %), en donde se han realizado los trabajos de enfoque exclusivamente hidrodinámico, y una zona

correspondiente a concentraciones de fase interna ( $\phi$ ) mayores a 50 %, la cual es la región de mayor interés comercial.

Los trabajos de enfoque exclusivamente fisicoquímico abarcan usualmente todo el abanico de concentraciones, pero rara vez se toman en cuenta los parámetros hidrodinámicos de mezclado. En contraste, la formulación es completamente ignorada en los trabajos de enfoque hidrodinámico; de hecho, rara vez se incluye el uso de surfactantes, por lo cual los sistemas obtenidos son usualmente dispersiones inestables con un gran tamaño de gota.

Sin embargo, las tendencias encontradas son significativas; esto es, a medida que aumenta la velocidad de mezclado ( $N$ ), o disminuyen la concentración de la fase interna ( $\phi$ ) y su viscosidad ( $\mu_i$ ), se reduce el tamaño de gota. Esto es debido a que al aumentar  $N$ , se incrementan tanto el Reynolds

$$Re = \frac{\rho N D^2}{\mu} \quad (1)$$

como la tasa de flujo de energía o potencia específica (en Watts/kg)

$$P_M = N_p \frac{\rho N^3 D^5}{M} \quad (2)$$

En las ecuaciones anteriores,  $\rho$  y  $\mu$  son la densidad y la viscosidad del fluido, respectivamente;  $N$  es la velocidad de agitación en rps;  $D$  es el diámetro del impulsor;  $M$  es la masa de fluido en el tanque agitado y  $N_p$  es el llamado número de potencia, el cual es un parámetro adimensional que depende del  $Re$  y de la geometría del sistema. Tanto  $Re$  como  $P_M$  están claramente especificados en los estudios de orientación hidrodinámica.

Por otro lado, los estudios sobre emulsiones concentradas ( $\phi > 50$  %) enfocados en lo fisicoquímico arrojan que, a medida que aumenta la concentración disminuye el tamaño de gota. Estas tendencias han sido obtenidas mediante barridos a  $N$  constante; sin embargo, los datos no son realmente comparables, ya que, bajo estas condiciones, el número de  $Re$  disminuye en forma drástica debido al aumento de viscosidad de la emulsión asociado al incremento de  $\phi$ . Igualmente, la energía disipada ( $P_M$ ) necesariamente aumenta con  $\phi$  si se quiere mantener una velocidad de agitación constante.

En el presente trabajo se ha desarrollado una metodología que permite estudiar el efecto de la concentración de fase interna y su viscosidad en el mezclado de emulsiones concentradas, manteniendo

condiciones hidrodinámicas similares. Para ello se utilizó el enfoque clásico del análisis dimensional y la teoría de escalamiento, en función de lo cual se ajustaron los parámetros geométricos y dinámicos de modo que casi todos los sistemas evaluados se encontraran en régimen de transición. De esta forma se aseguró un patrón de flujo macroscópico similar para todos los casos. Adicionalmente, los sistemas se evaluaron para flujos de energía por unidad de masa, o potencia específica ( $P_M$ ), del mismo orden. Los eventos que ocurren a nivel microscópico pueden ser inferidos mediante la medición de la distribución de tamaño de gota, lo cual se efectúa en este trabajo. Adicionalmente, a pesar de que  $P_M$  es un parámetro macroscópico, este es del mismo orden que la intensidad de energía promedio disipada a nivel microscópico.

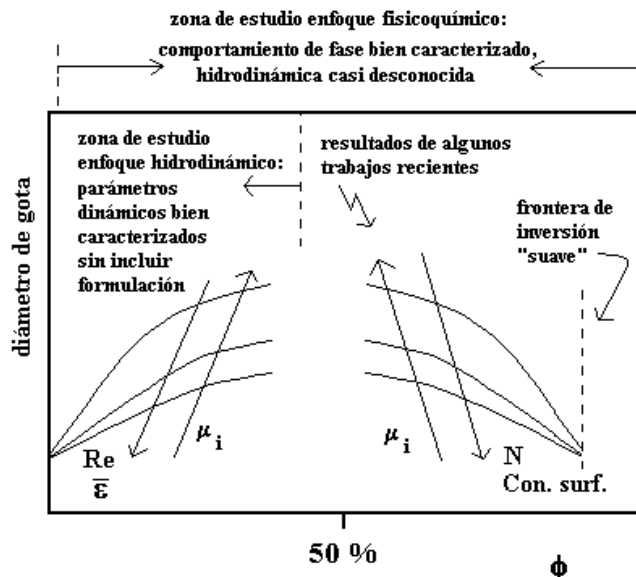
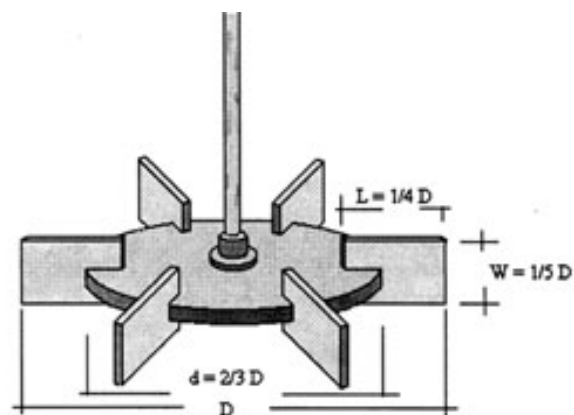


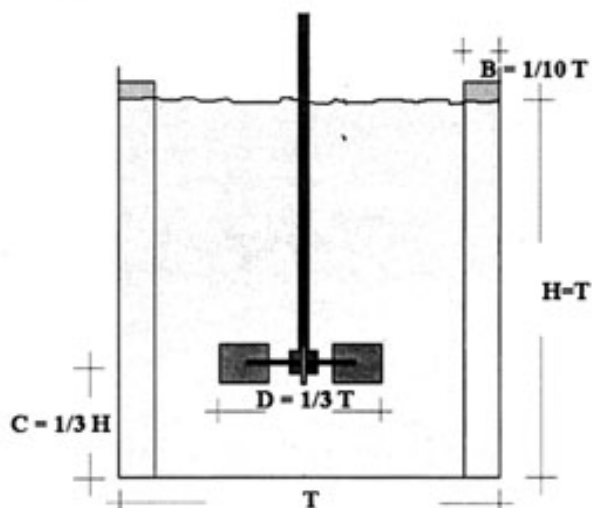
Fig.1. Representación gráfica de lo que se conoce acerca de la preparación de emulsiones. Las flechas indican la dirección en que aumentan las variables. Con. surf.: concentración de surfactante.

La metodología experimental consistió en utilizar envases de mezclado provistos de un impulsor de tipo Rushton (Fig. 2a) y fabricados acorde a la bien conocida geometría estándar de mezclado, mostrada en la Fig. 2b. La mayor ventaja de utilizar la turbina de Rushton y la geometría de mezclado estándar es que existe una gran cantidad de información en la literatura sobre los patrones de flujo que se producen en este tipo de dispositivos, tanto para fluidos Newtonianos como para no-Newtonianos. Esto permitió el cálculo de los

parámetros necesarios para caracterizar el mezclado, permitiendo también obtener un análisis de los sistemas, tanto cualitativo como cuantitativo.



(a)



(b)

Fig.2. Turbina de Rushton (a) y geometría de mezclado estándar (b).

## 2 Análisis dimensional y teoría de escalamiento

La mayor parte de los problemas de transferencia de interés práctico son altamente complejos debido al gran número de variables involucradas. Esto se une al hecho de que muchos de estos sistemas se encuentran en condiciones de flujo turbulento. Sin embargo, esto no ha impedido el diseño, uso y optimización de dichos sistemas. Una de las herramientas más poderosas que se han utilizado para llevar a cabo estos propósitos es el

análisis dimensional y la teoría de escalamiento; ambos métodos se han usado tradicionalmente en forma combinada para escalar los procesos de mezclado (Oldshue, 1992; Dickey, 1992; Tatterson, 1992).

El método del análisis dimensional fue desarrollado por Buckingham a principios de siglo; este propuso el llamado teorema  $\Pi$  que lleva su nombre. Este establece que, dada una función  $F$  de  $m$  variables con dimensiones homogéneas y definidas en términos de  $n$  dimensiones fundamentales independientes, existe una función  $\Phi$  relacionada con  $F$  que posee  $p = m - n$  parámetros adimensionales,  $\Pi_i$ . Los parámetros  $\Pi_i$  son entonces combinaciones de variables independientes que revisten significado matemático y físico, siempre y cuando esta combinación se haya hecho de forma adecuada.

Las dimensiones físicas fundamentales en los problemas de mezclado de fluidos en condiciones isotérmicas son la longitud, el tiempo y la masa. Entonces, la función  $F$  puede escribirse como

$$F(D, T, H, C, N, \rho, \mu, \sigma, g, P) \quad (3)$$

Esta función  $F$  contiene una lista de diez variables que para nada es exhaustiva pero que representa un punto de partida. Las cuatro primeras variables se refieren a las dimensiones del tanque de agitación, ( $D, T, H, C$ ; véase la Fig. 2); la quinta variable es de carácter cinemático ( $N$ ); las siguientes son de carácter dinámico. De estas últimas, las primeras tres son las propiedades del fluido ( $\rho, \mu, \sigma$ ) que son proporcionales a las fuerzas de inercia, viscosas y de tensión interfacial, respectivamente; la cuarta ( $g$ ) es proporcional a la fuerza gravitatoria y la última ( $P$ ) denota el flujo de energía hacia el fluido o potencia. Acorde al teorema, deben existir 7 parámetros adimensionales y su agrupación produce tres relaciones geométricas,  $T/D$ ;  $H/D$ ;  $C/D$ . Cada una de estas relaciones define un factor de escala,  $\lambda_i$ , tal que

$$\lambda_1 = \frac{T}{D}, \quad \lambda_2 = \frac{H}{D} \quad y \quad \lambda_3 = \frac{C}{D} \quad (4)$$

Otras combinaciones dan lugar también al número de Re mostrado en la Ec. 1; al número de We,

$$We = \frac{\rho N^2 D^3}{\sigma} \quad (5)$$

al número de Fr,

$$Fr = \frac{D g}{(ND)^2} \quad (6)$$

y al  $N_p$  o número de potencia,

$$N_p = \frac{P}{\rho N^3 D^5} \quad (7)$$

En definitiva, la función  $F$  de diez parámetros se reduce a la función  $\Phi$ ,

$$\Phi(\lambda_1, \lambda_2, \lambda_3, Re, We, Fr, N_p) \quad (8)$$

de siete parámetros. Usualmente, el investigador busca establecer relaciones entre los diferentes números adimensionales, por ejemplo en términos de una serie donde

$$N_p = \alpha Re^a We^b \dots \quad (9)$$

y luego determina experimentalmente las constantes y exponentes. Este tipo de análisis proporciona relaciones en extremo útiles para comprender y predecir el comportamiento del sistema.

Otro tipo de problema usual es trasladar los datos obtenidos en una escala a otra escala de mayor o menor magnitud. Para ello puede utilizarse el teorema de la similitud, el cual establece que dos sistemas son similares si existe similitud geométrica, cinemática y dinámica entre ellos. La similitud geométrica implica que, de una escala a otra, deben conservarse los factores de escala  $\lambda_i$ . La similitud cinemática establece que dos sistemas son similares cuando las partículas de ambos sistemas se mueven a lo largo de trayectorias geoméricamente semejantes por lapsos de tiempo que se corresponden. Finalmente, para que exista similitud dinámica la relación de fuerzas restauradoras a fuerzas de oposición al flujo, entre dos sistemas sometidos a dichas fuerzas, debe igualarse.

Entonces, para que dos sistemas definidos por las funciones  $\Phi_1$  y  $\Phi_2$  sean similares de todo punto de vista, debe cumplirse que

$$\Phi_1(\lambda_i, Re, We, Fr, N_p)_1 = \Phi_2(\lambda_i, Re, We, Fr, N_p)_2 \quad (10)$$

por lo tanto  $(\lambda_i)_1 = (\lambda_i)_2$ ;  $Re_1 = Re_2$ ;  $We_1 = We_2$ ; etc.; estas igualdades deben ser independientes de la escala.

En la práctica, es difícil lograr que se cumplan simultáneamente todas las igualdades antes señaladas, especialmente si se quieren escalar condiciones de proceso para el mismo fluido. Sin embargo, es suficiente con determinar cuál, o cuáles de los parámetros de la función  $\Phi$  son más importantes para lograr los objetivos del proceso. Por ejemplo, si se quiere lograr el mismo

patrón de flujo, debe asegurarse que  $(\lambda_i)_1 = (\lambda_i)_2$  y  $Re_1 = Re_2$ , por lo menos. Además, frecuentemente lo que se requiere es mantener la igualdad entre magnitudes tales como la velocidad periférica del impulsor, la potencia por unidad de volumen o masa o igual momento de torsión del motor que acciona el impulsor por unidad de volumen o masa. Cada uno de estos criterios permite lograr un objetivo que debe permitir obtener el producto deseado. En este trabajo se propone, entonces, que es suficiente con mantener los factores de escala, el  $Re$  y la potencia específica consumida para asegurar condiciones hidrodinámicas (macroscópicas) similares en el escalamiento del mezclado de emulsiones concentradas.

### 3 Características del flujo en tanques con turbinas Rushton

La turbina Rushton (véase Fig. 2 (a)) es, sin lugar a dudas, el impulsor que más atención ha recibido por parte de los investigadores. Un importante número de estudios sobre mezclado líquido-líquido han sido llevados a cabo con turbinas. Los patrones de flujo y distribución de velocidad y de energía disipada por este tipo de turbina han sido ampliamente caracterizados, experimentalmente y mediante simulaciones. Véase, por ejemplo, Derksen y Van den Akker, 1999; Michelet y col., 1997; Lee y Yianneskis, 1994; Kresta y Woods, 1991; Yianneskis y Whitelaw, 1993; Calabrese y Stoots, 1989; esta lista no es más que un corto ejemplo de la información disponible para la turbina de Rushton.

A nivel industrial este impulsor es utilizado para procesos en los que se requiere turbulencia y tasas de corte relativamente altas y son de bastante utilidad para producir dispersiones gas-líquido (Oldshue, 1983). La turbina produce un patrón de flujo de tipo radial; es decir, el fluido sale del impulsor en la dirección radial. Cerca del 50 % de la energía suministrada por el impulsor se disipa en la región que rodea al agitador y, por lo tanto, es esta la zona de mayor interés desde el punto de vista del mezclado y del rompimiento de las gotas.

La gran cantidad de información disponible hace que la turbina Rushton siga siendo favorecida por los investigadores. Es esta también la razón por la cual utilizamos este impulsor; de esa forma se aprovecha la información disponible para calcular el  $N_p$ , el cual es, en régimen de transición, del orden de 3,5 a 4 (Zeppenfeld y Mersmann, 1988; Bates y col., 1963). Dado el  $N_p$ , es posible entonces estimar el flujo de energía por unidad de masa, o potencia específica  $P_M$ . Cabe señalar que en este trabajo se evaluó el mezclado de emulsiones en el intervalo de  $Re$  de 100 a menos de 1000 (régimen de

transición), por lo que el  $N_p$  es virtualmente constante e igual a 3,5.

## 4 Procedimiento experimental

### 4.1 Materiales y equipos

Los materiales utilizados para llevar a cabo este trabajo fueron:

- Aceite lubricante (base lubricante) de referencia comercial MVP 1300, con una densidad de  $0,94 \text{ g/cm}^3$  y una viscosidad de  $3,5 \text{ Pa.s}$  a  $22^\circ\text{C}$ .
- Queroseno filtrado con una densidad de  $0,81 \text{ g/cm}^3$  y una viscosidad de  $1,4 \text{ mPa.s}$  a  $25^\circ\text{C}$ .
- Surfactante aniónico dodecil sulfato de sodio, suministrado por Riedel de Haen AG.
- Agua de chorro (bajo contenido de calcio).

Las pruebas de mezclado se realizaron con mezclas del aceite lubricante con queroseno en proporciones de 91, 68 y 43 % v/v. La dilución del aceite sirvió para reducir su viscosidad a aproximadamente 1000, 100 y 10 mPa.s, respectivamente.

### 4.2 Equipos

Los equipos e instrumentos utilizados en este trabajo fueron:

- Medición del tamaño de gota: Se utilizó el analizador de partículas Malvern, modelo MASTERSIZER/E, dotado de las lentes focales de 100 y 300 mm.
- Medición del comportamiento reológico: Se utilizó un reómetro de marca CONTRAVES, modelo RM-30, provisto de un graficador XY para registrar la curva de flujo.
- Agitación de las fases: Con este fin se usaron dos tipos de mezcladores, uno para trabajo pesado, el modelo ELB, marca ACHEMINEER y un agitador de marca PSC, modelo 17409. Cada agitador utilizó turbinas Rushton de diferente diámetro, 3; 4,5; 6 y 12 cm.
- Envases de agitación: Se utilizaron envases de diferente volumen fabricados en acero inoxidable (hasta 3 L) o plexiglass (20 L), provistos de cuatro deflectores situados en ángulos rectos. Se fabricaron cuatro envases para adaptarse a los cuatro tamaños de turbina de modo que  $D = 1/3 T$  y, además,  $T = H$  (véase Fig. 2).

Varias de las pruebas experimentales se llevaron a cabo sustrayendo muestras de emulsión en dos posiciones del envase mediante una bomba de vacío, una en la zona cercana al impulsor y otra alejada de este.

### 4.3 Preparación de las emulsiones

El procedimiento seguido para preparar las emulsiones fue el siguiente. Se disolvía el surfactante en agua en una proporción de 0,25 a 2 % p/p, dependiendo del caso. Esto conformaba una solución acuosa

escasamente más viscosa que el agua (1,4 mPa.s) y con un comportamiento Newtoniano (El Ayssami, 2001). Se colocaba la solución acuosa en el tanque de agitación en la proporción requerida y luego se vertía el aceite. Se premezclaban ambas fases agitando suavemente con una espátula o varilla de vidrio con el fin de obtener una dispersión gruesa. Se colocaba entonces el agitador dentro de la dispersión a la altura especificada y se iniciaba la agitación.

Durante el proceso de mezclado se tomaban muestras de emulsión cuyo tamaño de gota se medía lo más pronto posible en el equipo de difracción de luz laser (Malvern). La toma de muestra fue manual en la mayor parte de las pruebas y siempre en una posición fija dentro del tanque. En varios casos se tomaron muestras en dos posiciones dentro del envase mediante una bomba de vacío, con lo cual la toma de muestra era simultánea. Estas posiciones a las que se hace referencia fueron una cerca del agitador y otra lejos del agitador o, si se colocan los ejes en el fondo del tanque, en las coordenadas  $(z, r) = (H/3, T/4)$  y  $(z, r) = (2H/3, T/4)$ .

## 5 Resultados

### 5.1 Comportamiento reológico de las emulsiones

El comportamiento reológico de los fluidos es un factor que no puede ignorarse cuando se considera su agitación y mezclado. Dada la importancia de este aspecto, se efectuó una evaluación del comportamiento de flujo de las emulsiones que serían objeto de estudio en este trabajo. A priori, era difícil prever el tamaño de gota que las emulsiones tendrían después del proceso de mezclado, por lo que se consideró conveniente estudiar muestras para un intervalo amplio de tamaño de gota y de contenido de fase interna. A tal fin, se evaluaron emulsiones con  $\phi$  entre 50 y 75 % y tamaños de gota entre 2 y 40  $\mu\text{m}$  (media volumétrica o  $d_{43}$ ).

Como todas estas emulsiones tenían una formulación similar y la solución acuosa o fase externa es esencialmente Newtoniana, los efectos observados se pueden atribuir exclusivamente al tamaño de gota. Cabe señalar que estas emulsiones resultaron muy estables desde el punto de vista reológico. Esto quiere decir que su comportamiento viscoso cambió muy poco con el envejecimiento de las muestras, indicando escasa floculación de las gotas. También se verificó que la coalescencia era reducida al hacer seguimiento del tamaño de gota durante varios días después de su preparación.

La estabilidad observada, tanto a la coalescencia como a la floculación, es debida a que el surfactante utilizado es aniónico (dodecil sulfato de sodio) lo cual

origina una efectiva repulsión electrostática entre las interfases de las gotas.

En la Fig. 3 se ha representado la viscosidad relativa (cociente de la viscosidad aparente a altas tasas de corte y viscosidad de la fase externa) en función del contenido de fase interna y tres tamaños de gota. Dicha figura muestra también curvas (líneas punteadas) correspondientes a ajustes del tipo

$$\eta_r = 1 + 2,5 \phi + a \phi^2 + b \exp(c \phi) \quad (11)$$

donde  $a$ ,  $b$  y  $c$  son parámetros constantes que se obtienen por el método de mínimos cuadrados. La Ec. 11 se ha inspirado en la expresión semiempírica de Thomas, con constantes  $a$ ,  $b$  y  $c$  iguales a 10,05; 0,00273 y 16,6, respectivamente (Thomas, 1965). Esta correlación arroja excelentes resultados para la viscosidad relativa de suspensiones coloidales (en ausencia de interacciones interpartículas) por debajo de 60 % de contenido de fase interna. La viscosidad relativa es el cociente entre la viscosidad de la dispersión o emulsión y la viscosidad de la fase externa o  $\mu_0$ . El comportamiento predicho por Thomas también se muestra en la Fig. 3 (línea continua). Cabe señalar que la viscosidad utilizada para calcular la viscosidad relativa de la Fig. 3 es la denominada  $\eta_\infty$ ; es decir, la viscosidad de la emulsión correspondiente al límite cuando la tasa de corte tiende a cero. Las emulsiones estudiadas exhibieron un comportamiento reofluidizante con un  $\eta_\infty$  bien definido.

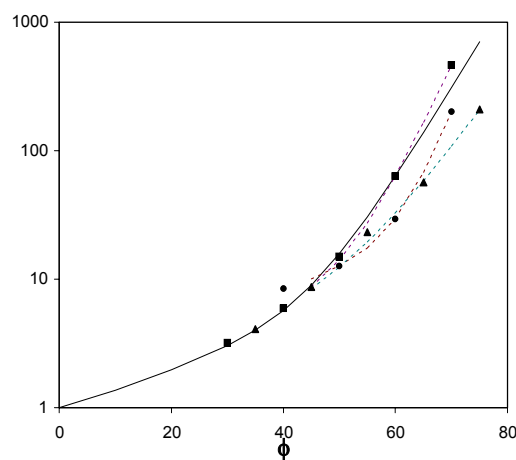


Fig. 3. Viscosidad relativa  $\eta_r$  ( $\eta_\infty/\mu_0$ ) en función del contenido de fase interna  $\phi$  para emulsiones de aceite lubricante en agua. Cuadrados: 2  $\mu\text{m}$ ; círculos: 20  $\mu\text{m}$ ; triángulos: 40  $\mu\text{m}$ ; línea continua: Ec. 11; líneas punteadas: ajustes acorde a Ec. 10.

La Ec. 11 con los parámetros de Thomas se utilizó para estimar la viscosidad de la emulsión en función de

$\phi$ . Con este estimado de viscosidad se podía obtener la velocidad de agitación y/o el diámetro del agitador que aseguraran el Re deseado durante el mezclado. Una vez obtenida la emulsión, se medía su tamaño de gota. Luego se obtenía un mejor valor de viscosidad, mediante la expresión 11, utilizando los parámetros  $a$ ,  $b$  y  $c$  que correspondían (o estaban más cercanos) al tamaño de gota obtenido. Con la viscosidad corregida se volvía a calcular un valor de Re más preciso que es el que se presenta en este trabajo.

### 5.2 Tamaño de gota en función de la posición en el tanque

Existen numerosos trabajos que informan acerca de diferencias en el tamaño de gota y la distribución de tamaño de gota para diferentes zonas en el tanque de agitación. Debido a la presencia del surfactante que tiende a suprimir la coalescencia, se pensó que este fenómeno era poco probable para los sistemas bajo escrutinio. Sin embargo, la ocurrencia de inhomogeneidades del tamaño de gota en el seno del tanque podía alterar por completo la interpretación de los resultados, por lo que se consideró prudente evaluar este efecto.

A pesar de la obvia complejidad del flujo en un tanque agitado, se han distinguido dos regiones bien definidas dentro del tanque (Nambiar y col., 1994; Kumar y col., 1992; Kresta y Wood, 1991; Nishikawa y col., 1991). Dependiendo de las condiciones de mezclado, se ha encontrado que, en la zona adyacente al impulsor en la cual la disipación de energía es más intensa, ocurre mayormente el rompimiento de las gotas de modo que su tamaño tiende a ser menor en las cercanías del impulsor y la distribución es también más estrecha (Nagata, 1975). Alejado de la zona del impulsor, en las regiones donde el fluido recircula, puede ocurrir la coalescencia de las gotas.

En función de lo antes discutido, se evaluó el tamaño de gota en dos puntos diferentes del tanque, cerca del agitador en la zona de rompimiento (z: H/3; r: T/4) y lejos del agitador (z: 2H/3; r: T/4) en la zona de coalescencia. Además de verificar que el surfactante eliminaba la coalescencia, también se quiso dilucidar si el proceso de escalado utilizado, el cual involucró un aumento del tamaño del envase de mezclado con el fin de compensar por el incremento de  $\phi$ , pudiera tener algún efecto no previsto. De hecho, Oldshue (1992) señala que en el proceso de escalado, aún manteniendo factores de escala iguales, algunas variables dinámicas, tales como el tiempo de mezclado y el espectro de tasas de corte a escala microscópica, no se conservan y pueden afectar tanto el rompimiento como la coalescencia.

Se realizaron entonces varias experiencias con emulsiones concentradas (50 a 80 %), para las cuales se tomaban muestras en forma simultánea en los dos puntos antes señalados, a medida que avanzaba la agitación. Se varió también la viscosidad del aceite y el Re, siempre en régimen de transición.

En la Fig. 4 se pueden observar los resultados de diámetro de Sauter o  $d_{32}$  en función del tiempo de mezclado para emulsiones con un  $\phi$  de 60 %, preparadas con aceite de 100 mPa.s, una concentración de surfactante de 2 % y dos Re (200 y 900). No se observa ninguna diferencia significativa con respecto a la posición en el tanque.

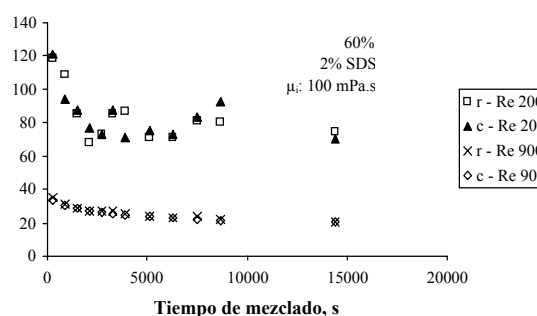


Fig. 4. Diámetro de Sauter en función del tiempo de mezclado para emulsiones al 60 % de aceite de 100 mPa.s, 2 % de surfactante y Re de 200 y 900 (r: zona de rompimiento; c: zona de coalescencia).

El efecto de la viscosidad de la fase aceite fue también evaluado, para lo cual se prepararon emulsiones con 70 % de  $\phi$  y 0,25 % de surfactante. En la Fig. 5 se muestra el  $d_{32}$  en función del tiempo de mezclado para viscosidades de 1, 10 y 100 mPa.s (el primero es queroseno puro). Puede observarse, de nuevo, que no existe diferencia en el tamaño de gota en los dos puntos de muestreo, para ninguna de las viscosidades evaluadas.

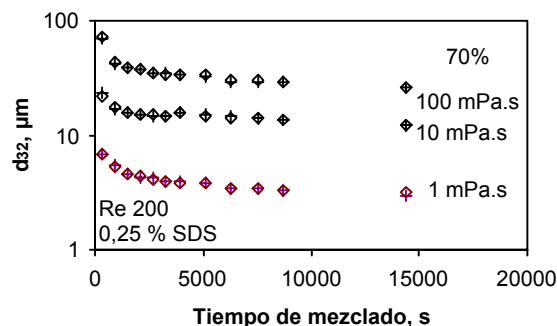


Fig. 5. Diámetro de Sauter en función del tiempo de mezclado para emulsiones al 70 % de aceite, 0,25 % de surfactante y viscosidad variable: 1 mPa.s (queroseno); 10 mPa.s y 100 mPa.s. Re: 200 (cruces: zona de rompimiento; triángulos: zona de coalescencia).

### 5.3 Validación del método de escalamiento del mezclado

Tal como se señala en la introducción, el objetivo de este trabajo es desarrollar un método experimental que permita estudiar la dinámica del mezclado de emulsiones concentradas en condiciones hidrodinámicas controladas. Ahora bien, para verificar la validez del procedimiento, los datos experimentales deben presentar tendencias similares, indicando que el comportamiento de los sistemas se ajustan a ecuaciones similares a la mostrada en la Ec. 9, donde los exponentes son semejantes para todos los datos.

En la Fig. 6 se ha representado el tamaño de gota en función de la energía específica de mezclado  $\hat{E}$  (producto de  $P_M$  por el tiempo de mezclado) en escala log-log; al representar los datos en esta escala, los exponentes se transforman entonces en pendientes. Se evaluaron tres emulsiones con concentraciones de 65, 70 y 76 % (aceite de 100 mPa.s), en condiciones dinámicas similares. Las curvas presentan aproximadamente la misma pendiente, la cual resultó del orden de -0,2, como promedio para todo el conjunto de datos experimentales.

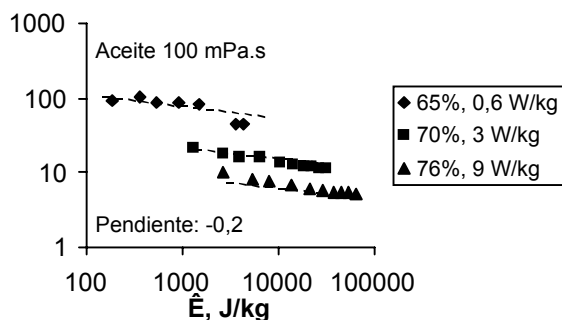
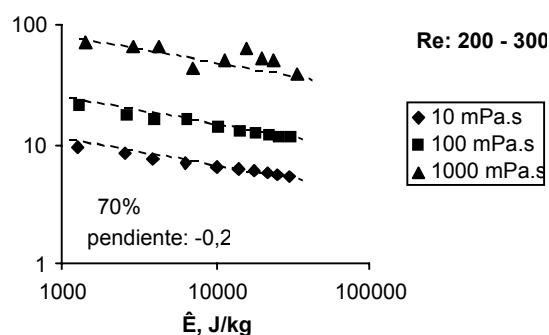


Fig. 6. Diámetro de Sauter en función del tiempo de mezclado para emulsiones concentradas estabilizadas con 2 % de surfactante y aceite de 100 mPa.s. Re: 100.  $P_M$ : 0,6 a 9 W/kg.

Un resultado similar puede observarse en la Fig. 7, la cual muestra el diámetro de Sauter en función de  $\hat{E}$  para una emulsión al 70 % de aceite y viscosidad de la fase aceite variable. Puede observarse que la pendiente de las curvas es similar y es del orden de -0,2.

Este valor de pendiente (-0,2) se corresponde con el promedio obtenido para todos los datos experimentales. Que se produzca la misma pendiente para la dinámica de rompimiento de gotas significa que los mecanismos subyacentes responsables del fenómeno a nivel microscópico son similares para todos los casos. Este resultado confirma que los sistemas evaluados son similares desde el punto de vista del macromezclado (Re semejantes) y del micromezclado (mecanismos de rompimiento de gotas similar).

En la Fig. 8 se presentan más evidencias de que los sistemas comparados son similares; en esta figura se muestra el tamaño de gota en función de la viscosidad de la fase aceite. De nuevo, la pendiente promedio para todos los datos experimentales es de 0,38, valor muy cercano al exponente 3/8 propuesto por Calabrese y col.



(1986a; 1986b). Basándose en un balance de energía, Fig. 7. Diámetro de Sauter en función del tiempo de mezclado para emulsiones al 70 % de aceite estabilizadas con 2 % de surfactante y viscosidad del aceite de 10, 100 y 1000 mPa.s. Re: 200-300.

dichos autores encontraron que, para la deformación de gotas en régimen turbulento, cuando  $\mu_i/\mu_o$  tiende a  $\infty$ ,

$$\frac{d_{32}}{D} \propto \left( \frac{\mu_i}{\mu_o} \right)^{3/8} \quad (12)$$

donde  $\mu_o$  es la viscosidad de la fase externa. Este resultado fue confirmado por Kumar y col. (1992) y es muy similar al valor obtenido por Walstra (1993).

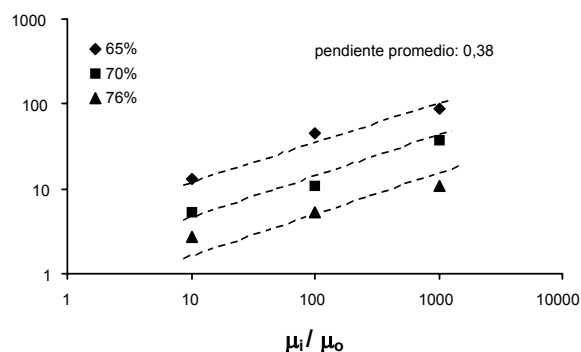


Fig. 8. Diámetro de Sauter en función de la viscosidad de la fase aceite para emulsiones concentradas estabilizadas con 2 % de surfactante. Re: 200-600.

## 6 Conclusiones

Se ha desarrollado y validado una metodología experimental que permite el estudio del mezclado de

emulsiones o/w concentradas, en condiciones hidrodinámicas controladas donde prevalece el régimen de transición laminar-turbulenta. Al ejercer control sobre estos parámetros y al asegurarse que los mecanismos de mezclado a nivel microscópico son similares, puede entonces evaluarse el efecto de otro tipo de variables tales como la formulación fisicoquímica.

Esto quiere decir que al evaluar, por ejemplo, el efecto del tipo de surfactante o naturaleza de la fase aceite, el tamaño de gota resultante es entonces una consecuencia de dichas variables y no de las condiciones hidrodinámicas de mezclado. Esto facilita grandemente la interpretación de los resultados. Adicionalmente, este método sirve de base para el escalamiento de estos resultados a nivel industrial.

### Agradecimientos

Los autores desean agradecer al CDCHT-ULA, proyecto I-695-00-02-B, y al FONACIT, proyecto S1-2001001166, por el apoyo financiero prestado a este trabajo. También queremos agradecer a Elter Reyes quien llevó a cabo algunos de los ensayos experimentales.

### Referencias

1. Barnes, H.A., 1994, Rheology of emulsions-a review. *Colloid Surfaces A: Phys. Eng. Aspects*, 91, 89-95.
2. Bates, R.L.; Fondy, P.L.; Corpstein, R.R., 1963. *I&EC Proc. Des. Dev.*, 2(4), 310.
3. Calabrese, R.V.; Stoots, C.M., 1989, Flow in the impeller region of a stirred tank.
4. *Chem. Eng. Prog.*, mayo, 43-50.
5. Calabrese, R.V.; Chang, T.P.K.; Dang, P.T., 1986<sup>a</sup>, Drop breakup in turbulent stirred-tank contactors. Part I: Effect of dispersed phase viscosity. *AIChE Journal*, 32(4), 657-666.
6. Calabrese, R.V.; Wang, C.Y.; Bryner, N.P., 1986<sup>b</sup>, Drop breakup in turbulent stirred-tank contactors. Part III: Correlation for mean size and drop size distributions. *AIChE Journal*, 32(4), 677-681.
7. Derksen, J.; Vanden Akker, H.E.A., 1999, Large eddy simulations on the flow driven by a Rushton turbine. *AIChE Journal*, 45(2), 209-221.
8. Dickey, D., 1992, Dimensional analysis, similarity and scale-up. *AIChE Symposium Series, Process Mixing – Chemical and Biochemical Applications: Part II*, 89(293), 143-150.
9. El Eyssami, B. Reología de emulsiones. Informe Técnico FIRP 0204, Universidad de Los Andes, Mérida.
10. Kresta, S.; Wood, P., 1991, Prediction of the three-dimensional turbulent flow in stirred tanks. *AIChE Journal*, 37(3), 448-460.
11. Kumar, S.; Kumar, R.; Gandhi, K.S., 1992, A multi-stage model for drop breakage in stirred vessels. *Chem. Eng. Science*, 47(5), 971-980.
12. Lee, K.C.; Yianeskis, M., 1994, The extent of periodicity of the flow in vessels stirred by Rushton impellers. *AIChE Symposium Series, Industrial Mixing Technologies*, 90(299), 5-18.
13. Metzner, A.; Otto, R., 1957, Agitation of non-Newtonian fluids. *AIChE Journal*, 3(1), 3-10.
14. Michelet, S.; Mahouast, M.; Kemoun, A.; Mallet, J., 1997, Turbulence in the discharge of a Rushton turbine and Taylor's hypothesis. *Récents Progress en Génie des Procédés*, 11(5), 89-96.
15. Nambiar, D.K.R.; Kumar, R.; Das, T.R.; Gandhi, K.S., 1994, A two-model of breakage frequency of drops in stirred dispersions. *Chem. Eng. Science*, 49(13), 2194-2198.
16. Nishikawa, M.; Mori, F.; Kayawa, T.; Nishioka, S., 1991, Drop size distribution in a liquid-liquid phase mixing vessel". *Journal of Chem. Eng. of Japan*, 24(1), 88-93.
17. Oldshue, J.Y., 1992, Geometric relationships for scale-up of diverse mixing processes. *AIChE - Symposium Series, Process Mixing – Chemical and Biochemical Applications: Part II*, 89(293), 158-163.
18. Oldshue, J., 1983, Fluid mixing technology and practice. *Chem. Eng.*, 13, 82-108.
19. Tatterson, G., 1992, Scaling based upon process similarity and scale matching concepts. *AIChE Symposium Series, Process Mixing – Chemical and Biochemical Applications: Part II*, 89(293), 164-168.
20. Tatterson, G.; Brodkey, R.S.; Calabrese, R., 1991, Move mixing technology into the 21<sup>st</sup> century. *Chem. Eng. Progress*, 45.

21. Thomas, D.G., 1965, Transport properties of suspensions: VII. A note on the viscosity of Newtonian suspensions of uniform spherical particles. *J. Colloid Science*, 20, 267-277.
22. Walstra, P., 1993, Principles of emulsion formation. *Chem. Eng. Science*, 48(2), 333-349.
23. Yianneskis, M., Popielek, Z.; Whitelaw, J.H., 1987, Steady and unsteady flow characteristics of stirred reactors. *Journal of Fluid Mechanics*, 175, 537-555.
24. Zeppenfeld, R.; Mersmann, A.B. 1988, A new fluid dynamic model for mixing of Newtonian and power-law liquids in the transition regime. *Chem. Eng. Prog.*, 11, 162-170.