

Una herramienta útil para la determinación de la consistencia de sustancias semi-sólidas

Por: Wayne S. Goldenberg, Ph.D. y Raj Shah, Ph.D., Koehler Instrument Company, New York

Consistencia, es decir espesor o firmeza, es la característica más importante entre las muchas propiedades físicas de una sustancia semi-sólida. El ensayo más usual para medir la consistencia es el ensayo de la penetración de un cono según la norma ASTM D217. Varios estándares internacionales describen el procedimiento para realizar estos tests en varias sustancias tales como productos petrolíferos, alimentos, cosméticos y otros materiales semi-sólidos. El instrumento utilizado para la determinación de la consistencia y propiedad de penetración se denomina penetrómetro.

Operación del instrumento

El principio operativo de un penetrómetro es simple y directo. La medición de la penetración es la profundidad en décimas de milímetro que sumerge un penetrador estándar, tal como un cono o una aguja, en una sustancia semisólida bajo condiciones definidas como dimensión de la muestra, peso del penetrador, geometría y tiempo. Cuanto menos rígido la muestra, mayor es la profundidad que sumerge el penetrador y, por lo tanto, mayor es el número de penetración. El penetrómetro digital controlado por un microprocesador, p.ej. el de Koehler Instrument Company enseñado en Fig. 1, es un instrumento automático y permite realizar estos ensayos con mayor facilidad aún. El operador selecciona el tiempo de penetración, siendo el tiempo estándar de 5 segundos. La aguja o cono de penetración se posiciona sobre la superficie de la muestra y, empleando valores seleccionados por el operador, se arranca el ensayo pulsando un botón. La muestra también se puede mantener a una temperatura estabilizada empleando el baño del penetrómetro, disponible también de Koehler. El baño permite realizar los ensayos a una temperatura predefinida dentro de una amplia gama de temperaturas. También se puede programar un periodo de estabilización térmica, retrasando de esta forma la soltura del penetrador, p. ej. una aguja. Una vez liberada la aguja, ésta cae sobre la muestra bajo la influencia de la gravedad.

El penetrómetro encuentra sus aplicaciones en una gran variedad de indus-

trias para medir la consistencia de una amplia gama de productos diferentes. Cada uno de los ensayos estándar internacionales ha sido desarrollado con penetradores especificados, teniendo cada penetrador un perfil y peso diferente basado en el producto a ser analizado. En la Tab. 1 se enumeran diferentes penetradores, ensayos estándar y los productos ensayados utilizando un penetrómetro. P. ej. un asfalto duro o una pasta cosmética puede requerir una aguja puntiaguda con un peso adicional para penetrar

adecuadamente la muestra y consecuentemente dar resultados interpretables. Es importante recordar que la medida de la penetración es la distancia atravesada por el penetrador dentro de la muestra bajo la influencia de la gravedad por un periodo de tiempo fijo. Si los resultados son extremadamente altos o bajos, se tendrá que modificar el peso del penetrador (1 – 250 g). Los resultados típicos son de 50 a 600 unidades de penetración, correspondiendo a distancias de 5 mm a 60 mm.

El penetrómetro también es una herramienta muy útil para el control de calidad. Por ejemplo, para un lote de masa de bizcochos que ya ha pasado un control de calidad, se selecciona un penetrador de la Tab. 1, y se documentan los resultados del ensayo. Se controla la consistencia de cada lote subsiguiente utilizando las mismas condiciones. El ensayo se puede realizar en un laboratorio o también directamente en la línea de producción y ofrece un control de calidad muy rápido. La unidad se puede programar

Industria Petrolífera:		
Material	Normas internacionales	Descripción del penetrador
Grasas	ASTM D217, ASTM D1403; IP 50, IP 310; ISO 2137; DIN 51804; FTM 791-311, FTM 791-313	Cono sólido; Cono hueco estándar; Cuarto cono; Medio cono
Grasas lubricantes semi-líquidas	IP 167; ISO 2137	Disco perforado
Vaselinas; Parafinas (más de 150 unidades de penetración)	ASTM D217, ASTM D937; IP 50, IP 179; ISO 2137; DIN 51580	Cono hueco estándar
Petrolato	ASTM D937; IP 179; ISO 2137; DIN 51580	Cono sólido
Ceras minerales; Parafinas	ASTM D1321; IP 376; DIN 51579	Aguja ahusada
Bitúmenes; Asfalto	ASTM D5; IP 49; DIN 52010	Aguja estándar, 2.5 g

Industria de alimentos:		
Material	Normas internacionales	Descripción del penetrador
Chocolate; Bonbones; Levadura	ASTM D5; IP 49; DIN 52010	Aguja estándar, 2.5 g
Pan	American Institute of Banking, Chicago	Pisón de ensayo
Masilla y fruta; Pastas viscosas; Queso		Alfiler
Chocolate; Levadura; Salchichas; Productos cárnicos	ASTM D1321; DIN 51579	Aguja ahusada
Grasas alimenticias; Budín; Jalea; Yogur; Mayonesa	ASTM D217; IP 50, IP 179; ISO 2137; DIN 51580	Cono hueco estándar
Grasas (pequeñas cantidades)	ASTM D1403; IP 310; DIN 51804 Part 2	Cuarto cono
Confitura; Mermelada; Ketchup; Mostaza; Frutas elaboradas	ASTM D217; IP 167; ISO 2137	Disco perforado; Cono sólido
Mayonesa; Mostaza; Grasas y aceites semi-líquidos		Disco perforado cónico
Grasas semi-líquidas; Miel		Vara de penetración hueca
Yogur; Crema		Cono hueco de plexiglás
Budín; Gelatina; Confitura; Mostaza		Disco perforado con agujeros cilíndricos
Grasas alimenticias; Mantequilla; Margarina; Bonbones; Caramelo	AOCS Cc 16-60; AACC 58-14	Cono de aluminio

Varios productos:		
Material	Normas internacionales	Descripción del penetrador
Jabón		Cuchillo de ensayo
Silicona; Goma; Pegamento		Vara de penetración
Pastas; Emulsiones; Pinturas; Masilla de relleno	ASTM D217; IP 50, IP 179; ISO 2137; DIN 51580	Cono hueco estándar
Pinturas; Barnices; Tintas de impresión	ASTM D217; IP 167; ISO 2137	Cono sólido ; Disco perforado
Soluciones de goma		Disco perforado cónico
Pastas blandas; Pasta dentífrica; Tintas de impresión		Cilindro de ensayo con punta
Emulsiones pastosas; Pinturas; Barnices; Material de alfarería; Pastas cerámicas		Vara de penetración hueca; Vara de penetración de plexiglás
Pinturas; Barnices		Cono hueco de plexiglás
Sustancias viscosas; Pinturas; Barnices		Disco perforado con agujeros cilíndricos
Emulsiones sólidas	AOCS Cc 16-60; AACC 58-14	Cono de aluminio, 45 g
Pastas	USDA	Cono de aluminio, 35 g
Propulsores heterogéneos	ASTM D2884	Cono de magnesio, 15 g

Tabla 1: Penetradores, normas y productos analizados utilizando un penetrómetro

Viene en la página 19

Después de la titulación los electrodos se enjuagaron siguiendo los pasos anteriormente descritos.

* Si se tienen componentes de diferente alcalinidad podrían darse diferentes valores de punto final. El valor de EP1 equivale al de la base más fuerte. El índice de alcalinidad total se calcula siempre con el último EP. Si se emplea "todo" como criterio de EP, entonces EP1 podría ser usado para calcular las bases fuertes. Recomendamos de todas maneras imprimir la curva de calibración, ya que ésta proporciona información acerca del proceso de titulación, si hubo errores, o cuáles EPs deberán usarse para el cálculo.

Cálculo y resultados

Índice de alcalinidad en mg KOH/g de muestra
 $= (EP1 - C31) \times C01 \times C02 \times C03 / C00$ donde:

EP1 = consumo de solución valorada hasta el último punto final

C00 = peso de la muestra en g

C01 = 0,1 (concentración nominal de solución valorada in mol/l)

C02 = título (factor) de la solución valorada

C03 = 56,106 (masa molar de KOH in g/mol)

C31 = Valor del blanco del disolvente (in ml HClO₄)

Según la norma ISO 3771, la **reproducibilidad** (desviación estándar absoluta) alcanzada debe ser mejor o igual que "el índice de alcalinidad multiplicado por 0,03". Por lo tanto:

- Índice de alcalinidad 12,5 x 0,03 ==> reproducibilidad ±0,38 mg KOH/g
 - Índice de alcalinidad 25,0 x 0,03 ==> reproducibilidad ±0,75 mg KOH/g
 - Índice de alcalinidad 72,0 x 0,03 ==> reproducibilidad ±2,16 mg KOH/g
 En nuestros ensayos, los **valores de reproducibilidad** alcanzados fueron **mucho más bajos** que los requeridos.

Literatura

Metrohm, Monografía N° 50241 - Non-aqueous titration of acids and bases with potentiometric endpoint indication

Metrohm, Boletín de aplicación N° 80/3 - Determination of the acid and base numbers in petrochemical products

Bruttel P.A. - Good Titrations. Potentiometrically indicated non-aqueous acid/base titrations - Hydrocarbon Engineering 5/1, (2000) 62-64

Giddings G.N., Barrett S.I. - Base Numbers by Aceto-Perchloric Acid Method - J. Inst. Petroleum 57/553, (1971) 47-58

ASTM D 2896-88 - Standard Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration

ASTM D 4739-87 - Standard Test Method for Base Number Determination by Potentiometric Titration

ISO 3771:1994 - Petroleum products - Determination of base number - Perchloric acid potentiometric titration method

Anote el 203

Una herramienta útil... Viene en la página 12

de tal manera, que se fijan límites superiores e inferiores. Si los valores de un lote salen de esta franja de valores preestablecidos, se informa al operador mediante una alarma acústica.

Razón para medir la consistencia

Penetrómetros han sido empleados en la industria de lubricantes ya por un gran número de años. Grasa es un buen ejemplo para demostrar la necesidad y la razón de medir la consistencia. Existen lubricantes con consistencias en la gama desde casi líquidos pasando por semifluidos hasta aquellos del tipo bloque. La consistencia del lubricante necesita ser apropiada a la aplicación. Una grasa extremadamente dura no puede ser suministrada a aquellas áreas que deberán ser lubricadas. Por el otro lado,

Industria cosmética: Material	Normas internacionales	Descripción del penetrador
Lapiz labial; Polvo compacto	DIN 52010	Aguja estándar, 2.5 g
Crema facial y dermal	I ASTM D217, ASTM D937; IP 50, IP 179; ISO 2137; DIN 51580	Cono hueco estándar
Crema cosmética sólida o semi-sólida		Microcono de aluminio

si la grasa es excesivamente fluida, puede escurrirse del área a ser lubricada. La bombeabilidad de una grasa también es una función de la consistencia, siendo grasas más fluidas bombeadas con mayor facilidad. De ahí que es importante la determinación de la consistencia de un producto para poder seleccionarlo apropiadamente para una aplicación determinada. El ejemplo de la grasa ha

demostrado la utilidad de este ensayo, y estas experiencias pueden trascenderse a otras industrias, p. ej. a la industria alimenticia y el procesamiento de la masa del biscocho. Determinar la consistencia con un penetrómetro es práctico y fácil, y puede realizarse no solamente en el laboratorio sino también en el campo o en la línea de producción, alimentando el analizador con baterías.

Conclusión

Se ha descrito la versatilidad del penetrómetro y la amplia gama de productos para los cuales se pueden utilizar la medición de la consistencia. El instrumento automatizado es importante para medir la consistencia, o grosor, de productos tales como grasas lubricantes, masas, chocolates, pastas cosméticas, pulpa de fruta, silicona, pinturas y mucho producto más.

Anote el 202

Impressum

Título: Noticias técnicas del laboratorio
 Periodicidad: Trimestral

Depósito legal: B-18740-2001
 ISSN 1618-6915

Circulación: 26.000 en América Latina y la Península Ibérica

Directora: Ellen Ensinger
 Editor: Dr. Werner Boschmann

Colaboradores:

Dr. Werner Boschmann: Periodista Resp.
 Sascha Herrwerth, Dipl. Chem.: Consultor Científico
 Julia Göbel: Organización
 Graciela Ramírez: Redacción
 Alexandra László: Traducción y Redacción
 Gunter Fuhrmann: Traducción
 Fotomecánica: Brenken + Neu, Neuhofen
 Impresión: Rohr Druck

Noticias técnicas del laboratorio publica informaciones técnicas de productos para el laboratorio. Se distribuye gratuitamente en toda Latinoamérica. Queda prohibida la reproducción total o parcial de cualquier trabajo sin previa autorización escrita, ni aún citando su procedencia. Todos los derechos de marcas, nombres, patentes y de la comercialización de productos quedan reservados, tanto en su país de origen como también en cualquier otro, y no son afectados por su publicación en este medio. Las informaciones presentadas se han preparado con el mayor cuidado en base a material oficial de los productores o sus distribuidores. Aún así High Tech Promotion no se responsabiliza por la información presentada. La opinión presentada en artículos firmados no necesariamente es compartida por la editora.

Nuevo lector:

Si desea recibir Noticias técnicas del laboratorio gratuitamente, envíe su nombre, empresa y dirección postal completa (incluyendo el Código Postal, Teléfono, Fax, Correo Electrónico) a:

High Tech Promotion

Postfach 12 05 06

D - 68056 Mannheim

Alemania

www.noticias-tecnicas.com (Formulario)

Correo electrónico: info@noticias-tecnicas.com

Tel: +49 621 105339

FAX: +49 621 105319