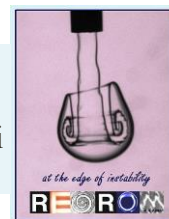




Universitatea POLITEHNICA București
Facultatea de Energetică
Catedra de Hidraulică, Mașini hidraulice și Ingineria mediului
Laboratorul REOROM

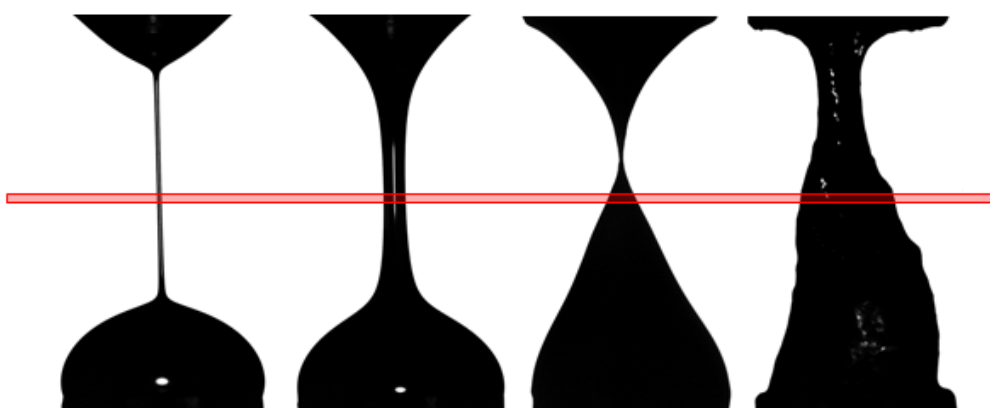


CARACTERIZAREA ȘI MODELAREA REOLOGICĂ A FLUIDELOR FOLOSITE ÎN INGINERIA BIOMEDICALĂ

Rheological characterization and modelling of fluids used in biomedical engineering

Autor: Drd. ing. Mihaela ȚURCANU

- rezumatul tezei de doctorat -



Coordonator științific: Prof. dr. ing. Corneliu BĂLAN

Proiect cofinanțat din Fondul Social European prin Programul Operațional Sectorial Dezvoltarea Resurselor Umane 2007-2013

Proiect InnoRESEARCH – POSDRU159/1.5/S/132395

București, 2017

Proiect InnoRESEARCH - POSDRU/159/1.5/S/132395

Burse doctorale și postdoctorale în sprijinul inovării și competitivității în cercetare



UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN BUCUREȘTI

Facultatea de Energetică

Departamentul de Hidraulică, Mașini Hidraulice și Ingineria Mediului

Nr. Decizie Senat 122 din 14.11.2016

TEZĂ DE DOCTORAT

Caracterizarea și modelarea reologică a fluidelor folosite în ingineria biomedicală

Rheological characterization and modelling of fluids used in biomedical engineering

Autor: Ing. Mihaela Țurcanu

Conducător de doctorat: Prof. Dr. Ing. Corneliu Bălan

COMISIA DE DOCTORAT

Președinte	Prof. dr. ing. Adrian BADEA	de la	Universitatea Politehnica București
Conducător de doctorat	Prof. dr. ing. Corneliu BĂLAN	de la	Universitatea Politehnica București
Referent	Prof. dr. ing. Crispulo GALLEGOS	de la	Universitatea Huelva, Spania/ Fresenius Kabi GmbH, Germania
Referent	C.S. I dr. Maria BERCEA	de la	Institutul de Chimie Macromoleculară Petru Poni, Iași
Referent	Conf. dr. ing. Diana BROBOANĂ	de la	Universitatea Politehnica București
Referent (supleant)	C.S. I dr. fiz. Mihaela GHEORGHIU	de la	Centrul Internațional de Biodinamică, București

București
2017

CUPRINSUL TEZEI

Listă de publicații.....	1
Listă de figuri.....	1
Listă de tabele.....	1
Listă de notații.....	1
Listă de abrevieri.....	1
Capitolul 1. INTRODUCERE	1
1.1. Scop și motivație	1
1.2. Structura tezei	3
Capitolul 2. CONCEPTE REOLOGICE	4
2.1. Noțiuni introductive de reologie. Scurt istoric	4
2.1.1. Viscoelasticitate. Modele mecanice analogice.....	6
2.1.2. Funcția de vâscozitate	8
2.2. Reometrie.....	10
2.2.1. Mișcări viscozimetrice	11
2.2.1.1. <i>Teste în forfecare simplă</i>	8
2.2.1.2. <i>Teste de oscilație în domeniul liniar</i>	13
2.2.2. Mișcări extensionale.....	16
2.2.2.1. <i>Teste extensionale pentru fluide slab vâscoase</i>	17
2.2.3. Necesitatea corelării mișcărilor viscozimetrice cu mișcările extensionale	18
2.2.4. Numere adimensionale de interes în studiile reologice.....	19
2.3. Mișcarea uniaxială a unui filament cilindric cu vâscozitate redusă	22
2.3.1. Dispozitivul extensional CaBER.....	25
2.3.1.1. <i>Dinamica filamentelor newtoniene în CaBER</i>	29
2.3.1.2. <i>Dinamica filamentelor elastice în CaBER</i>	32
2.3.2. Progresul actual al studiilor extensionale folosind dispozitive CaBER.....	35
Capitolul 3. STUDIUL REOLOGIC AL PRODUSELOR PENTRU DISFAGIE	39
3.1. Contextul biomedical.....	39
3.1.1. Disfagia ca diagnostic primar.....	39
3.1.2. Rolul salivei în procesul de înghițire.....	41
3.1.3. Problematika disfagiei la nivel internațional	43
3.2. Caracterizarea reologică actuală a produselor pentru disfagie	46

Capitolul 4. PROCEDURA EXPERIMENTALĂ	47
4.1. Materiale	47
4.1.1. Fluide biocompatibile. Soluții alimentare pe bază de xantan.....	47
4.1.2. Fluide nutriționale folosite în tratamentul disfagiei	47
4.1.3. Fluide biocorporale artificiale. Soluția salivară de alfa-amilază.....	48
4.1.4. Fluide biocorporale naturale. Saliva umană	48
4.2. Metode	48
4.2.1. Măsurarea densității și tensiunii superficiale	48
4.2.2. Investigatii reologice extensionale în dispozitivul CaBER.....	49
4.2.2.1. <i>Montajul experimental</i>	49
4.2.2.2. <i>Înregistrarea video a evoluției filamentelor</i>	52
4.2.2.3. <i>Determinarea filamentelor D_0 și D_1 necesare în analiza rezultatelor</i>	53
4.2.2.4. <i>Determinarea timpului de relaxare caracteristic și a viscozității extensionale aparente</i>	55
4.2.2.5. <i>Determinarea timpului de rupere</i>	56
4.2.2.6. <i>Determinarea experimentală a sensibilității senzorului de forță Kistler într-un experiment CaBER</i>	56
4.2.3. Investigatii reologice experimentale în forfecare și oscilație.....	60
4.2.4. Investigatii reologice experimentale într-un sistem de amestecare ad-hoc.....	63
4.2.5. Prepararea soluțiilor de gume pe bază de xantan	65
4.2.6. Colectarea salivei umane.....	66
4.2.7. Pregătirea eșantioanelor de fluide nutriționale.....	66
4.3. Interpretarea rezultatelor experimentale	68
4.3.1. Dinamica filamentelor cilindrice complexe	68
4.3.2. Dinamica filamentelor complexe non-cilindrice.....	72
Capitolul 5. REZULTATE EXPERIMENTALE ȘI DISCUȚII	77
5.1. Reologia soluțiilor polimerice pe bază de xantan.....	77
5.1.1. Reologia soluțiilor de xantan.....	77
5.1.2. Soluții binare pe bază de xantan.....	89
5.1.3. Soluții pe bază de gume și amidon.....	92
5.2. Proprietățile elongaționale ale produselor pentru disfagie	94
5.2.1. Fluide nutriționale gata preparate.....	94
5.2.2. Produse nutriționale obținute prin aditivare cu pudre	99
5.3. Efectul fluidelor salivare artificiale asupra reologiei produselor pentru disfagie ...	103

5.3.1.	Cazul 1: Produse gata preparate pe bază de amidon	103
5.3.2.	Cazul 2: Produse gata preparate pe bază de gume și amidon.....	106
5.3.3.	Cazul 3: Produse gata preparate pe bază de gume	109
5.3.4.	Cazul 4: Fluide obținute prin îngroșare cu pudre pe bază de amidon	110
5.3.5.	Cazul 5: Fluide obținute prin îngroșare cu pudre de amidon și gume.....	111
5.3.6.	Cazul 6: Fluide obținute prin îngroșare cu pudre pe bază de xantan	112
5.4.	Efectul salivei umane asupra produselor pentru disfagie	115
5.5.	Măsurarea forțelor axiale dezvoltate în produsele pentru disfagie.....	122
Capitolul 6.	CONCLUZII ȘI REMARCI FINALE.....	124
6.1.	Sinteza rezultatelor	124
6.2.	Contribuții originale	125
6.3.	Posibile dezvoltări ulterioare	128
BIBLIOGRAFIE		130
ANEXE		140

Listă de publicații

Articole cotate ISI:

1. Țurcanu M., Tascon L. F., Bălan C., Gallegos C., **Capillary breakup extensional properties of whole human saliva**, Proceedings of the 9th International Symposium on Advanced Topics in Electrical Engineering (ATEE), București, ISSN 2068-7966, 2015, pp. 269-274.
2. Țurcanu M., et al., **The role of human saliva on the elongational properties of a starch-based food product**, Proceedings of E-Health and Bioengineering Conference (EHB), ISBN 978-1-4673-7544-3, Iasi, 2015, pp. 1-4.
3. Omocea I. L., Pătrașcu C., Țurcanu M., Bălan C., **On the coalescence of colliding jets**, Proceedings of E-Health and Bioengineering Conference (EHB), ISBN 978-1-4673-7544-3, Iasi, 2015, pp. 1-4.
4. Omocea I. L., Pătrașcu C., Țurcanu M., Bălan C., **Breakup of liquid jets**, Energy Procedia, 2016 (85), pp. 383-389.

Articole cotate B+ și BDI:

1. Țurcanu M., Tascon L. F., Bălan C., Gallegos C., **Capillary breakup extensional rheology of matrix-solutions used in micro-encapsulation**, U.P.B Sci. Bull, Series D, 2016 (78), Iss. 3, pp. 171-176.

Participare congrese internaționale:

1. Țurcanu M., Secouard S., Bălan C., Brito-de la Fuente E., Gallegos G. **Elongational properties of binary and ternary systems containing xanthan for management of dysphagia**, Poster session at 10th Annual Rheology Conference AERC 2015, Nantes, Franța, 14-17 aprilie 2014. (book of abstracts). *Poster*.

2. **Țurcanu M.**, Assegehegn G., Secouard S., Siegert N., Brito-de la Fuente E., Gallegos G., ***Influence of alpha-amylase addition on the elongational behavior of thickened fluids for dysphagia management.*** Poster session at 7th International Symposium on Food Rheology and Structure, Zurich, Elveția, 7-11 iunie 2015. (book of abstracts). *Poster.*
3. Assegehegn G., **Țurcanu M.**, Secouard S., Siegert N., Brito-de la Fuente E., Gallegos G., ***Rheo-kinetics of enzymatic degradation process of thickened fluids for dysphagia patients.*** Poster session at 7th International Symposium on Food Rheology and Structure, Zurich, Elveția, 7-11 iunie 2015. (book of abstracts). *Poster.*

Participare conferințe internaționale:

1. **Țurcanu M.**, ***The role of human saliva on the elongational properties of a starch-based food product***, Proceedings of *E-Health and Bioengineering Conference (EHB)*, Iasi, 2015, 19-21 noiembrie 2015 (book of abstracts). *Comunicare orală.*
2. **Țurcanu M.**, Tascon L. F., Siegert N., Bălan C., Gallegos C., ***Capillary breakup extensional rheology of membranes used in micro-encapsulation***, Proceedings of *7th International Conference on Energy and Environment (CIEM 2015)*, Iasi, 2015, 22-23 octombrie 2015 (book of abstracts). *Comunicare orală.*
3. **Țurcanu M.**, Tascon L. F., Bălan C., Gallegos C., ***Capillary breakup extensional properties of whole human saliva***, Proceedings of the 9th International Symposium on Advanced Topics in Electrical Engineering (ATEE), București, 2015, (book of abstracts). *Comunicare orală.*

Finanțare activitate:

Rezultatele prezentate în această lucrare au fost obținute cu sprijinul Ministerului Fondurilor Europene prin Programul Operational Sectorial Dezvoltarea Resurselor Umane 2007-2013, Contract nr. POSDRU/159/1.5/S/132395.

Suportul tehnic a fost asigurat de compania Fresenius Kabi Deutschland GmbH, Germany.

Afilieri Științifice:

REOROM Group, Universitatea Politehnica din București: membră din 2010.

Stagii de cercetare:

Fresenius Kabi GmbH, Deutschland (Bad Homburg, Germania) - departamentul Complex Formulations: aprilie 2014-prezent.

Cuvinte-cheie

Reologie, viscozitate extensională, CaBER, xantan, disfagie, α -amilază, salivă.

Listă de notații (selecție)

Simbol	Descriere	Unitate de măsură
D	Diametrul filamentului în elongație	$[m]$
$\mathbf{D}$	tensorul simetric al vitezei specifice de deformare	$[-]$
D_0	diametrul filamentului la începutul experimentului CaBER	$[m]$
D_1	diametrul filamentului la începutul procesului capilar în CaBER	$[m]$
D_{mid}	diametrul median în centrul filamentului în CaBER	$[m]$
D_{min}	diametrul minim în zona de rupere a unui filament în CaBER	$[m]$
$\mathbf{F}_n$	forța axială de elongație măsurată cu senzorul Kistler	$[N]$
G'	modulul dinamic elastic	$[Pa]$
G''	modulul dinamic vâscos	$[Pa]$
h_0	grosimea inițială a filmului fluid sau interstițiul de testare	$[m]$
k	indice de consistență	$[Pa \cdot s^n]$
L_0	lungimea inițială a filmului fluid	$[m]$
L_f	lungimea finală a filamentului de fluid în elongație	$[m]$
n	indice de curgere	$[-]$
N_1	prima diferență a eforturilor normale	$[Pa]$
N_2	a doua diferență a eforturilor normale	$[Pa]$
t	timp	$[s]$
t_b	timpul de rupere al filamentului	$[s]$
t_0	timpul de observație al curgerii	$[s]$
$\mathbf{T}_E$	tensorul extra-tensiune	$[Pa]$
Tr	numărul <i>Trouton</i>	$[-]$
ε	deformația specifică extensională (<i>Hencky strain</i>)	$[-]$
ε_0	amplitudinea semnalului de deplasare în mișcare oscilatorie	$[m]$
ω	frecvență unghiulară (mișcare de forfecare)	$[rad/s]$
$\dot{\varepsilon}$	viteza de deformare în mișcări extensionale	$[s^{-1}]$
γ	deformația unghiulară (mișcare de forfecare)	$[-]$
$\dot{\gamma}$	viteză specifică de deformare (mișcare de forfecare)	$[1/s]$
γ_0	amplitudinea deformației (mișcare de forfecare)	$[-]$
γ	amplitudinea deformației variabilă în timp	$[-]$
η	viscozitate de forfecare	$[Pa \cdot s]$
η_e	viscozitate extensională	$[Pa \cdot s]$
$\eta_{e,app}$	viscozitate extensională aparentă	$[Pa \cdot s]$
η_0	viscozitate zero (primul platou newtonian)	$[Pa \cdot s]$
η_s	viscozitate în forfecare	$[Pa \cdot s]$
η_∞	viscozitate la infinit (al doilea platou newtonian)	$[Pa \cdot s]$
λ	timpul de relaxare al materialului	$[s]$
λ_{e1}	timp caracteristic primar de relaxare în elongație	$[s]$
λ_{e2}	timp caracteristic secundar de relaxare în elongație	$[s]$
λ_s	timpul de relaxare <i>Rouse</i>	$[s]$
θ	temperatură	$[^\circ C]$
σ	efortul de forfecare	$[Pa]$
$\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}$	componente normale a tensorului tensiune $\mathbf{T}$ într-un sistem de coordonate cartezian	$[Pa]$

Capitolul 1. INTRODUCERE

1.1. Scop și motivație

Recent, interesul științific pentru bioreologie, partea mecanicii fluidelor ce se ocupă cu studiul curgerii biofluidelor prin țesutul uman, a accelerat cercetările fundamentale privind fluidele complexe pe bază de soluții de polimeri utilizate în domeniul medical.

Un sector important de cercetare bioalimentară cu implicații clinice directe asupra securității pacientului este domeniul de formulare chimică a produselor nutriționale pentru tratamentul disfagiei. Ca patologie, disfagia reprezintă orice disfuncție a procesului de înghițire și afectează peste 8 % din populația mondială [44]. Printre riscurile cele mai importante asociate disfagiei se numără aspirația bolului alimentar pe căile respiratorii, înec, pneumonie și fagofobie - teama de a înghiți, malnutriție, depresie și deshidratare. În managementul disfagiei este adesea recomandat pacienților un tratament bazat pe schimbarea alimentației, prin înlocuirea lichidelor cu fluide controlate reologic, cu consistență și viscozitate standardizate, care să asigure integritatea bolului alimentar în procesul de înghițire.

În studiul fluidelor pentru disfagie, standardele de calitate se rezumă la un control reologic bazat pe determinarea viscozității la 25 °C în forfecare, la o viteză de deformare de 50 s^{-1} , deformare considerată, până în prezent, ca fiind reprezentativă pentru procesul de înghițire [60]. Cu toate acestea, studii recente discută simplitatea acestui control reologic, atât în raport cu complexitatea procesului de deformare a alimentelor în procesul de înghițire, cât și în raport cu complexitatea reologică a fluidelor folosite în tratament [43, 72].

S-a demonstrat recent că în cavitatea bucală bolul alimentar suferă deformări preponderent în forfecare, însă în procesul propriu-zis de înghițire, fluidul este în principal deformat elongațional. Până în prezent nu există nici un studiu concret referitor la proprietățile elongaționale ale fluidelor folosite în tratamentul disfagiei.

Scopul acestui studiu a fost acela de a îmbunătăți metoda actuală de evaluare reologică a fluidelor utilizate în managementul disfagiei, prin introducerea, pe lângă procedura în forfecare deja existentă, a unei proceduri experimentale de testare uniaxială a fluidelor pentru disfagie, folosind dispozitivul extensional CaBER (*Capillary Breakup Extensional Rheometer*). Lucrarea de față se încadrează atât în studiul bioreologiei fluidelor corporale (produse nutriționale și soluții salivare), cât și al biocompatibilității, prin studiul interacțiunii fluid nutrițional - salivă în deformări similare cu cele întâlnite în procesul de înghițire (forfecare și extensie uniaxială).

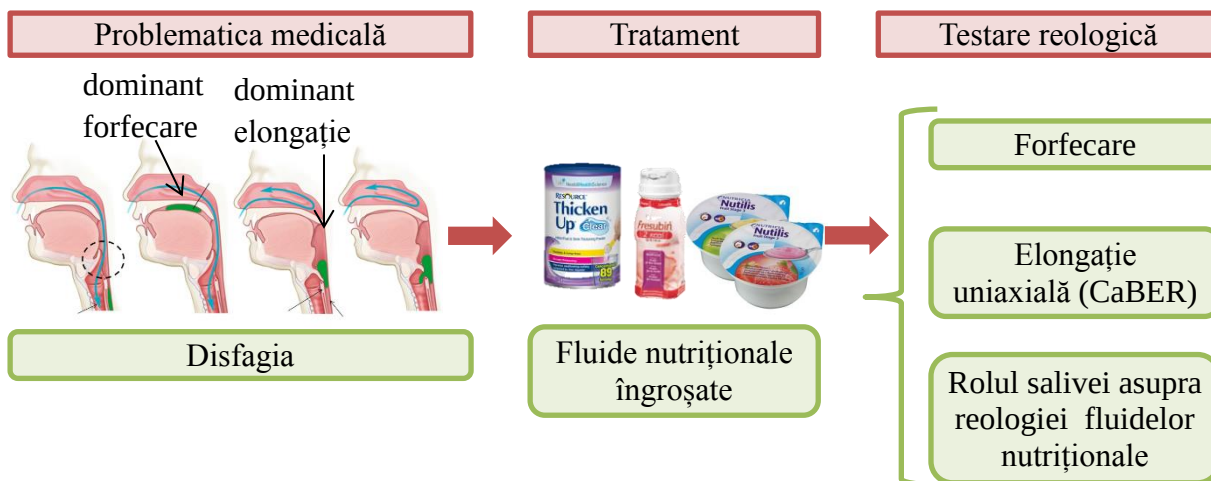


Figura 1. Formularea problemei și strategiei de investigație reologică folosită.

1.2. Structura tezei

Capitolul 1 prezintă motivația studiului biomedical ales, subliniind necesitatea îmbunătățirii calității produselor nutriționale dedicate persoanelor cu afecțiuni de înghițire (tratamentului disfagiei).

Aspectele teoretice de bază în ceea ce privește reologia și reometria ca domeniu științific de interes în caracterizarea fluidelor complexe sunt discutate în **Capitolul 2**. În acest capitol sunt prezentate diferențele cinematice dintre mișcarea de forfecare și mișcarea pur elongațională necesare caracterizării fluidelor nutriționale în ambele tipuri de deformare. Deoarece în comparație cu mișcarea de forfecare, extensia este relativ puțin discutată în literatură, un subcapitol este dedicat descrierii mișcării uniaxiale a unui filament cilindric. Principiul de funcționare al dispozitivului elongațional CaBER (*Capillary Breakup Extensional Rheometer*) utilizat în cadrul acestei lucrări, precum și limitările procedurii de testare elongaționale propuse sunt, de asemenea, discutate.

Capitolul 3 este dedicat introducerii și discuției contextului biomedical al disfagiei și implicațiilor unei evaluări reologice corespunzătoare a fluidelor în procesul de înghițire.

Capitolul 4 prezintă procedura experimentală folosită, discutând în detaliu metoda elongațională propusă și interpretarea dinamicii filamentelor de fluide într-o astfel de testare.

Capitolul 5 cuprinde rezultatele experimentale obținute. Prima parte a acestui studiu a fost dedicată aplicării protocolului extensional în testarea unor soluții polimerice complexe pe bază de xantan și amidon, agenți de îngroșare cei mai adesea folosiți în produsele pentru disfagie. În urma studiului s-au definit parametrii elongaționali cu relevanță în studiul produselor nutriționale de interes, respectiv determinarea timpului de rupere și a formei filamentului, iar pentru anumite clase de fluide, determinarea viscozității extensionale și a timpului caracteristic de relaxare în elongație. În a doua parte a acestui studiu protocolul elongațional a fost introdus într-o procedură reologică generală de testare și folosit pentru caracterizarea reologică a peste 30 de produse comerciale pentru tratamentul disfagiei. În **Subcapitolul 5.2** sunt comparate rezultatele experimentale obținute pentru diferite clase de fluide, respectiv fluide comerciale gata preparate și fluide obținute prin îngroșare cu pudre dedicate tratamentului disfagiei. În **Subcapitolul 5.3** este ilustrat efectul soluției salivare artificiale asupra proprietăților reologice ale diferitelor clase de fluide pentru disfagie. Evaluarea proprietăților elongaționale în prezența α -amilazei salivare este realizată în comparație cu proprietățile fluidelor în stare pură în **Subcapitolul 5.4**. Efectul salivei umane asupra comportamentului elongațional al fluidelor nutriționale este, de asemenea, studiat în raport cu cel al soluțiilor salivare artificiale folosite în industrie. Subcapitolul 5.5 prezintă rezultatele preliminare de determinare a forțelor axiale ce iau naștere în filamentele de fluide complexe supuse elongației uniaxiale.

Teza se încheie cu **Capitolul 6** în care sunt prezentate concluziile și remarcile finale ale acestui studiu. Principalele contribuții originale sunt rezumate și discutate în contextul unor posibilele direcții de cercetare viitoare.

Capitolul 2. CONCEPTE REOLOGICE

2.1. Funcția de viscozitate

Principala funcție de material ce se manifestă exclusiv în mișcare este viscozitatea [30]. Viscozitatea ilustrează capacitatea fluidelor de a se opune curgerii: cu cât viscozitatea unui fluid este mai mare, cu atât acesta va curge mai lent. Funcția de viscozitate este definită într-o mișcare de forfecare simplă prin relația lui Newton:

$$\eta := \frac{\sigma}{\dot{\gamma}} \quad (2.1)$$

unde σ [Pa] este efortul tangențial de forfecare. Funcția $\sigma = \sigma(\dot{\gamma})$ poartă denumirea de curbă de curgere, aceasta fiind redusă la o dreaptă pentru un fluid pur newtonian (Fig.2). În reologie se definește de asemenea viscozitatea diferențială prin relația:

$$\eta_d := \frac{d\sigma}{d\dot{\gamma}} \quad (2.2)$$

Pentru o serie de fluide (aer, apă, miere, uleiurile minerale), considerate fluide newtoniene, în regim izoterm și izocor, funcția de viscozitate este o constantă, $\eta = \eta_0$ denumită generic coeficient de viscozitate (2.1). Evident, pentru astfel de fluide $\eta_d \equiv \eta_0$.

Fluidele complexe, precum dispersiile, emulsiile, soluțiile de polimeri, fluidele biologice, biomedicale sau corporale, prezintă comportamente reologice nenewtoniene de tip pseudoplastic sau „shear thinning”, în care funcția de viscozitate descrește cu viteza de deformare specifică, $\eta = \eta(\dot{\gamma})$ [36, 45, 61, 63, 96, 183]. Pentru materialele pseudoplastice forma generală a variației viscozității cu viteza de deformare este ilustrată în Fig.2.

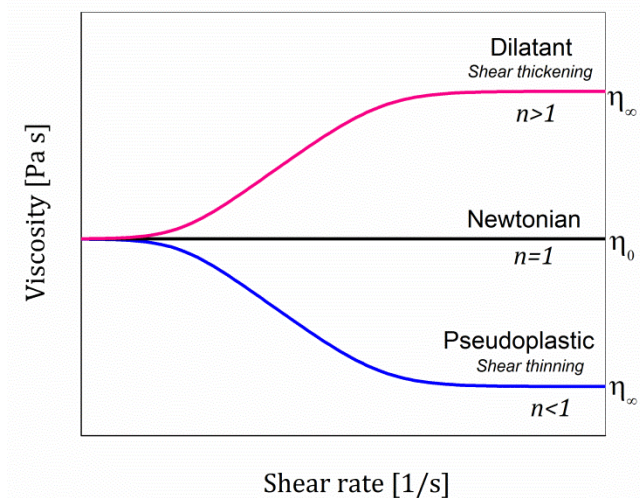


Figura 2. Funcția de viscozitate pentru un fluid newtonian, dilatant sau pseudoplastic, în funcție de valoarea exponentului n .

2.2. Reometrie

2.2.1. Mișcări de forfecare simplă

În forfecarea simplă straturile de fluid alunecă unele în raport cu altele. Mișcarea fiind unidirecțională, vectorul viteză variază numai pe direcția normală deplasării (direcție perpendiculară pe liniile de curent), așa cum este ilustrat în Fig.3.

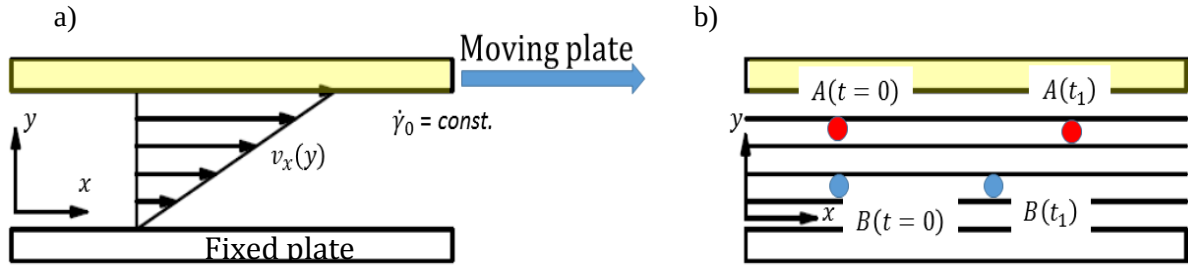


Figura 3. Mișcarea de forfecare: profilul vitezelor (a), distribuția liniilor de curent și deplasarea a două particule situate în planuri paralele (b).

Datorită componentei vectorului vitează, în cazul mișcării de forfecare simplă există un singur efort tangențial de forfecare, $\sigma_{xy} = \sigma_{yx} = \sigma$, tensorul vitezei de deformare fiind definit ca:

$$\mathbf{D} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 0 & \dot{\gamma} & 0 \\ \dot{\gamma} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (2.3)$$

Tensorul extra-tensiune are forma:

$$\mathbf{T}_E = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & 0 \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad (2.4)$$

Într-o mișcare cu forfecare simplă (viscozimetrică), fluidul este caracterizat prin trei funcții de material:

(i) funcția de viscozitate:

$$\eta = \sigma_{12} / \dot{\gamma} \quad (2.5)$$

(ii) prima diferență a eforturilor normale:

$$N_1 = \sigma_{11} - \sigma_{22} \quad (2.6)$$

(iii) a doua diferență a eforturilor normale:

$$N_2 = \sigma_{22} - \sigma_{33} \quad (2.7)$$

Toate aceste funcții sunt dependente exclusiv de $\dot{\gamma}$.

2.2.2. Mișcări extensionale

Mișcările extensionale sunt un subiect mai puțin studiat în reologie, însă de reală importanță în multe procese industriale și biologice. Principalele tipuri de mișcări extensionale sunt mișcările uniaxiale, biaxiale și planare (Fig.4). Dintre acestea, mișcările extensionale uniaxiale sunt cel mai simplu de reprodus în reometrie, ele fiind reprezentate prin extensia simplă a unui volum de fluid presupus nedeformat.

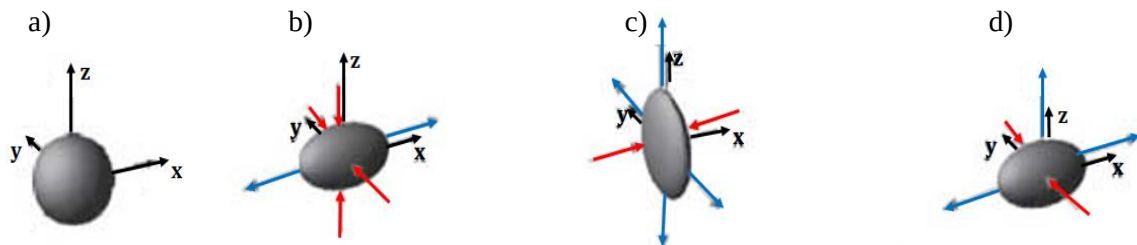


Figura 4. Mișcări extensionale: volum nedeformat (a), deformare uniaxială (b), deformare biaxială (c), deformare planară (d). Cu albastru sunt reprezentate direcțiile de deformare, iar cu roșu direcțiile de contracție (figură refăcută după [179]).

Datorită proprietății de incompresibilitate, atunci când un fluid este supus unei elongații uniaxiale, acesta se va alungi pe direcția deformăției și în același timp se va contracta pe

celelalte două direcții cu jumătate din valoarea elongației impuse (Fig.4b). În acest caz, tot volumul de fluid este antrenat în mișcare, iar gradientul vitezei se manifestă pe toate cele 3 direcții de curgere, făcând ca tensorul vitezei de deformare și tensorul extra-tensiune să depindă de viteza de deformare axială $\dot{\epsilon}(t)$, unde ϵ este deformarea specifică extensională *Hencky* (*Hencky strain*):

$$\mathbf{D} = \frac{1}{2} \begin{bmatrix} 2\dot{\epsilon} & 0 & 0 \\ 0 & -\dot{\epsilon} & 0 \\ 0 & 0 & -\dot{\epsilon} \end{bmatrix} \quad (2.8)$$

$$\mathbf{T}_E = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad (2.9)$$

iar $\sigma_{22} = \sigma_{33}$, datorită simetriei filamentului. De remarcat că într-o curgere extensională nu există eforturi tangențiale.

Viscozitatea în forfecare implică existența unui singur efort tangențial, însă viscozitatea extensională implică în mod necesar o diferență de eforturi normale, deoarece efortul normal total în direcția deformăției va include și efectul presiunii [97]. Presiunea, fiind necunoscută, poate fi eliminată prin incorporarea în definiția viscozității extensionale a unei diferențe de eforturi normale.

În mișcarea uniaxială elongațională, un fluid este caracterizat de o singură funcție de material [155], funcția de viscozitate extensională, dependentă exclusiv de $\dot{\epsilon}$:

$$\eta_e(\dot{\epsilon}) = (\sigma_{11} - \sigma_{22})/\dot{\epsilon} \quad (2.10)$$

unde

$$\dot{\epsilon} = -\frac{1}{L} \frac{dL}{dt} \quad (2.11)$$

unde L este lungimea filamentului în timpul deformăției.

2.3. Mișcarea uniaxială a unui filament cilindric cu viscozitate redusă

Evoluția unui filament cilindric supus unei deformății elongaționale uniaxiale este guvernată de echilibrul dintre forțele capilare și tensiunea viscoelastică din fluid. Se consideră evoluția unui filament cilindric ideal, cu diametrul inițial (D_0) și lungimea inițială (L_0) ce este deformat uniaxial simetric pe direcția z prin intermediul unei forțe axiale F_z astfel încât diametrul filamentului, D_1 , să descrească uniform, așa cum este reprezentat în Fig.5.



Figura 5. Evoluția unui filament cilindric în extensie uniaxială.

Într-o curgere pur elongațională (*shear-free flow*), cinematica mișcării este independentă de poziția spațială. Curgerea este irotatională, iar tensorul vitezei de deformare specifice este descris de ecuația 2.8. Dacă viteza de deformare este constantă în timp, $\dot{\epsilon}(t) = \dot{\epsilon}_0$ atunci curgerea devine *staționară*. Astfel, în orice poziție, de-a lungul cilindrului, gradientul vitezei este constant în timp, iar orice volum de fluid se deplasează având aceeași istorie a deformăției. Ținând cont de principiul conservării masei, se obțin variațiile în timp ale diametrului și lungimii filamentului:

$$L = L_0 \exp(\dot{\epsilon} t)$$

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{1}{2} \dot{\epsilon} t\right) \quad (2.12)$$

Deformația naturală ce ia naștere într-o astfel de curgere este deformația logaritmică Hencky:

$$\epsilon(t) = \ln\left(\frac{L(t)}{L_0}\right) = -2 \ln\left(\frac{D(t)}{D_0}\right) \quad (2.13)$$

iar tensorul extra-tensiune în coordonate cilindrice are forma:

$$\mathbf{T}_E = \begin{bmatrix} \sigma_{zz} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{rr} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{\varphi\varphi} \end{bmatrix} \quad (2.14)$$

La începutul deformației tensorul extra-tensiune este nul. Pe măsură ce filamentul cilindric este alungit, deformația începe să crească, respectiv tensiunea în fluid începe să crească. Proprietatea de material de interes în acest caz este viscozitatea extensională tranzitorie:

$$\eta_e^+(\dot{\epsilon}, t) \equiv \frac{\sigma_{zz} - \sigma_{rr}}{\dot{\epsilon}} \quad (2.15)$$

Teoretic, după un anumit interval de timp, deformația devine constantă, iar viscozitatea extensională poate atinge o valoare staționară, descrisă de relația:

$$\eta_e(\dot{\epsilon}_0) = \lim_{t \rightarrow \infty} [\eta_e^+(\dot{\epsilon}_0, t)] \quad (2.16)$$

unde $\dot{\epsilon} = ct = \dot{\epsilon}_0$. Cu toate acestea, în cazul fluidelor, starea staționară poate fi atinsă doar la viteze de extensie mici. Viscozitatea extensională este o proprietate de material și depinde doar de viteza de deformație $\dot{\epsilon}$ și temperatură.

2.3.1. Dispozitivul extensional CaBER

Reometrul CaBER este la ora actuală unul dintre cele mai folosite dispozitive pentru caracterizarea elongațională a fluidelor viscoelastice, fiind considerat dispozitivul cel mai în măsură să producă o deformație pur elongațională [157]. Acest reometru presupune plasarea unui volum de fluid între două plăci paralele cu diametrul mic (D_0) și formarea unui filament instabil în extensie prin impunerea unei deformații axiale rapide, de tip treaptă, de la o distanță inițială (L_0), la o distanță finală predefinită (L_f). Filamentul format este cilindric în centrul său și are raza secțiunii transversale mult mai mică în această zonă decât în regiunile de capăt. Ca rezultat, presiunea capilară (invers proporțională cu raza filamentului) este mult mai mare în centru decât în zonele de contact cu plăcile cilindrice, iar fluidul este împins spre plăcile de separație provocând deformația extensională și auto-subțierea filamentului. Din momentul în care deformația ia sfârșit, procesul de auto-subțiere este analizat prin monitorizarea evoluției diametrului filamentului în zona mediană cu ajutorul unui sistem de lasere micrometrice. Timpul în care se produce deformația filamentului este în general foarte scurt ($t_s = 20 \dots 100 \text{ ms}$) și determină mișcarea rapidă, liniară (cu viteză constantă) a plăcii superioare a geometriei, în timp ce placa inferioară rămâne în poziție fixă.

Elongația uniaxială impusă începe când placa superioară începe să se deplaseze liniar cu viteză constantă, și ia sfârșit la momentul t_0 , când placa superioară ajunge în repaus, la distanța finală L_f , predefinită. Experimentul CaBER propriu-zis începe la momentul t_0 , când deformația fluidului începe să fie controlată numai de procese interne, sub acțiunea forțelor vâscoase, elastice, capilare și a tensiunii superficiale. Răspunsul fluidului la echilibrul acestor forțe este codificat de evoluția filamentului în timp, evoluție din care pot fi extrase proprietăți extensionale precum timpul critic de rupere al filamentului, t_c , și viscozitatea extensională aparentă (în cazul în care se cunoaște tensiunea superficială a fluidului). Prin aplicarea unor modele constitutive mai complexe, pot fi determinate și alte proprietăți extensionale, cum ar fi timpul de relaxare caracteristic în elongație, λ_e , sau pragul de curgere elongațional, σ_{e0} [4, 48, 62, 128, 146].

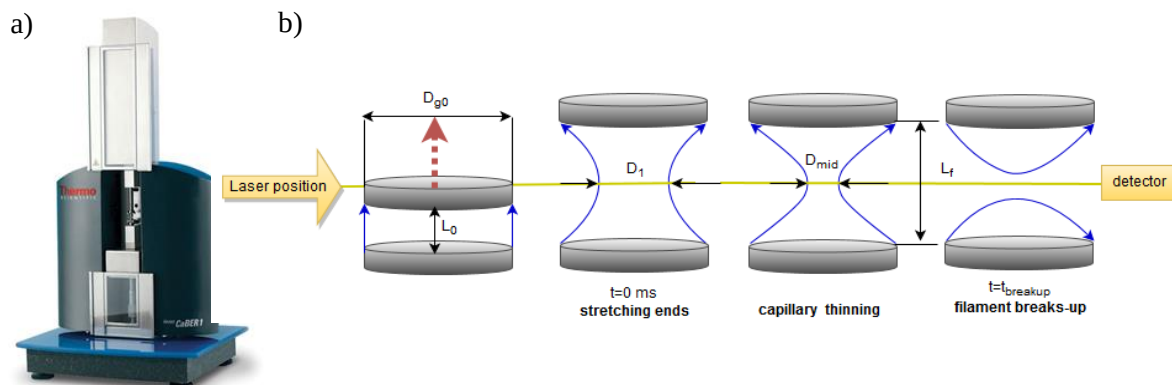


Figura 6. Dispozitivul CaBER (a), principiul său de funcționare și poziția fixă a laserului micrometric (b).

Dispozitivul CaBER standard este prevăzut cu un laser micrometric ce monitorizează evoluția diametrului filamentului într-un punct fix, în zona mediană. Acest diametru este generic notat $D_{mid}(t)$. Rezultatele obținute cu ajutorul laserului micrometric oferă o rezoluție temporală bună, iar $D_{mid}(t)$ poate fi folosit în relații constitutive doar în cazul filamentelor pur cilindrice [146]. Prin montarea pe dispozitivul standard a unei camere ultra-rapide, se poate evalua întregul profil extensional al filamentului, iar $D(z, t)$ poate fi obținut prin post-procesare de imagine. Avantajul folosirii unei camere ultra-rapide este acela că atât diametrul median $D_{mid}(t)$, cât și diametrul minim $D_{min}(t)$ - în cazul în care ruperea filamentului nu se produce în zona mediană -, pot fi determinate. Timpul de rupere este definit ca momentul în care diametrul median sau minim al filamentului (în cazul în care întregul filament este monitorizat) devine nul:

$$D_{mid}(t_b) = 0 \quad (2.17)$$

Pe lângă timpul critic de rupere, t_b , o altă mărime ce poate fi extrasă dintr-un experiment CaBER este evoluția diametrului median al filamentului în timp $D_{mid}(t)$. Fig.7 ilustrează evoluția diametrului și a timpului de rupere înregistrat de laserul micrometric atunci când plăcile reometrului sunt despărțite de o peliculă de aer și, respectiv, în cazul în care între plăci se găsește o coloană de fluid viscoelastic.

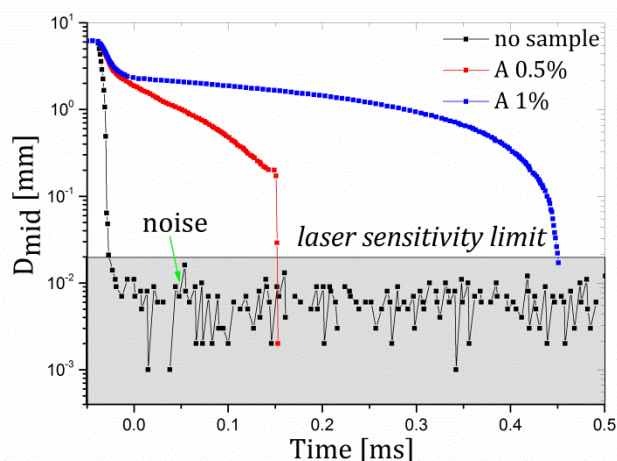


Figura 7. Evoluția diametrului mediu într-un experiment CaBER.

Diametrele $< 200 \mu m$ sunt excluse din analiză, fiind sub limita de sensibilitate a sistemului optic.

Prin modelarea diametrului median $D_{mid}(t)$ cu diferite modele matematice, se poate extrage timpul de relaxare caracteristic în elongație, λ_e . Astfel, pentru un filament viscoelastic, subțierea filamentului poate fi descrisă prin relația propusă de *Entov și Hinch* (1997) [62, 193]:

$$D_{mid}(t) = D_1 \left(\frac{GD_1}{\Gamma} \right)^{1/3} \exp \left(-\frac{t}{3\lambda_e} \right) \quad (2.18)$$

unde G este modulul elastic al fluidului și D_1 este diametrul la care filamentul începe să descrească exponențial. Tot din evoluția diametrului median se poate calcula *deformația Hencky* și viteza de deformație:

$$\varepsilon = -2 \ln \left(\frac{D_{mid}(t)}{D_0} \right) \quad (2.19)$$

unde D_0 reprezintă diametrul filamentului imediat după încetarea deformației, când cele două discuri metalice sunt în repaus.

$$\dot{\varepsilon} = -\frac{2}{D_{mid}} \frac{dD_{mid}(t)}{dt} \quad (2.20)$$

Evoluția filamentului în timp poate fi de asemenea reprezentată sub forma *viscozității extensionale aparente*, descrisă prin relația 2.15, echivalentă cu ecuația 2.21:

$$\eta_{e,app}(\dot{\varepsilon}) = -\frac{\Gamma}{\frac{dD_{mid}(t)}{dt}} \quad (2.21)$$

În cazul în care se cunoaște viscozitatea fluidului în forfecare, η_0 , dacă viscozitatea extensională ar atinge starea staționară s-ar putea determina raportul adimensional *Trouton*:

$$Tr = \frac{\eta_e(\dot{\varepsilon})}{\eta(\dot{\gamma})} \Big|_{\dot{\gamma}=\sqrt{3}\dot{\varepsilon}} \quad (2.22)$$

unde $Tr(\dot{\varepsilon})$ este dependent de material ($Tr = 3$, pentru un fluid pur vâcos).

În cazul fluidelor newtoniene, din evoluția filamentului în timp se poate determina viscozitatea fluidului în forfecare. Panta evoluției filamentului de fluid newtonian în timp este denumită *viteza capilară* și este definită astfel :

$$v_{cap} = \Gamma/\eta_0 \quad (2.23)$$

unde η_0 este viscozitatea zero a fluidului [Pas]. Mai multe detalii privind dispozitivul CaBER și cinematica mișcării elongaționale pot fi găsite în studiile lui *Renardi* (1995), *Stelter* (2000) și *McKinley* (2005) [62, 136, 165, 170, 194].

2.3.2. Progresul actual al studiilor extensionale folosind dispozitive CaBER

Progresul în direcția reometriei bazată pe ruperea capilară a început să se manifeste abia după publicarea lucrărilor lui *Bazilevsky* (1990, 1997) și *Entov și Hinch* (1997) [62]. Principalele caracteristici și capabilități experimentale ale dispozitivelor CaBER sunt descrise în lucrările lui *Liang și Mackley* (1994), *Kolte și Szabo* (1999), *McKinley și Tripathi* (2000) [118, 135, 195], în timp ce dinamica proceselor de subțiere elasto-capilară este analizată în detaliu în lucrarea lui *McKinley* (2005) [131]. În principal, majoritatea studiilor vizează determinarea proprietăților extensionale ale unor soluții ideale de polimeri [4, 18, 29, 63, 136, 151, 160, 169]. Deși s-au făcut importante progrese în domeniul caracterizării fluidelor cu ajutorul dispozitivului CaBER, foarte puțină atenție a fost dedicată caracterizării fluidelor biomedicale, biologice și nutriționale.

În ultimii ani, diferite fluide biologice au fost studiate în rupere capilară, printre care albumina, plasma sanguină, mucusul cervical, lichidul sinovial și saliva umană [33, 36, 51, 64, 86, 87, 95, 205]. În domeniul nutrițional, au fost studiate proprietățile extensionale ale unor soluții de gume alimentare, precum guma guar, guma mamaku, guma xantan sau amestecuri de guar cu guma locust [27, 94, 95, 201, 202]. În domeniul disfagiei, însă, a fost publicat până la ora actuală un singur studiu referitor la proprietățile elongaționale ale unor fluide obținute pe baza unor agenți de îngroșare [123]. Cu toate acestea, în studii privind siguranța procesului de înghițire, respectiv tratamentul disfagiei, este de real interes cunoașterea proprietăților extensionale ale fluidelor complexe folosite în tratament.

Capitolul 3. STUDIUL REOLOGIC AL PRODUSELOR PENTRU DISFAGIE

3.1. Disfagia ca diagnostic primar

Disfagia (dificultatea de a înghiți) este termenul medical ce definește orice disfuncție care inhibă livrarea optimă a alimentelor, lichide sau solide, a salivei sau a medicamentelor din cavitatea bucală înspre stomac. Ca mecanism biologic, problema majoră în cazul disfagiei este închiderea necorespunzătoare sau prea lentă a epiglotei din zona faringelui, ceea ce permite ca părți din bolul alimentar să ajungă în căile respiratorii, în loc să treacă prin esofag înspre stomac [117, 119, 145]. În mod natural, prin înghițire se drenează și o cantitate importantă de bacterii din cavitatea bucală. Pentru o persoană sănătoasă, în afara senzației de disconfort, riscurile asociate cu un episod de înec sunt minime. Pentru persoanele cu disfagie, însă, până și înghițirea propriei salive este problematică și poate duce la proliferarea excesivă a bacteriilor la nivelul cavității bucale. În momentul înghițirii, saliva și aceste bacterii, în loc să fie drenate către intestin, ajung, din cauza funcționării necorespunzătoare a epiglotei, în căile respiratorii și în alveolele pulmonare, crescând riscul de pneumonie.

Schimbarea dietei pacienților cu disfagie constă în înlocuirea fluidelor alimentare cu fluide vâscoase care să împiedice desprinderea de particule și care să încetinească deplasarea bolului alimentar prin căile orale, pentru a evita aspirația și, eventual, pentru a permite închiderea corespunzătoare a epiglotei [43, 123, 184, 225].

Mai mult decât atât, saliva este un biofluid cu rol esențial în cavitatea bucală, producția suficientă de salivă fiind indispensabilă într-un proces de masticatie și de înghițire optim. În funcție de textura inițială a alimentului, organismul produce în mod natural suficientă salivă pentru a modifica structura produsului alimentar și a conferi bolului consistența optimă pentru înghițire [161]. Cu toate acestea, decizia autonomă și inconștientă de a înghiți nu este încă pe deplin înțeleasă, în ciuda importanței texturii în selectarea și savurarea unui anumit produs alimentar. A fost, totuși, sugerat că procesul de înghițire începe atunci când forțele de coeziune dintre produs și salivă sunt suficient de puternice, încât să împiedice desprinderea de particule din bolul alimentar [161]. Când procesul de înghițire este disfuncțional, precum în cazul persoanelor ce suferă de disfagie, proprietățile reologice ale bolului alimentar sunt alterate considerabil de efectul enzimatic al salivei (datorită timpului lung de rezidență în cavitatea bucală) și pot influența integritatea bolului alimentar și securitatea procesului de deplasare al acestuia din cavitatea bucală, prin faringe, înspre stomac.

3.2. Problematica disfagiei la nivel internațional

Dieta Națională Americană pentru Disfagie (NDD) a fost propusă în 2002 de către *American Dietetic Association*, printr-un consens al unui grup de dieteticieni, patologi orali și oameni de știință din domeniul nutriției. Acest ghid este considerat prima încercare de a stabili terminologia și practica de aplicare standard a agenților de textură folosiți în managementul disfagiei [43]. NDD propune patru termeni pentru a corela consistența produselor pentru disfagie, cu intervale de viscozitate la 25 °C și la viteza de forfecare de 50 s⁻¹, așa cum este ilustrat în Fig.8 și Tab.1 [43, 209].

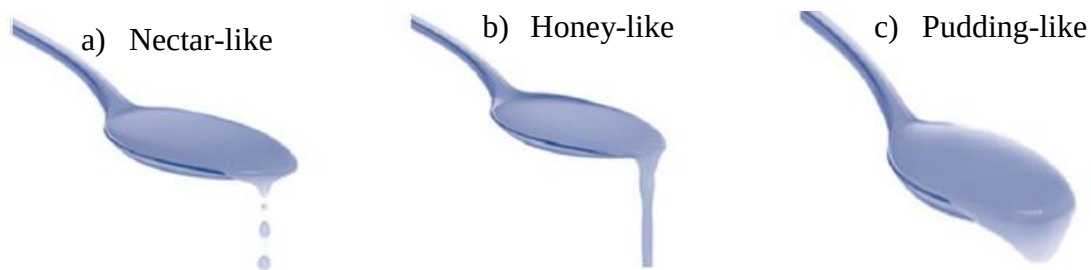


Figura 8. Percepția vizuală a stadiilor de consistență pentru fluidele îngroșate [209].

Tabelul 1. Corelarea consistenței cu intervalele de viscozitate pentru fluidele îngroșate
Valori sugerate de *NDD* la 25 °C și la viteza de forfecare de 50 s⁻¹

Convenția privind etichetarea	Intervalul de viscozitate [cP]	Stadiul de tratament în disfagie
Fluid slab	1-50	Contraindicat în disfagie
De tipul nectarului (Nectar-like)	51-350	Stadiul 1
De tipul mierii (Honey-like)	351-1750	Stadiul 2
Fluid gros (Pudding-like)	>1750	Stadiul 3

Există două categorii de produse pentru disfagie: fluide gata-preparate, „*ready-to-use*”, ce pot fi consumate ca atare și pudre alimentare de îngroșare, „*thickening powders*”, ce pot fi adăugate în orice tip de fluid alimentar, indiferent de temperatură.

Capitolul 4. PROCEDURA EXPERIMENTALĂ

4.1. Investigații reologice extensionale în dispozitivul CaBER

Caracterizarea biofluidelor în mișcarea uniaxială a fost realizată la 25 °C cu ajutorul reometrului de rupere capilară (CaBER-1, Thermo Haake GmbH, Germania) echipat cu o cameră video ultra-rapidă *Photron Fastcam Mini UX 100* și un senzor de forță *Kistler*. Pentru măsurarea forțelor axiale ce iau naștere în filament, senzorul de forță a fost fixat pe placa inferioară a geometriei de măsurare cu diametrul standard $D = 6\text{mm}$. Montajul experimental este prezentat în Fig.9.



Figura 9. Dispozitivul extensional CaBER și montajul experimental utilizat.

Protocolul de testare presupune poziționarea fluidului de interes între cele două plăci paralele cu diametrul $D_0 = 6 \text{ mm}$ aflate în repaus la o distanță inițială, $L_0 = 3 \text{ mm}$. Placa inferioară a geometriei rămâne în poziție fixă, în timp ce placa superioară este separată rapid, într-un timp de 50 ms, până la distanța finală, $L_f = 11 \text{ mm}$ în vederea facilitării formării unui filament instabil în extensie care, eventual se va rupe. Filamentul format este în general cilindric în centru și are raza secțiunii transversale mult mai mică în această zonă decât în regiunile de capăt.

Tabelul 2. Parametrii extensionali folosiți în dispozitivul CaBER

Parametru	Simbol	Valoare optimă
Temperatură	θ	25 °C
Distanță inițială	L_0	3 mm
Distanță finală	L_f	11 mm
Deformația Hencky instantanee	ε_H	1.28
Raportul dimensiunilor inițiale	Λ_i	1
Raportul dimensiunilor finale	Λ_f	3.67
Profil de deformare uniaxială		linear
Timp de deformare	t_s	50 ms
Numărul Bond	Bo	< 0.2
Timp de înregistrare experimental		6 s la 5000 Hz

4.2. Investigații reologice în forfecare și oscilație

Proprietățile reologice ale biofluidelor au fost testate în forfecare și oscilație cu reometre de tip stress control (Haake1, Thermo Scientific GmbH, Germania și MCR 301, Anton Paar, România), atât în geometrii con-placă de 30mm/1°, respectiv 35mm/1°, cât și în cilindrii concentrici (Z20). Dispozitivele reologice sunt ilustrate în Fig.10.

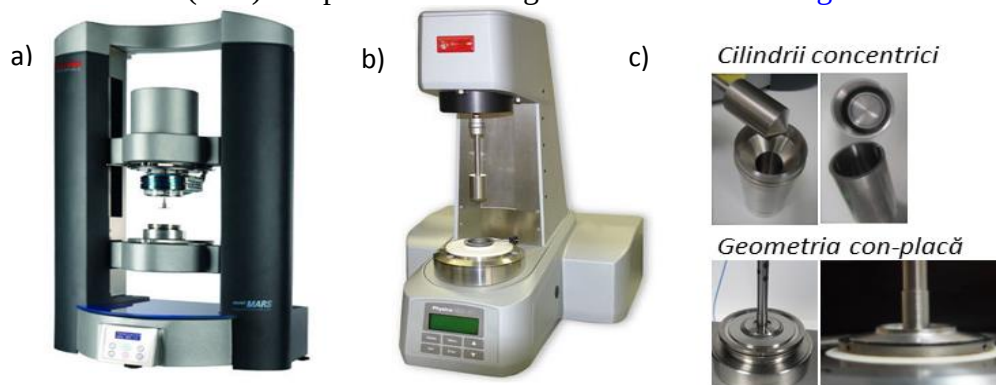


Figura 10. Reometrele Haake Mars a), MCR 301 b) și geometriile utilizate c).

4.3. Investigații reologice într-un sistem de amestecare ad-hoc

În acest studiu am fost interesați de efectul soluțiilor salivare asupra comportamentului reologic al produselor pentru disfagie. Pentru investigarea reologică a unor astfel de interacțiuni a fost folosită o geometrie de amestecare elicoidală (Fig.11) adaptată pentru a fi utilizată în locul cilindrului de măsură din geometria cu cilindrii concentrici.

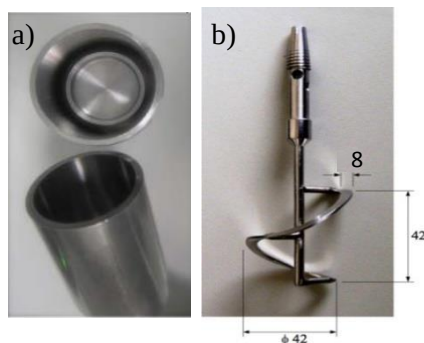


Figura 11. Geometria de amestecare ad-hoc: rezervorul cilindric a) și geometria elicoidală b).

Geometria de amestecare nu este o geometrie standard, comercială și a fost adaptată pentru a putea fi folosită cu reometrul *Haake*, Germania. Deoarece această geometrie nu este pre-calibrată, reometrul nu poate calcula direct viscozitatea în forfecare, însă poate măsura momentul [70]. Singurul parametru controlabil este viteza de rotație N [rot/min]. Pentru a determina viteza de deformare la o anumită viteză de rotație a fost folosită relația:

$$\dot{\gamma} = K_s \cdot N \quad (4.1)$$

unde coeficientul K_s a fost determinat pentru diferite intervale de viscozitate. Momentul înregistrat de reometru este proporțional cu viscozitatea prin relația:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \xi \frac{M}{\dot{\gamma}} \Big|_{\dot{\gamma}=ct} \quad (4.2)$$

unde ξ este un coeficient de proporționalitate.

Folosind această geometrie, se poate determina viscozitatea la o viteză de deformare constată. În cazul de față $\dot{\gamma} = 50 \text{ s}^{-1}$, deoarece $\eta(50 \text{ s}^{-1})$ este valoarea de interes în cazul fluidelor pentru disfagie (conform recomandărilor standardului *NDD*). Avantajul folosirii acestei geometrii este posibilitatea de a adăuga fluidul salivar direct în geometria de măsură fără a fi necesară oprirea aparatului. Acest lucru permite observarea instantanee a efectului salivei asupra viscozității. O schemă foarte simplificată a procedurii de utilizare și a datelor extrase din acest tip de testare este prezentată în Fig.12.

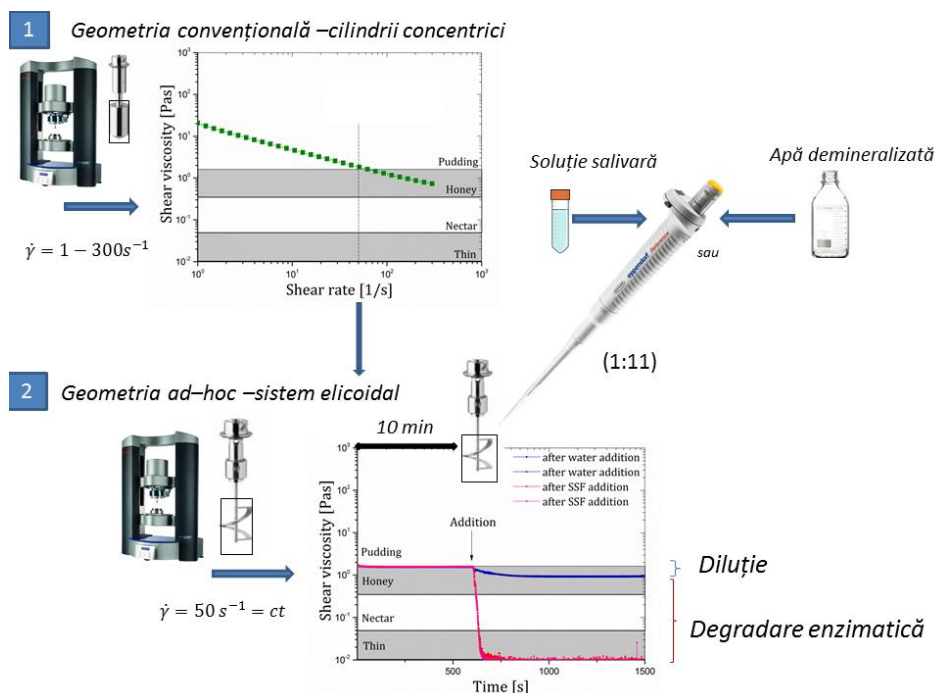


Figura 12. Procedura de testare a fluidelor nutriționale folosind geometria standard (1), respectiv folosind geometria de amestecare ad-hoc (2).

Capitolul 5. REZULTATE EXPERIMENTALE ȘI DISCUȚII

5.1. Reologia soluțiilor polimerice pe bază de xantan

5.1.1. Reologia soluțiilor de xantan

Utilitatea polimerilor solubili în apă, atât în industrie, cât și în medicină se datorează în principal capacității acestora de a induce diferite proprietăți funcționale, însă cea mai importantă caracteristică este abilitatea de a modifica proprietățile mediilor apoase, prin capacitatea de a îngroșa, a emulsiona, a stabiliza și de a forma suspensii, geluri, filme și membrane [1, 25, 187]. Capabilitățile celor mai utilizați agenți de îngroșare (folosiți în industria biomedicală) în a modifica proprietățile reologice ale apei sunt ilustrate în Fig.13. Curbele de vâkozitate au fost obținute la 25 °C pentru soluții apoase cu o concentrație de 0,5 % polimer.

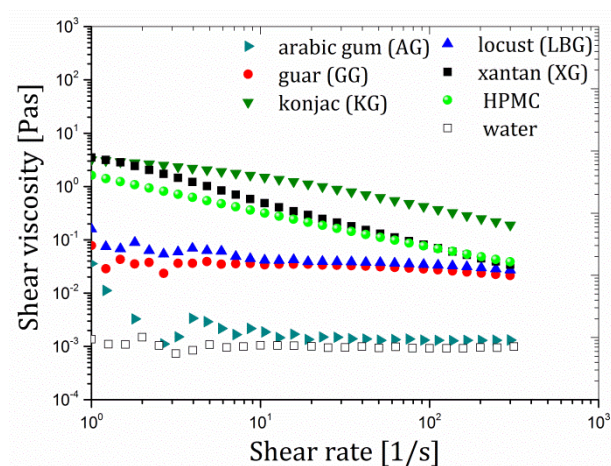


Figura 13. Curbele de vâkozitate pentru soluții apoase de polimeri la o concentrație de 0,5 %.

Efectul concentrației de gumă xantan asupra proprietăților reologice ale apei au fost evaluate la forfecare în condiții statice și dinamice. Eforturile la forfecare și curbele de vâkozitate sunt prezentate în Fig.14.

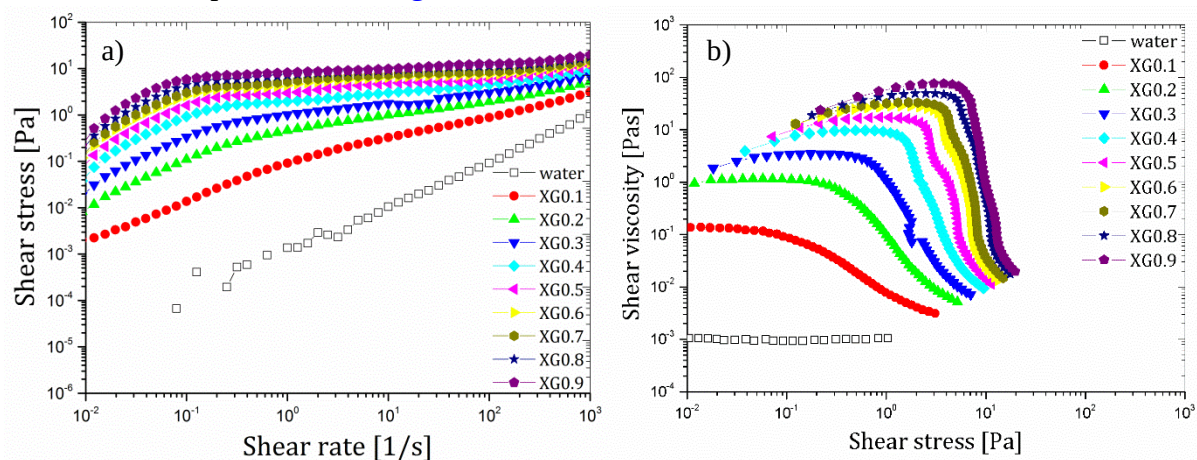


Figura 14. Curbele de curgere (a) și vâkozitatea în funcție de efortul de forfecare (b) pentru soluții apoase de gumă xantan de diferite concentrații. Pentru proba XG0.3, abaterea de la dependență este cauzată de erori experimentale.

Pentru soluțiile de gumă xantan din Fig.14a, efortul de forfecare crește cu concentrația și cu viteza de forfecare. La viteze de forfecare ce tind spre zero, efortul de forfecare este nenul, indicând existența unui prag de curgere, chiar și la concentrații foarte mici de xantan. Se poate observa că pragul de curgere crește odată cu creșterea concentrației de polimer din soluție. Acest comportament este mai bine evidențiat atunci când se reprezintă grafic viscozitatea la forfecare în funcție de efortul de forfecare, așa cum este ilustrat în Fig.14b. Două regiuni pot fi observate pentru fiecare soluție de xantan: (i) o regiune cu prag de curgere reflectat de o viscozitate constantă (XG0.1-XG0.3) sau care continuă să crească (XG0.4-XG0.9) la intervale relativ mici de forfecare și (ii) o regiune de fluidificare la forfecare, unde viscozitatea scade în mod substanțial odată cu creșterea efortului de forfecare aplicat. Apariția pragului de curgere este determinată de creșterea numărului de legături de hidrogen în soluțiile concentrate. Creșterea numărului de interacțiuni și asocieri intermoleculare odată cu concentrația poate explica creșterea rezistenței la curgere în soluțiile XG0.4-XG0.9 (reflectată prin creșterea viscozității la eforturi de forfecare mici). În momentul când solicitarea aplicată depășește magnitudinea forțelor de interacțiune intermoleculară, pragul de curgere este depășit și structura macromoleculară este dezorganizată, făcând ca lanțurile macromoleculare să fie orientate pe direcția deformației, iar fluidul să manifeste comportamentul „*shear thinning*”, așa cum este ilustrat în Fig.15a [17].

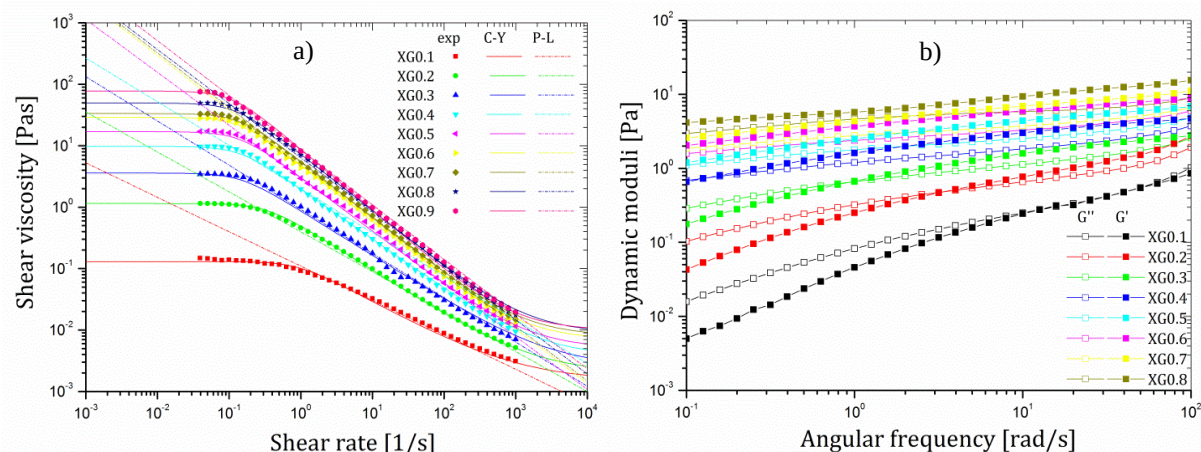


Figura 15. Viscositatea la forfecare și predicțiile modelelor Carreau-Yasuda (—) și Power-Law (---) (a) și spectrul mecanic obținut în domeniul liniar (b), la 25 °C, pentru soluțiile de xantan.

Pentru a determina proprietățile soluțiilor de xantan în elongație uniaxială, a fost folosit dispozitivul capilar CaBER. Filamentele în extensie sunt ilustrate în Fig.16. În setul de imagini sunt reprezentate filamentele în repaus (-50 ms), la momentul începerii procesului CaBER propriu-zis (0 ms) și la 6 intervale de timp ce preced ruperea capilară, t_b (breakup time). La concentrații sub 0,4 % polimer, filamentul este non-cilindric și puternic curbat în zona inferioară, specific fluidelor slab vâscoase. La concentrații mai mari de 0,4 %, filamentul devine cilindric și omogen, similar fluidelor viscoelastice ideale. De asemenea, fluidele sub 0,4 % polimer formează picături-satelit, ce se desprind din filament, în timp ce fluidele viscoelastice prezintă filamente ce își păstrează integritatea până la finalul procesului capilar. Capacitatea fluidelor de a forma filamente compacte este una din proprietățile de interes studiate în această lucrare. În managementul disfagiei se dorește ca fluidul să reziste în elongație un timp suficient de lung, încât să se asigure transportul și livrarea integrală a bolului alimentar spre tractul digestiv, diminuând astfel riscul de aspirație.

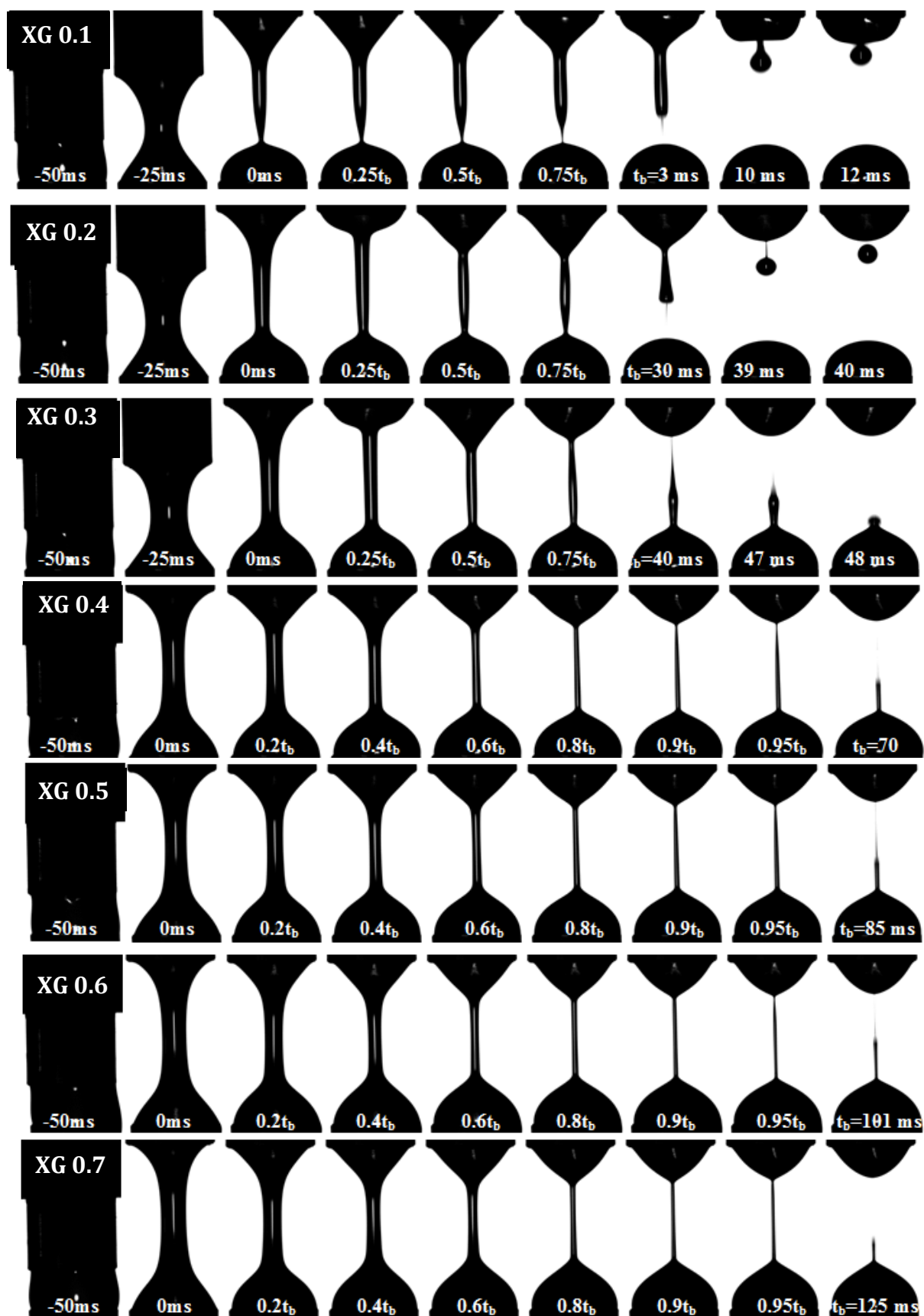


Figura 16. Forma filamentelor soluțiilor de xantan testate în extensie uniaxială.

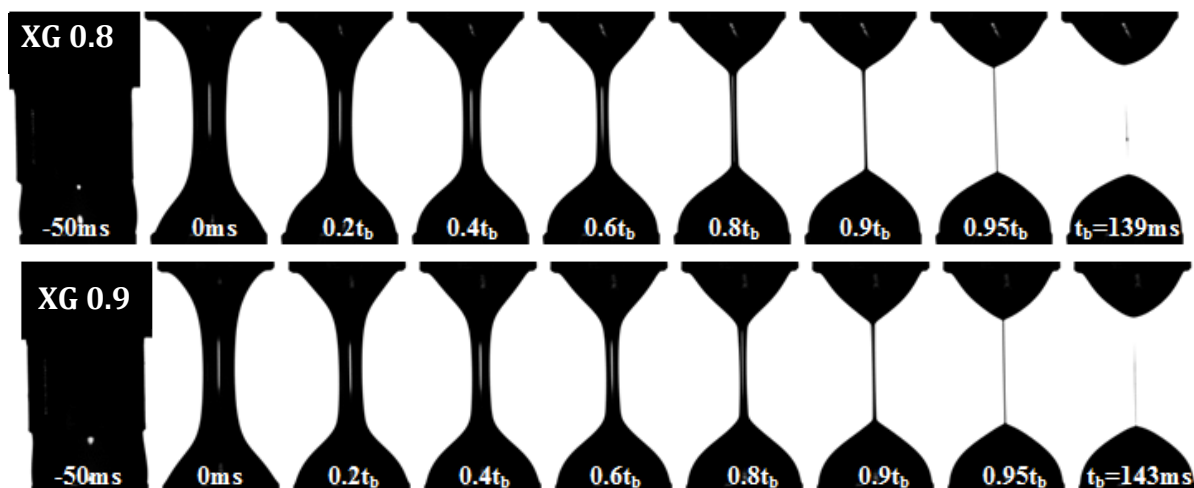


Figura 16. Forma filamentelor soluțiilor de xantan testate în extensie uniaxială (continuare).

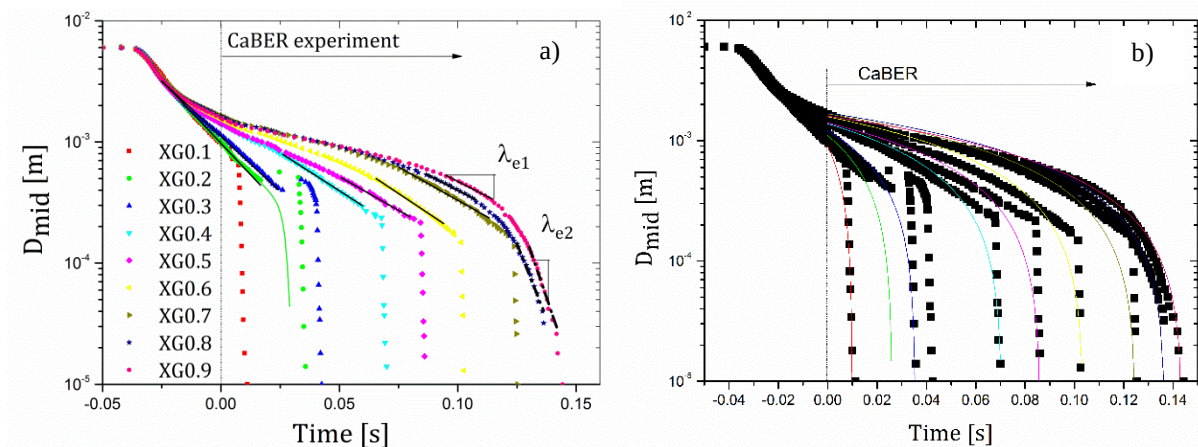


Figura 17. Evoluția diametrului mediu pentru filamentele soluțiilor de xantan testate.

Liniile negre reprezintă aproximarea evoluției diametrelor cu un model exponențial (a). Aproximarea evoluției diametrelor filamentelor cu un model complex (b).

În Fig.17 sunt ilustrate aproximările filamentelor cu modelul exponențial propus de *Entov și Hinch* (Fig.17a), respectiv cu modelul propus de *Stelter și colab.* (Fig.17b) [194]. Se poate observa că nici unul din modele nu aproximează în totalitate datele experimentale.

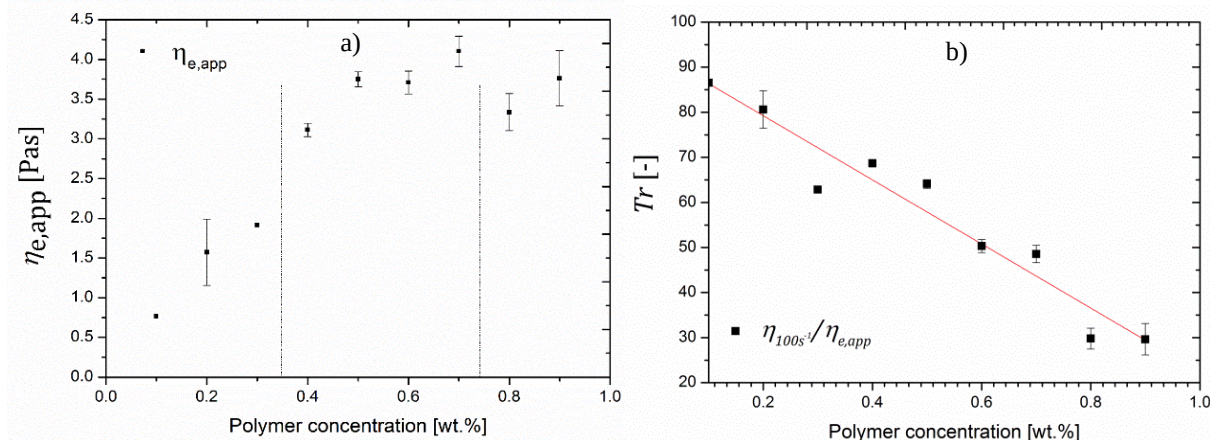


Figura 18. Evoluția viscozității extensionale aparente la echilibru (a) și evoluția numărului Trouton (b) în funcție de concentrația de xantan din soluție.

În timp ce viscozitatea extensională crește odată cu concentrația de xantan din soluție (Fig.18a), numărul Trouton (Fig.18b) descrește odată cu creșterea concentrației. Acest comportament indică faptul că viscozitatea în forfecare crește mai repede decât viscozitatea extensională în condiții de deformare echivalente.

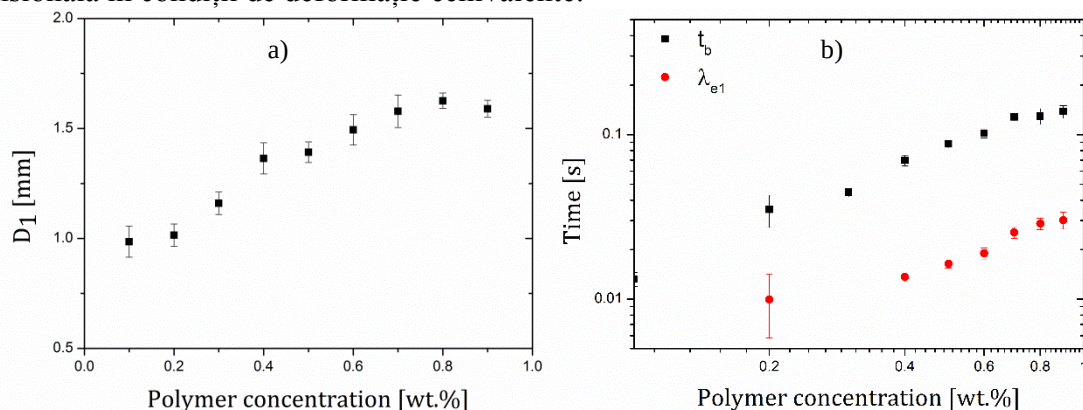


Figura 19. Evoluția diametrului inițial D_1 (a) și a timpilor caracteristici λ_{e1} și t_b (b) în funcție de concentrația de xantan din soluție.

Diametrul inițial, D_1 , timpul de relaxare caracteristic, λ_{e1} și timpul de rupere, t_b (Fig.19), cresc odată cu concentrația de polimer din soluție. Se estimează că timpii de relaxare mai mari, determinați de structura complexă a soluțiilor analizate, pot fi corelați cu o evoluție mai sigură a filamentului în elongație. Din punct de vedere practic, determinarea timpului de relaxare caracteristic este dependentă de asigurarea condițiilor de cilindricitate a filamentului și a vizibilității domeniului de descreștere exponențială. În domeniul industrial, unde concentrațiile de xantan sunt mai mari de 0,5 %, timpul de relaxare poate fi în anumite condiții un parametru dificil de determinat. Un parametru ce poate fi întodeauna extras dintr-un test capilar este timpul de rupere. Cu cât timpul de rupere este mai lung, cu atât filamentul este mai capabil să reziste procesului de rupere capilară.

5.1.2. Soluții binare pe bază de xantan

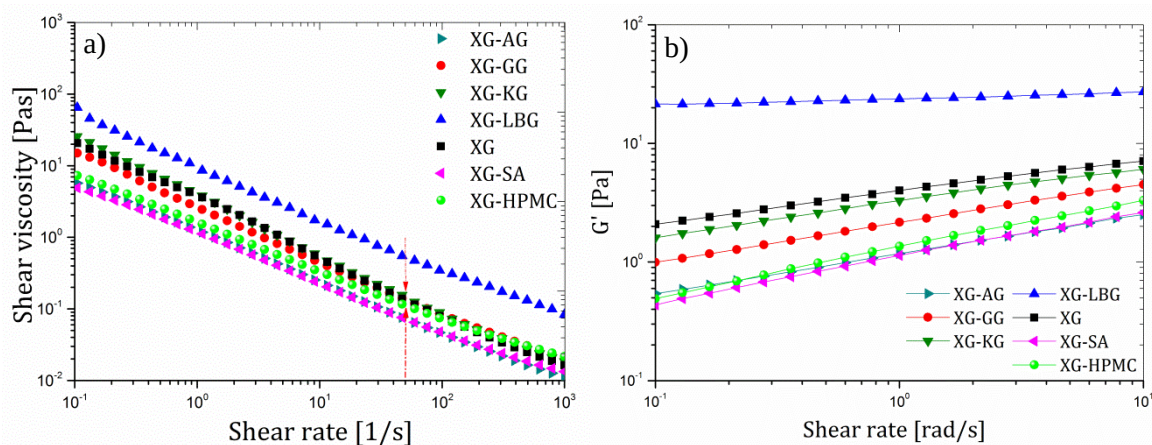


Figura 20. Curbele de viscozitate la forfecare (a) și modulele elastice (b) pentru amestecurile binare de gume studiate. Modulele dinamice au fost obținute în domeniul viscoelastic liniar (SAOS).

Amestecurile XG-AG și XG-SA prezintă caracter viscoelastic asemănător (Fig.20a), însă inferior celui obținut în cazul soluției simple XG. La viteze de forfecare mici, XG-HPMC prezintă caracter reologic asemănător soluțiilor XG-SA și XG-AG, indicând o capacitate inferioară a amestecului XG-HPMC în a crea rețele polimerice compacte, comparativ cu XG, XG-KG și XG-GG. În domeniul vitezelor de forfecare $\dot{\gamma} \in (10, 100)$, XG-KG, XG-HPMC,

XG-GG și XG prezintă comportamente similare. XG-LBG creează un gel puternic. Soluția XG prezintă comportamentul viscoelastic dominant, urmată de XG-KG și XG-GG.

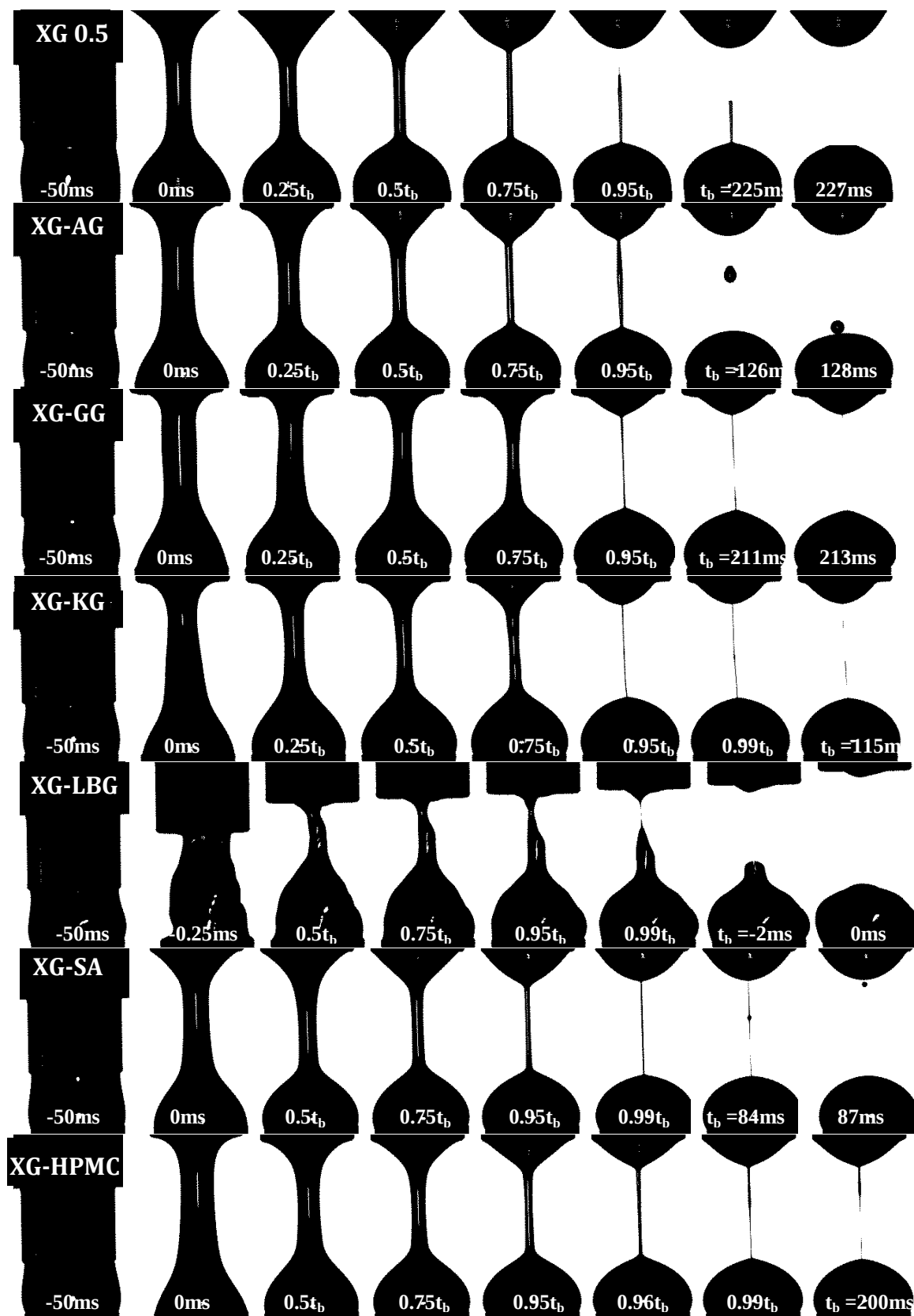


Figura 21. Filamentele soluțiilor viscoelastice binare de gume pe bază de xantan.

În Fig.21 sunt ilustrate filamentele obținute în CaBER pentru soluțiile viscoelastice testate. Amestecul XG-LBG formează un gel puternic și, datorită pierderii aderenței fluidului pe placa superioară, analiza unui astfel de filament utilizând CaBER nu este posibilă. Este interesant de remarcat că amestecul XG-LBG formează un filament puternic neomogen în elongație, care se rupe înainte de terminarea procesului elongațional impus. Astfel de geluri nu pot fi testate folosind dispozitivul CaBER, deoarece evoluția filamentului nu poate fi evaluată corespunzător, iar timpul de relaxare caracteristic nu poate fi determinat. În ceea ce privește timpul de rupere, în cazul gelurilor, acesta este în principal cauzat de pierderea aderenței fluidului cu partea geometriei ce produce elongația, deci nici acesta nu ilustrează proprietățile intrinseci ale materialului. Pentru a testa astfel de fluide este necesară folosirea unor plăci acoperite cu soluții superaderente sau cu microstructuri.

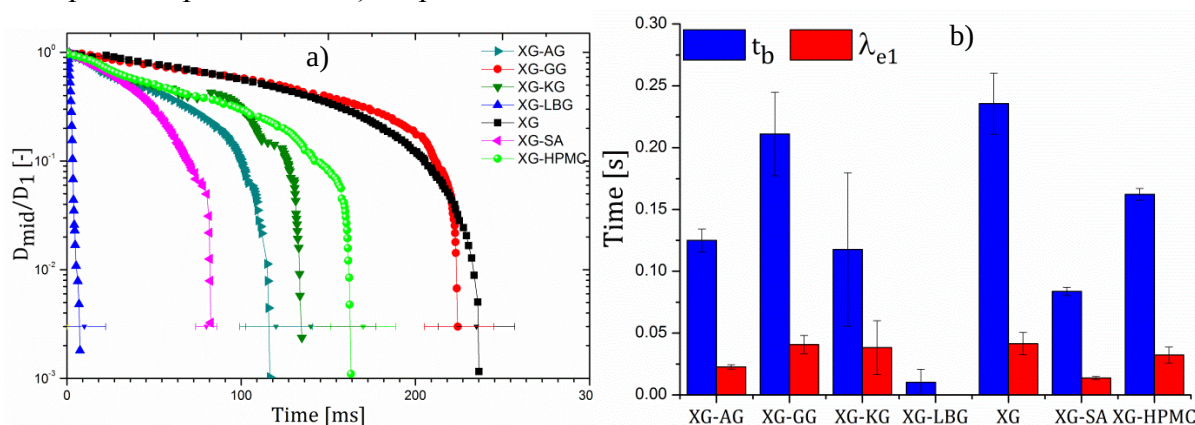


Figura 22. Evoluția diametrului mediu (a), a timpului de rupere și a timpului caracteristic în elongație (b) pentru amestecurile polimerice pe bază de gumă xantan.

Cele mai stabile amestecuri binare, din punct de vedere al formei și duratei de viață a filamentului, sunt amestecurile de XG-GG și XG-HPMC. Soluția XG-KG formează o structură de gel, însă mai puțin puternică decât XG-LBG. Filamentul acestuia se deformează cvasi-omogen în CaBER. Deși prezintă proprietăți similare cu soluțiile XG-GG, XG-KG formează un filament a cărui durată de viață este mai redusă decât în cazul soluției XG-GG sau XG (Fig.22a). Acest efect de sinergie negativă poate fi observat și în testele de *Amplitude Sweep*.

5.1.3. Soluții apoase ale amestecurilor de gumă cu amidon

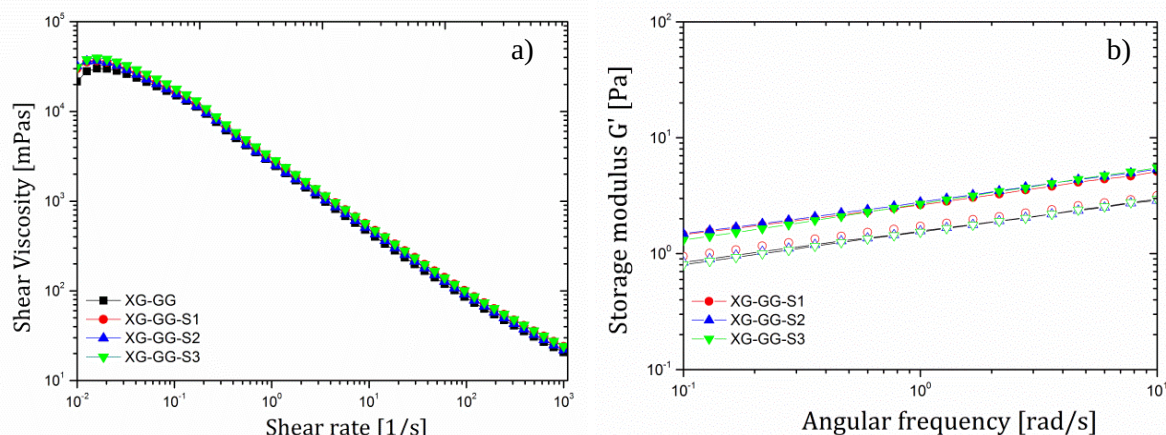


Figura 23. Viscositatea la forfecare (a) și modulele elastice obținute în SAOS (b) pentru soluțiile pe bază de xantan-guar și amidon. Codurile S1, S2, S3 reprezintă tipuri diferite de amidon folosite în amestecuri cu gumele xantan-guar.

În general, amestecul XG-GG este preferat în locul soluției de xantan deoarece, în amestec cu gumă guar, xantanul se hidratează mai ușor și mai rapid în apă.

Pentru a determina influența amidonului asupra reologiei soluției binare de XG-GG, trei tipuri diferite de amidon (codate S1, S2, S3) au fost folosite pentru a produce amestecuri de xantan – guar cu amidon. Rezultatele în forfecare sunt ilustrate în Fig.23. Se poate observa că adăția de 0,6 wt% amidon nu influențează în nici unul dintre cazuri viscozitatea soluției binare testate. Cu toate acestea, rezultatele obținute în elongație, respectiv timpul de rupere și timpul de relaxare caracteristic (Fig.24) ilustrează mici diferențe la nivel molecular. Se observă că amestecul XG-GG-S1 prezintă un timp de rupere, respectiv un timp de relaxare caracteristic, mai mare decât soluțiile XG-GG-S2 și XG-GG-S3, ale căror proprietăți elongaționale sunt similare.

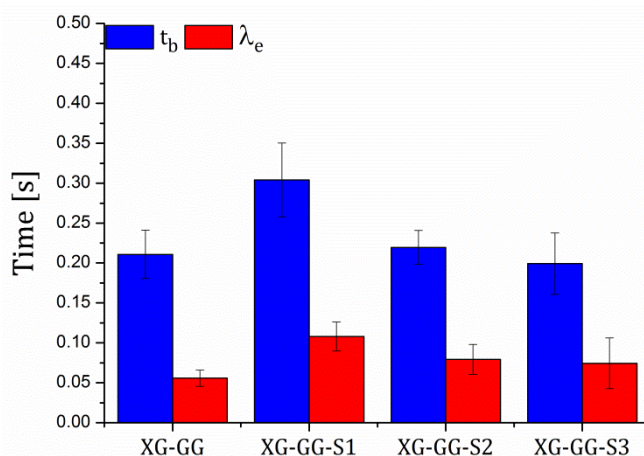


Figura 24. Comportamentul extensional (timpul de rupere și timpul caracteristic) pentru amestecurile de gume XG-GG și amidon.

5.2. Proprietățile elongaționale ale produselor pentru disfagie

5.2.1. Produse gata preparate

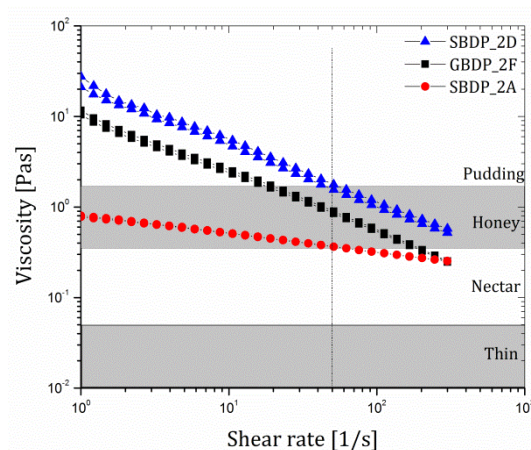


Figura 25. Curbele de viscozitate pentru trei fluide gata preparate pe bază de amidon (*starch based*): SBDP_2D și SBDP_2A, respectiv pe bază de gumă xantan (*gum based*): GBDP_2F.

Fig.25 ilustrează curbele de viscozitate pentru trei produse comerciale pentru disfagie, gata preparate. În principal, produsele pe bază de amidon conțin aceleași ingrediente, însă în proporții diferite. SBDP_2D este dedicat tratamentului stadiului 3, în timp ce SBDP_2A este recomandat pentru stadiul 1. Produsul pe bază de gumă xantan, GBDP_2F este intenționat tratamentul stadiului 2. Toate fluidele prezintă caracter *shear thinning*.

În Fig.26 sunt ilustrate filamentele obținute în elongație uniaxială pentru cele trei fluide. Filamentele diferă de la un produs la altul, atât în funcție de agentul de îngroșare, cât și în funcție de concentrația acestuia. Timpul de rupere al filamentului este proporțional cu viscozitatea, respectiv fluidul cel mai viscos (SBDP_2D) are timpul de rupere cel mai lung, în timp ce fluidul cel mai slab viscos (SBDP_2A) are timpul cel mai scurt.

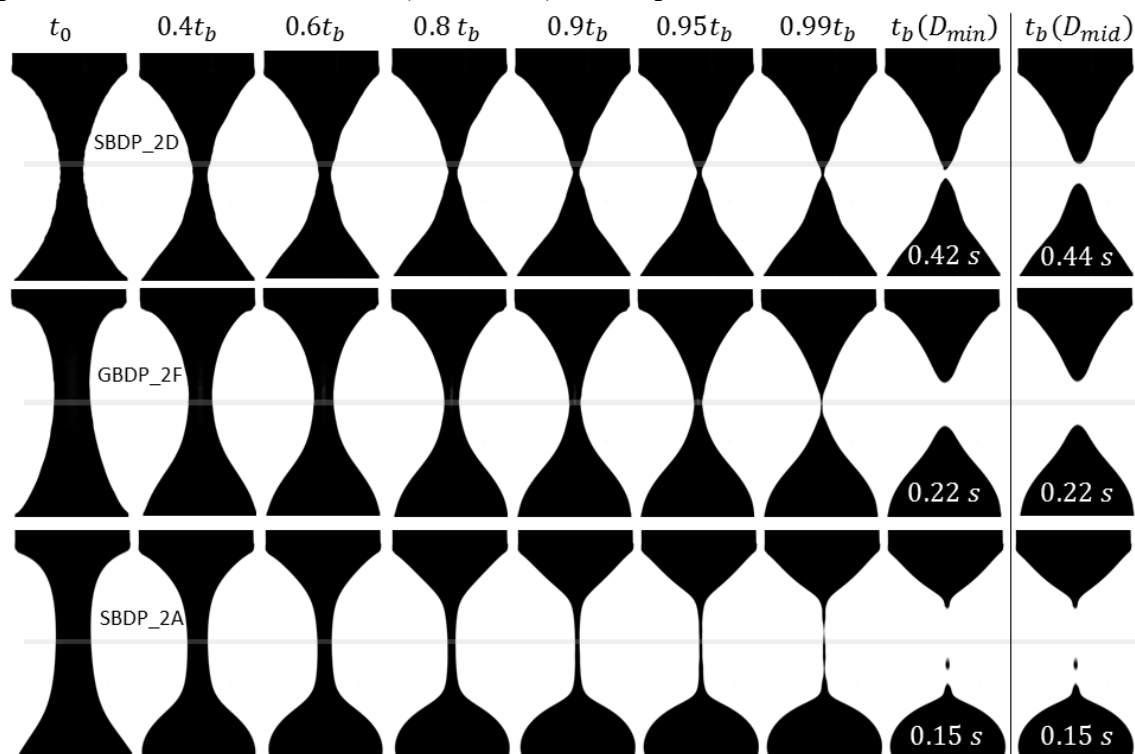


Figura 26. Evoluția filamentelor în elongație pentru cele trei produse gata preparate: SBDP_2D (a), GBDP_12F (b) și SBDP_2A (c).

Fluidul SBDP_2D prezintă o evoluție specifică emulsiilor, cu o zonă de gâtuire pronunțată, în timp ce SBDP_2A formează un filament cilindric, specific fluidelor elastice. Fluidul GBDP_2F prezintă o evoluție intermediară. Filamentul evoluează similar fluidului pe bază de amidon în prima parte a evoluției, iar aproape de zona de rupere capilară filamentul devine cilindric, evidențiind proprietăți elastice.

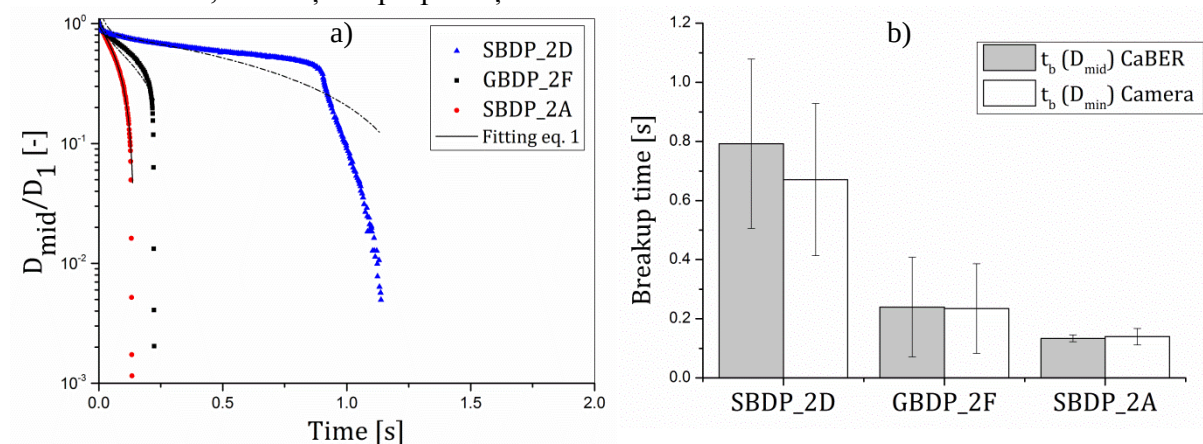


Figura 27. Evoluția diametrului mediu (a) și timpilor de rupere (b) pentru cele trei fluide gata preparate.

Evoluția diametrului în zona mediană nu poate fi aproximată corespunzător pentru toate cele trei fluide folosind modelul exponențial (Fig.27a). Acest lucru este datorat faptului

că pentru fluidul cel mai vâscos (SBDP_2D) filamentul nu se rupe exact în zona mediană, ci puțin deasupra acesteia (corespunzătoare momentului de timp $t_b(D_{min})$). Laserul micrometric înregistrează în acest caz evoluția filamentului în afara zonei de ruptură capilară și un timp de rupere mai lung, așa cum este ilustrat în Fig.27b. Pentru fluidele GBDP_2F și SBDP_2A, filamentul se rupe exact în zona centrală, iar diametrul și timpul de rupere înregistrate de CaBER sunt identice cu cele din zona de rupere.

5.2.2. Fluide obținute prin îngroșare

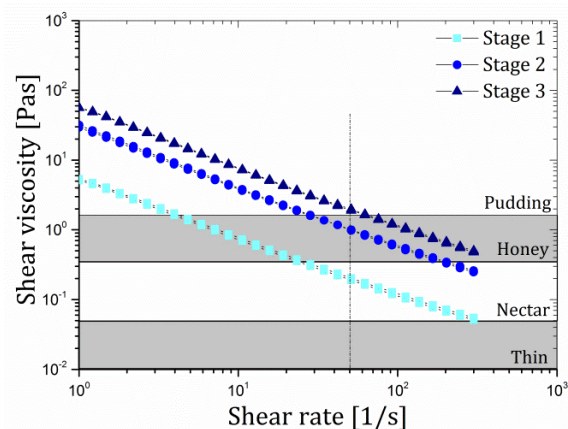


Figura 28. Curbele de viscozitate pentru trei fluide obținute prin îngroșare cu pudră pe bază de xantan.

Fig.28 ilustrează evoluția viscozității în funcție de viteza de forfecare pentru trei fluide obținute prin îngroșare cu o pudră pe bază de xantan. Cele trei fluide diferă prin concentrația de pudră adăugată în același volum de apă. Toate cele trei fluide obținute prezintă caracter *shear thinning*.

În Fig.29 se poate observa că filamentele celor trei fluide obținute diferă semnificativ. Fluidul pentru stadiul 1 de tratament (Stage 1) prezintă un filament elastic, cilindric ce se rupe în zona centrală. Fluidul pentru stadiul 2 (Stage 2) formează un filament puternic curbat în zona inferioară, ce se rupe foarte aproape de zona mediană, în timp ce fluidul pentru stadiul 3 (Stage 3) formează un filament neomogen care nu se rupe în timpul de observație experimental. De aceea numai fluidele pentru stadiile 1 și 2 de tratament pot fi evaluate din punct de vedere al timpului de rupere al filamentului, în timp ce fluidele pentru stadiul 3 sunt mult prea concentrate pentru a fi testate cu această tehnică extensională.

Timpii de rupere în extensie obținuți pentru fluide îngroșate cu 4 tipuri comerciale de pudre sunt ilustrați cu albastru în Fig.30. În comparație cu produsele nutriționale gata-preparate, fluidele obținute prin îngroșare prezintă timpi de rupere mai mari, atât în stadiul 1, cât și în stadiul 2 de tratament.

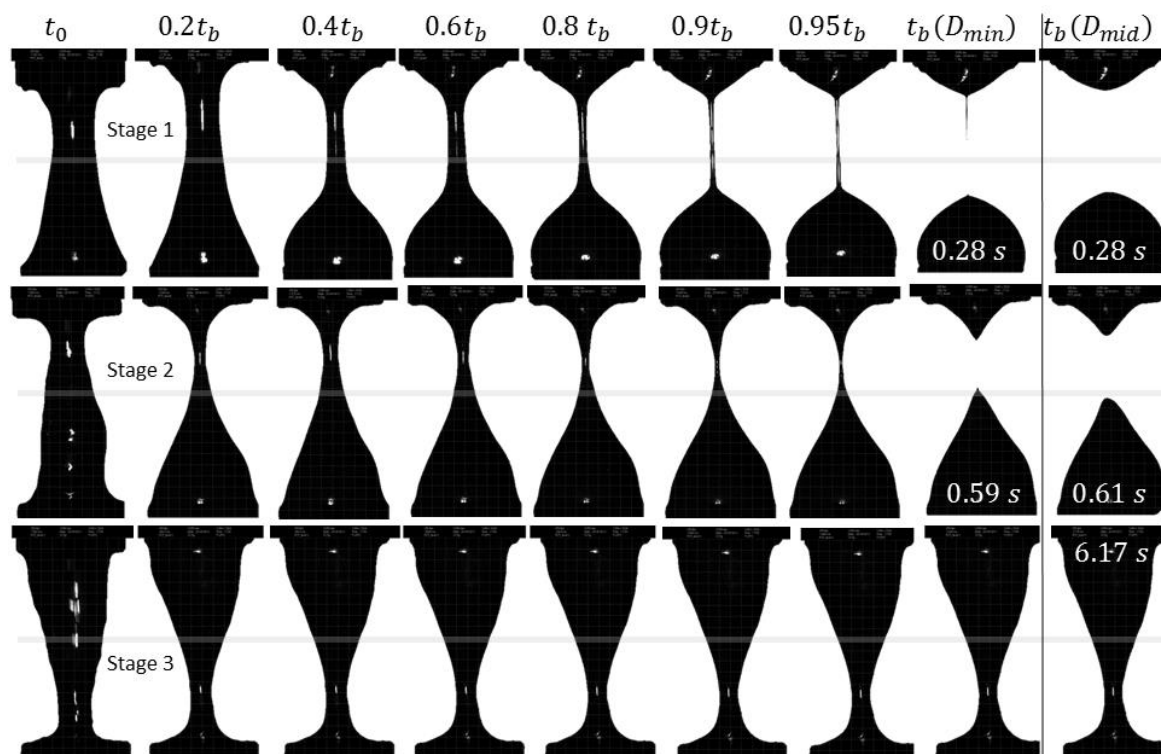


Figura 29. Evoluția filamentelor în elongație pentru fluidele obținute prin îngroșare cu pudra pe bază de xantan GBTF_2A: stadiul 1(a), stadiul 2 (b) și stadiul 3 (c).

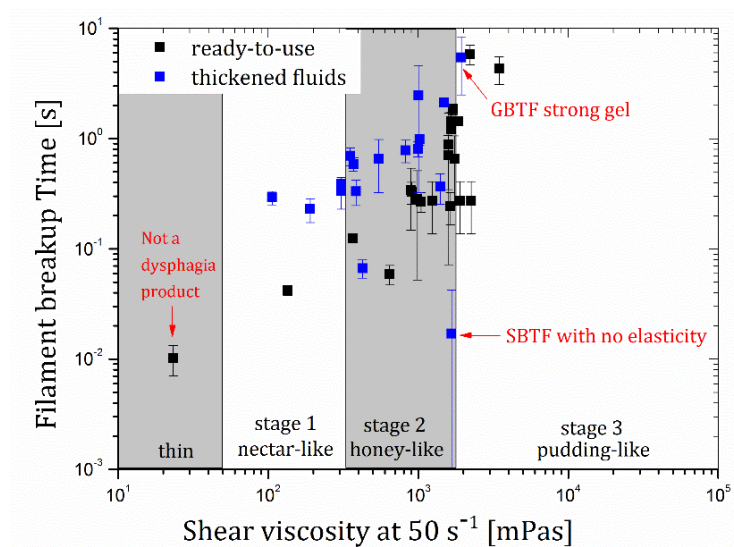


Figura 30. Timpul de rupere în elongație în funcție de viscozitatea în forfecare la 50 s^{-1} pentru diferite clase de fluide obținute prin îngroșare (albastru), respectiv pentru fluide nutriționale gata-preparate (negru) folosite în tratamentul disfagiei.

5.3. Efectul fluidelor salivare artificiale asupra reologiei produselor pentru disfagie

5.3.1. Produse pe bază de amidon

Fig.31 ilustrează evoluția în elongație a filamentului unui produs nutrițional pe bază de amidon, atât în stare pură (Fig.31a), cât și după amestecul cu apă (Fig.31b), respectiv după adăugarea de soluție de α -amilază, SSF (Fig.31c). Se poate observa că adăugarea de apă nu modifică semnificativ forma filamentului, însă scurtează timpul de rupere al filamentului de la 1,42 s la 0,28 s. Adăugarea de SSF, însă, duce atât la modificarea formei filamentului, cât și la scăderea dramatică a duratei sale de viață de până la 0,004 s. Acest comportament este determinat de efectul enzimatic rapid al amilazei asupra amidonului din fluidul nutrițional.

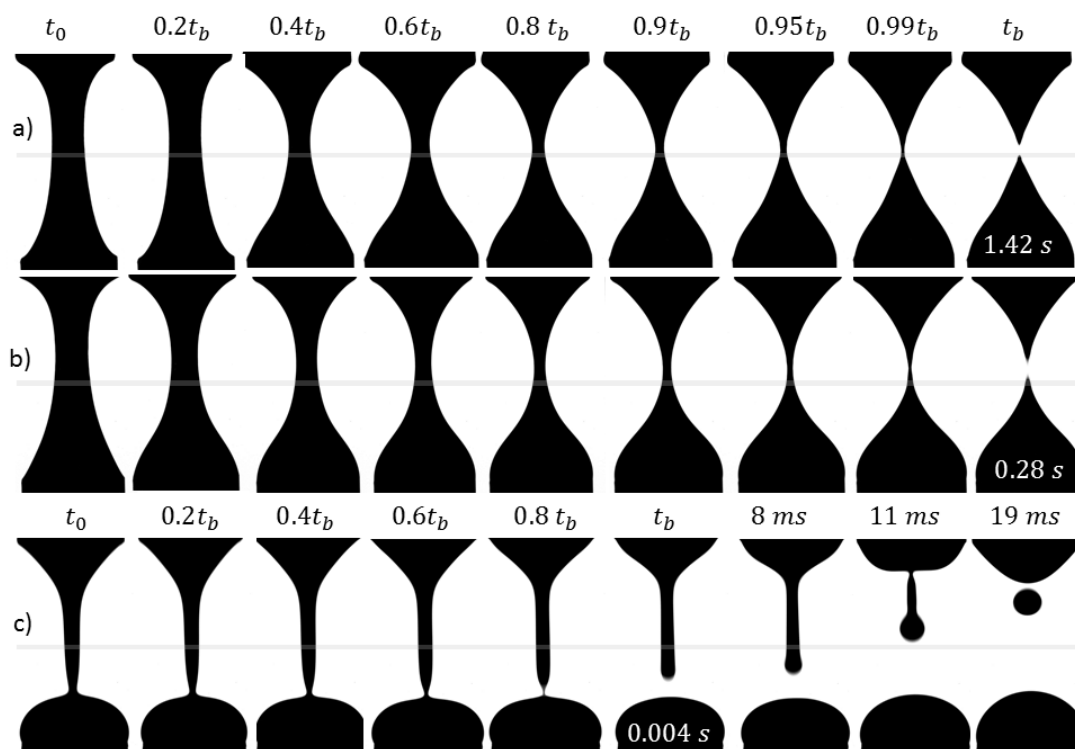


Figura 31. Evoluția filamentului unui produs nutrițional pe bază de amidon în stare pură (a), după adăugarea de apă (b), respectiv după adăugarea de SSF (c).

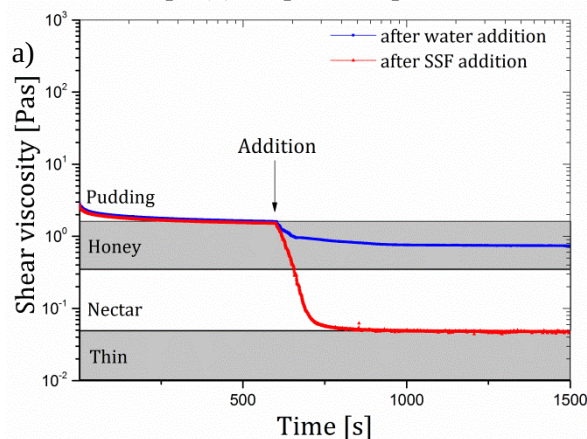


Figura 32. Evoluția viscozității la viteza de forfecare de 50 s^{-1} pentru un fluid nutrițional pe bază de amidon înainte și după adăugarea de apă, respectiv SSF.

În forfecare, adiția de apă duce la o diminuare a viscozității datorată procesului de diluție (curba albastră din Fig.32), în timp ce adiția de SSF determină o scădere rapidă și semnificativă a viscozității datorată procesului enzimatic (curba roșie din Fig.32).

5.3.2. Produse pe bază de amestecuri de gume și amidon

Fig.33 ilustrează evoluția filamentului unui produs nutrițional pe bază de gume și amidon, atât în stare pură (Fig.33a), cât și după amestecul cu apă (Fig.33b), respectiv după adiția de SSF (Fig.33c). Se poate observa că adiția de apă sau de SSF nu modifică semnificativ forma filamentului, însă ambele scurtează timpul de rupere al filamentului de la 0,72 s la aproximativ 0,10 s. Atât adiția de apă, cât și de SSF, determină un simplu proces de diluție. Acest comportament poate fi observat și în evoluția viscozității în forfecare (Fig.34). Adiția de apă, respectiv de SSF, diminuează similar viscozitatea fluidului. Fluidul este rezistent la efectul enzimatic al amilazei.

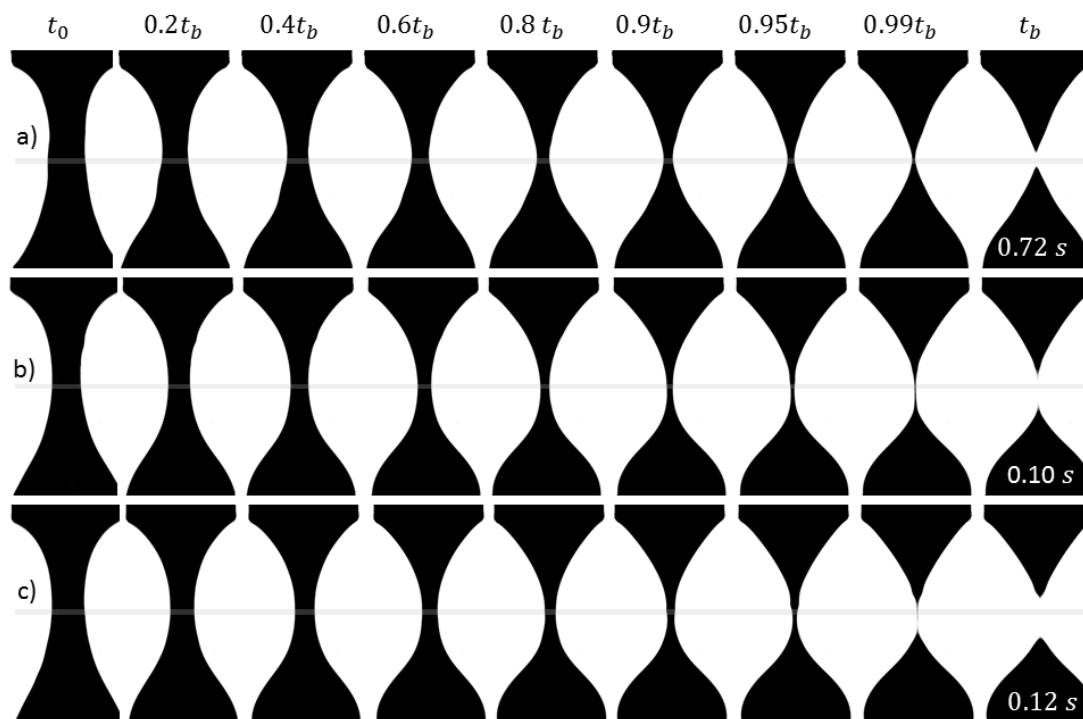


Figura 33. Evoluția filamentului unui produs nutrițional pe bază de amestec de xantan și amidon în stare pură (a), după adiția de apă (b), respectiv după adiția de SSF (c).

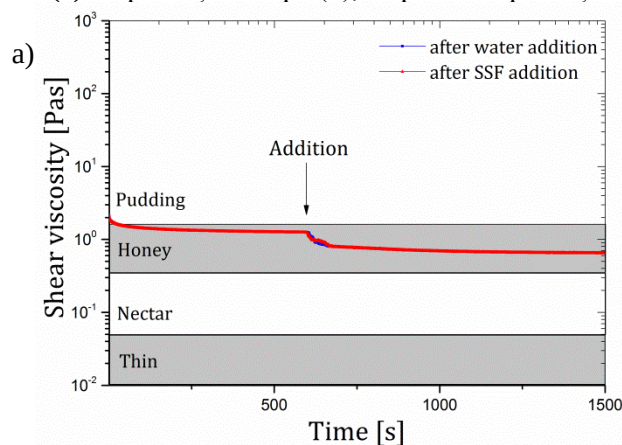


Figura 34. Evoluția viscozității la viteză de forfecare de 50 s^{-1} pentru un fluid nutrițional pe bază de amestec de xantan și amidon înainte și după adiția de apă, respectiv SSF.

5.3.3. Produse pe bază de gumă xantan

Fig.35 ilustrează evoluția în elongație a filamentului unui produs nutrițional pe bază de xantan, atât în stare pură (Fig.35a), cât și după amestecul cu apă (Fig.35b), respectiv după adiția de soluție de α -amilază, SSF (Fig.35c). Atât adiția de apă, cât și adiția de SSF nu modifică semnificativ forma filamentului, însă ambele scurtează timpul de rupere al filamentului de la 0,65 s la 0,15 s. Atât adiția de apă, cât și de SSF, determină un simplu proces de diluție. Acest comportament poate fi observat și asupra evoluției viscozității în forfecare (Fig.35). Adiția de apă, respectiv adiția de SSF, diminuează în aceeași manieră viscozitatea fluidului. Fluidul este rezistent la efectul enzimatic al amilazei. Comparativ cu fluidul pe bază de amestec de xantan și amidon (Fig.33 și Fig.34), fluidul pe bază de xantan este mai rezistent la efectul diluției, viscozitatea fluidului la forfecare scăzând nesemnificativ. De asemenea, procesul tranzitoriu de amestecare după adiția de apă, respectiv SSF, este mult mai scurt decât în cazul fluidului pe bază de amestec de xantan și amidon (Fig.34).

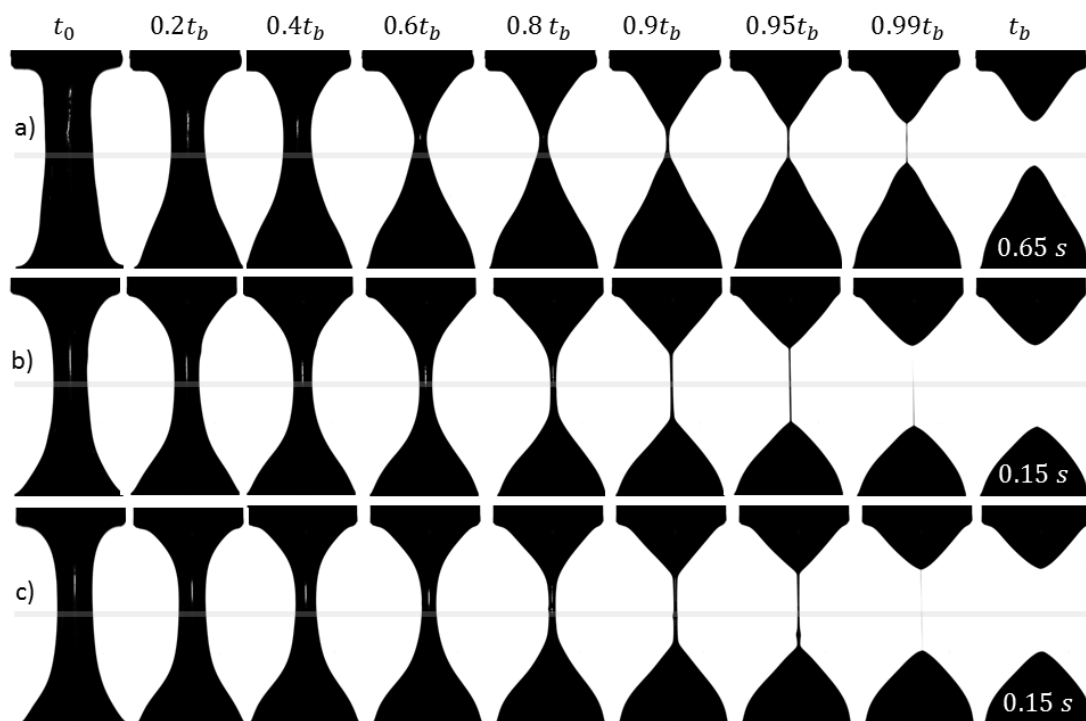


Figura 35. Evoluția filamentului unui produs nutrițional pe bază de xantan în stare pură (a), după adiția de apă (b), respectiv după adiția de SSF (c).

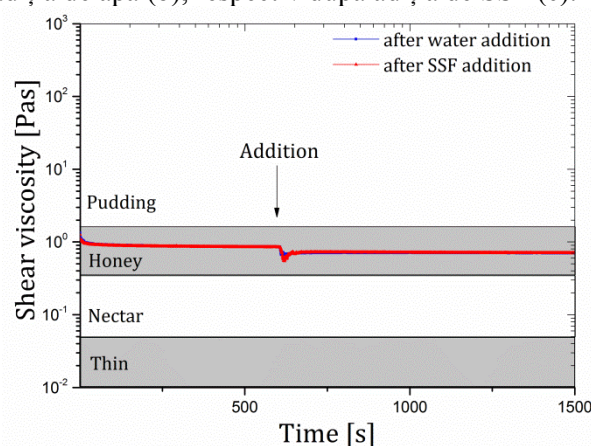


Figura 36. Evoluția viscozității la viteza de forfecare de 50 s^{-1} pentru un fluid nutrițional pe bază de xantan înainte și după adiția de apă, respectiv SSF.

5.4. Efectul salivei umane asupra produselor pentru disfagie

În Fig.37 pot fi observate efectele adărierii de soluție salivară artificială (SSF), de salivă stimulată mecanic (MMS), respectiv de salivă produsă in-vivo (WHS), asupra evoluției unui filament de produs pentru disfagie pe bază de amidon. Se poate observa că elasticitatea salivei produse in-vivo este semnificativ superioară celorlalte tipuri de soluții salivare testate, iar că saliva stimulată mecanic are același efect asupra filamentului ca și soluția artificială (SSF), folosită în studiile anterioare.

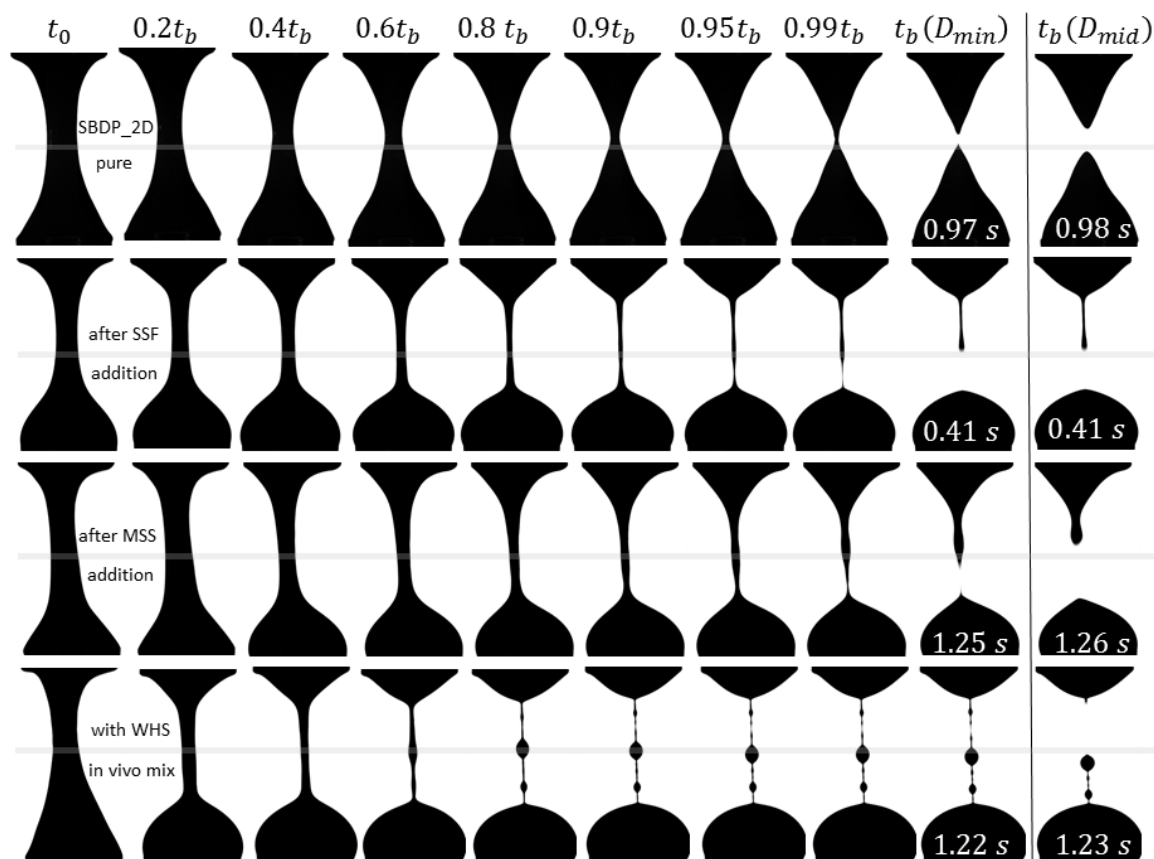


Figura 37. Filamentele în elongație pentru un fluid nutrițional pur (a), în prezența soluției salivare artificiale, SSF (b), a salivei umane stimulate mecanic, MSS amestecate in-vitro (c), respectiv după amestecarea in-vivo a salivei umane, WHS (d).

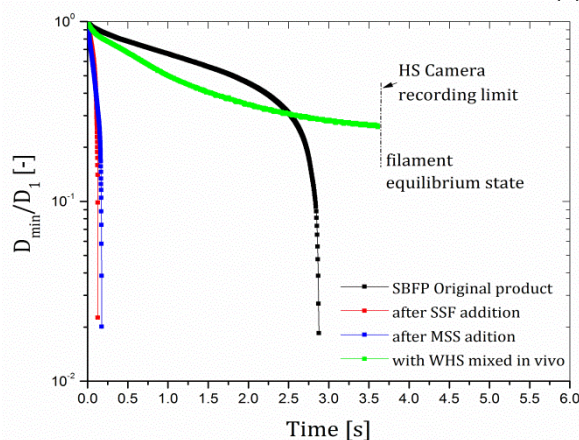


Figura 38. Evoluția diametrelor medii pentru fluidul nutrițional pe bază de amidon în prezența soluției salivare artificiale (SSF), respectiv în prezența salivei umane stimulate mecanic (MSS) și a salivei umane produse la amestecarea produsului in-vivo (WHS).

Atât rezultatele în elongație (Fig.37-38) cât și cele în forfecare dinamică (Fig.39b) ilustrează efecte similare pentru soluțiile salivare testate și evidențiază efectul elasticității crescute a amestecului salivar in-vivo, în prezența salivei umane reale. De asemenea, testele în elongație folosind dispozitivul CaBER par să evidențieze clar un efect pozitiv al salivei umane asupra timpului de rupere al filamentului unui fluid nutrițional pe bază de amidon, comparativ cu soluția salivară artificială folosită în mod curent în testele de calitate.

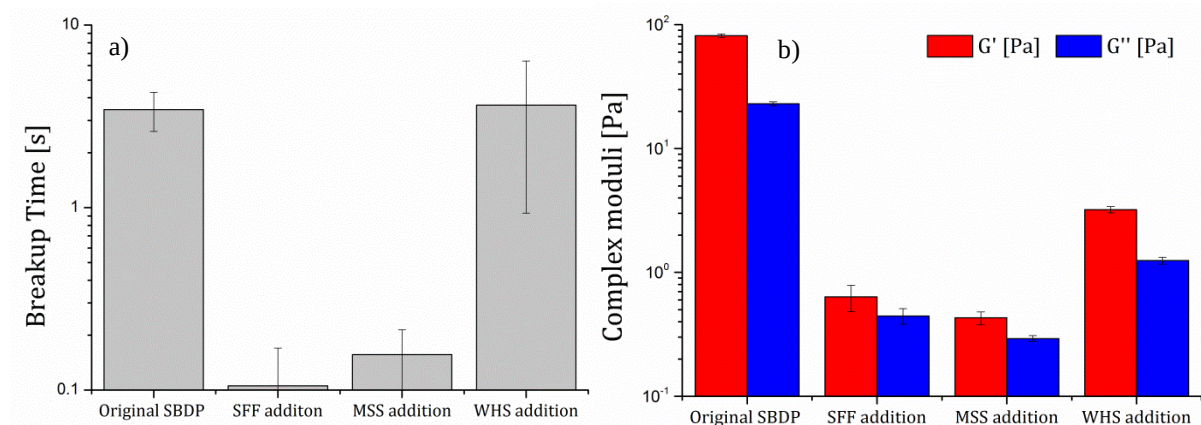


Figura 39. Timpul de rupere (a) și modulele dinamice obținute în SAOS (b) pentru un fluid nutrițional pe bază de amidon pur, în prezența soluției salivare (SSF) și în prezența salivei umane stimulate mecanic (MSS), respectiv stimulate în-vivo (WHS).

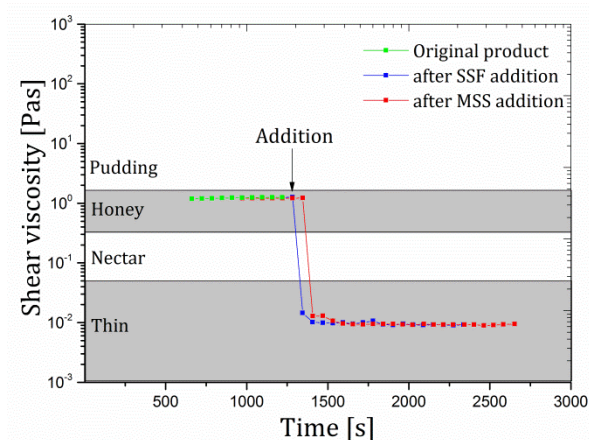


Figura 40. Efectul adărierii de soluție salivară (SSF) sau salivă umană stimulată mecanic (MSS) asupra viscozității fluidului nutrițional pe bază de amidon, la 50 s⁻¹. Rezultatele au fost obținute cu geometria ad-hoc de amestecare, la 25 °C.

Se poate observa, de asemenea, că elasticitatea intrinsecă a salivei nu manifestă efecte semnificative asupra reologiei fluidului în forfecarea clasică, așa cum este ilustrat în curbele de viscozitate din Fig.40 obținute folosind procedura de amestecare ad-hoc descrisă în subcapitolul 4.2.3. Dintr-un astfel de test se poate aprecia (într-un mod foarte simplist) că efectul amestecării unui fluid pe bază de amidon cu soluția salivară artificială SSF (în proporție de 11:1) este identic cu cel produs prin amestecarea in-vitro a produsului cu saliva umană. În realitate însă, așa cum poate fi remarcat și din evoluția filamentelor în elongație, la amestecarea fluidului nutrițional in-vivo, elasticitatea bolului alimentar crește în prezența salivei umane, cel mai probabil datorită producției de salivă bogată în mucină în cazul acestui tip de produs.

5.5. Măsurarea forțelor axiale dezvoltate în produsele pentru disfagie

Pentru stadiul 3 de tratament, utilizarea procedurii elongațional propus anterior nu poate fi aplicat cu succes, deoarece, pentru astfel de fluide, filamentul în elongație prezintă în general un caracter puternic neomogen, a cărui rupere capilară nu poate fi observată în timpul de observație experimental. Forțele axiale dezvoltate în elongație au fost determinate prin intermediul traductorului de forță Kistler, montat pe placa inferioară a geometriei de măsurare din CaBER. În principal, forțele axiale cresc odată cu concentrația de agent de îngroșare, așa cum poate fi observat în Fig.41.

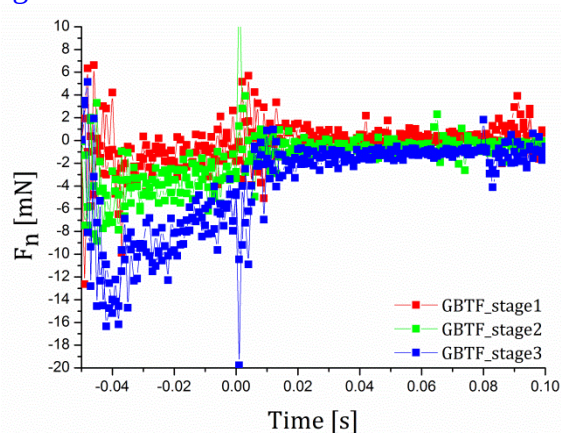


Figura 41. Magnitudinea forțelor axiale obținute într-un experiment CaBER în funcție de concentrația de pudră de îngroșare din fluidul nutrițional

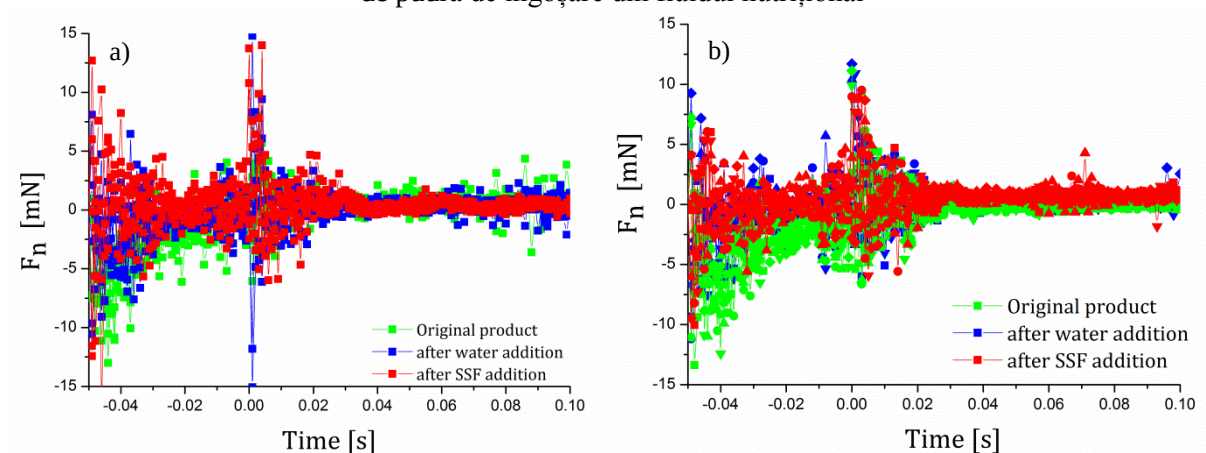


Figura 42. Magnitudinea forțelor axiale obținute într-un experiment CaBER pentru un fluid pe bază de amidon, non-rezistent la efectul enzimatic al SSF (a) și pentru un fluid pe bază de xantan, rezistent la efectul enzimatic al SSF, dar afectat de procesul de diluție (b)

Evoluția forței axiale în timpul deformației elongaționale poate identifica, de asemenea, răspunsul materialului la efectul enzimatic al amilazei salivare. Așa cum este ilustrat în Fig.42, în funcție de rezistența fluidului, forțele axiale se pot modifica după adăugarea de SSF sau apă, evidențiind degradarea enzimatică (Fig.42a) sau efectul diluției (Fig.42b).

Astfel de forțe pot fi măsurate în general pentru fluidele cu filamente neomogene, spre deosebire de fluidele cu filamente perfect cilindrice, pentru care forțele ce iau naștere în filament nu sunt suficient de mari pentru a fi detectate obiectiv cu acest tip de senzor.

Capitolul 6. CONCLUZII ȘI REMARCI FINALE

6.1. Sinteza rezultatelor

În cadrul acestei teze de doctorat a fost studiat și probat, din punct de vedere experimental, răspunsul unor fluide nutriționale complexe în deformare uniaxială, folosind un dispozitiv CaBER (Capillary Breakup Extensional Rheometer) dotat cu o cameră ultra-rapidă. Astfel, prezenta lucrare se încadrează în domeniul cercetării fundamental – aplicative din sfera mecanicii fluidelor și a reologiei fluidelor complexe (nenewtoniene).

Procedura experimentală folosită a avut ca scop crearea unei metodologii standard de testare a fluidelor complexe, prin combinarea metodelor de testare reologică în forfecare cu metode de testare în elongație uniaxială. Procedura a fost folosită în măsurători: (i) ale proprietăților unor fluide viscoelastice, de tipul soluțiilor de polimeri în amestecuri de gume sau gume cu amidon (ii) în determinări ale stucturii și deformațiilor uniaxiale ale unor fluide nutriționale, disponibile comercial și (iii) pentru evidențierea efectului enzimatic al salivei asupra proprietăților reologice ale produselor nutriționale folosite în tratamentul disfagiei. O descriere amănunțită a modului de testare, de calcul și de interpretare a rezultatelor a fost realizată în cadrul tezei, cu trimitere către lucrări de referință din domeniu. Monitorizarea și evaluarea rezultatelor experimentale a fost posibilă prin metode optice de vizualizare. Un laser micrometric și o cameră ultra-rapidă au servit drept unelte importante în obținerea de informații locale, fără însă a modifica în vreun fel procesul de deformare.

Prima aplicație a avut ca scop testarea unor soluții polimerice pe bază de gumă xantan. Xantanul este unul dintre cei mai folosiți agenți de îngroșare din industria alimentară și unul dintre ingredientele de bază din produsele pentru disfagie. Deși a fost studiat intensiv în reologie, un număr redus de lucrări tratează comportarea elongațională a acestui polimer. Studiul a vizat identificarea efectului concentrației asupra proprietăților elongaționale ale soluțiilor apoase de xantan. Odată cu creșterea concentrației, xantanul formează filamente din ce în ce mai complexe în elongație. Studiul experimental a permis identificarea și analiza parametrilor elongaționali ce pot fi evaluați în cazul unor astfel de fluide polimerice complexe. De asemenea, prin testarea în elongație a unor soluții de gume și amidon a fost posibilă identificarea efectelor sinergetice ale xantanului cu anumite gume alimentare, precum guma guar, guma konjac și guma locust, respectiv cu anumite tipuri de amidon.

Datorită complexității filamentelor obținute, s-a arătat că în anumite cazuri teoria filamentelor subțiri nu poate fi aplicată. Astfel, din procesul elongațional nu pot fi extrase întodeauna informații privind timpul de relaxare caracteristic în elongație sau viscozitatea extensională aparentă a fluidului. Acest lucru este posibil numai în cazul fluidelor ce formează filamente cilindrice. Cu toate acestea, s-a demonstrat că timpul de rupere al filamentului este un parametru obiectiv și ușor de obținut experimental pentru majoritatea tipurilor de fluide, indiferent de gradul de complexitate al filamentului. De asemenea, s-a observat că deviația standard a timpului de rupere poate fi o indicație a reproductibilității procesului de rupere capilară.

A doua aplicație a fost dedicată fluidelor nutriționale comercializate pentru tratamentul disfagiei. Comportarea elongațională a unor astfel de fluide este de real interes, de vreme ce poate afecta procesul de înghițire. Au fost testate două clase de produse: fluide - gata preparate și soluții obținute prin îngroșarea apei de la robinet cu pudre pentru disfagie. Pentru identificarea comportamentului elongațional a fost aplicat protocolul definit anterior pentru soluțiile de xantan. Corelarea timpului de rupere în extensie cu viscozitatea în forfecare a permis monitorizarea generală a comportamentului reologic și posibilitatea de comparație rapidă între diferite tipuri de fluide. S-a observat că fluidele nutriționale pot prezenta comportamente elongaționale diferite în funcție de ingredientul principal de îngroșare: xantan

sau amidon. Fluidele gata preparate formează filamente mai omogene decât fluidele obținute prin îngroșare. De asemenea, s-a observat un efect negativ al concentrației asupra reproductibilității filamentelor de fluide obținute prin îngroșare.

Ultima aplicație detaliată în cadrul tezei a fost utilizarea procedurii experimentale propuse pentru identificarea influenței α -amilazei salivare asupra reologiei fluidelor nutriționale folosite în tratamentul disfagiei. Se estimează că alterarea proprietăților reologice datorate prezenței salivei în cavitatea bucală ar putea crește riscul de aspirație la înghițirea unor astfel de fluide terapeutice. În principal, s-au putut diferenția rapid comportamentele elongaționale ale fluidelor rezistente la efectul amilazei salivare de cele nerezistente. Fluidele pe bază de amidon sunt alterate semnificativ de prezența salivei, în timp ce fluidele pe bază de gume alimentare își conservă mai bine atât proprietățile elongaționale, cât și pe cele în forfecare. Rezultatele obținute confirmă capabilitatea tehnicii extensionale propuse de a diferenția procese la scară moleculară, procese ce nu pot fi evidențiate prin tehnici viscozimetrice convenționale.

6.2. Contribuții originale

1. Determinarea proprietăților extensionale ale produselor pentru disfagie prezintă un real interes în înțelegerea și estimarea comportamentului acestora în procesul de înghițire. Anterior acestei lucrări nu exista nici un studiu sistematic al unor astfel de fluide în elongație uniaxială. Principalele contribuții originale în dinamica fluidelor nenenewtoniene obținute ca rezultat al studiilor experimentale menționate mai sus sunt:

- Aplicarea unei proceduri standard de testare și caracterizare uniaxială pentru fluide nutriționale complexe, folosind un dispozitiv CaBER (procedura A din Fig.43)
- Analiza filamentelor în elongație a permis diferențierea comportamentului fluidelor pe bază de amidon de cel al fluidelor pe bază de gume alimentare, atât prin formă, cât și prin durata de viață a filamentului (timpul de rupere).
- În ceea ce privește utilizarea protocolului propus, rezultatele experimentale obținute au permis crearea unei hărți reprezentative a fluidelor folosite în disfagie - ce corelează timpul de rupere și viscozitatea la viteza de forfecare de 50 s^{-1} pentru cel puțin 30 de fluide nutriționale comerciale încadrate în diferite clase de tratament, așa cum este indicat în graficul procedurii A din Fig.43.

2. Pentru asigurarea unui proces de înghițire optim, în cazul persoanelor care suferă de disfagie este necesară identificarea efectului salivei asupra proprietăților reologice ale fluidelor nutriționale folosite în tratament. Anterior acestui studiu anumite produse pentru disfagie au fost testate în forfecare în prezența substituenților salivari, însă nu există informații referitoare la efectul salivei asupra proprietăților elongaționale. Lucrarea de față contribuie original la dezvoltarea acestei ramuri de cercetare prin:

- Aplicarea procedurii standard de testare elongațională menționată anterior asupra fluidelor nutriționale în prezența soluției salivare artificiale – notată SSF în cadrul acestei lucrări - (procedura B din Fig.43) ce a permis diferențierea comportamentului fluidelor pe bază de amidon de cel al fluidelor pe bază de gume alimentare, atât prin formă, cât și prin durata de viață a filamentului (timpul de rupere).
- În funcție de stabilitatea fluidului la contactul cu SSF au putut fi diferențiate fluidele rezistente la efectul enzimatic al salivei de cele non-rezistente. S-a observat că fluidele pe bază de gume alimentare nu sunt afectate de efectul enzimatic al salivei, în timp ce proprietățile reologice ale fluidelor pe bază de amidon sunt afectate drastic de procesul enzimatic salivar.

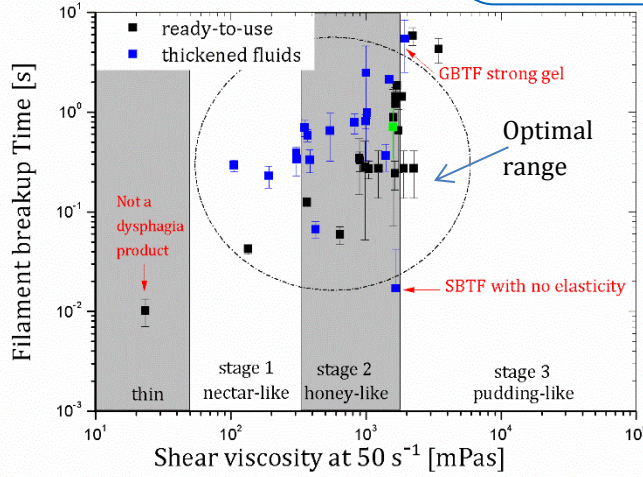
Procedure A: Rheology of the original dysphagia products

1 Shear

- Conventional shear rheometer
- Concentric cylinders geometry
- $\theta = 25^\circ\text{C}$
- $\dot{\gamma} = 0.1 - 1000 \text{ s}^{-1}$

2 Uniaxial elongation

- CaBER rheometer
- High speed camera
- 6 mm geometry
- $\theta = 25^\circ\text{C}$
- $L_0 = 3 \text{ mm}, L_f = 11 \text{ mm}, t_s = 50 \text{ ms}$

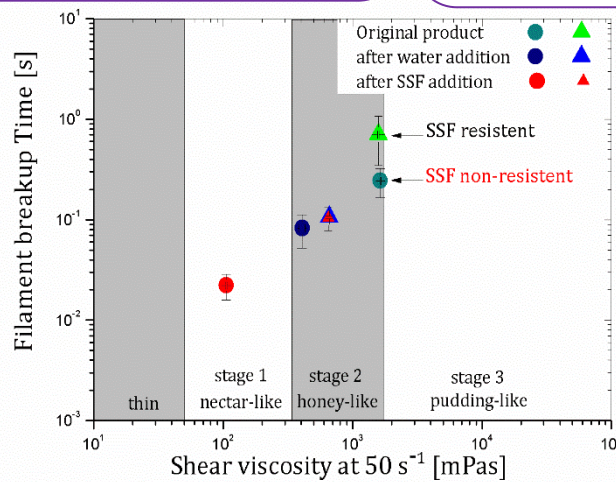


- $\eta_0, n, K, \eta_{50 \text{ s}^{-1}}$
- $D_{mid}(t), t_b, (\lambda_e, \eta_e)$
- Filament shape

Procedure B: Effect of saliva addition on dysphagia products

3 Constant shear mixing

3 Uniaxial elongation



- $\eta_{50 \text{ s}^{-1}}(t)$
- $D_{mid}(t), t_b$
- Filament shape

Figura 43. Procedura de testare propusă pentru fluidele pentru disfație.

- Tot în cadrul acestei aplicații s-a putut evidenția efectul elasticității salivei umane asupra proprietăților elongaționale ale unui fluid pe bază de amidon. În comparație cu SSF (amilază salivară + apă), saliva umană conține în mod natural mucină, o glicoproteină cu elasticitate crescută. Testele în forfecare nu evidențiază această elasticitate: în forfecare, efectul SSF și al salivei umane asupra reologiei fluidului pe bază de amidon fiind același. În testele elongaționale, însă, s-a observat că saliva umană are o elasticitate pronunțată ce ar putea afecta în mod pozitiv elasticitatea bolului alimentar.

3. Necesitatea introducerii unui studiu extensional în evaluarea fluidelor nutriționale este evidentă. Determinarea timpului de rupere și a formei filamentului în elongație pentru evaluarea interacțiunilor salivă - produs au dus la următoarele rezultate originale:

- Pentru anumite clase de fluide nutriționale, a fost observată o tendință de diminuare a timpului de rupere și a viscozității în forfecare datorată efectului de diluție (prin adăugarea de apă) sau efectului enzimatic al α -amilazei din soluția salivară (SSF).
- Pentru fluidele obținute prin îngroșare, formarea de filamente neomogene în elongație este pusă pe seama existenței la nivel molecular de structuri (rețele) parțial nehidratate. Pentru astfel de fluide a fost observat un efect de creștere a timpului de rupere al filamentelor atât în prezența SSF, cât și a apei.

4. Este, de asemenea, de menționat că tot în cadrul acestui studiu au fost observate limitări în ceea ce privește utilizarea procedurii extensionale propuse pentru caracterizarea unor fluide foarte concentrate sau neomogene. Pentru astfel de fluide a fost propusă o procedură experimentală bazată pe determinarea forțelor axiale ce iau naștere în procesul elongațional. Principalele contribuții originale sunt:

- Testarea utilității senzorului de forță Kistler – montat pe dispozitivul CaBER standard - în măsurarea forțelor axiale ce iau naștere în filamentele complexe.
- Au fost determinate pentru prima dată forțele axiale ce iau naștere în filamente de fluide nutriționale. S-a arătat că numai în cazul fluidelor concentrate și foarte concentrate este posibilă măsurarea unor astfel de forțe – cu magnitudini cuprinse între 5 și 20 *mN*.
- S-a observat experimental dificultatea senzorului în a măsura forțele axiale dezvoltate în filamentele perfect cilindrice, a căror magnitudine este de ordinul 1 *mN*, cu mult sub limita de detecție a acestui senzor.
- De asemenea, monitorizarea forțelor axiale din filamentele puternic neomogene în prezența salivei poate fi o metodă obiectivă de diferențiere între fluidele rezistente și nerezistente la efectul enzimatic al salivei.

Rezultatele prezentate extind capabilitățile utilizării dispozitivului CaBER în studii biomedicale și discută aspecte importante din domeniul biofluidelor complexe, cu relevanță directă în îmbunătățirea și controlul produselor nutriționale dedicate tratamentului disfagiei. Lucrarea de față prezintă contribuții originale, atât în ceea ce privește metodologia de testare reologică folosită, cât și privind interpretarea medicală a rezultatelor obținute pentru fluidele nutriționale complexe.

Studiul de față este, din cunoștințele noastre, primul studiu complet de caracterizare elongațională a unui număr reprezentativ de fluide nutriționale disponibile comercial. Corelarea proprietăților elongaționale cu cele viscozimetrice este necesară pentru determinarea comportamentului acestor tipuri de fluide în curgeri similare cu cele din procesul real de înghițire. Rezultatele obținute prezintă o contribuție importantă în domeniul de cercetare al disfagiei și poziționează utilizarea dispozitivului CaBER printre tehnicile reologice necesare în caracterizarea obiectivă a unor astfel de fluide complexe.

6.3. Posibile dezvoltări ulterioare

Rezultatele obținute în această lucrare se referă în principal la caracterizarea reologică a unor soluții complexe de polimeri în vederea evaluării securității acestora în procesul de înghițire și în managementul disfagiei. Fluidele gata - preparate prezintă structuri omogene și sunt ușor de caracterizat folosind dispozitivul CaBER. Fluidele obținute prin îngroșare, însă, sunt puternic neomogene. În lucrarea de față aceste fluide au fost hidratate la temperatura camerei, conform indicațiilor producătorilor, însă s-a observat că, în realitate, timpul de hidratare trebuie să fie ales în funcție de concentrația de pudră folosită. Mai mult decât atât, în practică, în spitale sau la domiciliul pacientului, timpul de hidratare poate să varieze semnificativ față de cel recomandat. Pacienții utilizează pudrele de îngroșare la diferite temperaturi, în supe, ceaiuri, fluide cu diferite concentrații de sare și la pH-uri diferite. Proprietățile reologice ale fluidelor obținute pot varia în funcție de toți acești parametri. Un studiu de interes ar putea fi identificarea efectului acestor parametri asupra proprietăților elongaționale ale unor fluide pentru disfagie.

În studiul de față a fost folosit un timp de deformare elongațional de 50 ms. Acest timp a fost corelat cu procesul rapid de înghițire dezvoltat de un pacient sănătos. O dezvoltare ulterioară a acestui studiu ar putea include efectul timpului de deformare extensional asupra proprietăților elongaționale și determinarea plajei optime de valori care să reflecte cât mai realist procesul de înghițire. Din punct de vedere biologic, prin integrarea procedurii extensionale standard propuse, s-a arătat că saliva artificială (obținută prin dizolvarea pudrei de amilază salivară în apă) poate fi utilizată cu succes în reometria convențională în forfecare, deoarece în acest tip de testare nu se evidențiază proprietățile elastice ale fluidelor. În extensie uniaxială însă, saliva artificială nu reproduce elasticitatea intrinsecă a salivei umane, deși ilustrează obiectiv efectul enzimatic și de diluție observate în procesul de alterare a bolului alimentar.

În acest studiu, efectul salivei artificiale asupra fluidelor nutriționale a fost testat prin adăugarea unei cantități predefinite de SSF (o parte SSF în 10 părți fluid nutrițional). Această cantitate a fost utilizată în scop comparativ. Este evident, totuși, că SSF este puternic simplificat în comparație cu saliva umană, însă din motive etice, utilizarea salivei umane în astfel de teste este discutabilă. În primul rând producția și calitatea salivei este un biomarker personal ce variază în funcție de vârstă, sex, condiția fizică, nivelul de stress și proprietățile organoleptice ale produsului alimentar folosit ca stimul. O posibilă dezvoltare în această direcție ar fi determinarea cantității medii de salivă produse de pacienții cu disfagie în timpul procesării orale a fluidelor nutriționale. În acest fel se poate determina cantitatea aproximativă de α -amilază produsă în mod natural de organism în prezența unor astfel de fluide complexe și îmbunătățirea soluției SSF folosită în prezent în cercetare.

Desigur, în finalul tezei de doctorat se pot imagina numeroase dezvoltări ce pot completa rezultatele obținute. Astfel, corelarea proprietăților reologice în forfecare și extensie poate duce la evidențierea altor fenomene comportamentale ce nu au fost surprinse de cadrul limitat al aplicațiilor descrise. Până la ora actuală fluidele complexe pentru disfagie au fost foarte succint caracterizate reologic, în ciuda importanței acestora în asigurarea unui proces optim de înghițire. Direcțiile principale de continuare a studiilor prezentate în teza de față pot fi încadrate în două categorii: din punct de vedere al tehnicii experimentale folosite și din punct de vedere al soluțiilor salivare folosite în controlul calității.

BIBLIOGRAFIE

- [1] **Abson R. et al.** (2014), A comparison of the sensory and rheological properties of molecular and particulate forms of xanthan gum, *Food Hydrocoll* 35:85–90.
- [2] **Ambrahaneswaran B., Wilkes E.D., Basaran O.A.** (2002), Drop formation from a capillary tube: Comparison of one-dimensional and two-dimensional analyses and occurrence of satellite drops, *Phys Fluids* 14:2606–2621.
- [3] **Anna S.L. et al.** (2001), An interlaboratory comparison of measurements from filament-stretching rheometers using common test fluids, *J Rheol* 45:83–114.
- [4] **Anna S.L., McKinley G.H.** (2001), Elasto-capillary thinning and breakup of model elastic liquids, *J Rheol* 45:115–138.
- [5] **Anna S.L., Rogers C., McKinley G.H.** (1999), On controlling the kinematics of a filament stretching rheometer using a real-time active control mechanism, *J Nonnewton Fluid Mech* 87:307–335.
- [6] **Arcoumanis C., Khezzar L., Whitelaw D.S., Warren B.C.H.** (1994), Breakup of newtonian and non-newtonian fluids in air jets, *Exp Fluids* 17:405–414.
- [7] **Arhakis A., Karagiannis V., Kalfas S.** (2013), Salivary alpha-amylase activity and salivary flow rate in young adults, *Open Dent J* 7:7–15.
- [8] **Arnolds O., Buggisch H., Sachsenheimer D., Willenbacher N.** (2010), Capillary breakup extensional rheometry (CaBER) on semi-dilute and concentrated polyethyleneoxide (PEO) solutions, *Rheol Acta* 49:1207–1217.
- [9] **Aytouna M. et al.** (2013), Drop formation in non-newtonian fluids, *Phys Rev Lett* 110.
- [10] **Bakheit A.M.** (2001), Management of neurogenic dysphagia, *Postgrad Med J* 77:694–699.
- [11] **Bălan C.** (2003), *Lecții de mecanica fluidelor*, Ed. Tehnică SA, București.
- [12] **Bansil R., Turner B.S.** (2006), Mucin structure, aggregation, physiological functions and biomedical applications, *Curr Opin Colloid Interface Sci* 11:164–170.
- [13] **Barnes H.A., Hutton, J.F., Walters K.** (1989), *An Introduction to Rheology*, Elsevier Science Publisher.
- [14] **Barnes H.A.** (2000), *The flow of suspensions., A Handbook of Elementary Rheology.*
- [15] **Bercea M.** (2009), *Reologia polimerilor. Vol I.*, Tehnopress, Iași.
- [16] **Bercea M.** (2009), *Reologia polimerilor. Vol II.*, Tehnopress, Iași.
- [17] **Bercea M., Rusu D.** (2006), *The dynamics of polymer chains in solution, New Trends Nonionic (co)Polymers Hybrids*, Nova Science Publ, New York, 79–119.
- [18] **Bhardwaj A., Miller E., Rothstein J.P.** (2007), Filament stretching and capillary breakup extensional rheometry measurements of viscoelastic wormlike micelle solutions, *J Rheol* 51:693–719.
- [19] **Bhattacharjee P.K. et al.** (2002), Extensional rheometry of entangled solutions, *Macromolecules* 35:10131–10148.
- [20] **Bhattacharjee P.K. et al.** (2011), Extensional flow of low-viscosity fluids in capillary bridges formed by pulsed surface acoustic wave jetting, *New J Phys.* 13:023005.
- [21] **Bird R.B.** (1982), Polymer kinetic theories and elongational flows., *Chem Eng Commun* 16:175 – 187.
- [22] **Bird R.B., Armstrong R.C., Hassager O.** (1987), *Dynamics of polymeric liquids, Volume 1: Fluid Mechanics.*, Wiley Int. , New York.
- [23] **Bogaardt H.C.A., Burger J.J., Fokkens W.J., Bennink R.J.** (2007), Viscosity is not a parameter of postdeglutitive pharyngeal residue: Quantification and analysis with scintigraphy, *Dysphagia* 22:145–499.
- [24] **Bolter C., Raniga N., Waddell J.N., Kieser J.** (2012), Conservation of intraoral pressure changes during swallowing, *J Dent Sci* 7:324–329.
- [25] **Born K., Langendorff V., Boulenguer .P** (2004), Xanthan, In: Erick J. Vandamme, Sophie De Baets AS (ed) *Biopolymers*, WILEY-VCH. WILEY-VCH Ltd., pp 259–269.
- [26] **Boulogne F., Pauchard L., Giorgiutti-Dauphiné F.** (2012), Instability and morphology of polymer solutions coating a fibre, *J Fluid Mech* 704:232–250.
- [27] **Bourbon A.I. et al.** (2010), Characterization of galactomannans extracted from seeds of *Gleditsia triacanthos* and *Sophora japonica* through shear and extensional rheology: Comparison with guar gum and locust bean gum, *Food Hydrocoll* 24:184–192.
- [28] **Bousfield D.W., Keunings R., Marrucci G., Denn M.M.** (1986), Nonlinear analysis of the surface tension driven breakup of viscoelastic filaments, *J Nonnewton Fluid Mech* 21:79–97.
- [29] **Braithwaite G.** (2001), Extensional properties of polymeric fluids using capillary breakup extensional rheometer (CaBERTM) The CaBERTM, 1–10 , Brochure.
- [30] **Broboană D., Tănase N.O., Bălan C.** (2014), *Mecanica fluidelor cu Fluent*, vol 3, Politehnica Press., București.
- [31] **Brunchi C.E., Bercea M., Morariu S., Dascalu M.** (2016), Some properties of xanthan gum in aqueous solutions: effect of temperature and pH, *J Polym Res* 23:123.

- [32] **Brunchi C.E., Morariu S., Bercea M.** (2014), Intrinsic viscosity and conformational parameters of xanthan in aqueous solutions: Salt addition effect, *Colloids Surfaces B Biointerfaces* 122:512–519.
- [33] **Brust M. et al.** (2013), Rheology of human blood plasma: viscoelastic versus newtonian behavior, *Phys Rev Lett* 110:6–10.
- [34] **Campo-Deaño L. et al.** (2011), Flow of low viscosity Boger fluids through a microfluidic hyperbolic contraction, *J Nonnewton Fluid Mech* 166:1286–1296.
- [35] **Campo-Deaño L., Clasen C.** (2010), The slow retraction method (SRM) for the determination of ultra-short relaxation times in capillary breakup extensional rheometry experiments, *J Nonnewton Fluid Mech* 165:1688–1699.
- [36] **Cardinaels R. et al.** (2014), A rheological characterisation of liquid egg albumen, *BASF Research Forum Europe* 2014, 9–12.
- [37] **Chan P.S.K. et al.** (2007), Study of the shear and extensional rheology of casein, waxy maize starch and their mixtures, *Food Hydrocoll* 21:716–725.
- [38] **Chellamuthu M.** (2010), A comprehensive study on the extensional rheology of complex fluids, Dissertation, University of Massachusetts.
- [39] **Chen J., Engelen L.** (2012), *Food Oral Processing: Fundamentals of Eating and Sensory Perception*.
- [40] **Choi H. M. et al.** (2014), Shear rheology and filament stretching behaviour of xanthan gum and carboxymethyl cellulose solution in presence of saliva, *Food Hydrocoll* 40:71–75.
- [41] **Choi H.M., Yoo B.** (2009), Steady and dynamic shear rheology of sweet potato starch–xanthan gum mixtures, *Food Chem* 116:638–643.
- [42] **Christanti Y., Walker L.M.** (2001), Surface tension driven jet break up of strain-hardening polymer solutions, *J Nonnewton Fluid Mech* 100:9–26.
- [43] **Cichero J. et al.** (2013), The need for international terminology and definitions for texture-modified foods and thickened liquids used in dysphagia management: foundations of a global initiative, *Curr Phys Med Rehabil reports* 1:280–291.
- [44] **Cichero J., Lam P.** (2014), Thickened Liquids for Children and Adults with Oropharyngeal Dysphagia : the Complexity of Rheological Considerations, *J Gastroenterol Hepatol Res* 3:1073–1079 .
- [45] **Cindio B. De, Gabriele D.** (2010), *Biorheology in Chemical Engineering and Chemical process Technology, Rheology, part II*.
- [46] **Clasen C. et al.** (2003), The beads-on-string structure of viscoelastic threads, *J Fluid Mech* 556:283–308.
- [47] **Clasen C et al.** (2006), How dilute are dilute solutions in extensional flows?, *J Rheol* 50:849–881.
- [48] **Clasen C.** (2010), Capillary breakup extensional rheometry of semi-dilute polymer solutions, *Korea Aust Rheol J* 5:331–338.
- [49] **Collett C. et al.** (2015), A portable extensional rheometer for measuring the viscoelasticity of pitcher plant and other sticky liquids in the field, *Plant Methods* 11.
- [50] **Cristina M., Maia A.** (2007), Effect of xanthan gum addition on the rheological properties of Umbu fruit pulp, *Curitiba* 25:285–294.
- [51] **Critchfield A.S. et al.** (2013), Cervical mucus properties stratify risk for preterm birth, *PLoS One* 8.
- [52] **Daly A.R. et al.** (2010), Application of drag-reducing polymer solutions as test fluids for in vitro evaluation of potential blood damage in blood pumps, *ASAIO J* 56:6–11.
- [53] **Davis S.S.** (1971), The rheological properties of saliva, *Rheol Acta* 10:28–35.
- [54] **Dealy J.M.** (2010), The news and information publication of The Society of Rheology, *Rheology* 79:16.
- [55] **Derrien M. et al.** (2010), Mucin-bacterial interactions in the human oral cavity and digestive tract, 1:254–268.
- [56] **Dhital S., Dolan G., Stokes J.R., Gidley M.J.** (2014), Enzymatic hydrolysis of starch in the presence of cereal soluble fibre polysaccharides, *Food Funct* 5:579–586.
- [57] **Doraiswamy D.** (2002), The origins of rheology: a short historical excursion, *Rheol Bull* 71:1–9.
- [58] **Eggers J.** (2006), A brief history of drop formation, *Nonsmooth Mech Anal* 1–9 .
- [59] **Eggers J., Villermaux E.** (2008), Physics of liquid jets, *Reports Prog Phys* 71:036601.
- [60] **Ekberg O.** (2012), *Dysphagia. Diagnosis and Treatment*, 1st ed.
- [61] **Eleya M.O., Gunasekaran S.** (2003), Rheology of fluid foods for dysphagic patients, In: 3rd Int. Symp. Food Rheol. Struct. 513–514.
- [62] **Entov V.M., Hinch E.J.** (1997), Effect of a spectrum of relaxation times on the capillary thinning of a filament of elastic liquid, *J Nonnewton Fluid Mech* 72:31–53.
- [63] **Escudier M.P. et al.** (2001), On the reproducibility of the rheology of shear-thinning liquids, *J Nonnewton Fluid Mech* 97:99–124.
- [64] **Ewoldt R.H.** (2006), *Rheology of complex fluid films for biological and mechanical adhesive locomotion*, Dissertation, Massachusetts Institute Of Technology.
- [65] **Ferguson J., Walters K., Wolff C.** (1990), Shear and extensional flow of polyacrylamide solutions, *Rheol Acta* 29:571–579.
- [66] **Ferrás L.L. et al.** (2014), Slip flows of Newtonian and viscoelastic fluids in a 4:1 contraction, *J*

- Nonnewton Fluid Mech 214:28–37.
- [67] **Ferry A.-L. et al.** (2006), Viscosity and flavour perception: Why is starch different from hydrocolloids?, Food Hydrocoll 20:855–862.
- [68] **Fitzpatrick P., Meadows J., Ratcliffe I., Williams P.A.** (2013), Control of the properties of xanthan/glucomannan mixed gels by varying xanthan fine structure, Carbohydr Polym 92:1018–1025.
- [69] **Florjancic U., Zupancic A., Zumer M.** (2002), Rheological characterization of aqueous polysaccharide mixtures undergoing shear, Chem Biochem Eng Q 16:105–118.
- [70] **Brito de la Fuente E. et al.** (1998), Process viscometry of complex fluids and suspensions with helical ribbon agitators, Can J Chem Eng 76:689–695.
- [71] **Gallegos C.** (2010), Rheology - Volume I, EOLSS Publ. , EOLSS Publications.
- [72] **Gallegos C., Quinchia L., Ascanio G., Salinas-vázquez M.** (2012), Rheology and Dysphagia : An Overview, 20:3–10.
- [73] **Garcia-Ochoa F., Casas J.A.** (1994), Apparent yield stress in xanthan gum solutions at low concentrations, Chem. Eng. J. 54:341–346.
- [74] **Gaudet S., McKinley G.H.** (1998), Extensional deformation of Newtonian liquid bridges, Comput Mech 8:461–476.
- [75] **Gavrilă L.** (2000), Fenomene de transfer. , Alma Mater.
- [76] **Germain I., Dufresne T., Ramaswamy H.S.** (2006), Rheological characterization of thickened beverages used in the treatment of dysphagia, J Food Eng 73:64–74.
- [77] **Gibson J., Beeley J. A.** (1994), Natural and synthetic saliva: a stimulating subject., Biotechnol Genet Eng Rev 12:39–61.
- [78] **Goldin M.** (1969), Breakup of a laminar capillary jet of a non-Newtonian fluid, 38:689–711.
- [79] Haake -Thermo Scientific (2003), Instruction Manual HAAKE CaBER 1, 33:0–55.
- [80] **Hanson B., Cox B., Kaliviotis E., Smith C.H.** (2011), Effects of saliva on starch-thickened drinks with acidic and neutral pH, Dysphagia 27:427–435.
- [81] **Hanson B., Leary M.T.O., Smith C.H.** (2011), The effect of saliva on the viscosity of thickened drinks, Dysphagia 27:10–19.
- [82] **Harding S.E.** (2012), Dilute solution viscometry studies on a therapeutic mixture of non-digestible carbohydrates, Int J Biotechnol Wellness Ind 1:107–114.
- [83] **Harding SE et al.** (2011), Studies on macromolecular interactions in ternary mixtures of konjac glucomannan, xanthan gum and sodium alginate, Carbohydr Polym 83:329–338.
- [84] **Haward SJ et al.** (2012), Shear and extensional rheology of cellulose/ionic liquid solutions, Biomacromolecules 13:1688–1699.
- [85] **Haward S.J. et al.** (2013), Extensional flow of hyaluronic acid solutions in an optimized microfluidic cross-slot device, Biomicrofluidics 7:1–14.
- [86] **Haward S.J.** (2014), Synovial fluid response to extensional flow: effects of dilution and intermolecular interactions., PLoS One 9:e92867.
- [87] **Haward S.J., Odell J. A., Berry M., Hall T.** (2011), Extensional rheology of human saliva, Rheol Acta 50:869–879.
- [88] **Haward S.J., Sharma V., Odell J. A.** (2011), Extensional opto-rheometry with biofluids and ultra-dilute polymer solutions, Soft Matter 7:9908.
- [89] **He Q.** (2013), Understanding the sensory perception of hydrocolloid thickened systems based on flow and lubrication behaviour, Dissertation, University of Nottingham.
- [90] **Higiro J., Herald T.J., Alavi S., Bean S.** (2007), Rheological study of xanthan and locust bean gum interaction in dilute solution: Effect of salt, Food Res Int 40:435–447.
- [91] **Hsu A.S., Leal L.G.** (2009), Deformation of a viscoelastic drop in planar extensional flows of a Newtonian fluid, J Nonnewton Fluid Mech 160:176–180.
- [92] **Hu Y.T., Pine D.J., Leal L.G.** (2000), Drop deformation, breakup, and coalescence with compatibilizer, Phys Fluids 12:484–489.
- [93] **Humphrey S.P., Williamson R.T** (2001), A review of saliva: Normal composition, flow, and function, J Prosthet Dent 85:162–169.
- [94] **Jaafar A.J., Poole R.J.** (2001), Steady shear , small amplitude oscillatory shear (SAOS) and capillary break-up extensional rheology measurements (CaBER) of rod-like polymers, Conference workshop ESR, Napoli.
- [95] **Jaishankar A et al.** (2015), Probing hydrogen bond interactions in a shear thickening polysaccharide using nonlinear shear and extensional rheology, Carbohydr Polym 123:136–145.
- [96] **James B. et al.** (2011), Texture changes in bolus to the “point of swallow” - fracture toughness and back extrusion to test start and end points, Procedia Food Sci 1:632–639.
- [97] **James D.F., Walters K.** (1993), A critical appraisal of available methods for the measurement of extensional properties of mobile systems. Techniques in Rheological Measurement.
- [98] **Janssen A.M., Pijpekamp A.M. Van De** (2009), Food hydrocolloids differential saliva-induced

- breakdown of starch filled protein gels in relation to sensory perception, *Food Hydrocoll* 23:795–805.
- [99] **Janssen P.J.A. et al.** (2010), Generalized behavior of the breakup of viscous drops in confinements, *J Rheol* 54:1047–1060.
- [100] **Japper-Jaafar A., Escudier M.P., Poole R.J.** (2009), Turbulent pipe flow of a drag-reducing rigid “rod-like” polymer solution, *J Nonnewton Fluid Mech* 161:86–93.
- [101] **Jones D.K., Wildman D.J.** (1996), Measurement of extensional viscosity using the falling drop technique, CRADA PC92-007, Final Report.
- [102] **Keegan F.** (2009), Experimental investigation into non-Newtonian fluid flow through gradual contraction geometries, University of Liverpool.
- [103] **Khandavalli S., Rothstein J.P.** (2014), Extensional rheology of shear-thickening fumed silica nanoparticles dispersed in an aqueous polyethylene oxide solution, *J Rheol* 58:411–431.
- [104] **Kheirandish S., Gubaydullin I., Willenbacher N.** (2009), Shear and elongational flow behavior of acrylic thickener solutions. Part II: Effect of gel content, *Rheol Acta* 48:397–407.
- [105] **Kheirandish S., Guybaidullin I., Wohlleben W., Willenbacher N.** (2008), Shear and elongational flow behavior of acrylic thickener solutions Part I: Effect of intermolecular aggregation, *Rheol Acta* 47:999–1013.
- [106] **Khouryieh H.A.M.** (2006), Rheological characterization of xanthan-guar mixtures in dilute solutions, Dissertation, Kansas State University.
- [107] **Kim N.J. et al.** (2010), Capillary breakup extensional rheometry of a wormlike micellar solution, *Korea Aust Rheol J* 22:31–41.
- [108] **Kivotides D., Mitkin V. V., Theofanous T.G.** (2009), Mesoscopic dynamics of polymer chains in high strain rate extensional flows, *J Nonnewton Fluid Mech* 161:69–85.
- [109] **Klein C.O. et al.** (2008), Extending the capabilities of the CaBER with highly sensitive force measurements, *AIP Conf Proc* 1027:1208–1210.
- [110] **Klein C.O., Naue I.F.C., Nijman J., Wilhelm M.** (2009), Addition of the force measurement capability to a commercially available extensional rheometer (Caber), *Soft Mater* 7:242–257.
- [111] **Klein L.C. et al.** (2014), Caffeine administration does not alter salivary α -amylase activity in young male daily caffeine consumers., *BMC Res Notes* 7:30.
- [112] **Kojić N., Bico J., Clasen C., McKinley G.H.** (2006), Ex vivo rheology of spider silk., *J Exp Biol* 209:4355–4362.
- [113] **Kowalczyk A., Hochstein B., Stähle P., Willenbacher N.** (2010), Characterization of complex fluids at very low frequency: Experimental verification of the strain rate-frequency superposition (SRFS) method, *Appl Rheol* 20:1–12.
- [114] **Larson R.G.** (1999), *The Structure and Rheology of Complex Fluids*, Oxford University Press, Oxford.
- [115] **Lee B.B., Chan E.S., Ravindra P., Khan T.A.** (2012), Surface tension of viscous biopolymer solutions measured using the du Nouy ring method and the drop weight methods, *Polym Bull* 69:471–489.
- [116] **Lee J., Song K.** (2011), Time-dependent rheology of concentrated xanthan gum solutions, *Annu. Trans. Nord. Rheol. Soc.* 19.
- [117] **Leonard R.J., White C., McKenzie S., Belafsky P.C.** (2014), Effects of bolus rheology on aspiration in patients with dysphagia, *J Acad Nutr Diet* 114:590–594.
- [118] **Liang R.F., Mackley M.R.** (1994), Rheological characterization of the time and strain dependence for polyisobutylene solutions, *J Nonnewton Fluid Mech* 52:387–405.
- [119] **Logemann J.A.** (2007), Swallowing disorders, *Best Pract Res Clin Gastroenterol* 21:563–573.
- [120] **Loglio G., Pandolfini P., Makievski A.V., Miller R.** (2003), Calibration parameters of the pendant drop tensiometer: Assessment of accuracy, *J Colloid Interface Sci* 265:161–165.
- [121] **M.F. Webster, H. Matallah** (2008), Numerical modeling of step-strain for stretched filaments, *J Nonnewton Fluid Mech* 151:38–58.
- [122] **Mackie D.A., Pangborn R.M.** (1990), Mastication and its influence on human salivary flow and alpha-amylase secretion I, *Physiol Behav* 47:593–595.
- [123] **Mackley M.R. et al.** (2013), The rheology and processing behavior of starch and gum-based dysphagia thickeners, *J Rheol* 57:1533–1553.
- [124] **Macosko C.** (1996), *Rheology: principles, measurements and applications*.
- [125] **Mainardi F., Spada G.** (2011), Creep, relaxation and viscosity properties for basic fractional models in rheology, *Eur Phys J Spec Top* 193:133–160.
- [126] **Mandala I.G., Bayas E.** (2004), Xanthan effect on swelling, solubility and viscosity of wheat starch dispersions, *Food Hydrocoll* 18:191–201.
- [127] **Marcotte M., Hoshahili A.R.T., Ramaswamy H.S.** (2001), Rheological properties of selected hydrocolloids as a function of concentration and temperature, *Food Res Int* 34:695–703.
- [128] **Martinie L., Buggisch H., Willenbacher N.** (2013), Apparent elongational yield stress of soft matter, *J Rheol* 57:627–646.
- [129] **McKinley G.H.** (2005), Dimensionless groups for understanding free surface flows of complex fluids,

- Soc Rheol Bull 74:6–9.
- [130] **McKinley G.H. et al.** (1999), Extensional rheometry of polymeric fluids and the uniaxial elongation of viscoelastic filaments, *Int Polym Process Soc* 1–14.
 - [131] **McKinley G.H.** (2005), Visco-elasto-capillary thinning and break-up of complex fluids, *Ann Rheol Rev* 2005:1274–1277.
 - [132] **McKinley G.H., Brauner O., Yao M.** (2001), Filament stretching rheometry and the extensional viscosity of dilute and concentrated polymer solutions, *Symp A Q J Mod Foreign Lit* 65–75.
 - [133] **McKinley G.H., Renardy M.** (2011), Wolfgang von Ohnesorge, *Phys Fluids*.
 - [134] **McKinley G.H., Sridhar T.** (2002), Filament-stretching rheometry of complex fluids, *Annu Rev Fluid Mech* 34:375–415.
 - [135] **McKinley G.H., Tripathi A.** (2000), How to extract the Newtonian viscosity from capillary breakup measurements in a filament rheometer, *J Rheol* 44:653–670.
 - [136] **Miller E., Clasen C., Rothstein J.P.** (2009), The effect of step-stretch parameters on capillary breakup extensional rheology (CaBER) measurements, *Rheol Acta* 48:625–639.
 - [137] **Mokhtari M.** (2011), Thixotropic and rheopectic modeling of xanthan / borate gel system, *AADE National Technical Conference and Exhibition, USA*.
 - [138] **Moraes I.C.F., Fasolin L.H., Cunha R.L., Menegalli F.C.** (2011), Dynamic and steady-shear rheological properties of xanthan and guar gums dispersed in yellow passion fruit pulp (*Passiflora edulis* f. *flavicarpa*), *Brazilian J Chem Eng* 28:483–494.
 - [139] **Morrison F.A.** (2001), *Understanding Rheology*, Oxford Univ Press.
 - [140] **Morrison F.A.** (2013), *An Introduction to Fluid Mechanics*, Cambridge Univ Press.
 - [141] **Nakauma M., Ishihara S., Funami T., Nishinari K.** (2011), Swallowing profiles of food polysaccharide solutions with different flow behaviors, *Food Hydrocoll* 25:1165–1173.
 - [142] **Nater U.M., Rohleder N.** (2009), Salivary alpha-amylase as a non-invasive biomarker for the sympathetic nervous system : Current state of research, *Psychoneuroendocrinology* 34:486–496.
 - [143] **Nelson W.C., Kavehpour H.P., Kim C.-J.C.J.** (2011), A miniature capillary breakup extensional rheometer by electrostatically assisted generation of liquid filaments., *Lab Chip* 11:2424–2431.
 - [144] **New Internationalist Publications Ltd** (2008), *The polymer revolution*, New Int. Mag.
 - [145] **Newman R., Vilardell N., Clavé P., Speyer R.** (2016), Effect of bolus viscosity on the safety and efficacy of swallowing and the kinematics of the swallow response in patients with oropharyngeal dysphagia: White Paper by the European Society for Swallowing Disorders (ESSD), *Dysphagia* 31:232.
 - [146] **Niedzwiedz K., Arnolds O., Willenbacher N., Brummer R.** (2009), How to characterize yield stress fluids with capillary breakup extensional rheometry (CaBER)?, *Appl Rheol* 19:1–10.
 - [147] **Niedzwiedz K., Buggisch H., Willenbacher N.** (2010), Extensional rheology of concentrated emulsions as probed by capillary breakup elongational rheometry (CaBER), *Rheol Acta* 49:1103–1116.
 - [148] **Norton I.T., Spyropoulos F., Cox P.** (2010), *Practical food rheology: An interpretive approach*.
 - [149] **O’Neil K.H., Purdy M., Falk J., Gallo L.** (1999), The dysphagia outcome and severity scale, *Dysphagia* 14:139–145.
 - [150] **Odell J.A., Carrington S.P.** (2006), Extensional flow oscillatory rheometry, *J Nonnewton Fluid Mech* 137:110–120.
 - [151] **Oliveira M.S.N., Yeh R., McKinley G.H.** (2006), Iterated stretching, extensional rheology and formation of beads-on-a-string structures in polymer solutions, *J Nonnewton Fluid Mech* 137:137–148.
 - [152] **Oliveira P.D. et al.** (2013), Concentration regimes of biopolymers xanthan, tara, and clairana, comparing dynamic light scattering and distribution of relaxation time, *PLoS One* 8:e62713.
 - [153] **Ono T., Hori K., Tamine K.I., Maeda Y.** (2009), Evaluation of tongue motor biomechanics during swallowing-From oral feeding models to quantitative sensing methods, *Jpn Dent Sci Rev* 45:65–74.
 - [154] **Onyesom I., Erude H.O.** (2004), α - Amylase activity in the saliva and plasma of habitual alcohol drinkers, 16:11–14.
 - [155] **Petrie C.J.S.** (1995), Extensional flow -a mathematical perspective, *Rheol Acta* 34:12–26.
 - [156] **Petrie C.J.S.** (2006), Extensional viscosity: A critical discussion, *J Nonnewton Fluid Mech* 137:15–23.
 - [157] **Petrie C.J.S.** (2006), One hundred years of extensional flow, *J Nonnewton Fluid Mech* 137:1–14.
 - [158] **Pinheiro A.C. et al.** (2011), Rheological characterization of κ -carrageenan /galactomannan and xanthan/galactomannan gels: Comparison of galactomannans from non-traditional sources with conventional galactomannans, *Carbohydr Polym* 83:392–399.
 - [159] **Plog J.P.** (2005), Investigation of visco-elastic behaviour of watersoluble cellulosic derivatives in uniaxial elongation, *Dissertation, Hamburg University, Germany*.
 - [160] **Plog J.P., Kulicke W.M., Clasen C.** (2005), Influence of the molar mass distribution on the elongational behaviour of polymer solutions in capillary breakup, *Appl Rheol* 15:28–37.
 - [161] **Prinz J.F., Lucas P.W.** (1997), An optimization model for mastication and swallowing in mammals., *Proc Biol Sci* 264:1715–1721.
 - [162] **Protière S., Bazant M.Z., Weitz D.A., Stone H. A.** (2010), Droplet breakup in flow past an obstacle: A

- capillary instability due to permeability variations, *Europhysics Lett* 92:54002.
- [163] **Reijden W.A. Van der, Kwaak J.S van der, Veerman E.C., Amerongen A.V.N.**, (1995) The rheology of human saliva and salivary mucin and their implications in designing new artificial salivas, *Bioreology* 32:182.
- [164] **Reiner M.** (1964), The Deborah number, *Phys Today* 17:62.
- [165] **Renardy M.** (1995), A numerical study of the asymptotic evolution and breakup of Newtonian and viscoelastic jets, *J Nonnewton Fluid Mech* 59:267–282.
- [166] **Renardy M.** (2004), Self-similar breakup of non-Newtonian liquid jets, *Rheol Rev* 2:171–196.
- [167] **Ribes-Iñesta E.** (2003), What is defined in operational definitions? The case of operant psychology, *Behaviour and Philosophy J*, 31:111–126.
- [168] **Robert D., Shamburek J.T.F.** (1990), Disorders of the digestive system in the elderly, *N Engl J Med* 322:1477–1482.
- [169] **Rodd L.E. et al.** (2005), The inertio-elastic planar entry flow of low-viscosity elastic fluids in micro-fabricated geometries, *J Nonnewton Fluid Mech* 129:1–22.
- [170] **Rodd L.E., Scott T, Cooper-White J.J, McKinley G.H.** (2005), Capillary break-up rheometry of low-viscosity elastic fluids, *Appl Rheol* 15:12–27.
- [171] **Rodd L.E., Scott T.P., Cooper-White J.J., McKinley G.H.** (2005), Capillary break-up rheometry of low-viscosity elastic fluids, *Appl Rheol* 15:12–27.
- [172] **Roux D.C., Cooper-White J.J., McKinley G.H., Tirtaatmadja V.** (2003), Drop Impact of Newtonian and Elastic Fluids, *Phys Fluids* 15:S12.
- [173] **Rubinstein M., Colby R.H.** (2003), *Polymer Physics*, 1st Edition, OUP Oxford.
- [174] **Sachsenheimer D.** (2014), Capillary thinning of viscoelastic fluid filaments, Dissertation, Karlsruhe Institut of Technology, Germany.
- [175] **Sachsenheimer D. et al.** (2014), Elongational deformation of wormlike micellar solutions, *J Rheol* 58:2017–2042.
- [176] **Sachsenheimer D., Hochstein B., Buggisch H., Willenbacher N.** (2012), Determination of axial forces during the capillary breakup of liquid filaments - the tilted CaBER method, *Rheol Acta* 51:909–923.
- [177] **Sachsenheimer D., Hochstein B., Willenbacher N.** (2014), Experimental study on the capillary thinning of entangled polymer solutions, *Rheol Acta* 53:725–739.
- [178] **Saha D., Bhattacharya S.** (2010), Hydrocolloids as thickening and gelling agents in food: A critical review, *J Food Sci Technol* 47:587–597.
- [179] **Sajjadi B., Raman A.A.A., Shah R.S.S.R.E., Ibrahim S.** (2013), Review on applicable breakup/coalescence models in turbulent liquid-liquid flows, *Rev Chem Eng* 29:131–158.
- [180] **Sakarde S.B. et al.** (2011), Significance of artificial saliva in patients with dysphagia, *Indian Journal of Dental research*, Research Paper.
- [181] **Sattler R., Gier S., Eggers J., Wagner C.** (2012), The final stages of capillary break-up of polymer solutions, *Phys Fluids*. 24(2): 023101.
- [182] **Schipper R.G., Silletti E., Vingerhoeds M.H.** (2007), Saliva as research material: Biochemical, physicochemical and practical aspects, *Arch Oral Biol* 52:1114–1135.
- [183] **Silverson** (2013), Hydration of Xanthan Gum, *Silverson Brochure*.
- [184] **Sliwinski E.L., Faille S. La., Oudhuis L.A.C.M** (2015), Effect of human saliva on the consistency of thickened foods for patients with dysphagia, In: *Clin. Nutr. Suppl.* Elsevier Ltd, 135.
- [185] **Smolka L.B., Belmonte A., Henderson D.M., Witelski T.P.** (2004), Exact solution for the extensional flow of a viscoelastic filament, *Eur J Appl Math* 15:679–712.
- [186] **Song K.W., Kim Y.S., Chang G.S.** (2006), Rheology of concentrated xanthan gum solutions: Steady shear flow behavior, *Fibers Polym* 7:129–138.
- [187] **Song K.W., Kuk H.Y., Chang G.S.** (2006), Rheology of concentrated xanthan gum solutions: Oscillatory shear flow behavior, *Korea Aust Rheol J* 18:67–81.
- [188] **Sonin A.** (2001), The physical basis of dimensional analysis, *Dep Mech Eng MIT, Cambridge*, 1–57.
- [189] **Sousa P.C., Pinho F.T., Oliveira M.S.N., Alves M.A.** (2011), Extensional flow of blood analog solutions in microfluidic devices, *Biomicrofluidics* 5:1–19.
- [190] **Stading M., Johansson D., Diogo-löfgren C., Christersson C.** (2009), Viscoelastic properties of saliva from different glands, *Ann Trans Nordic Rheol* 17:1–4.
- [191] **Stading M., Johansson D., Wendin K.** (2008), Rheological Properties of Food for patients with Swallowing Disorders, *Ann Trans Nordic Rheol* 16:5401.
- [192] **Staudinger H.** (1964), *Macromolecular chemistry, Nobel Lect Chem 1942-1962 Chemistry* :397–419.
- [193] **Stelter M. et al.** (2000), Validation and application of a novel elongational device for polymer solutions, *J Rheol* 44:595-616.
- [194] **Stelter M. et al.** (2002), Investigation of the elongational behavior of polymer solutions by means of an elongational rheometer, *J Rheol* 46:507-527.
- [195] **Szabo P.** (1997), Transient filament stretching rheometer I: Force balance analysis, *Rheol Acta* 36:277.

- [196] **Szabo P., McKinley G.H., Clasen C.** (2012), Constant force extensional rheometry of polymer solutions, *J Nonnewton Fluid Mech* 169-170:26–41.
- [197] **Takai N. et al.** (2004), Effect of psychological stress on the salivary cortisol and amylase levels in healthy young adults, *Arch Oral Biol* 49:963–968.
- [198] **Takeh A., Shanbhag S.** (2013), A computer program to extract the continuous and discrete relaxation spectra from dynamic viscoelastic measurements, *Appl Rheol* 23:1–10.
- [199] **Tanner R.I., Walters K.** (1998), *Rheology: An historical perspective*, 1st Edition, Elsevier.
- [200] **Tirtaatmadja V.** (1993), A filament stretching device for measurement of extensional viscosity, *J Rheol* 37:1081–1102.
- [201] **Torres M.D., Hallmark B., Wilson D.I.** (2014), Effect of concentration on shear and extensional rheology of guar gum solutions, *Food Hydrocoll* 40:85–95.
- [202] **Torres M.D., Hallmark B., Wilson D.I.** (2015), Effect of bubble volume fraction on the shear and extensional rheology of bubbly liquids based on guar gum (a Giesekus fluid) as continuous phase, *J Food Eng* 146:129–142.
- [203] **Tropea C., Yarin A.L., Foss J.F.** (2007), *Springer Handbook of Experimental Fluid Mechanics*.
- [204] **Tuladhar T.R., Mackley M.R.** (2008), Filament stretching rheometry and break-up behaviour of low viscosity polymer solutions and inkjet fluids, *J Nonnewton Fluid Mech* 148:97–108.
- [205] **Turcanu M., Tascon L.F., Balan C., Gallegos C.** (2015), Capillary breakup extensional properties of whole human saliva, In: 9th Int. Symp. Adv. Top. Electr. Eng. pp 269–274.
- [206] **Vadillo D.C., Mathues W., Clasen C.** (2012), Microsecond relaxation processes in shear and extensional flows of weakly elastic polymer solutions, *Rheol Acta* 51:755–769.
- [207] **Vadillo D.C., Tuladhar T.R., Mulji A.C., Mackley M.R.** (2010), The rheological characterization of linear viscoelasticity for ink jet fluids using piezo axial vibrator and torsion resonator rheometers, *J Rheol* 54:781–795.
- [208] **Vandewoude C.M., Leonard R.** (2011), Integrated management of dysphagia and malnutrition, *Satell. Symp. Proc. 7th EUGMS Congr.*
- [209] **Vickers Z. et al.** (2015), Relationships among rheological, sensory texture, and swallowing pressure measurements of hydrocolloid-thickened fluids, *Dysphagia* 30:702–713.
- [210] **Vineetha R. et al.** (2014), Usefulness of salivary alpha amylase as a biomarker of chronic stress and stress related oral mucosal changes - a pilot study., *J Clin Exp Dent* 6:e132–7.
- [211] **Vissink A. et al.** (1984), Rheological properties of saliva substitutes containing mucin, carboxymethylcellulose or polyethylenoxide., *J Oral Pathol* 13:22–28.
- [212] **Wallace I.L., Hirsh J.** (2011), Contemporary art and classical myth, 7546.
- [213] **Walsh L.J.** (2007), Clinical aspects of salivary biology for the dental clinician, *Int Dent South Africa (Australasian Ed)* 2:16–30.
- [214] **Walters K.** (2010), History of rheology, *Rheol Encycl life Support Syst (EOLSS)*, Oxford I:15–30.
- [215] **Wang F., Wang Y.J., Sun Z.** (2002), Conformational role of xanthan in its interaction with locust bean gum, *J Food Sci* 67:2609–2614.
- [216] **Watanabe T., Kusui M.** (1958), On the mechanism of the coalescence of drops at an oil-water interface, *Bull Chem Soc Jpn* 31:236–243.
- [217] **Waterman H.A.** (1988), Rheological properties of Human Saliva, *Arch Oral Biol* 33:589–596.
- [218] **Willenbacher N., Matter Y., Gubaydullin I., Schaedler V.** (2008), Effect of aggregation on shear and elongational flow properties of acrylic thickeners, *Korea Australia Rheol J* 20:109–116.
- [219] **Withers C.A. et al.** (2013), Investigation of milk proteins binding to the oral mucosa, *Food Funct* 4:1668–74.
- [220] **Wolfram S.** (2002), A new kind of science, Chapter 8: Implications for everyday systems, 992.
- [221] **World Health Organisation** (2012), ICD-9-CM Diagnosis Code, <http://www.icd9data.com/2012/>.
- [222] **World Health Organization (WHO)** (2016), International statistical classification of disease and related problems. 10th ed (ICD-10), <http://apps.who.int/classifications/icd10/browse/2016/en#/R13>.
- [223] **Xiao L., Eleya M., Gunasekaran G.** (2003), Rheology and swelling behavior of whey protein-based hydrogels, *Proceedings of the 3rd International Symposium on Food Rheology and Structure (ISDF2003)*, 169–173.
- [224] **Xue D., Sethi R.** (2012), Viscoelastic gels of guar and xanthan gum mixtures provide long-term stabilization of iron micro- and nanoparticles, *J. Nanoparticle Res* 14:1239.
- [225] **Zargaraan A. et al.** (2013), Rheological aspects of dysphagia-oriented food products: A mini review, *Food Sci Hum Wellness* 2:173–178.
- [226] **Zell A., Gier S., Rafai S., Wagner C.** (2010), Is there a relation between the relaxation time measured in CaBER experiments and the first normal stress coefficient?, *J Non-Newton Fluid Mech* 165:1265–74.
- [227] **Zhang X., Basaran O. A.** (1995), An experimental study of dynamics of drop formation, *Phys Fluids* 7:1184.