

Granulometría. Difracción láser.

¿Qué es?

La difracción láser es una técnica de medida de la distribución granulométrica de muestras particuladas. En esta técnica se emplea un haz de luz monocromática colimado que incide sobre las partículas de la muestra que se hace pasar a través de una célula óptica. Las partículas dispersadas provocan la difracción de la luz. De acuerdo con la teoría de Fraunhofer la intensidad de la luz difractada es proporcional al cuadrado del tamaño de partícula, pero el ángulo de difracción varía inversamente con el tamaño de partícula, por lo que es posible medir el tamaño de las partículas y representarlo estadísticamente a partir de la medida de los ángulos de difracción que provocan.

Fundamento teórico.

La interacción de la luz con una partícula da lugar a una serie de fenómenos ópticos denominados difracción, refracción, reflexión y absorción. La magnitud de cada fenómeno depende de las características físicas del haz incidente y de la naturaleza y tamaño de la partícula.

Las ondas difractadas por las partículas se dispersan en diferentes direcciones que dependen del tamaño y de la forma de éstas, lo que puede ser aprovechado para su medida. En una descripción muy esquemática del fenómeno, puede decirse que las partículas grandes y esféricas modifican poco la trayectoria del haz, pero a medida que los tamaños se hacen más pequeños los ángulos de difracción aumentan. En realidad el fenómeno es mucho más complejo y la dispersión está influenciada por la polarización de la luz incidente, por las propiedades ópticas de la partícula y por la naturaleza de su superficie; pero estos fenómenos de dispersión pueden relacionarse matemáticamente con el tamaño de las partículas, consideradas esféricas, mediante el empleo de modelos ópticos.

Mediante la teoría de Fraunhofer, que describe los fenómenos de dispersión de la luz por partículas de tamaños muy superiores a la longitud de onda de la luz incidente, es posible medir tamaños, o área proyectada, de partículas entre 8000 y 2 μm ⁽¹⁾. Esta teoría asume que todos los tamaños de partículas dispersan luz con la misma eficiencia y que las partículas analizadas son opacas y no transmiten luz, lo cual es incierto en muchos minerales y puede generar errores en las medidas. Los primeros equipos de difracción láser empleaban este modelo, pero el rango de tamaños de las partículas que era posible medir era relativamente estrecho, siendo imposible la medida de partículas inferiores a 2 μm . Por debajo de este tamaño es preferible el uso del modelo de Mie, empleado por los equipos actuales, que describe la dispersión de la luz por partículas esféricas de diámetros próximos a la longitud de onda de la luz incidente.

La teoría de Mie resuelve completamente las ecuaciones de interacciones de la luz con la materia, aunque es necesario conocer los componentes real e imaginario del índice de refracción del material objeto de análisis y el índice de refracción del medio dispersante. En muchos casos es relativamente sencillo encontrar el componente real del índice de refracción. Sin embargo, es mucho más difícil hallar el componente imaginario, que además depende de factores como la rugosidad de la superficie de la partícula o de heterogeneidades de densidad en la partícula ⁽²⁾.

Equipo y realización del ensayo.

El equipo (figuras 1 y 2) consta de un emisor láser (fig.2.1) de baja potencia (sobre 10 mW) de He-Ne, de longitud de onda de 632 nm que interacciona en la célula (fig.2.2) situada en el módulo de medida, con las partículas en suspensión procedentes del recipiente portamuestras (fig.2.3), equipado con un generador de ultrasonidos para mantener las partículas dispersas y evitar su aglomeración. La luz dispersada por las partículas es dirigida mediante un sistema de lentes (fig.2.4) a conjuntos de detectores (fig.2.5), denominados en algunos equipos "canales", que convierten la luz dispersa detectada en señales eléctricas que son procesadas para determinar el tamaño de las partículas. Estos canales están situados logarítmicamente y están, por tanto, más espaciados para los tamaños mayores.

Método operativo.

La muestra, que frecuentemente es menos de un gramo de material, se prepara fácilmente, ya que puede adicionarse en seco al portamuestras del equipo o, en caso de materiales plásticos, como arcillas, caolín o pastas cerámicas, prepararse en dispersión con desfloculante ⁽³⁾. El equipo, sin embargo, no distingue entre aglomerados

y partículas primarias, por lo que es importante asegurarnos un buen grado de dispersión de la muestra. Para ello puede agregarse al portamuestras unos 10 cc de disolución de tripolifosfato sódico (44 g/litro) y/o accionar el equipo de ultrasonidos, que, dada la pequeña cantidad de muestra que se añade, es un eficaz método para evitar la aglomeración de las partículas. Debemos asegurarnos, sin embargo, que no se formen burbujas estables de aire ocluido, que falsificarían los resultados del análisis.



Figura 1. Equipo de difracción láser para la medida de distribuciones granulométricas.
Fotografía: Rafael Galindo.

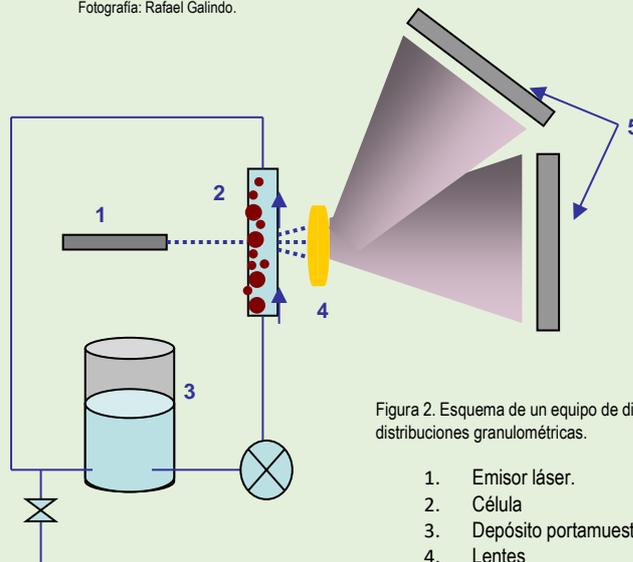


Figura 2. Esquema de un equipo de difracción láser para la medida de distribuciones granulométricas.

1. Emisor láser.
2. Célula
3. Depósito portamuestras.
4. Lentes
5. Detectores.

Fuente: autor.

El ensayo es muy rápido y sigue un protocolo establecido que consiste en una limpieza del circuito y de la célula; medida de offsets (los offsets son la señal que reciben los detectores con el emisor láser desconectado); alineado del láser con respecto a los detectores; medida de la señal recibida por los detectores con el láser conectado pero sin muestra; y medida de la muestra para ensayo. Algunas de estas operaciones, como las medidas de señal y el alineado, pueden hacerse cada cierto tiempo, por lo que el ensayo en sí dura unos pocos minutos. El equipo permite listar los datos obtenidos en cada canal, interpolarlos, realizar su tratamiento estadístico, como cálculo de medidas de tendencia central (media, moda, mediana) o de dispersión (varianza, índice de uniformidad, etc.) y su representación gráfica (figura 3). Es deseable también disponer de una descripción completa de la distribución mediante una ecuación matemática, aunque esto no es siempre posible.

La difracción láser puede emplearse para la determinación de los tamaños de partículas de muestras pulverulentas secas, dispersiones e incluso aerosoles.

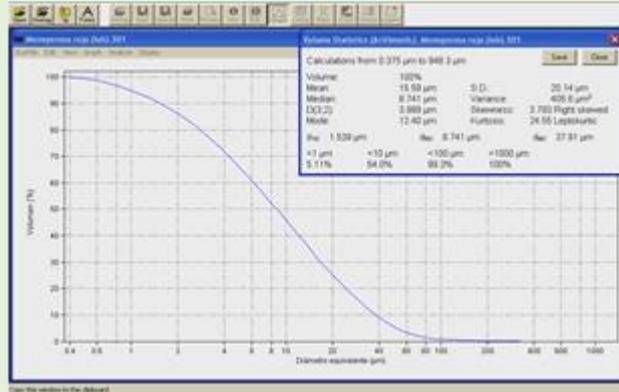


Figura 3. Expresión de los resultados de un análisis granulométrico mediante difracción láser.
Fuente: Rafael Galindo.

Bibliografía

- (1) AJIT JILLAVENKATESA; STANLEY J. DAPKUNAS; LIN-SIEN H. LUM. "Particle size characterization" National Institute of Standards and Technology. Special Publication 960-1. (2001).
- (2) ORTS, M.J. et al. "Métodos de análisis granulométrico. Aplicación al control de la granulometría de materias primas". En Qualicer 1992. II Congreso Mundial de la Calidad del Azulejo y del Pavimento Cerámico. Castellón: Cámara de Comercio, Industria y Navegación. Pgs 293 a 312. (1992).
- (3) BOU, E. et al. "Manual para el control de la calidad de materias primas empleadas en la preparación de los vidriados cerámicos". Instituto de Tecnología Cerámica. Universitat Jaume I. Pgs. 235 a 239. Castellón. (2000).