

Caracterización de Partículas Finas

El mundo de las pequeñas partículas es al mismo tiempo fascinante y complejo. El progreso industrial y comercial depende cada día mas de la comprensión y aplicación de esta ciencia. Sabemos ahora que el comportamiento de una partícula pequeña está frecuentemente mas relacionado con el estado de subdivisión, la superficie expuesta y la estructura de sus poros que con la composición química de la materia en sí. Y sabemos además que estas mismas características pueden ser causa de profundos cambios en los productos finales de los distintos procesos. Cambiando las características de las partículas, se pueden hacer mas fuertes los plásticos armados, mas dulces los chocolates, mas brillantes las pinturas, menos caros los cosméticos, mas efectivas las medicinas, y los microcircuitos electrónicos mas durables. A continuación se describirán las mediciones principales que se llevan a cabo en la caracterización de partículas finas, tamaño y distribución de partícula , la importancia del área superficial específica, el efecto de los poros y algunas aplicaciones típicas.

Tamaño de Partícula

Suele ser conveniente expresar el tamaño de una partícula por medio de una sola dimensión lineal, por ejemplo $d = 50$ micras. Pero una sola dimensión resulta insuficiente para descubrir objetos irregulares a menos que sea acompañada por otra información. Las esferas, cubos y otras formas regulares se describen por medio de una sola dimensión siempre que se especifique la forma. Las partículas de polvo raramente exhiben una forma uniforme si bien pueden encontrarse ocasionalmente formas esféricas y cúbicas. La masa, el volumen y el área superficial describen una partícula irregular, pero estos parámetros no son fácilmente mesurables individualmente (especialmente para los tamaños menores). Se gana muy poco procediendo así aún cuando esto sea factible puesto que el comportamiento real de la partícula todavía involucra su forma.

El tamaño de la partícula se puede establecer de una manera mucho mas útil midiendo una propiedad característica de una partícula irregular que pueda ser relacionada con la misma propiedad de una partícula con forma regular. Se elige una esfera como forma regular de referencia. Los tamaños, tanto de partículas regulares como irregulares, pueden ser entonces descritos confiablemente como "equivalentes a una esfera de diámetro d ", combinando de esta manera los parámetros de tamaño y forma e incorporando las variaciones de tamaño aparente. Se establece por lo tanto con esta definición un tamaño de partícula reproducible e inequívoco que tiene una sola dimensión.

Por lo general, se encuentra que la distribución de tamaños de partículas de polvo se extiende sobre varios órdenes de magnitud. Esta dispersión o frecuencia relativa de ocurrencia de tamaños individuales tiene enormes consecuencias. La dispersión puede ser (1) caracterizada en términos de un único diámetro medio, (2) presentada como un listado de valores de una tabla, (3) representada como un gráfico, o (4) descrita matemáticamente. La presentación gráfica suele ser la mas aceptable a raíz de la inmediata información visual que proporciona y a la facilidad con que pueden compararse distintos conjuntos de datos.

Métodos de medición

Son muchos los métodos desarrollados para la medición del tamaño de una partícula y esto se debe a la casi infinita variedad de necesidades. Sólo unos pocos gozan de una aplicación generalizada y ninguno de ellos satisface todos los requerimientos. El examen microscópico, uno de los más obvios, es lento y tedioso. El tamizado es aplicable fundamentalmente a los tamaños mayores. La dispersión de luz o Láser es mas rápido pero en consecuencia compleja y sujeta a mal interpretaciones dependiendo el fabricante teniendo la Teoría MIE una de las mas confiables en el mercado actual teniendo al Equipo Saturno DigiSizer 5200 como el mas avanzado en su tipo. La sedimentación clásica (Ley de Stoke 's), por Micromeritics, proporciona aun resultados confiables y seguros ya por muchos años en el Mercado.

Micromeritics cuenta con los siguientes Instrumentos para Tamaño de Partículas



* **Nuevo**

SEDIGRAPH 5120 Analizador de Tamaño de Partícula usa la Técnica de sedimentación por la Ley de Stoke's monitoreando el cambio de concentración de la masa al caer las partículas en un medio líquido

- Rango de Medición : 300 a 0.1 micrones
- Operación Fácil y Reducción de Datos mediante software en ambiente Windows™
- Corre hasta 18 muestras sin atender utilizando el automuestreado MasterTech 052
- Tiempo típico de Análisis de 15 min. O menos

ELZONE 5380 Usa el Principio de Medición por Método Coulter para determinar el volumen y el tamaño esférico equivalente de las partículas.

- Rango de Medición de 1200 a 0.4 micrones
- Da el tamaño y cuenta partículas en materiales orgánicos e inorgánicos.
- Operación en ambiente Windows
- Velocidad de sensor desde 1 y arriba de 2000 partículas por segundo.
- Las concentraciones bajas son medidas fácil y exactamente.
- Tiempo típico de análisis de 30 a 100 seg.



SATURN DIGISIZER 5200

Analizador de Partículas de alta resolución, exactitud reproducibilidad y repetibilidad el sistema analiza en diferentes ángulos con resultados menores a 5 min. incluyendo enjuagues.

- El "SATURN DIGISIZER 5200 " con dispositivo CCD (1.3 millones de elementos detectores), Teoría Mie, y un diseño único para coleccionar de datos.
- Produce por mucho la más alta resolución de datos que cualquier otro analizador de tamaño de partículas Láser disponible en el mercado. Mide automáticamente tamaños de partícula en rangos desde 0.1 micras hasta 1000 micrómetros en solo minutos.
- El "**SATURN DIGISIZER 5200** " brinda un nivel de detalle sin precedente requerido en proyectos de investigación serios, pues este detalle no puede ser obtenido con otros métodos.





Área Superficial

El área superficial de un material es una propiedad de importancia fundamental para el control de velocidad de interacción química entre sólidos y gases o líquidos. La magnitud de esta área determina, por ejemplo, cuán rápido se quema un sólido, cuán pronto se disuelve un polvo dentro de un solvente, cuán satisfactoriamente los materiales de construcción resisten las inclemencias del tiempo, cuán satisfactoriamente un catalizador promueve una reacción química, o cuán efectivamente un absorbedor elimina un contaminante. Las partículas que se obtienen normalmente mediante rotura o trituración pueden producir algunos trozos relativamente grandes y muchos otros minúsculos. Las partículas diminutas exhiben la mayor parte del área superficial y son, por tanto, mucho más reactivas. Estas partículas suelen ser pasadas por alto si sólo se mide el tamaño de partícula, pero su contribución debe ser tomada muy en cuenta cuando se considera el área superficial. La mayoría de las partículas, además, tienen superficies bastante irregulares. Sus áreas pueden ser entonces mucho mayores que la de un cubo o esfera regular de dimensiones lineales comparables. Estas irregularidades pueden ir desde escala atómica hasta grietas, rendijas o poros relativamente grandes.

Métodos de medición

El método básico de medición de área superficial (Método BET) implica la determinación de la cantidad de un gas inerte, normalmente nitrógeno (N₂ como adsorbato), requerido para formar una capa con un espesor mono molecular sobre la superficie de una muestra a una temperatura criogénica. El área de la muestra se calcula luego utilizando el área conocida (a partir de otras consideraciones) a ser ocupada por cada molécula de nitrógeno en esas condiciones.

Clásicamente, las mediciones necesarias son llevadas a cabo utilizando una muestra evacuada encerrada en una cámara y enfriada en un baño de nitrógeno líquido al cual se admite la entrada de cantidades conocidas de nitrógeno gaseoso. La medición de la presión de gas y de los cambios de presión permite determinar el punto en el cual se forma la monocapa. Estos datos establecen también el volumen de gas que compone la monocapa, y en consecuencia el número de moléculas. Un cálculo directo da luego el área superficial de la muestra. Un aspecto deseable de esta técnica es que solo incluye mediciones fundamentales de fuerza y longitud (volumen). No hace falta calibración con la ayuda de patrones de referencia.

Otro procedimiento llamado de *Flujo Dinámico* la circulación de una mezcla de gas sobre y a través de una muestra enfriada a la temperatura del nitrógeno líquido. La mezcla de gas es una combinación de nitrógeno y un componente no condensable en una proporción tal que el nitrógeno sea suficiente sólo para formar la monocapa. El nitrógeno es puesto en libertad cuando se elimina el baño de nitrógeno líquido y se calienta la muestra. Se mide luego su cantidad, y se deduce el área superficial de la muestra, como antes, a partir de la suma de las áreas ocupadas por cada molécula de nitrógeno. Este método requiere calibración inyectando volúmenes conocidos de gas nitrógeno y determinando la respuesta del instrumento.

Instrumentos para Área Superficial

Micromeritics ofrece analizadores de área superficial manuales y automáticos para la medición de áreas superficiales desde 0.001 m²/g. Los modelos **ASAP 2010 series, Gemini Series, Flowsorb III 2300 y el TriStar 3000** son de los más difundidos en el mundo utilizando el **Método BET**. Modelos aptos para el control de calidad por su rapidez de trabajo, sencillez y bajo costo sin sacrificio de una buena precisión.



TRISTAR 3000 Utiliza técnicas de adsorción para generar datos de área superficial y de tamaño de poro rápidamente, para investigación y para aplicaciones de control de calidad.

- Análisis simultáneos de hasta tres muestras.
- Mide áreas superficiales tan pequeñas como 0.01 m²/g utilizando nitrógeno.
- Analiza tres muestras de 5 puntos BET en aproximadamente 20 minutos
- Ofrece una variedad de métodos para medición espacio libre.
- El Sistema opcional de degasificación SmartPrep ofrece una amplia gama de posibilidades de información para preparación de muestras

ASAP 2020, Usa el principio de Adsorción Física de gases para obtener información altamente detallada acerca del área superficial y la porosidad de sólidos

- Rango de Medición de Área Superficial: menos de 0.01 hasta mas de 3000 m²/g
- Operación completamente automatizada
- Alta resolución el convertidor A/D da un excepcional detalle en la región de presión ultra baja del isoterma
- Disponible en diferentes capacidades para Microporos, Mesoporos y Macraporos así como la opción multigas para aplicaciones que usan gran variedad de gases como absorbato.
- Poderoso Software de Windows para operación y de datos.



GEMINI SERIES, Utiliza una tasa dosificable adaptable, técnica de volumen estatico para generar rápidamente datos de área superficial y porosidad.

- Mide áreas superficiales desde 0.01 m²/g utilizando nitrógeno
- Desempeña análisis multipunto BET en solo 8.5 minutos.
- El diseño del tubo gemelo casi no requiere corrección por desviaciones del comportamiento ideal del gas.

Sistema opcional STSA para carbón negro disponible

Quimisorbción

El objetivo de las mediciones de quimisorbción es el determinar la cantidad de material o sitios activos presente en la superficie de un catalizador en la medida que se lo distingue del material inactivo, normalmente mucho mas abundante. Una reacción química entre el material activo y el gas sirve como herramienta de medición. Se comienza por evacuar una muestra de catalizador, luego se calienta y se trata con otros gases para limpiar su superficie y colocar su material activo en un estado químico específico. Posteriormente, se hace ingresar un gas activo, posiblemente hidrógeno o monóxido de carbono, que reacciona con la superficie activa. El comportamiento normal es un aumento rápido del gas quimisorbido hasta satisfacerse la demanda del mismo. La estequiometría de la reacción es utilizada luego para computar el número de átomos activos, y en consecuencia el área superficial activa del material.



AUTOCHEM 2920, Laboratorio de Caracterización de Análisis de Catálisis en un solo equipo. Analizador de Quimisorbción Automático realiza : reducción de temperatura programada (TPR), desorbción (TPD), oxidación (TPO), así como área superficial BET.

- Poderoso Software Windows para operación y reducción de datos.
- Software integrado GRAM/32® para editar y reducir datos
- Análisis de temperaturas desde -70 hasta 1100°C con opción CryoCooler.
- Generador de vapor opcional que permite análisis usando líquidos vaporizados en un transportador inerte.
- Puerto para opción a espectrómetro de masa
- Mezclador de fases disponible
- Capacidad disponible para acoplamiento a cromatógrafo



Porosimetría : Tamaño y Volumen de poros

Los materiales porosos encuentran una amplia difusión en la naturaleza y un empleo extensivo en la industria. Los poros hacen posible la respiración del ser humano como así también la circulación de fluidos naturales tanto en plantas como en animales. Las formaciones geológicas porosas contienen agua, petróleo y gas natural, o sea todo lo que hace a la economía mundial. La estructura de poros de los minerales es importante en los procesos metalúrgicos. Materiales de construcción como hormigón, madera y cerámica son porosos. Las industrias de proceso emplean catalizadores, filtros y adsorbentes porosos, tales como sílica gel, carbón activado y zeolitas. Los electrodos de las baterías y de las plantas de electrólisis son porosos. Y hay muchos otros materiales que, para ser calentados o secados, requieren tener en cuenta su estructura porosa. La variedad de formas y tamaños de poros es tan grande como los tipos y orígenes de los materiales porosos. Los tamaños van desde espacios comparativamente grandes y fácilmente visibles hasta grietas de dimensiones moleculares. Los pueden ser esféricos o con forma de burbuja como el hormigón o planos y con forma de ranura como en las arcillas. La mayoría de los poros, sin embargo, tienen formas irregulares para las cuales no hay una descripción geométrica simple. Los poros de algunos materiales se hallan interconectados proporcionando un acceso desde más de una entrada mientras otros están abiertos sólo en un extremo. Las propiedades físicas de todos los materiales dependen fuertemente del número, tamaño, y a menudo, de la forma de sus poros.

Métodos de medición

El mercurio (Hg) es un líquido que no humedece a la mayoría de los materiales salvo unos pocos metales, de modo que debe ser forzado dentro de los poros de los materiales. La medición del tamaño y del volumen de los poros se consigue inundando una muestra del material en cuestión debajo de una cantidad limitada de mercurio y luego aumentando hidráulicamente la presión. La disminución del mercurio libre, que es igual al que invadió los poros, se mide como una función de la presión aplicada. Estos datos dan directamente el volumen de poros, y con la ayuda de un modelo de poro, permiten un cálculo simple de la distribución dimensional de los tamaños de los poros. Los diámetros de los poros (que implican un modelo cilíndrico de poro) pueden ser convenientemente medidos desde alrededor de .003 micras hasta 360 micras. La reducción de presión a partir del nivel en el cual los poros se llenan suele resultar algo inferior a la de la extrusión completa de mercurio. Esto suministra información acerca de las restricciones de los canales y de la naturaleza bulbosa de los poros internos.

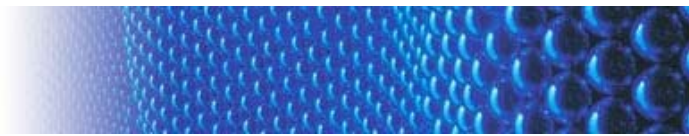
Instrumentación para tamaño y volumen de poros

Micromeritics ofrece instrumentos para tamaño y volumen de poros que permite la caracterización de poros con diámetros desde 0.002 hasta 360 micras.

Utiliza intrusión de mercurio para determinar volumen total de poro, distribución del tamaño de poro, porcentaje de porosidad y densidad.

- Mide diámetros de poro desde 0.003 hasta 360 micras.
- Disponible con 2-bajos y 1-alto puertos de presión o con 4-bajos y 2-altos para incrementar el muestreo.
- Disponible con 33,000 psi o 60,000 psi
- Resolución extraordinaria: Mejor que 0.1 uL para intrusión de mercurio.
- Versátil: Análisis totalmente equilibrado o escaneable; equilibración basada en tiempo o en intrusión.
- Poderoso Software Windows para reducción de datos
- Sistema de presión/intrusión para calibración basada en computadora.
- Software opcional Por-Cor para modelar la estructura.





Densidad

Algunos materiales poseen tanto densidad aparente como verdadera, las cuales pueden ser muy distintas. Las densidades aparentes dependen del medio ambiente y las condiciones predominantes. Un material que tiene poros, por ejemplo, no parecerá tan denso cuando sea sumergido en un líquido si los poros están llenos con aire que si lo estuvieran con líquido. Los materiales granulares sueltos nunca parecerán tan densos antes de la compresión que después, debido a la eliminación de los espacios entre los granos. La densidad aparente cambia cuando las condiciones se alteran; la densidad verdadera es invariable.

Métodos de medición

El primer método desarrollado para la medición de la densidad verdadera pertenece a Arquímedes. Como se recordará, Arquímedes pesó la corona del Rey y luego determinó su volumen sumergiéndola en agua y midiendo el volumen desplazado. La técnica, conocida hoy día con el nombre de picnometría, resulta todavía bastante adecuada, con algunos refinamientos. El material en cuestión debe ser completamente evacuado para remover todo el gas atrapado en su interior que, de otra manera, podría impedir la penetración del líquido dentro de los poros. El líquido debe de estar libre de gases disueltos y poseer características que permitan un mojado completo. No debe producirse evaporación de líquido ni disolución de material. Obviamente, hace falta prestar la debida atención a los detalles y ejecutar cuidadosamente el procedimiento.

Cuando un gas sustituye al líquido se evitan los procedimientos húmedos pero el cuidado debe ser el mismo. En realidad, el control de presión y temperatura ha de ser aún mas preciso y el gas debe ser inerte y sin componentes condensables. La picnometría gaseosa, en lugar de medir volumen mediante un desplazamiento directo, lo establece a partir de la variación de presión originada por la presencia del material o del cambio de volumen requerido para mantener una presión fija. La ventaja del gas es que permite una fácil automatización.

La densidad, aparte de su obvio uso en la predicción del peso de un objeto o componente a diseñar, es empleada frecuentemente en la diferenciación de distintas calidades, fases cristalinas, composición, o tratamiento previo de materiales. Como ejemplo se puede citar polietileno de alta, media y baja densidad, distintos tipos de canales, aleaciones de acero y aluminio, y madera tratada y sin tratar.

Instrumentación de densidad

El **Accupyc 1330 de Micromeritics** mide volúmenes verdaderos de muestras hasta 9 cm³ Usa técnica de desplazamiento de gas para determinar la densidad absoluta.

- Mide la densidad absoluta de sólidos teniendo volúmenes desde 0.1 hasta 100 ml
- Operación completamente automática
- Capaz de medir células abiertas o cerradas de materiales espumosos con el Software opcional FoamPyc
- La opción multivolumen permite análisis de gran variedad de tamaños de muestras.
- La versión de control de temperatura permite análisis con temperaturas seleccionadas por el usuario.



GEOPYC 1360 Analizador de Densidad de Envoltura o T.A.P , mediante un sistema *DryFlo*®

- Rápidas mediciones Densidad de Bulto (envoltura) de un gran numero de materiales
- Calcula automáticamente el volumen total de poro
- Tiempo de análisis típico de 5 a 10 min.
- Análisis no destructivo para la mayoría de las muestras