

LA DIFRACCION DE RAYOS LASER EN EL ANALISIS DE LA GRANULOMETRIA DE PARTICULAS

M. P. de LUXAN, M. FRIAS y M. I. SANCHEZ DE ROJAS
 Instituto de la Construcción y del Cemento «E. Torroja» (CSIC)

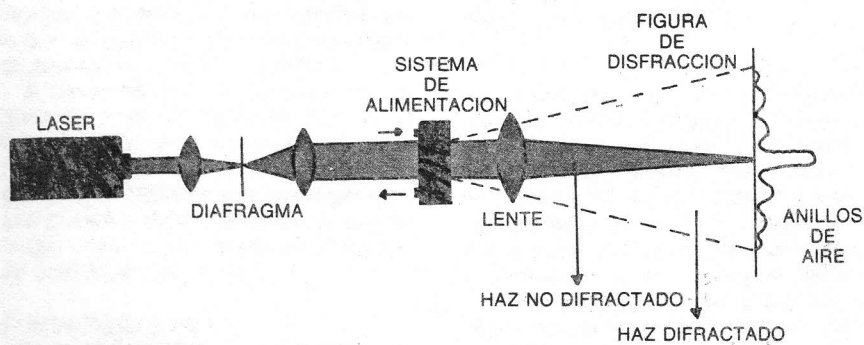


Fig. 1 Esquema del análisis de partículas por difracción de rayos láser

LA GRANULOMETRIA. CARACTERISTICA FUNDAMENTAL

La necesidad de conseguir una utilización óptima de los materiales lleva consigo el alcanzar un conocimiento de sus características en profundidad, con el fin de llegar a dilucidar el binomio causa-efecto.

Entre la multitud de características que definen un material, como su composición química, mineralógica, características físicas, textura, morfología entre otras, cabe resaltar la de su granulometría.

El tamaño de las partículas que constituyen un material tiene una relación directa con sus propiedades y es, por lo tanto, un factor condicionante de su utilización.

Consecuencia de ello ha sido el interés creciente que se ha venido prestando a su determinación desde los diversos ángulos, laboratorios de investigación, fabricantes y usuarios.

En el tiempo habría que situar en primer lugar el diseño de métodos de ensayo y de técnicas instrumentales, cada vez más sofisticados, que permitan hallar

la granulometría de una muestra. Más tarde, con la posibilidad de disponer del análisis granulométrico, se realizarían los estudios sobre la influencia de la finura y de la distribución del tamaño de las partículas sobre las propiedades del material. En la realidad, ambas etapas han avanzado paralelas.

LA FINURA Y EL DESARROLLO DE METODOS DE ENSAYO Y TECNICAS INSTRUMENTALES

La investigación en este campo ha tenido su máximo desarrollo en el siglo presente.

L. A. Wagner (1933) y R. L. Blaine (1943) fueron pioneros con sus trabajos sobre la superficie específica.

Para poder determinar la finura hay que solventar numerosas dificultades, este fue el motivo por el que surgieron una gran variedad de métodos de ensayo, muchos de los cuales llevaban aparejados el uso de aparatos de diferente nivel de complejidad, y que evolucionaron en algunos casos a equipos y técnicas instrumentales que facilitaban la medida,

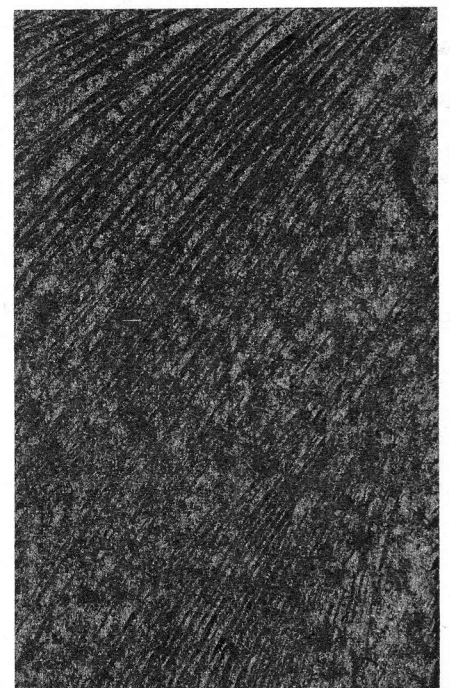
al mismo tiempo que mejoraban en ella la precisión.

Los primeros métodos estaban basados en tamizado y en sedimentación.

La obtención de la finura mediante tamices tiene un límite inferior, a partir del cual la luz de malla del tamiz al ser muy pequeña llega a obturarse y la cantidad de material retenido presentaría valores por exceso.

La sedimentación, por el contrario, presenta un límite superior, ya que las partículas muy gruesas caen demasiado rápidamente para ser medidas de esta forma, y no se ajustan a la ley de Stokes. Los métodos así basados son en general muy lentos.

Fig. 2 Anillos de Airy.



Constituyen técnicas ya clásicas, entre ellas se pueden citar al tamizador-neumático Alpine y a la pipeta Andreasen, a la Balanza de Sedimentación y al elutriador-centrifugador Bahco.

Entre las técnicas modernas se encuentran el Sedigraph, el Hidrómetro y el Coulter-Counter. Esta última ya es rápida en cuanto al análisis de un rango concreto del tamaño de partículas.

Los métodos ópticos se han utilizado también desde hace años para la obtención de la distribución del tamaño de partícula en un producto. A ellos se les ha dado una atención cada vez mayor por las posibilidades que ofrecen.

Actualmente es la aplicación de la tecnología Láser la que ha alcanzado un gran protagonismo en este campo, ya que puede ser capaz de proporcionar resultados en el análisis granulométrico con rapidez, precisión y reproducibilidad, por lo que se presenta como un buen método alternativo a los ya existentes.

A pesar del gran avance que se ha realizado hasta el momento, hoy día la determinación de la finura es aún una línea de estudio abierta: hay muchos aspectos que requieren una investigación y una puesta a punto de métodos que no tengan como punto de partida la fijación de unas hipótesis previas.

FUNDAMENTO DE LA ESPECTROMETRIA DE DIFRACCION POR RAYOS LASER

Ya en 1817, J. Fraunhofer describió un sistema de producir figuras de difracción. De él difieren los métodos modernos en el foco luminoso utilizado.

Si a una muestra de un material sólido, pulverizado, se le hace pasar a través de un rayo láser monocromático, suspendida en un líquido no reactivo o bien en seco mediante un gas, la luz se difracta y se produce una figura de difracción de simetría radial en el plano focal de la lente.

El rayo láser formará una figura de difracción, cuya energía de distribución sigue la Ley de Airy. Si todas las partículas iluminadas son de tamaño único, consis-

Fig. 4 Sistema de alimentación en seco.

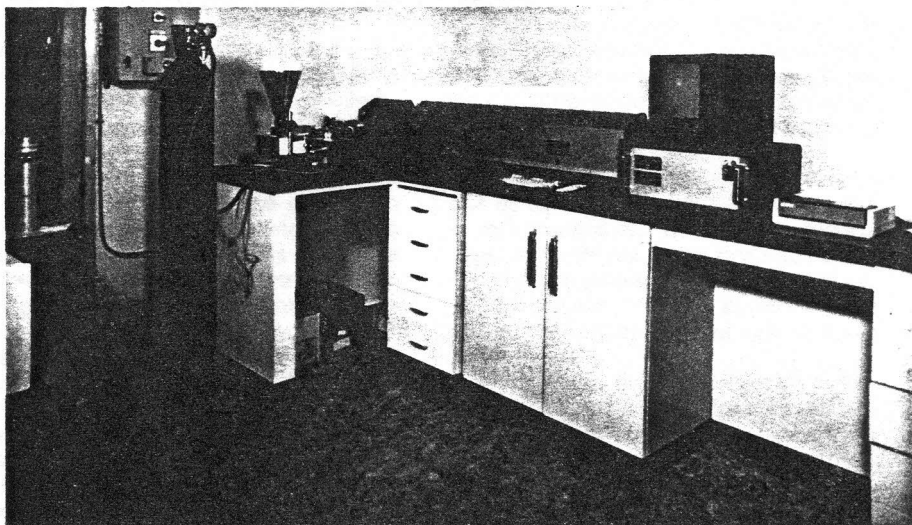
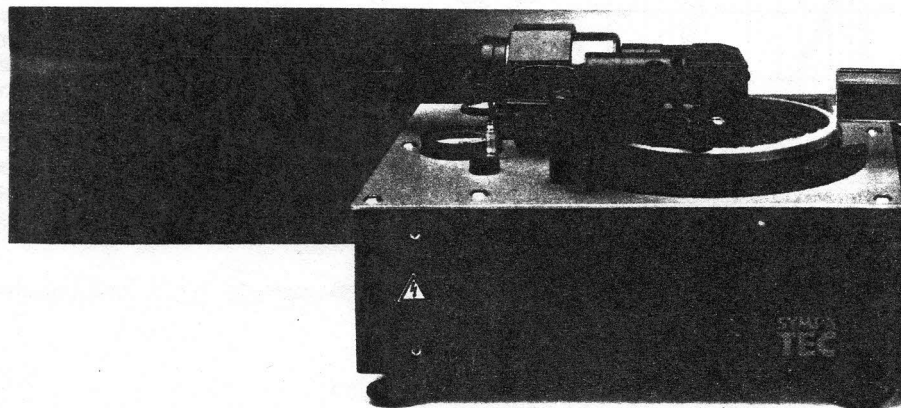


Fig. 3 Granulómetro láser.

te en una serie de anillos concéntricos, oscuros y brillantes alternativamente, con un área central brillante. Los radios de los anillos son menores cuanto mayor es el diámetro de las partículas. La intensidad de los anillos brillantes es proporcional al número de partículas detectadas, y disminuye con la distancia al centro.

Si los tamaños de las partículas son diferentes, la figura de difracción obtenida se basa en una superposición de imágenes de Airy, de cada una de ellas correspondiente a un diámetro de partícula distinto y cuya intensidad disminuye con la distancia al centro.

A partir de estas figuras de difracción se obtienen las correspondientes distribuciones del tamaño de las partículas.

GRANULOMETROS LASER. POSIBILIDADES DE LOS EQUIPOS

Para la realización de los análisis, los equipos más modernos basados en la espectrometría de difracción por rayos láser presentan varias fuentes de alimentación alternativas; tienen la posibilidad de selección entre diversos rangos de medida, y están dotados de un software, que

permite gran versatilidad en la obtención y en el tratamiento de los datos obtenidos.

Sistemas de alimentación

- *En fase líquida:* Permite la determinación granulométrica de una muestra por suspensión de la misma en un líquido no reactivo. Lleva incorporado un equipo de ultrasonidos para eliminar las aglomeraciones de las partículas, debidas a las fuerzas de Van der Waals.
- *En seco:* Mediante un sistema, como el Rodos, se genera un aerosol con la muestra a analizar, y se consigue una alimentación y dispersión de sólidos finamente divididos, de forma continua. Esta posibilidad se desarrolló con posterioridad a la de la fase líquida, por lo que actualmente no todas están dotadas con ella.

Sistema óptico

Su finalidad es recoger la señal en el detector. Está dotado con:

- *Banco óptico:* Lámpara de He/Ne, distancias focales variables para cada rango de medida, detector multicelular con N canales de medición y un sistema de lentes y espejos.
- *Autofoco.*

Sistema de recogida y tratamiento de datos

La presentación de los datos, sin hacer un tratamiento posterior de los análisis, donde las opciones se multiplican, proporciona ya dos tipos diferentes de

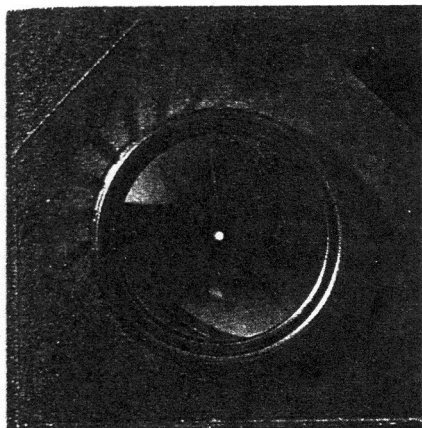


Fig. 5 Rayo láser. Aspecto a través de la lente.

representaciones, una curva de distribución de los tamaños de partícula y otra de la densidad de distribución logarítmica frente al tamaño de partícula.

APLICACIONES DE LA GRANULOMETRIA LASER

Aparte de aquellas aplicaciones que serían comunes a cualquier otra técnica o método que permita la obtención del análisis granulométrico de un producto, como serían las que derivasen directamente de su conocimiento, como la utilización adecuada del material en relación a la influencia existente entre el comportamiento del material y su finura, las técnicas instrumentales más modernas, basadas en la espectrometría de difracción por rayos láser, tienen algunas peculiaridades y posibilidades que les son propias, de las que las más destacadas se mencionan a continuación.

El interés que presenta esta técnica se puede desglosar en dos vertientes principales, las líneas de investigación y las aplicaciones en los sectores industriales; a su vez, ambas guardan conexión.

Muchas de las aplicaciones se deben al Sistema de recogida y tratamiento de datos, y a las posibilidades que proporciona el software del que dispone.

La investigación primera que cabe señalar es aquella que tiene como finalidad el estudio de la técnica en sí misma, mejorando cada uno de los Sistemas de que dispone, bien en lo referente a la alimentación, bien en lo referente al sistema óptico y al diseño de dispositivos capaces de incluir nuevos rangos de medida en la determinación granulométrica, especialmente en los tamaños inferiores, superando las dificultades que se plantean. Si se centra en el desarrollo del software, las alternativas se multiplican.

Inicialmente, los equipos disponían solamente de sistema de alimentación en fase líquida, adecuado especialmente para algunos materiales, como es por ejemplo el caso de la arcilla; sin embar-

go, para otros, como el cemento, la utilización de un sistema de alimentación en seco, ha constituido un gran logro.

Dada la velocidad con que se puede obtener la curva de distribución del tamaño de partícula de un material, en un tiempo del orden de segundos, el estudio de la cinética de reacciones podría ser una de las investigaciones posibles a realizar, mediante la variación de las curvas de densidad de distribución logarítmicas en relación al tamaño de partícula.

Abre, por tanto, un cauce de estudio de la reactividad de los materiales, no sólo por lo que se refiere a las relaciones entre los datos de granulometría y de superficie específica que se obtienen con los resultados de otros ensayos que valoren su reactividad, sino porque se puede observar la evolución de la distribución granulométrica con el tiempo, utilizando como medio líquido una solución reactiva.

Otras investigaciones podían quedar centradas en la relación de los máximos que se reflejan en las curvas de densidad

de distribución logarítmica con la posible composición de la muestra, número de máximos y su valor alcanzado respecto a los componentes de la mezcla de la muestra.

El software permite la acumulación de curvas granulométricas pertenecientes a distintos materiales, incluso insertando los datos obtenidos a partir de otros métodos ajenos; de este modo se facilita la comparación de resultados.

La rapidez en la obtención de resultados es también el factor decisivo, junto a la reproducibilidad, que hace la técnica especialmente útil en los procesos de fabricación continuos, permitiendo casi instantáneamente conocer el rendimiento de aquellas etapas en las que la finura sea primordial.

En concreto, en las fábricas de clinker de cemento portland la técnica tiene una aplicación muy interesante en el cálculo actualizado del rendimiento del separador, sobre todo gracias a uno de los sistemas de cálculo del software, que contiene las curvas de separación (TROMP).

Fig. 6 Curvas granulométricas.

