

# Aplicación de la fotometría electrónica a la detección de las dimensiones de partículas de orden micrométrico



# Estructura de la presentación

- ▶ Técnicas de caracterización
- ▶ Forma de representación de la caracterización de tamaño de partículas
- ▶ Fundamentos del método
- ▶ Caracterización del sistema de partículas de calibración
- ▶ Elaboración de la celda de sedimentación
- ▶ Programa de mediciones
- ▶ Resultados alcanzados
- ▶ Conclusiones

# Técnicas de caracterización de tamaño de partículas

- ▶ Métodos gravimétricos
  - Método de la pipeta
  - Método por decantación
  - Método por balanza de sedimentación
- ▶ Métodos por absorción de ondas electromagnéticas
  - Método de extinción fotométrica
  - Método de absorción de rayos X

# Técnicas de caracterización de tamaño de partículas

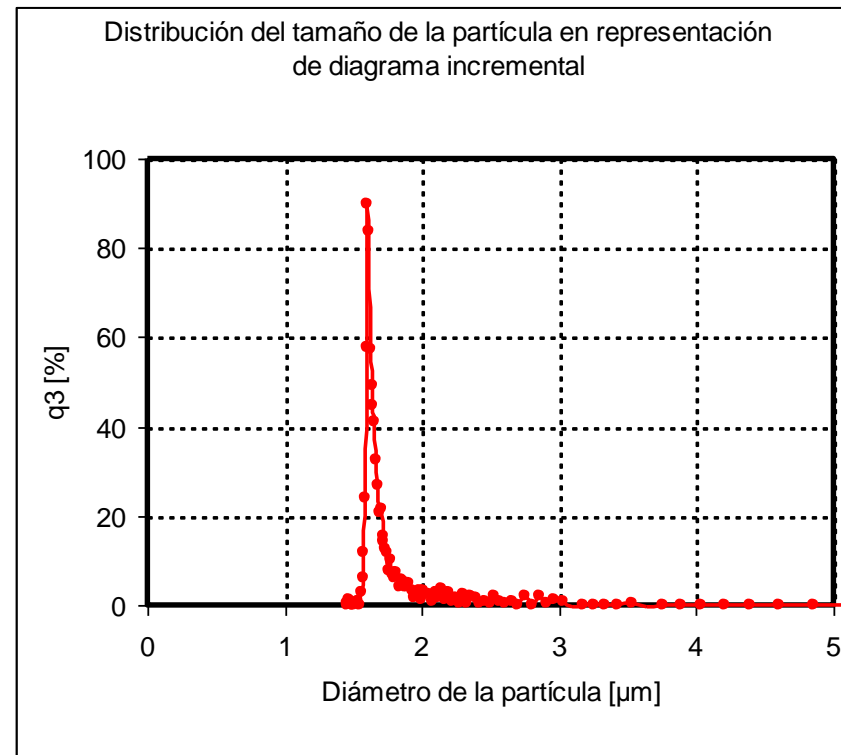
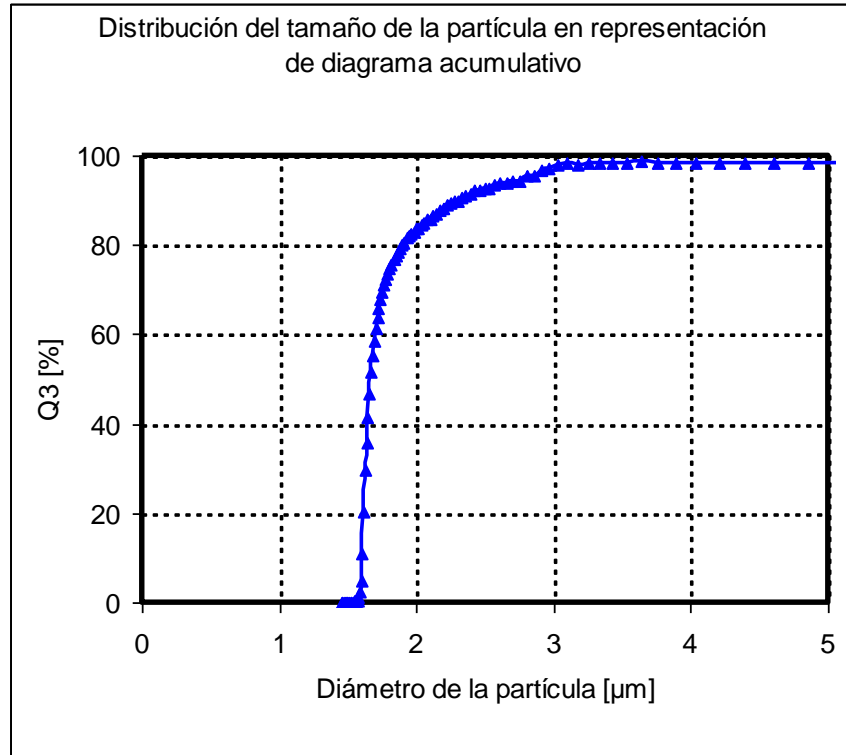
- ▶ Métodos por cambios de densidad de la suspensión
  - Método manométrico
  - Método por intercambio de cuerpos
- ▶ Método por el debilitamiento de la radiación  $\beta$

# Forma de representación de la caracterización de tamaño de partículas

- ▶ Diagrama acumulativo;  $Q_3(x)$
- ▶ Diagrama incremental;  $q_3(x)$
- ▶ Relación entre formas de representación

$$Q_3(x) = \int q_3(x) \cdot dx$$

# Forma de representación de la caracterización de tamaño de partículas



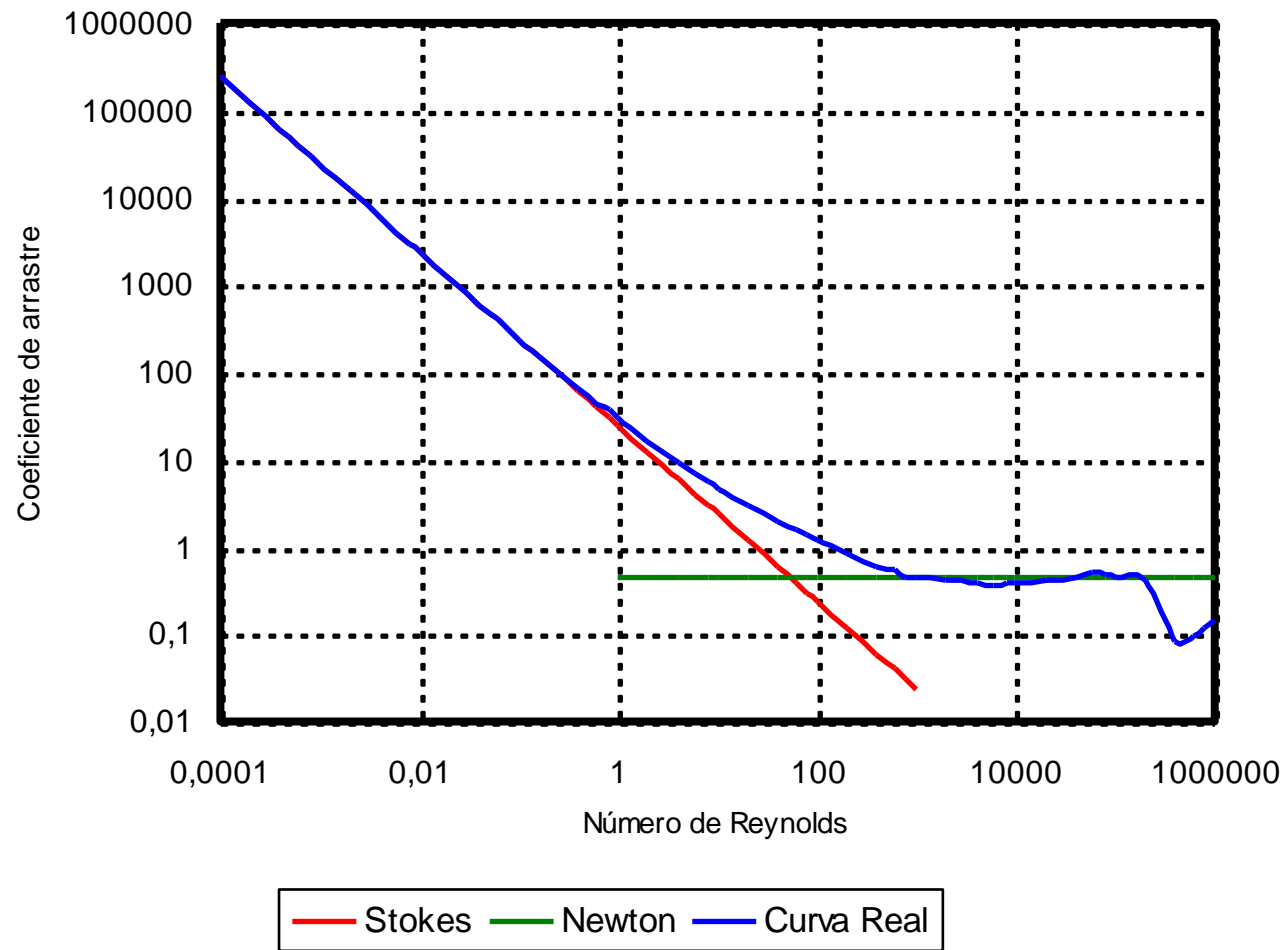
# Fundamentos del método

- ▶ La fuerza de arrastre se evalúa a partir del coeficiente de arrastre, el que depende, a su vez de las características del escurrimiento sobre el cuerpo que se representan, a través del Número de Reynolds y la forma del cuerpo, que en este caso es una esfera rígida.

$$\vec{F}_{arrastre} = C_a \cdot A_p \cdot \rho_f \cdot \frac{|\vec{v}| \cdot \vec{v}}{2}$$

# Fundamentos del método

Comportamiento del coeficiente de arrastre de esferas respecto del Número de Reynolds





# Fundamentos del método

- ▶ Considerando que el escurrimiento es con valores de Número de Reynolds menores a 0,25, se puede utilizar la solución de Stokes para el coeficiente de arrastre, el que toma la forma:

$$C_a = \frac{24}{\text{Re}}$$

$$\text{Re} = \frac{v \cdot x \cdot \rho_f}{\mu_f}$$

# Fundamentos del método

- Reemplazando este coeficiente de arrastre, se obtiene el siguiente grupo de ecuaciones de movimiento:

$$\frac{d^2 \vec{z}(t)}{dt^2} = \frac{(\rho_p - \rho_f) \cdot x^2 \cdot g}{18 \cdot \mu_f} \cdot e^{-\frac{18 \cdot \mu_f}{\rho_p \cdot x^2} \cdot t}$$

$$\frac{d\vec{z}(t)}{dt} = \frac{(\rho_p - \rho_f) \cdot x^2 \cdot g}{18 \cdot \mu_f} \cdot \left( 1 - e^{-\frac{18 \cdot \mu_f}{\rho_p \cdot x^2} \cdot t} \right)$$

$$z(t) = \frac{(\rho_p - \rho_f) \cdot x^2 \cdot g}{18 \cdot \mu_f} \left( t + \frac{\rho_p \cdot x^2}{18 \cdot \mu_f} \cdot e^{-\frac{18 \cdot \mu_f}{\rho_p \cdot x^2} \cdot t} \right)$$

# Fundamentos del método

Considerando el comportamiento de las ecuaciones de movimiento, se alcanza una condición de movimiento definido por una velocidad constante, denominada velocidad terminal o velocidad de Stokes

$$v_{St} = \frac{(\rho_p - \rho_f) \cdot x^2 \cdot g}{18 \cdot \mu_f}$$

La existencia de partículas en la suspensión afectan los efectos viscosos del fluido sobre la partícula, de manera que existen diversas expresiones que dan cuenta de este efecto en función de la concentración volumétrica:

$$v = f(C_v) \cdot v_{St}$$

# Fundamentos del método

La expresión genérica de la función corrección de velocidad por los efectos de la concentración volumétrica es:

$$f(C_v) = (1 - C_v)^{-4,55}$$

Asumiendo una velocidad de sumergimiento constante, se puede evaluar el diámetro de la partícula a partir de la siguiente expresión:

$$x = \sqrt{\frac{18 \cdot \mu_f \cdot v}{f(C_v) \cdot (\rho_p - \rho_f) \cdot g}}$$

# Fundamentos del método

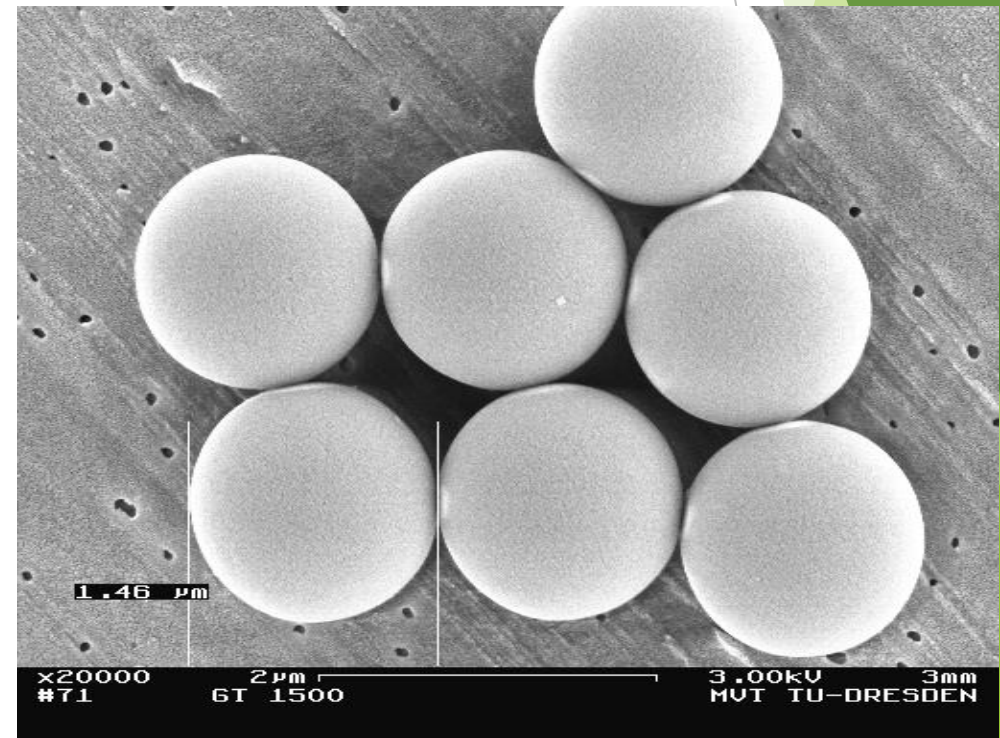
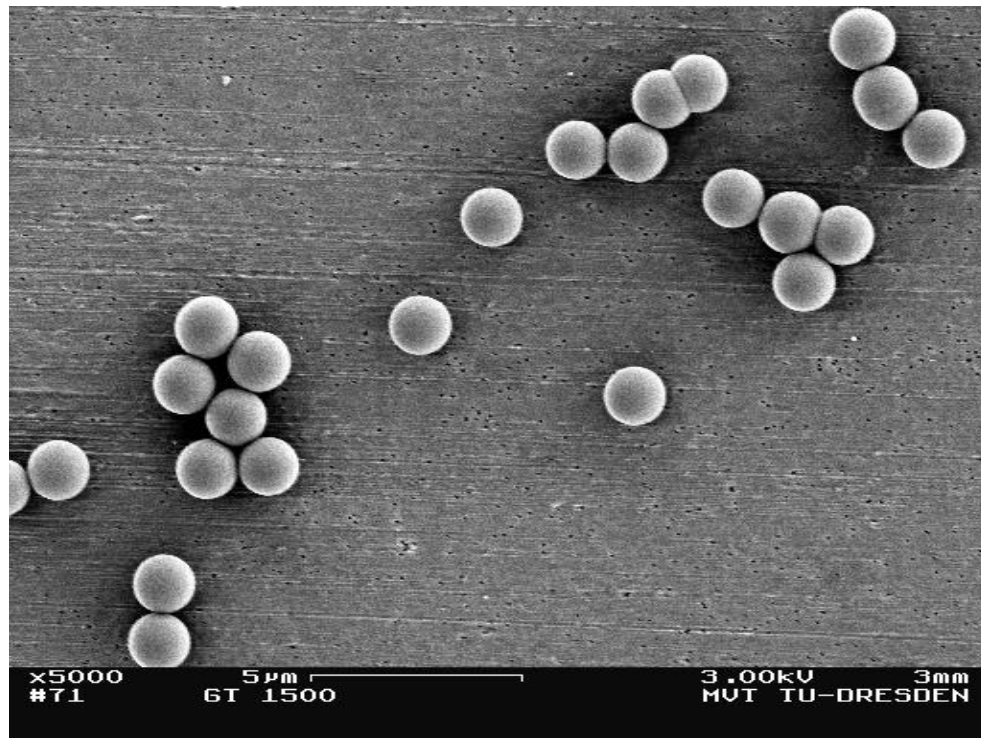
- ▶ La ley de Lambert-Beer establece la relación que existe entre la fracción intensidad de luz transmitida a través de suspensión con el área específica de extinción de las partículas existentes en ésta (o la sombra generada por las partículas), su concentración volumétrica y el espesor de la cubeta contenedora

$$\ln T = \ln \frac{I}{I_0} = -A_{esp} \cdot C_v \cdot L$$

$$A_{esp} = \frac{3}{2} \cdot \frac{K(x)}{x} = \frac{E/L}{C_v} = \frac{A_{ext}}{V_p}$$

# Caracterización del sistema de partículas de calibración

- Proveedor y código de producto: Geltech, S 1501
- Composición química: Dióxido de Silicio amorfo ( $\text{SiO}_2$ )
- Forma y estructura: esférica y rígida
- Densidad media:  $2.135 \text{ [kg/m}^3\text{]}$
- Diámetro nominal:  $1,5 \text{ [}\mu\text{m]}$



# Caracterización del sistema de la suspensión de calibración

- Fluido: Agua tridestilada, filtrada y desionizada
- Antifloculante: Hidróxido de Potasio (KOH)
- Índice de acidez (pH): 9,2
- Potencial Zeta: -60 mV

# Elaboración de la celda de sedimentación

- ▶ La celda consiste en una cubeta de sección rectangular en la cual se introduce por bombeo, la suspensión ya dispersada.
- ▶ En su interior se permite la sedimentación de las partículas presentes en la suspensión.
- ▶ Se monta un haz de luz y su correspondiente fotosensor en una posición dada, de manera de sensar el paso de las partículas a través de la variación de la extinción de la luz sobre el fotosensor.

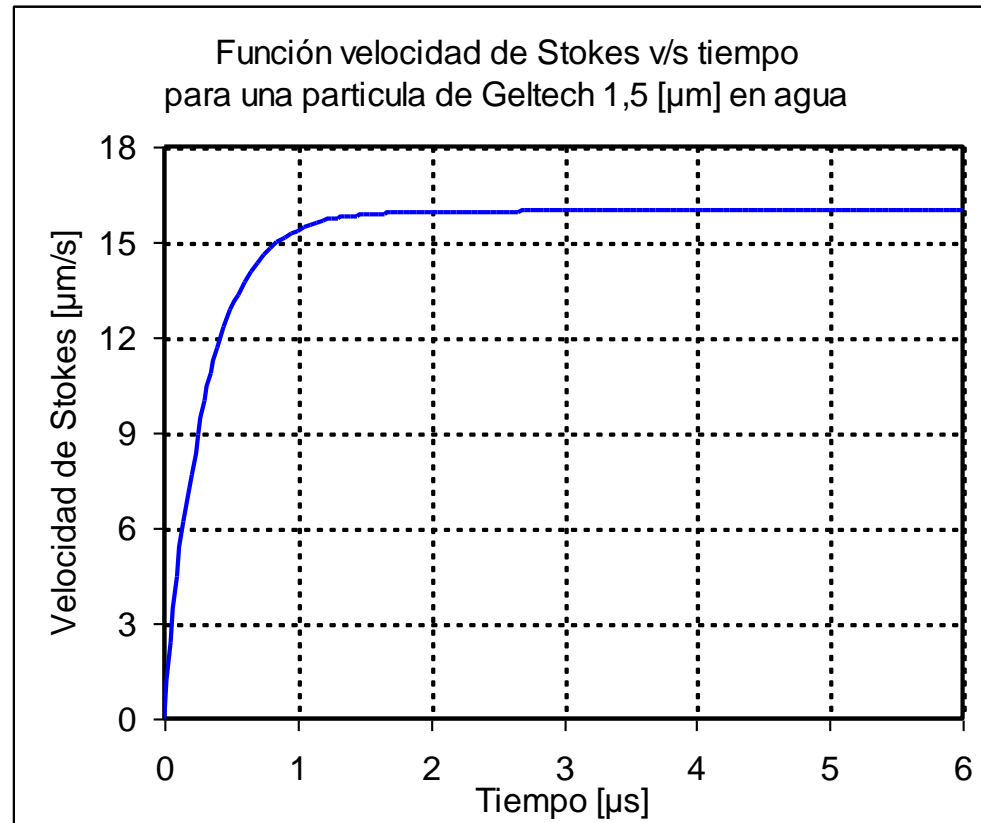


# Elaboración de la celda de sedimentación

- ▶ Las propiedades del fluido y de las partículas convenientemente introducidas en el grupo de ecuaciones de movimiento, se puede determinar el tiempo requerido por las partículas para alcanzar su velocidad terminal o de Stokes de sumergimiento y por ende, la posición donde se puede emplazar fotosensor, a fin de que éste obtenga una medida representativa.
- ▶ Realizados los reemplazos pertinentes se determina que la duración en el tiempo del proceso de velocidad de sumergimiento variable es 216,85 [μs].
- ▶ La duración en el tiempo de este proceso de sumergimiento a velocidad variable implica un desplazamiento vertical de las partículas de 346,3 [pm].

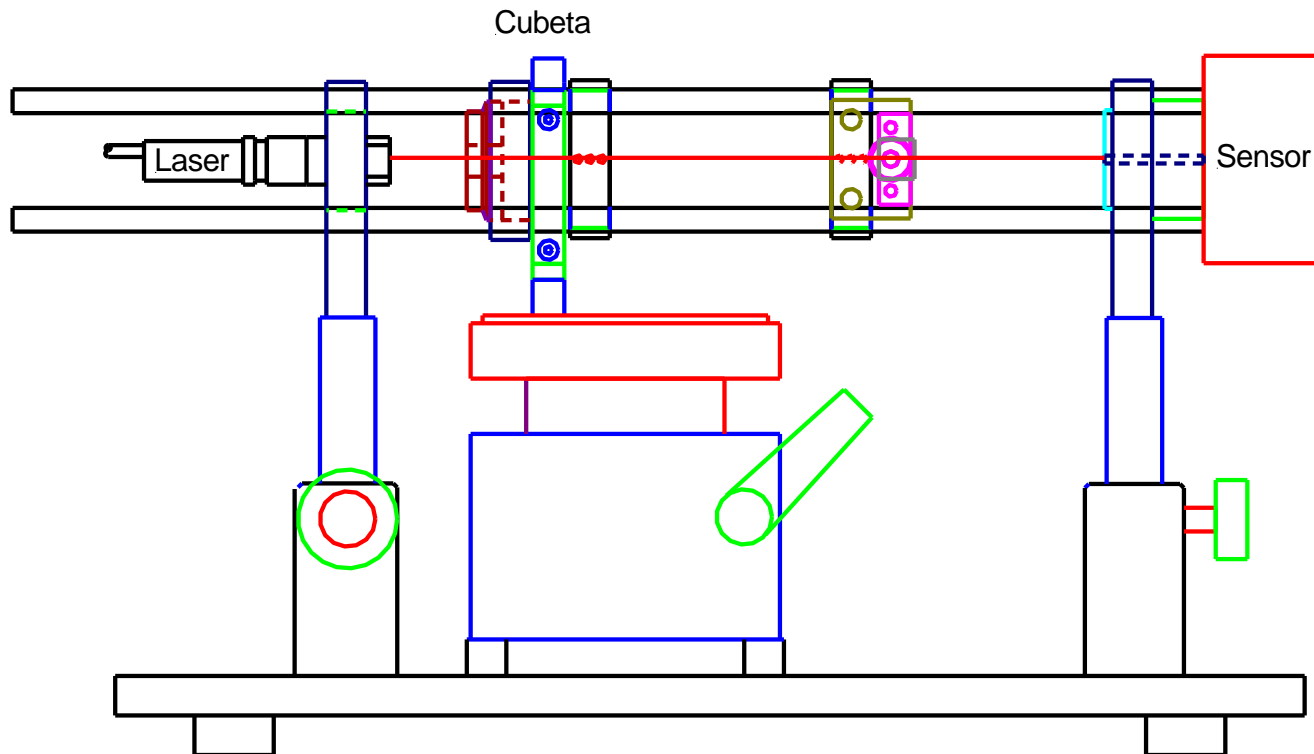
# Elaboración de la celda de sedimentación

- Considerando el material de prueba, se obtiene el siguiente comportamiento de la velocidad de sumergimiento respecto del tiempo.



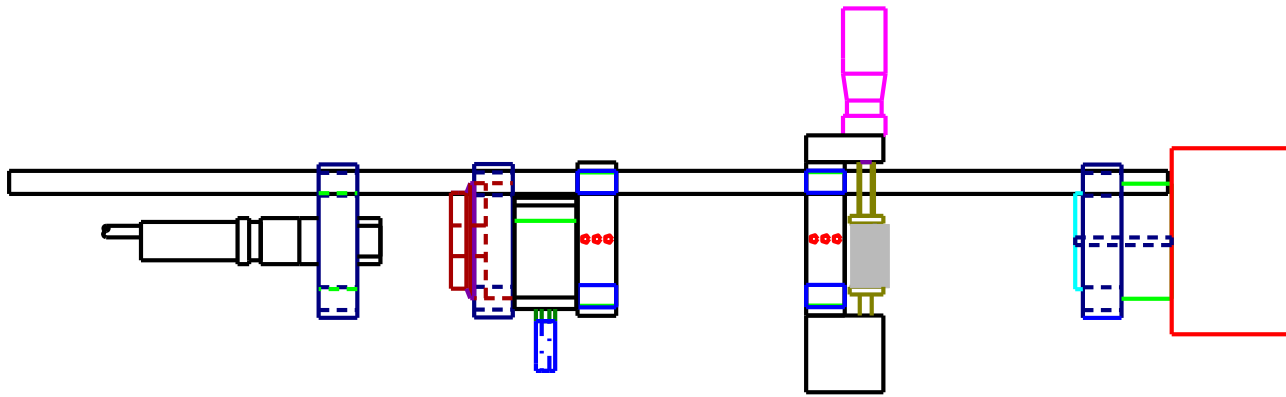
# Elaboración de la celda de sedimentación

## ► Elevación



# Elaboración de la celda de sedimentación

## ► Planta



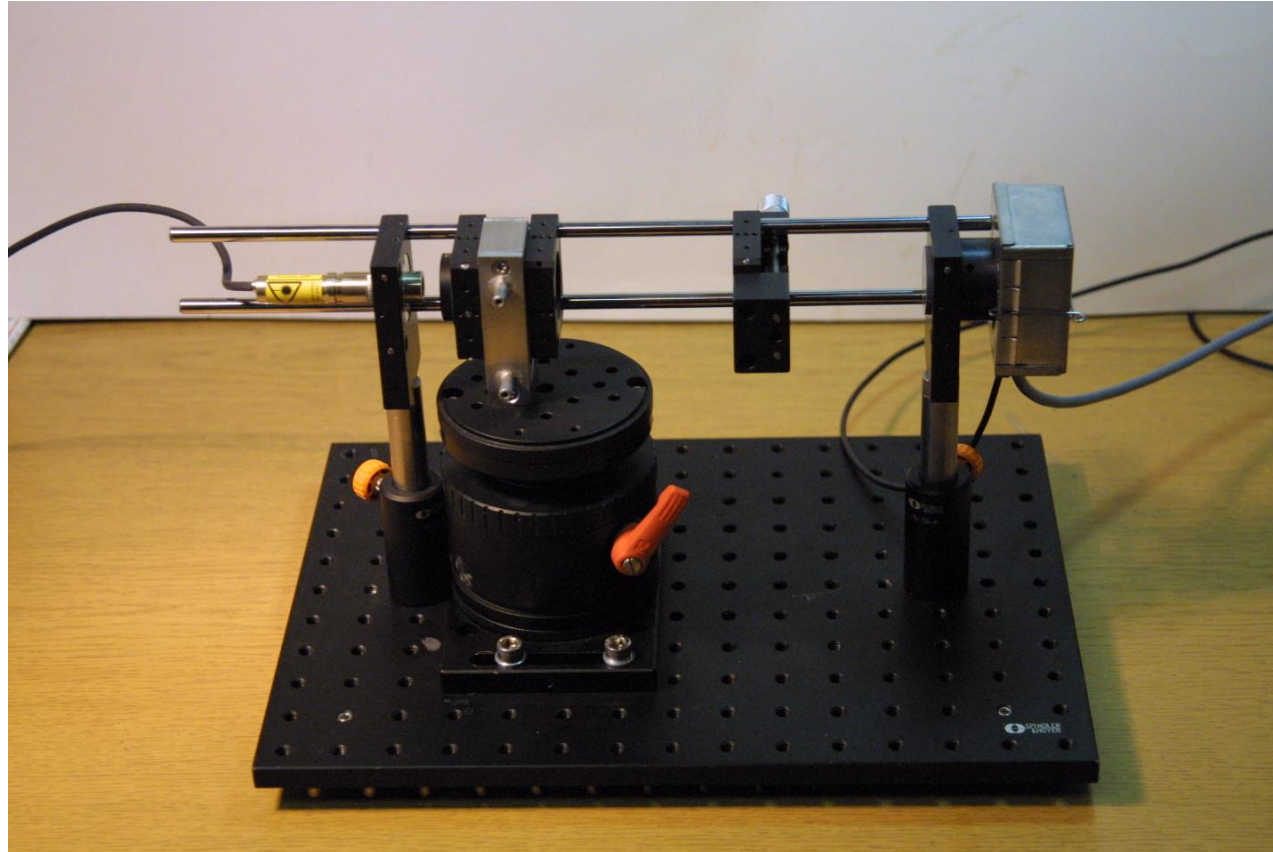
# Elaboración de la celda de sedimentación

## Características técnicas de la celda de sedimentación

Puntos de medida	1
Posición desde superficie libre	15 mm
Fuente de luz Diodo Láser	$\lambda=670$ nm
Diafragma Kollimatoroptik de	1 mm
Diámetro del haz de luz	1 mm
Filtro Gris Kiel de intensidad variable	
Foto sensor PIN de señal de tensión continua	
Cubeta rectangular de vidrio de cuarzo de	14×23 mm <sup>2</sup> (altura × ancho)
Espesor de la cubeta	8 mm
Volumen de la cubeta	6,08 ml
Software de medición	DasyLab 5.6

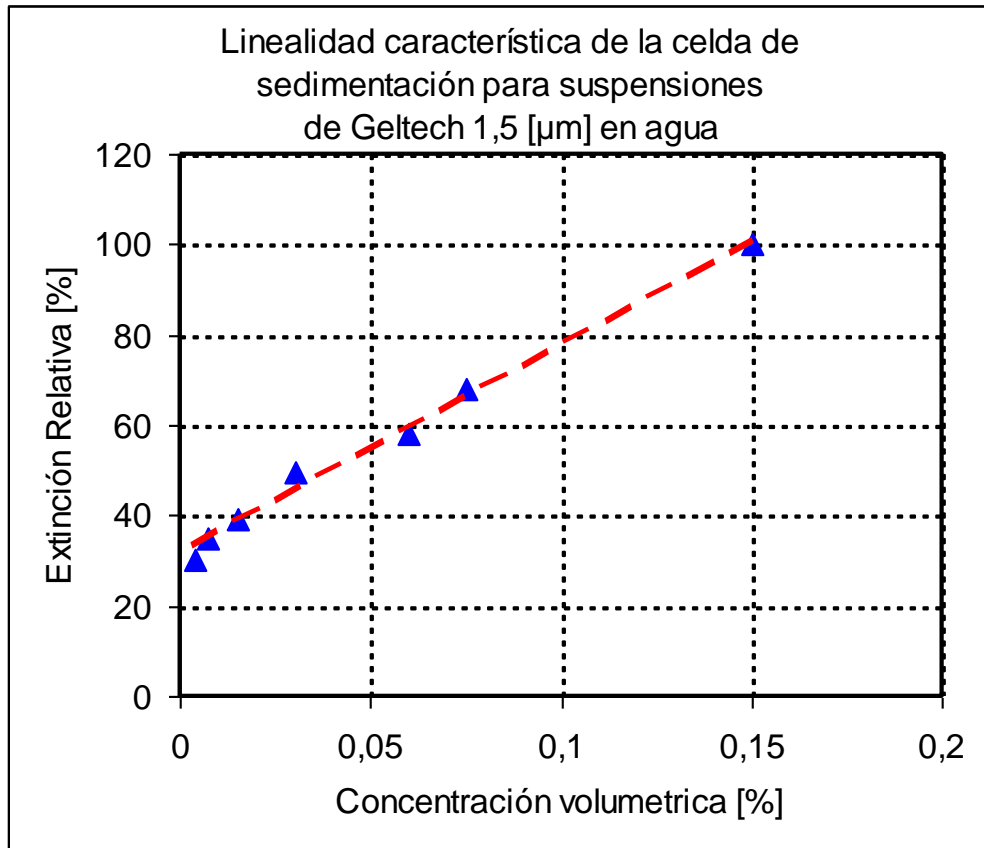
# Elaboración de la celda de sedimentación

Fotografía en semi planta



# Programa de mediciones

Comportamiento de la extinción respecto de la concentración volumétrica en la zona de linealidad del fotosensor.



# Programa de mediciones

- Elaboración de las suspensiones a ensayar
- Dispersión por antifloculante
- Dispersión por mezclador de alta velocidad
- Dispersión por ultrasonido
- Control de las suspensiones
- Por espectrometría Láser mediante un Espectrómetro Láser Helos Fa. Sympatec
- Por análisis de imágenes mediante un microscopio electrónico Zeiss Gemini 942



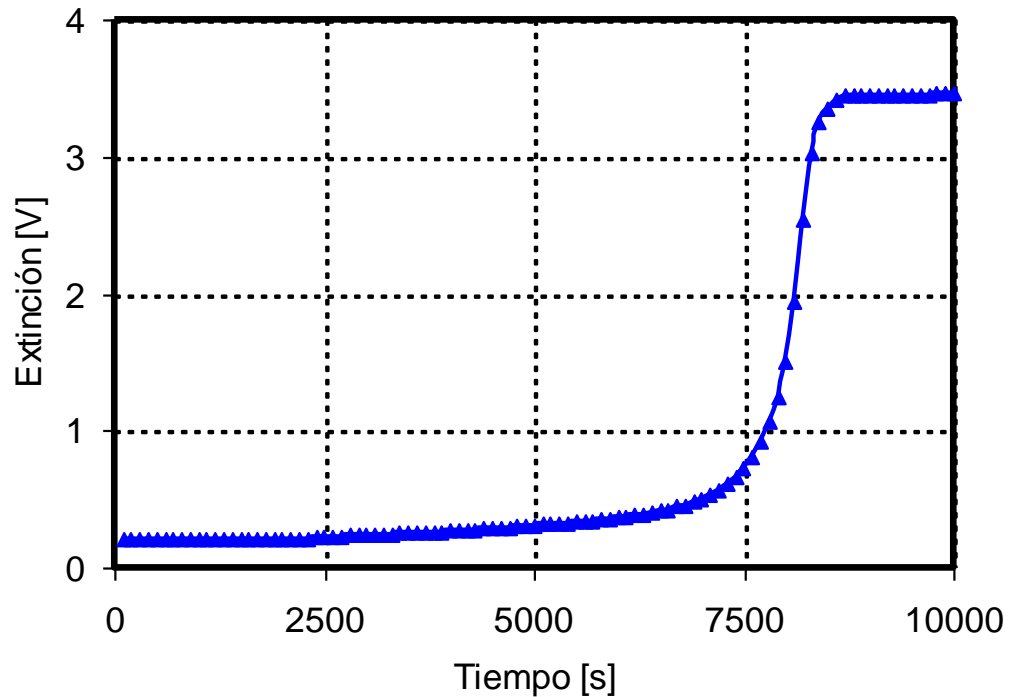
# Programa de mediciones

- Aislación térmica y mecánica del entorno de la celda de sedimentación.
- Programación del software de medición de la intensidad lumínica recibida por el fotosensor cada 100[s]
- Carga de la suspensión en la cubeta
- Inicio del ensayo

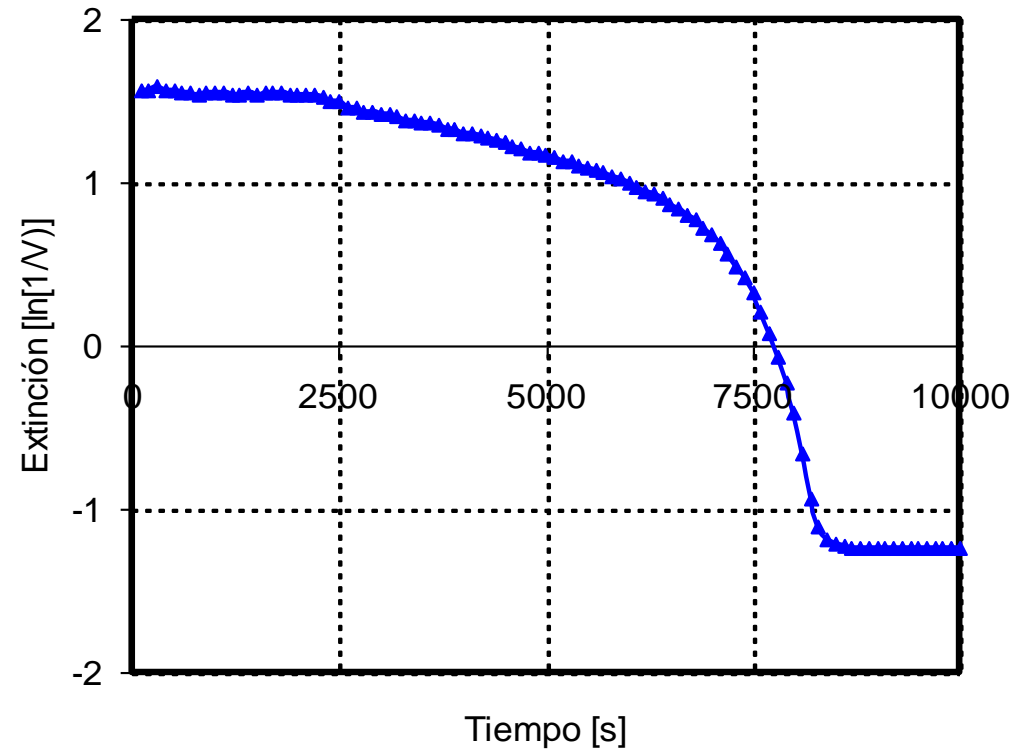
# Resultados alcanzados

Comportamiento de la extinción en términos de tensión eléctrica y del logaritmo de tensión eléctrica suministrada por el sensor respecto del tiempo

Comportamiento de la extinción v/s tiempo para una suspensión de Geltech 1,5 [μm] en agua con una concentración volumétrica de 0,031 [%]

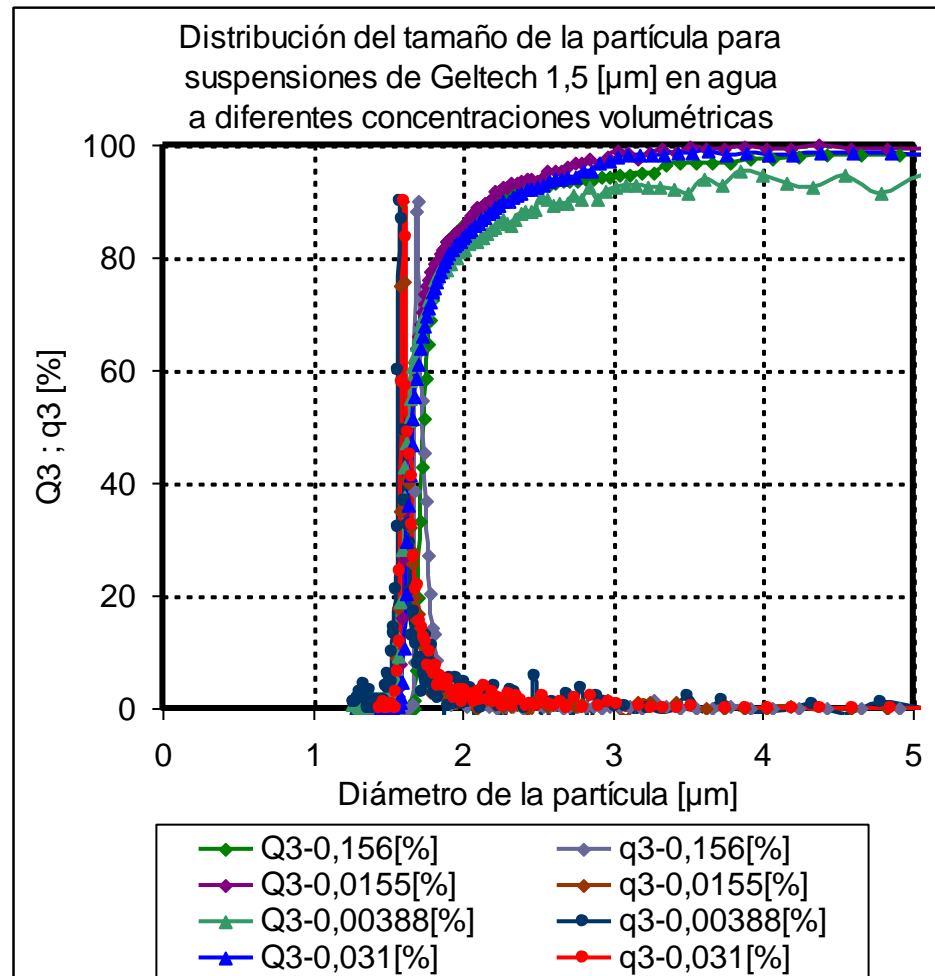


Comportamiento de la extinción v/s tiempo para una suspensión de Geltech 1,5 [μm] en agua con una concentración volumétrica de 0,031 [%]



# Resultados alcanzados

Diagramas acumulativos e incrementales obtenidos para diferentes concentraciones volumétricas



# Conclusiones

- ▶ La aplicación de celdas de sedimentación dotadas con métodos ópticos de detección para la determinación de la distribución de tamaño de partículas en general y de micro partículas en particular, son una tecnología eficiente y precisa
- ▶ Además, poseen las ventajas de su simplicidad de construcción, su bajo costo y su relativa facilidad de operación
- ▶ Sus desventajas radican en la larga duración de cada ensayo, a lo que se sumaría la posibilidad que uno o más ensayos sufran de alteraciones provocadas por la formación de corrientes convectivas debido a fenómenos térmicos o a los efectos de algún tipo de vibraciones mecánicas sobre la celda

# Conclusiones

- ▶ Estos problemas se superan al someter la suspensión que se encuentra contenida en la cubeta a un campo de fuerzas centrífugo, el que permitiría incrementar la velocidad de sedimentación de las micropartículas, sin que éstas alteren de una manera significativa sus condiciones de escurrimiento, puesto que continuarían sedimentándose en un régimen de velocidad constante, el que satisface la solución de Stokes

# Gracias por su presencia y atención

