

Estudio comparativo de la determinación del tamaño de partícula por dos métodos: tamizado en seco y difracción láser

Cabrera, S. ⁽¹⁾, Irigaray, R. ⁽¹⁾, Míguez, D. ⁽¹⁾

⁽¹⁾ Departamento Aguas y Productos Químicos. Laboratorio Tecnológico del Uruguay, LATU.

Contacto: dmiguez@latu.org.uy

Recibido: 30/06/2010 - Aprobado: 25/11/2010

Resumen

El objetivo de este trabajo fue comparar el desempeño analítico de la tecnología de medición de tamaño de partícula por difracción láser con la técnica clásica de tamizado en seco para partículas superiores a 80 micras. Se utilizó arena como muestra de referencia interna. El procedimiento mecánico se realizó con equipo vibrador de tamices durante 15 minutos y batería de tamices estándar ASTM números 20, 40, 70 y 170. La determinación por difracción tri-láser, que implica hacer incidir tres haces de luz láser sobre la partícula, permite evaluar las dimensiones y realizar una distribución de tamaños generada por frecuencias de datos dispuestas en rangos. La muestra tamizada se reconstituyó uniendo sus porciones y se cuarteó por separador rotativo de alta exactitud y reproducibilidad. Una muestra representativa se suspendió en agua con agitación mecánica y los datos de las medidas se representaron gráficamente usando el software del equipo. Se realizaron 10 réplicas por cada método para evaluarlos estadísticamente mediante los métodos de los momentos y Falk y Ward. Se concluye que ambos clasifican la muestra de la misma forma pero existen diferencias en los coeficientes de curtosis para las distribuciones de las poblaciones según una y otra técnicas. Palabras clave: Granulometría, arena, Geofísica.

Abstract

The aim of this work was to compare the analytical performance of the laser diffraction technology for the particle size determination by the classical dry sieving procedure for particles bigger than 80 micrometers. Sand was used as reference sample. The sieving was done using one mechanic equipment through a battery of standard ASTM sieves numbers 20, 40, 70 and 170 with vibration time of 15 minutes. The tri-laser diffraction method consists on the incidence of three laser beams on the particles to evaluate their dimensions and produces a frequency histogram for the representation of the size ranges. After sieving, the sample was reconstituted by mixing by a rotary sample divider of high accuracy and reproducibility to get representative sub-portions. An amount was suspended in water, mechanically stirred and introduced in the equipment for measurement and graphical processing by the instrument software. Ten replicate determinations were done by each method for statistical evaluation by the method of the moments and Falk and Ward method, concluding that laser diffraction rates the sample in similar way as sieving but with differences regarding kurtosis coefficients for the population distribution of each technique. Keywords: Granulometry, sand, Geophysics .

Introducción

Este trabajo se diseñó con el fin de demostrar la utilidad del método difracción láser para medición del tamaño de partícula y compararlo con el método de referencia por tamizado, analizando por medio de ambos métodos muestras de arena. Una partícula es una discreta masa de materia sólida o líquida y puede incluir desde partículas atómicas a grandes trozos de mineral. Aunque en la realidad esto no ocurre para la mayoría de los casos, se asume que las partículas son perfectamente esféricas y que ésta es la forma regular de referencia. De este modo, el tamaño de la partícula se puede establecer de forma más útil midiendo una propiedad característica de una partícula irregular que pueda ser relacionada con la misma propiedad de una partícula con forma regular. Los tamaños de las partículas se pueden describir en base a una esfera equivalente, combinando los parámetros tamaño y forma e incorporando las variaciones de tamaño aparente. Se establece así una definición para el tamaño de partícula reproducible e inequívoca, con una sola dimensión (Jhon y Rojas, 2004). En el caso de los granos de sedimentos naturales, por ejemplo, en lugar de la esfera las formas más típicas son las de elipsoides tridimensionales (Komar y Bingquan,

1984). El estudio del tamaño de partícula es de gran importancia para variadas ramas industriales, desde la agrícola hasta la cosmética, farmacéutica (Kippax 2005), y ambiental.

Materiales y Métodos

En el método de tamizado se mide la habilidad del diámetro menor de una partícula para pasar a través de un orificio de perfil determinado. Sus ventajas son que emplea un equipo de costo relativamente bajo y la medida se hace en forma directa sin preparación en un rango de medidas amplio, pero la cantidad de muestra debe ser grande para que el resultado sea representativo. Las interferencias posibles son de tipo físico, ya que los orificios se pueden cerrar o deformar las mallas. Además de separar por tamaño, separa por forma, ya que la esfericidad de la partícula influye en determinar el pasaje a través de la malla (Komar y Bingquan, 1984).

El procedimiento empleado consistió en lavar una muestra de arena proveniente de la playa de Costa Azul, Canelones, Uruguay, con agua destilada para quitarle posibles sales y se la pasó a través de un tamiz ASTM N° 325 (45 μ m). La muestra obtenida se secó en

estufa a 105 °C y se cuarteó con un equipo divisor de muestras de alta precisión (Retsch Modelo PT 100, Haan, Alemania) a fin de obtener porciones representativas. Cada porción se tamizó usando una batería compuesta por los tamices estándar ASTM N° 20 (840 µm), 40 (420 µm), 70 (210 µm) y 170 (88 µm), empleando la técnica de FAO (1984) para determinación de tamaño de partícula de suelos con un equipo vibrador de tamices (Retsch Modelo Vibro VM1, Haan, Alemania).

El método de dispersión estática de luz (difracción) mide la habilidad de analizar patrones combinados de luz dispersada; estas mediciones se traducen mediante ecuaciones algorítmicas a una señal representada gráficamente como dispersión del tamaño de partículas (USP 31, Medición del Tamaño de Partículas por Difracción de Luz, <429>). Estas medidas de dispersión de luz se realizan en la región del ángulo delantero angular (alrededor de 0° a 160°) de acceso al espectro del láser. El láser primario produce la dispersión de luz a unos 60°, mientras que el segundo haz (fuera del eje) produce más allá del nivel de dispersión de 60°. El tercer láser (fuera del eje) produce retro dispersión usando los mismos detectores (Freud et al., 1994). El tiempo requerido para el análisis por muestra es breve (5 min). Los sensores ópticos se calibran diariamente y la medida se puede contrastar contra materiales de referencia trazables NIST. Además, los resultados son representados fácilmente en forma visual. Sin embargo, el método no es primario, pues estima el tamaño de partícula correlacionando la dispersión de la luz, pues requiere una preparación previa de la muestra y el equipo es de costo más elevado. El rango de trabajo es desde 0.026 µm a 2800 µm. El sistema básico se compone de un módulo óptico, un módulo manejador de muestra y una computadora. La verificación de la exactitud de los sensores se realizó utilizando los siguientes materiales de referencia trazables NIST (Microtrac, Inc, Florida, Estados Unidos): vidrio 1 (D10: 41.1-58.3, D50: 56.1-60.3, D90:58.1-82.2), vidrio 2 (D50: 620-665), BCR66 (D10: 0.53-0.75, D50: 1.00-1.40, D90: 2.10-2.80). Las expresiones entre paréntesis son los porcentajes de las partículas del percentil 10, 50 y 90 que se deben cumplir para conformar los requisitos de calidad analítica de la medida.

Estos instrumentos permiten analizar partículas en una amplia gama de tamaños desde las de la región sub-micrónica. El tamaño de los haces de luz láser se relaciona en forma inversa al tamaño de las partículas y el diámetro estadístico promedio indica la tendencia central del tamaño de partículas representado en un gráfico de frecuencia del tipo de distribución y de dispersión de los tamaños (Gráfico 1).

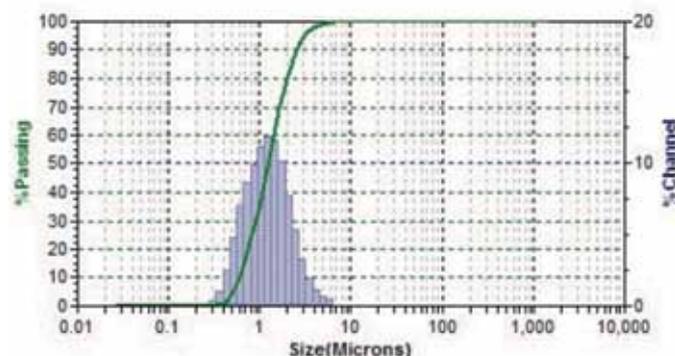


Gráfico 1. Distribución de tamaño de partícula mediante el método de difracción láser.

Para realizar el análisis por el método de tri-láser, se reconstituyó cada porción retenida en los tamices individuales y cada una se re-suspendió en un volumen apropiado de agua mediante agitación con un agitador mecánico con paleta de acero inoxidable. Con una pipeta Pasteur se realizó agregados de muestra tomando cada porción de la superficie, de la zona media y del fondo de la suspensión (con agitación entre cada toma) para obtener una toma de muestra representativa. Luego se la introdujo en el dispensador de un equipo de medida de tamaño de partícula por difracción láser (Microtrac, Inc, Modelo S3500, Florida, Estados Unidos). Esta operación se continúa hasta

estabilidad de la medida. Los resultados obtenidos por ambos métodos se analizaron estadísticamente y se representaron gráficamente.

Resultados

Los siguientes son los resultados de granulometría realizados por el método de tamizado en seco para los tamices ASTM números 20, 40, 70 y 170 (Tabla 1).

| Porcentaje retenido Tamiz No. | | | | |
|-------------------------------|------|-------|-------|--------------|
| 20 | 40 | 70 | 170 | réplicas |
| 0,08 | 1,51 | 67,22 | 31,10 | 1 |
| 0,06 | 1,55 | 67,50 | 30,80 | 2 |
| 0,03 | 1,24 | 67,57 | 31,12 | 3 |
| 0,00 | 1,53 | 67,73 | 30,67 | 4 |
| 0,01 | 1,58 | 66,94 | 31,41 | 5 |
| 0,02 | 1,58 | 69,53 | 28,76 | 6 |
| 0,04 | 1,68 | 68,17 | 30,05 | 7 |
| 0,00 | 1,86 | 74,54 | 23,58 | 8 |
| 0,00 | 1,90 | 74,76 | 23,34 | 9 |
| 0,01 | 1,89 | 74,82 | 23,28 | 10 |
| 0,03 | 1,63 | 69,88 | 28,41 | media |

Tabla 1. Distribución de tamaño de partícula por el método de tamizado seco.

La distribución del tamaño de partícula por el método por difracción láser se muestra en la Tabla 2 para los mismos rangos de tamaño de partícula ensayados antes por el método de tamizado.

| Porcentaje retenido Tamiz No. | | | | |
|-------------------------------|------|-------|-------|--------------|
| 20 | 40 | 70 | 170 | réplicas |
| 0,00 | 3,15 | 73,01 | 23,84 | 1 |
| 0,02 | 2,77 | 72,16 | 23,07 | 2 |
| 0,03 | 1,60 | 75,95 | 20,45 | 3 |
| 0,02 | 2,08 | 71,65 | 26,27 | 4 |
| 0,01 | 1,99 | 79,49 | 22,54 | 5 |
| 0,02 | 1,59 | 79,46 | 15,95 | 6 |
| 0,03 | 2,46 | 78,79 | 15,75 | 7 |
| 0,04 | 1,31 | 80,99 | 13,31 | 8 |
| 0,03 | 2,45 | 79,27 | 24,28 | 9 |
| 0,02 | 1,06 | 72,13 | 22,81 | 10 |
| 0,02 | 2,05 | 76,29 | 20,83 | media |

Tabla 2. Distribución de tamaño de partícula por difracción láser.

Discusión

Se realizaron dos gráficas de comparación para ambos métodos, donde se grafica uno contra otro en cada tamiz (Gráfico 2). Se lo representa también como porcentaje acumulado en función al tamaño de tamiz (Gráfico 3), en base a lo propuesto por Wen et al. (2002). En ambas gráficas se observa una buena correlación de los métodos ($r^2 0.9793$).

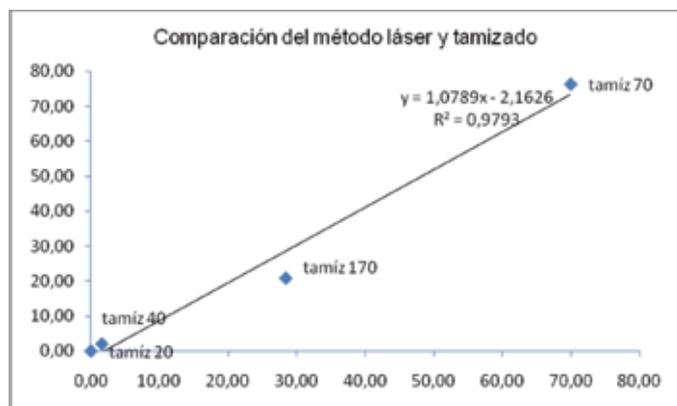


Gráfico 2. Comparación de los resultados obtenidos por el método láser y tamizado.

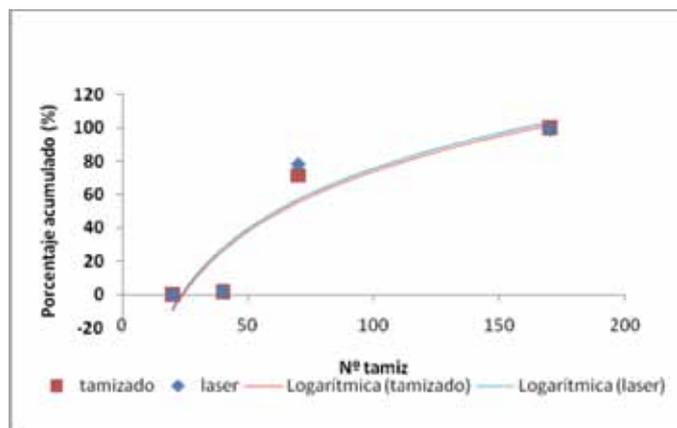


Gráfico 3. Comparación de los métodos por láser y por tamizado expresados en porcentajes de partículas retenidas acumulados.

Se utilizó el programa GRADISTAT v. 6.0 (Blott y Pye, 2001) para calcular los parámetros del estudio de tamaño de grano mediante los métodos de los momentos y método de Falk y Ward. Los parámetros estadísticos media, bondad de la clasificación, asimetría y curtosis fueron calculados para comparar el método de medida de tamaño de partícula por tamizado y por láser, evaluando los análisis de regresión para ambas técnicas. Las dos metodologías consideradas describen la muestra como arena fina. El análisis de asimetría de la probabilidad de la distribución de la variable aleatoria es coincidente, pero el apuntamiento o coeficiente de curtosis es diferente en uno y otro métodos (Tabla 3).

| | | Tamizado en seco | Difracción láser |
|----------------------------|-------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| Método de los momentos | Media | 196,2 | 207 |
| | Clasificación | 69,91 | 66,13 |
| Aritmético (mm) | Asimetría | 0,478 | 0,478 |
| | Curtosis | 7,945 | 8,772 |
| | | | |
| Método de Folk y Ward (um) | Media | 173,5 | 176,6 |
| | Clasificación | 1,459 | 1,445 |
| | Asimetría | -0,794 | -0,809 |
| | Curtosis | 0,500 | 3,591 |
| | | | |
| | | | |
| Método de Folk y Ward (f) | Media | 2,527 | 2,501 |
| | Clasificación | 0,545 | 0,531 |
| | Asimetría | 0,794 | 0,809 |
| | Curtosis | 0,500 | 3,591 |
| | | | |
| | | | |
| Método de Folk y Ward | Media | Arena fina | Arena fina |
| | Clasificación: | Moderadamente bien clasificada | Moderadamente bien clasificada |
| (Descripción) | Asimetría: | Muy fina asimetría | Muy fina asimetría |
| | Curtosis: | Muy platicúrtica | Extremadamente leptocúrtica |
| | % Arena: | 100,0% | 100,0% |
| | % Arena mediana: | 1,6% | 2,1% |
| | % Arena fina: | 69,9% | 76,9% |
| | % Arena muy fina: | 28,4% | 21,0% |

Tabla 3. Método de los momentos y método de Falk y Ward para la descripción estadística de una muestra de arena evaluada por las técnicas de tamizado en seco y de difracción láser.

En el gráfico de cajas y bigotes se muestra que los mayores apartamientos se encuentran en las porciones más finas de la muestra (Gráfico 4) (STATISTICA versión 8).

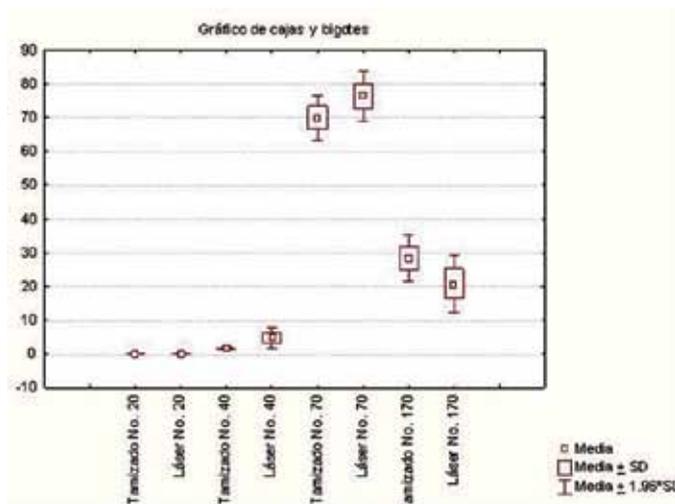


Gráfico 4. Comparación de los métodos tamizado en seco y difracción láser para evaluar el tamaño de partícula de una muestra de arena a través de los tamices números 20, 40, 70 y 170 representado en el diagrama de cajas y bigotes.

En las fracciones individuales, el método láser muestra poblaciones más cercanas a la normalidad para los tamaños de malla números 20 y 40 (Gráfico 5). Los valores promedio para las partículas por el método láser son levemente más gruesas que por el método de tamizado, pero ambos permiten clasificar a la muestra como arena fina. Las ligeras diferencias se podrían deber a que el tamizado en seco selecciona los

granos por la longitud de los ejes menor e intermedio en las partículas reales haciendo difícil su equivalencia a una esfera teórica. En el caso del método por difracción láser, el área proyectada de la partícula es influida por su orientación, por lo cual los resultados podrían eventualmente ser mayores (Rodríguez y Uriarte, 2009).

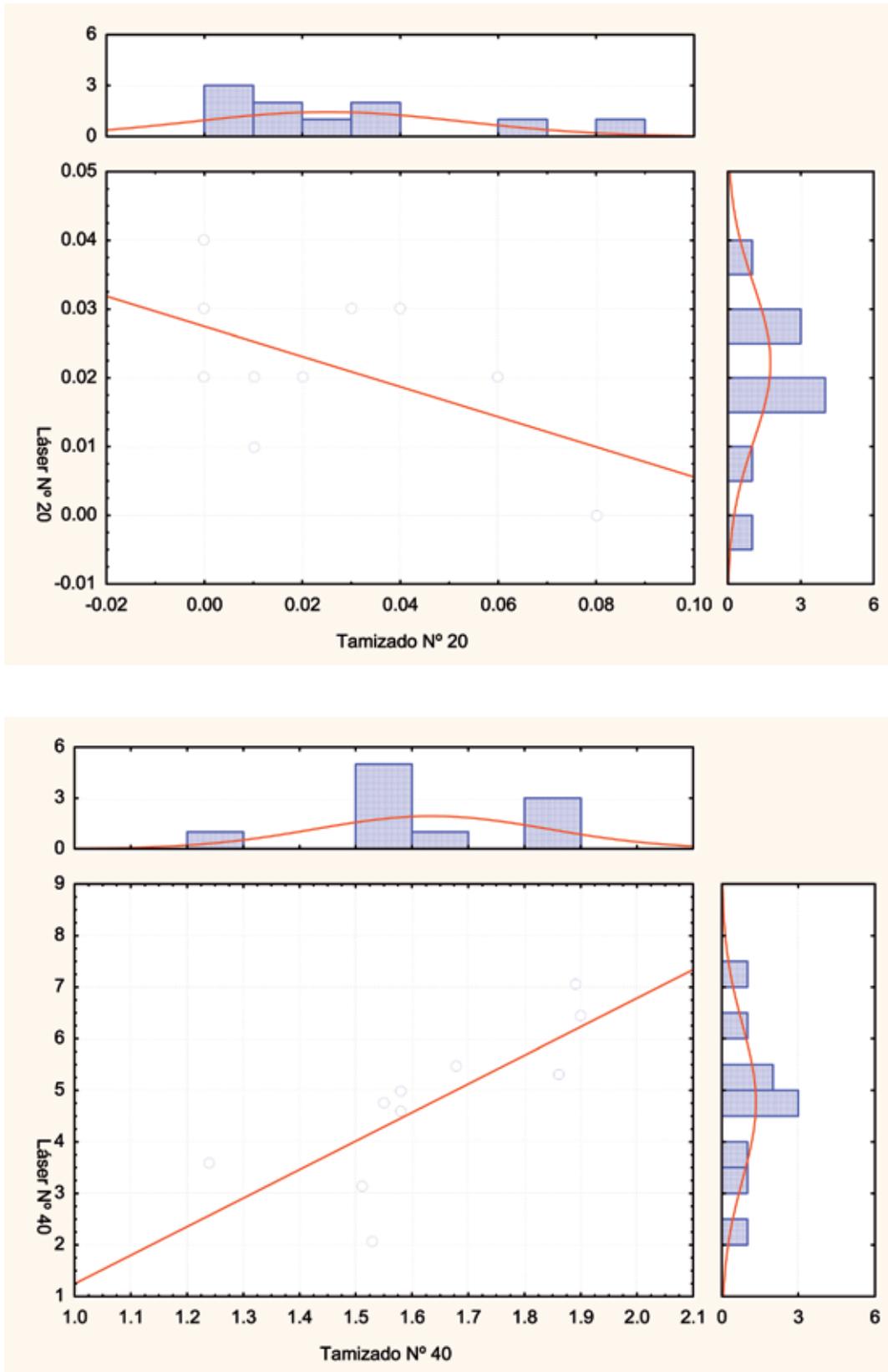


Gráfico 5. Gráficos de dispersión para comparación por tamaño de malla e histogramas para los métodos de tamizado y por difracción láser para las mallas números 20 y 40.

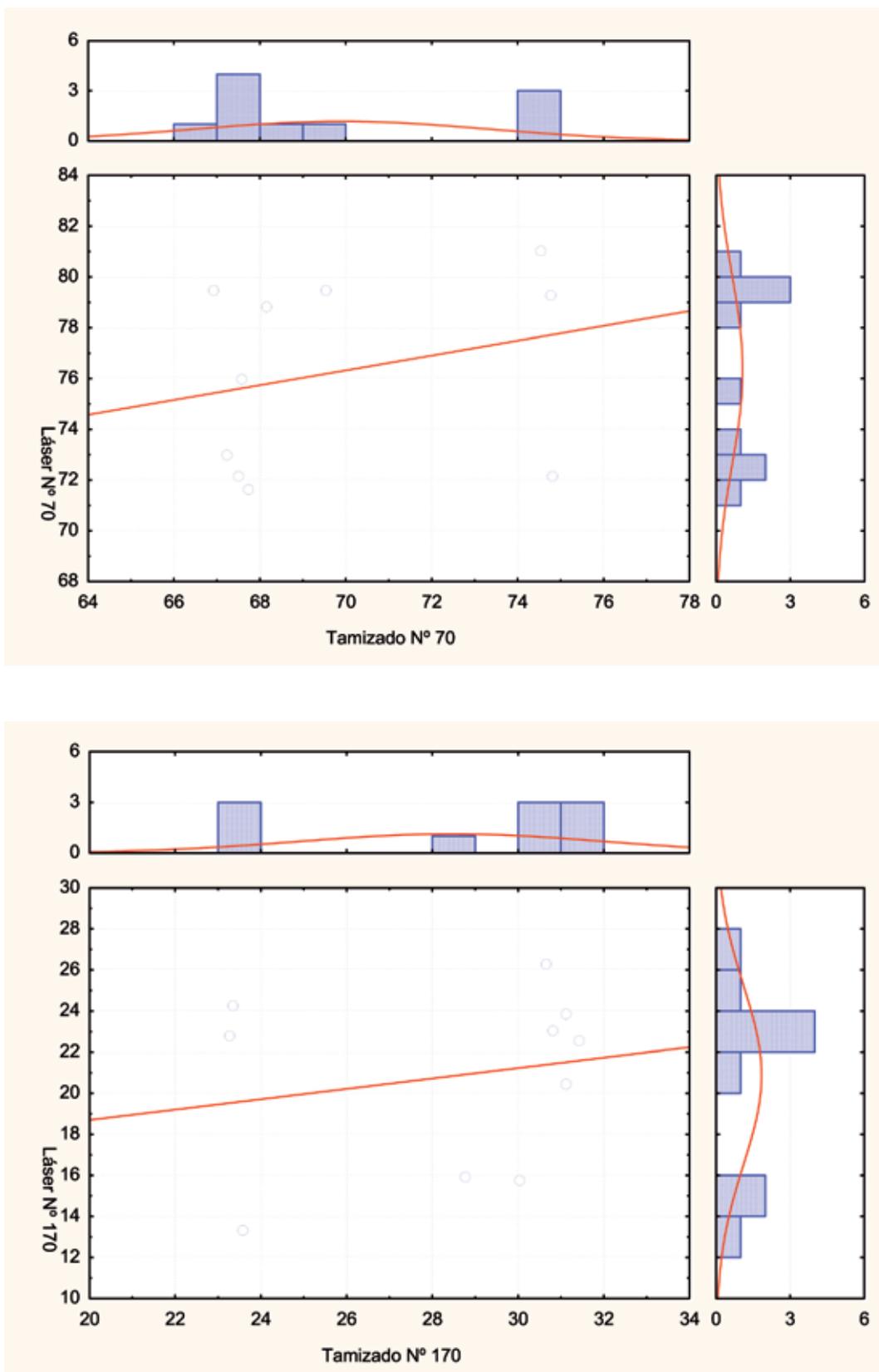


Gráfico 6. Gráficos de dispersión para comparación por tamaño de malla e histogramas para los métodos de tamizado y por difracción láser para las mallas números 70 y 170.

Conclusiones

Del estudio de los resultados se puede concluir que ambos métodos son comparables, pero presentan apartamientos con respecto a las partículas más pequeñas, como por ejemplo las evaluadas por el tamaño de malla N° 170. A pesar de esto, ambas muestras fueron clasificadas de la misma manera. Se continuará evaluando la influencia que puede provenir de las desviaciones con respecto a la esfericidad de las partículas naturales para calcular las fuentes de incertidumbre en los resultados analíticos por ambos métodos.

Reconocimientos

Los autores al Laboratorio Tecnológico del Uruguay, al personal del departamento Aguas y Productos Químicos y en especial a Ignacio Seoane, Agustín Carnikián y Patricia Baklayan. Se agradecen los aportes conceptuales de Gabriel Mathus y José Fuentes.

Referencias

- BLOTT, S.J.; PYE, K. GRADISTAT: A grain size distribution and statistics package for the analysis of unconsolidated sediments. En: *Earth Surface Processes and Landforms*, 2001. 26:1237–1248.
- FAO. Distribución de tamaño de partícula. Análisis mecánico. En: *Métodos físicos y químicos de análisis de suelos y aguas*. Roma: FAO. 1984.
- FREUD, P.J.; TRAINER, M.; FROCK, H.N. *Unified scatter technique for full-range particle size measurement*. Montgomeryville: Microtrac, 1994. (Application Note. SL-AN-10 RevA).
- JHON, J.; ROJAS, C. *Curso de farmacotécnica I* [En línea]. Antioquia: Facultad de Química Farmacéutica de la Universidad de Antioquia. 2004. [Consulta 20 de junio de 2010]. Disponible en: http://docencia.udea.edu.co/qf/farmacotecnia/02/02_diametros.html.
- KIPPAX, P. Appraisal of the laser diffraction particle-sizing technique [En línea] En: *Pharmaceutical technology*. 2005. 88-96. [Consulta 25 de junio de 2010]. Disponible en: <http://pharmtech.findpharma.com/pharmtech/data/articlestandard//pharmtech/112005/150841/article.pdf>.
- KOMAR, P.D.; BINGQUAN, C. The analysis of grain-size measurements by sieving and settling-tube techniques. En: *Journal of Sedimentary Petrology*. 1984. 54(2):603-614.
- RODRÍGUEZ, G.; URIARTE, A. Laser Diffraction and Dry-Sieving Grain Size Analyses Undertaken on Fine- and Medium-Grained Sandy Marine Sediments: A Note. En: *Journal of Coastal Research*. 2009, 25(1):257–264.
- UNITED STATES PHARMACOPEIAL CONVENTION. Medición del tamaño de partícula por difracción de luz <429>. En: *Farmacopea de los Estados Unidos de América*. 31va. ed. Rockville: U.S. Pharmacopeial Convention. 2008. pp.164.
- WEN, B; AYDIN, A; DUZGOREN-AYDIN, N. S. A comparative study of particle size analysis by sieve-hydrometer and laser diffraction methods. En: *Geotechnical Testing Journal*. 2002. (25):1-9.