

CARACTERIZACIÓN Y MEDICIÓN DE MICRO PARTÍCULAS PARA OPTIMIZACIÓN DE PROCESOS DE PRODUCCIÓN

José Manuel Juárez García, Froylán Martínez Suárez
Centro Nacional de Metrología
Km 4.5 Carretera a Los Cués, Municipio del Marqués, Querétaro, C. P. 76246
(442) 2110500, ijuarez@cenam.mx

Resumen: Se presenta el caso en donde las mediciones han servido para mejorar la calidad de partículas contenidas en emulsiones poliméricas producidas por una empresa, mediante el análisis de distribución del tamaño y morfología utilizando difracción láser y microscopía de barrido de electrones, ya que anteriormente no se tenía idea de cómo afectaban estas características al poder de recubrimiento al aplicarse en el producto terminado, el impacto en la calidad de las emulsiones al tenerse control en estos parámetros, fue de gran relevancia comercial y económica para la empresa, en donde finalmente se obtuvo el control total del producto.

1. INTRODUCCIÓN

A lo largo de la existencia de los laboratorios de dispersión de luz y microscopía de barrido con electrones en el centro (1996), distintas empresas han solicitado la caracterización y medición físico química de materiales micro y nano métricos así como la calibración de sus equipos para ser utilizados en distintas aplicaciones. Adicionalmente, la aplicación de estos materiales se ha ido incrementando en diferentes sectores industriales, por lo que la metrología a estos niveles de medición se considera y para satisfacer presentes y futuras necesidades de medición.

En el trabajo presente, una empresa solicitó a nuestros laboratorios, la caracterización de las micro esferas contenidas en sus emulsiones poliméricas, por lo que se sugirieron las técnicas de dispersión de luz láser para medir la distribución de tamaño y la observación por MEB para la medición de diámetro individual y micro defectos. La meta propuesta es fabricar emulsiones controlando de tamaño y forma de las partículas presentes, con un 95 % de distribución volumétrica de 1 micrómetro en diámetro, sin partículas colapsadas y con la menor cantidad de partículas menores al tamaño propuesto.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la medición de la distribución y del tamaño de partícula, se tiene una emulsión, por lo que la una etapa muy importante en el proceso de medición es la preparación de la muestra. Para medición por dispersión de luz en un equipo Malvern, modelo Master ziser X, la muestra se diluye en agua en una proporción 3:1 con homogeneización por medio de

ultrasonido, para medición en un MEB JEOL, modelo JXA-8200, una gota de la emulsión diluida se coloca sobre un porta muestras cilíndrico de bronce. Posteriormente se deja secar temperatura del laboratorio ($20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$) durante 24 horas, después del secado se le aplica un recubrimiento metálico (por ejemplo, de oro-paladio).

3. RESULTADOS

En la figura 1 a) y b), se presentan las imágenes obtenidas por MEB de 2 diferentes emulsiones de la empresa que presentaron al inicio y después de 2 años del proyecto, en donde se observan partículas de tamaños distintos y algunas colapsadas (rotas).

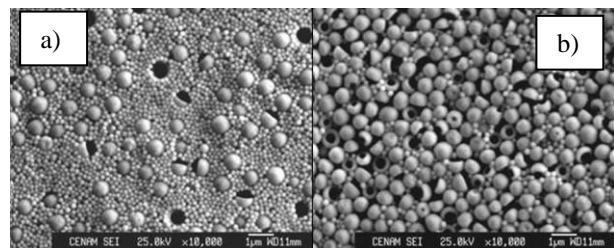


Fig 1. Imágenes de dos emulsiones poliméricas que presento la empresa a) en el inicio del proyecto y b) después de 2 años del inicio del proyecto, se observan partículas de distintos tamaños y algunas colapsadas.

En la figura 2 se presenta la gráfica de dispersión del tamaño de partícula de una de las muestras anteriores, en donde se puede ver la amplia dispersión del tamaño de partícula de la emulsión.

En las figuras 3 y 4, se presentan las imágenes y la distribución de tamaño de partícula del producto final obtenido, respectivamente, después de varios años de experimentación y control del proceso de las emulsiones poliméricas.

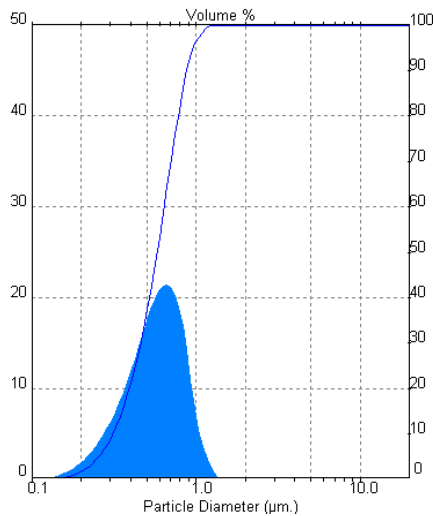


Fig 2. Distribución del tamaño de partícula para la emulsión polimérica de la figura 1, a), aquí se observa que se tiene una distribución muy amplia, desde 0.1 a 2 µm.

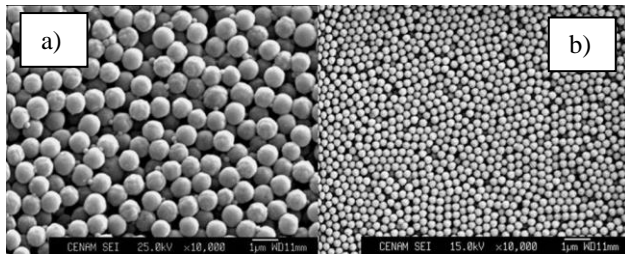


Fig 3. Imágenes de dos emulsiones poliméricas que presento la empresa al final del proyecto a) tamaño de 1 µm, b) tamaño de 300 nm, se observan partículas con un 95 % del mismo tamaño sin partículas colapsadas.

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los resultados de las técnicas utilizadas para la determinación de tamaño de partícula, nos indicaron que en las primeras etapas la distribución del tamaño se encontraba en el intervalo de 0,16 µm a 1,67 µm y en la etapa final se tuvieron tamaños entre 0,81µm y 1,07 µm, adicionalmente se pudo controlar a tamaños alrededor de 300 nm en otro lote. De aquí, se observó una mejor uniformidad de

las esferas de poliestireno. Esto es corroborado en las imágenes obtenidas por MEB en las que se observan partículas colapsadas en las primeras etapas y partículas casi esféricas en la etapa final.

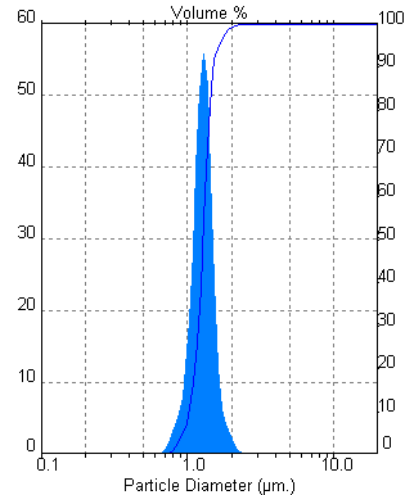


Fig 4. Distribución del tamaño de partícula para la emulsión polimérica de la figura 3, a), aquí se observa una distribución cerrada, alrededor de 1 µm.

5. CONCLUSIONES

Los resultados de medición proporcionados por CENAM, ayudó de una manera efectiva a la empresa a controlar su proceso para la producción de emulsiones de poliestireno. La empresa incrementó sustancialmente sus volúmenes de venta dándole un mayor valor agregado a su producto y que le permitió incluso competir con empresas a nivel global.

REFERENCIAS

- [1] Rawle Alan, The Importance of Particle Size Analysis in the Cement Industry, Malvern Instruments Ltd
- [2] Rawle Alan, The Importance of Particle Sizing to the Coating Industry. Part 1: Particle Size Measurement, Advances in Colour Science and Technology, Vol. 5, No.1, Jan 2002.
- [3] Seminario sobre Caracterización de Materiales. CENAM-Micromeritics Corp. 21 y 22 de mayo de 2003.