

DETERMINACIÓN DE SÓLIDOS EN SUSPENSIÓN A MUY BAJAS CONCENTRACIONES

C. Carrera-Figueiras¹, G. Ramos² y A. Herrera-Gómez¹

1) CINVESTAV-Querétaro, Libramiento Norponiente 2000, Real de Juriquilla, C.P. 76230, Querétaro, México.

2) CICATA-IPN-Querétaro, José Siurob # 10 Col. Alameda. Querétaro, Qro. C.P. 76040

Resumen: Se ha desarrollado y evaluado un aparato para la determinación de tamaño de partícula y concentración de sólidos en suspensión a muy bajas concentraciones. Salvo un goniómetro especialmente diseñado, el aparato utiliza óptica y electrónica comerciales. Como muestra modelo se emplearon esferas de sílice del material de referencia DMR-76a. Se estudió el desempeño para partículas con tamaños entre 40 y 105 μm y concentraciones entre 10 y 20 ppm. El aparato permite determinar simultáneamente la determinación simultánea de tamaño de partícula y concentración. A diferencia de equipos comerciales, nuestro granulómetro permite determinar concentraciones muy bajas de sólidos.

INTRODUCCIÓN

La determinación de sólidos en suspensión es de gran importancia práctica para muchas industrias. El uso de dispersión de luz láser para la determinación de tamaño de partícula está bien establecido. Hasta ahora, los equipos comerciales solo determinan (tamaño de partícula o concentración (Turbidímetros) en forma separada. En años recientes la determinación simultánea del tamaño de partícula y otras características de la muestra han sido objeto de investigaciones [1-2]. El rango de muy bajas concentraciones es de especial importancia para análisis de aguas residuales y en la industria electrónica. En este artículo se reporta el desarrollo y evaluación de un instrumento capaz de determinar el tamaño de partícula y la concentración simultáneamente, en muestras de sólidos en suspensión a muy bajas concentraciones.

DETALLES EXPERIMENTALES

La figura 1 muestra un diagrama de bloques del arreglo experimental. Un haz de luz de un láser de Helio-Neón de 50 mW ($\lambda=632.8\text{ nm}$, Melles Griot) pasa por un chopper, lentes de enfoque y aperturas antes de iluminar el receptáculo de la muestra (4). Un fotodiodo (UV-35 de UDT Sensors Inc.) colecta la luz dispersada. Un amplificador lock-in (Stanford Research) y una computadora (PC) procesan y almacenan los datos.

La figura 2 muestra el detalle del receptáculo de la muestra. El fotodiodo está fijo sobre una montura que puede girar alrededor de la muestra, permitiendo tomar medidas a ángulos entre 3 y 170 Grados.

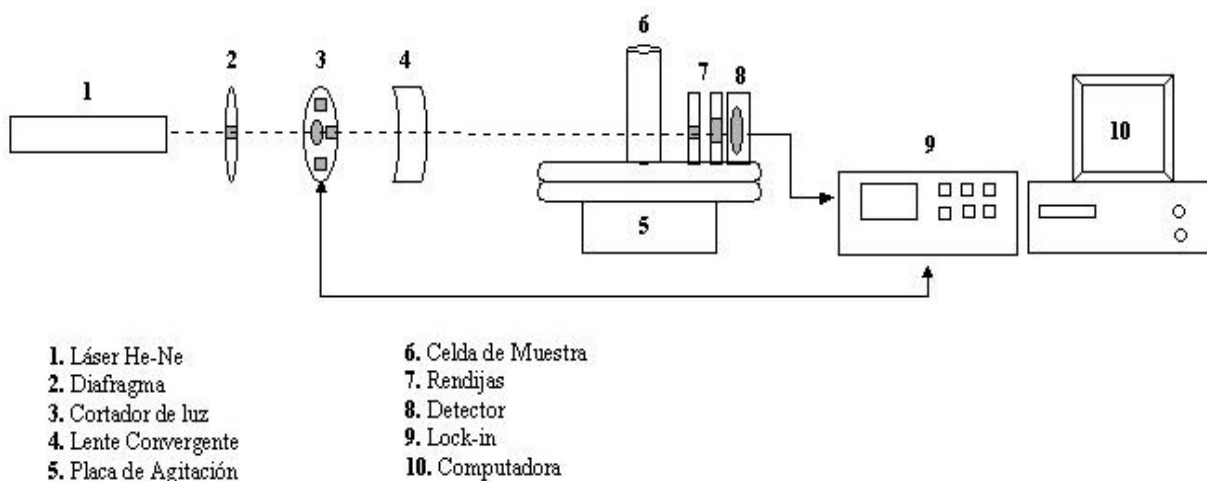


Fig. 1 Arreglo Experimental

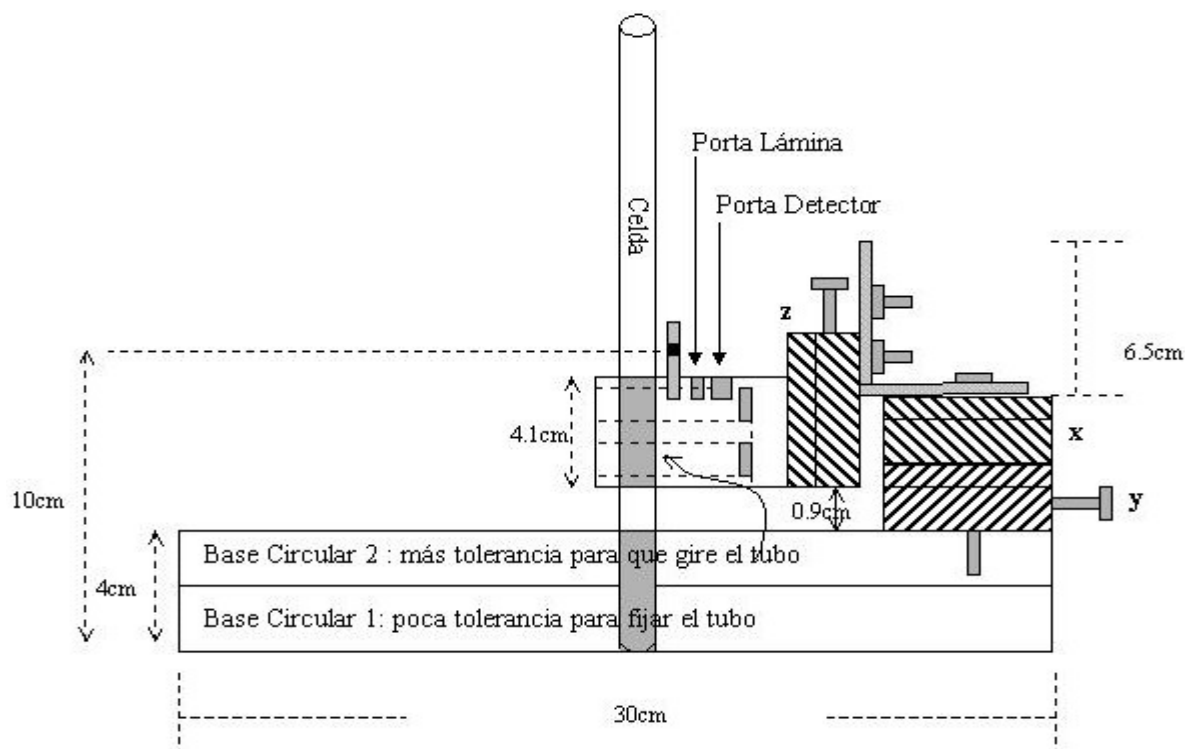


Fig. 2 Receptáculo de la muestra.

Un agitador magnético mantiene al sólido en suspensión. El receptáculo puede ser sellado para minimizar evaporación. Para la evaluación se emplearon esferas de sílice del material de referencia DMR-76a (CENAM).

De este material de referencia se obtuvieron cuatro muestras por grupos de tamaño de partícula, empleando crivas estándar (malla 325, 250, 185 y 150). La fig. 3 muestra la distribución de tamaño de partícula de los diferentes grupos, determinados con un granulómetro comercial (CILAS). A partir de estos grupos se prepararon muestras con diferentes concentraciones, pesando las esferas y el líquido necesario para obtener la concentración deseada.

RESULTADOS Y DISCUSION

La fig. 4 a muestra los espectros de dispersión correspondientes a muestras con distribución centrada alrededor de 40 μm y con diferentes concentraciones. Todas las curvas muestran una intensidad de luz dispersada alta a ángulos pequeños. A medida que el ángulo aumenta, la intensidad de la señal cae continuamente, hasta acercarse a cero a aproximadamente 30 grados.

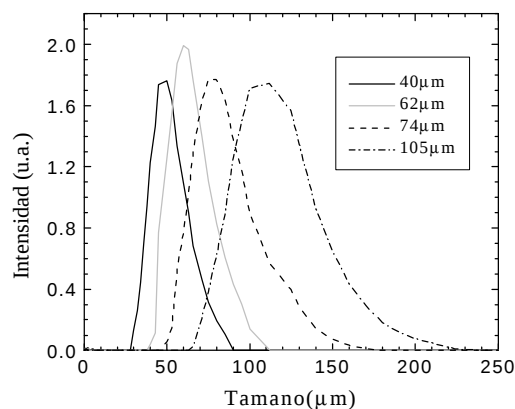


Fig. 3 Distribución de tamaño de partícula de las diferentes muestras obtenidas con el CILAS

Las curvas de las concentraciones bajas no son suaves, sino que contienen estructura, claramente visible para ángulos de dispersión de entre 5 y 10 grados. Se realizaron muchos experimentos para verificar la reproducibilidad de las curvas. En todas

las curvas de muestras a baja concentración se observó estructura. A medida que aumenta la concentración la estructura desaparece.

A fin de establecer el rango dinámico del aparato, se normalizaron los espectros obtenidos empleando el espectro correspondiente a la concentración de 20 ppm, como muestra la fig. 4b. Las líneas horizontales indican el promedio de intensidades en cada caso. La estructura presente en cada curva es realzada con la normalización, especialmente en las muestras de mayor concentración: 30 y 40 ppm. Se puede observar que la intensidad por medio varía aproximadamente en forma lineal entre 10 y 40 ppm. Para concentraciones mayores (no mostrado aquí) se observó una divergencia significativa del comportamiento lineal, misma que puede ser atribuida dispersión múltiple. Este fenómeno establece la cota superior de aplicabilidad de nuestro aparato. La cota inferior está dictada por la sensibilidad del detector y el sistema de amplificación empleado.

Para las muestras de los otros grupos, con poblaciones centradas alrededor de 60, 75 y 105 μm , se observó un comportamiento similar, es decir, las curvas de dispersión también muestran una intensidad alta a ángulos pequeños, estructura entre 5 y 10 grados para bajas concentraciones y una dependencia aproximadamente lineal de la intensidad con la concentración para un cierto rango de concentraciones.

Con partículas más grandes esta región de comportamiento lineal se extiende a concentraciones más altas. Hasta donde se sabe ningún equipo comercial permite determinar tamaño de partícula a concentraciones tan bajas.

La teoría de Mie describe la dispersión de luz debido a partículas esféricas pequeñas, tomando en cuenta la longitud de onda de la luz y las constantes ópticas del material [3-5], obteniendo ecuaciones del tipo:

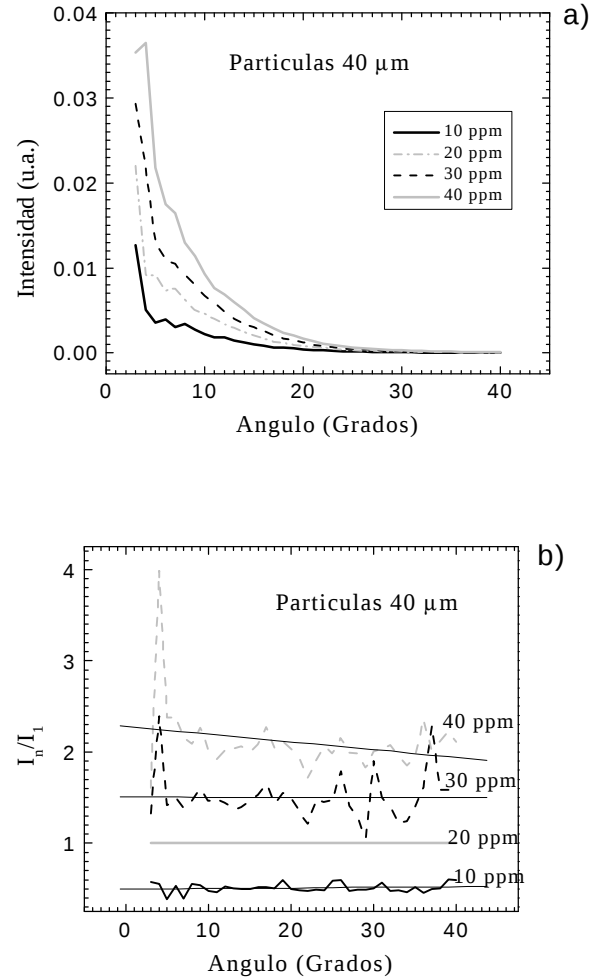


Fig. 4

a) Intensidad de luz dispersada en función del ángulo de dispersión para esferas de sílice con tamaños alrededor de 40 μm y diferentes concentraciones.

b) Intensidades normalizadas para muestras con tamaño alrededor de 40 μm

$$S_1(q) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} [a_n p_n(\cos q) + b_n t_n(\cos q)] \quad (1)$$

$$S_2(q) = \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2n+1}{n(n+1)} [b_n p_n(\cos q) + a_n t_n(\cos q)]$$

para las amplitudes de dispersión S , las que están relacionadas con las intensidades de dispersión I a través de:

$$i_{\parallel} = S_{11} + S_{12} = |S_2|^2. \quad (2)$$

$$i_{\perp} = S_{11} - S_{12} = |S_1|^2.$$

Se ha empleado esta teoría para ajustar los datos experimentales, empleando únicamente el ángulo de dispersión y el índice de refracción de la ref [6] como datos de entrada. Los espectros solo pudieron ser ajustados si se consideraban partículas de diferentes tamaños. La Fig. 5 muestra una curva de dispersión experimental conjuntamente con la curva ajustada, para el caso de 40 μm y 10 ppm. Se puede observar una amplia compatibilidad entre el experimento y la teoría aún en los ángulos donde la curva experimental muestra estructura. La Fig 6. muestra los tamaños y las concentraciones relativas de las partículas usadas para cálculo de la Fig. 5, en forma de histogramas. Se ha superpuesto una línea tenue envolvente para poder comparar facialmente la distribución de tamaño de partícula obtenida con un analizador comercial. Es importante remarcar que en nuestros cálculos solo fueron utilizados como datos de entrada la medición de los ángulos de dispersión y el índice de refracción de las esferas de sílice. La distribución de tamaño de muestras de 10 ppm y 20 ppm son muy parecidas entre sí, ambas están centradas alrededor de 39 μm , tienen forma de campana y abarcan un rango de 15 a 65 μm . Un comportamiento similar se observa para la distribución obtenida de muestras con mayores concentraciones. Esto significa que el tamaño de partícula no es sensible a la concentración, permitiéndose de esta manera la determinación simultánea de concentración y tamaño de partícula.

Comparando estas dos distribuciones con las obtenidas por el CILAS observamos ciertas similitudes y diferencias.

La distribución obtenida por el CILAS está concentrada en alrededor de 50 μm y es más ancha. Ya que en nuestros cálculos solo son considerados el índice de refracción del silicio y los ángulos de dispersión, nuestra principal fuente de error está en la medición de los ángulos de dispersión. Por otro lado, el CILAS requiere ser calibrado con un patrón de tamaño de partícula, el cual es distinto del usado en el experimento. Esto explicaría la pequeña divergencia entre la distribución calculada por nosotros y la reportada por el CILAS.

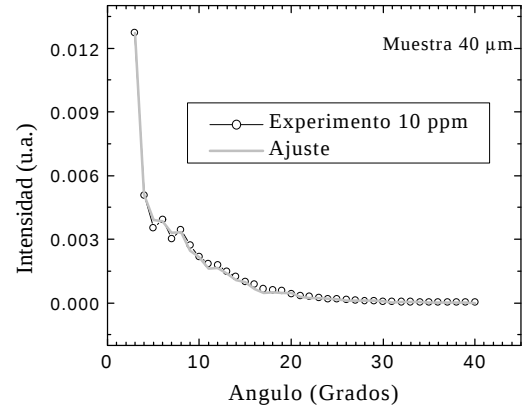


Fig. 5 Curva experimental de dispersión para una muestra de 40 mm a 10 ppm junto con la curva calculada empleando la teoría de Mie.

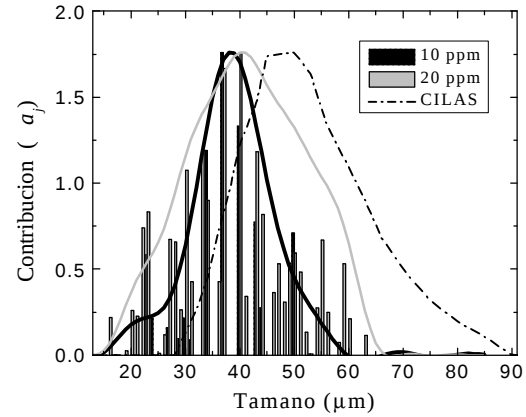


Fig. 6 Distribución de tamaños y concentración relativa de las partículas empleadas en el cálculo de la fig. 5.

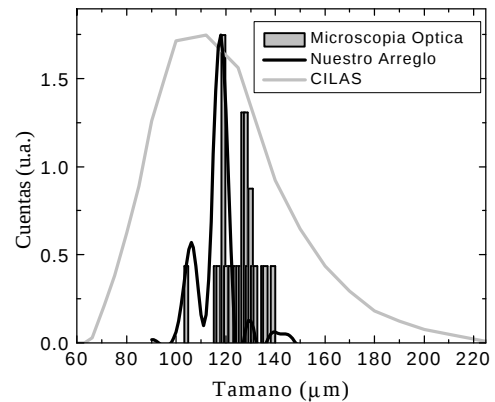


Fig. 7 Comparación de las distribuciones obtenidas por CILAS, nuestro experimento y la microscopía óptica

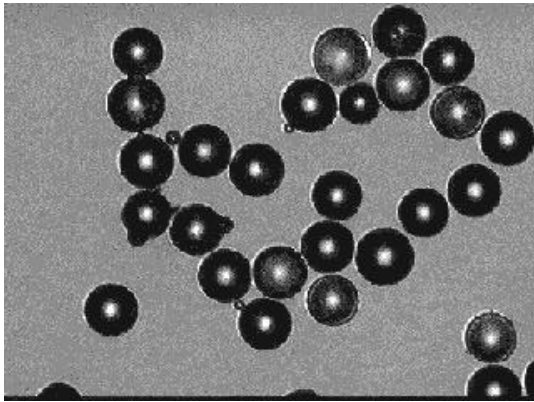


Fig. 7a Microfotografía de las esferas utilizadas.

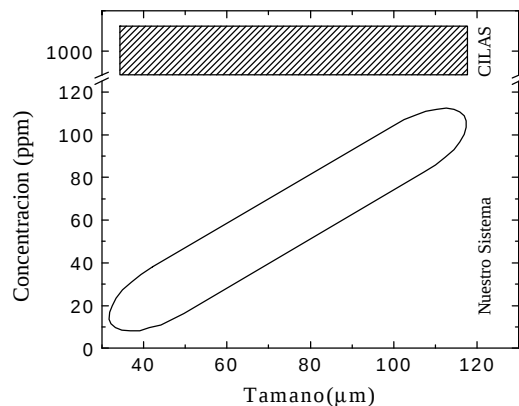


Fig. 8 Límites de aplicación de nuestro arreglo en comparación con un equipo comercial.

Una comparación mas detallada de la distribución de esferas de sílice con tamaños aproximados de 100 μm da diferencias aún mayores entre el CILAS y nuestros resultados (Fig.7). Mientras nuestros resultados muestran solamente ciertos picos entre 100 μm y 140 μm , el CILAS muestra una curva de distribución ancha que abarca desde cerca de 60 μm hasta 180 μm y cuyo máximo se encuentra alrededor de 100 μm .

Con el propósito de aclarar esta discrepancia, llevamos a cabo mediciones de tamaño de partículas con el microscopio óptico. Los resultados de este estudio concuerdan con nuestros resultados de dispersión como se muestra la parte superior de la Fig. 7.

La Fig. 8 sintetiza los intervalos de aplicación de nuestro arreglo para todos los tamaños y concentraciones investigados en este trabajo.

CONCLUSIONES

Se ha desarrollado un arreglo experimental para determinar concentración y tamaño de partícula de sólidos a bajas concentraciones. Su respuesta ha sido probada usando esferas de silicio en un rango de 40 μm a 105 μm . El arreglo, conjuntamente con el algoritmo desarrollado basado en la teoría de Mie, permite determinar de manera simultánea el tamaño y la concentración de partículas en un rango entre 40 μm y 105 μm y concentraciones entre 10 ppm y 250 ppm.

REFERENCIAS

- [1] Nishino Koichi, Kato Hiroyuki, Torii Kahoru, Stereo Imaging for Simultaneous Measurements of Size and Velocity of Particles in Dispersed two-phase Flow, *Meas. Sci. Technol.*, Vol. 11, 2000, pp. 633-645.
- [2] Barnes M.D., Lerner N., Whitten W.B., Ramsey J.M., A CCD Based Approach to High-precision Size and Refractive Index Determination of Levitated Microdroplets using Fraunhofer Diffraction, *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 68 No. 6, 1997, pp. 2287-2291.
- [3] Bohren C. F. and Huffman D.R., *Absorption and Scattering of Light by Small Particles*, Ed. John Wiley and Sons, Inc., New York, 1998, pp. 57-129.
- [4] van de Hulst H.C., *Light Scattering by Small Particles*, Ed. John Wiley and Sons, Inc., New York, 1981, pp. 103-11,114-128.
- [5] Xu Renliang, *Particle Characterization: Light Scattering Methods*, Ed. Kluwer Academic Publishers, The Netherlands, 2000, pp. 1-180.
- [6] Philipp H.R., Optical functions of non-crystalline SiO₂: table (0.0025-25 eV), EMIS Datareview RN=16133, 1987, pp.1019-1026.