

ANALISIS MICROSCOPICO

La examinación microscópica permite la medición del área proyectada de la partícula y también permite que se haga una valoración de sus dos formas dimensionales.

En general la tercera dimensión puede apreciarse sólo si se dispone de un microscopio electrónico de barrido. Utilizando este método puede obtenerse un tamaño tan reducido como $0.001 \mu\text{m}$.

Esta es una excelente técnica ya que permite ver las partículas directamente, también puede ser estudiada la forma de las mismas, lo que nos permite juzgar muy bien si se ha realizado una correcta dispersión, o por el contrario existen aglomerados presentes en el sistema, tiene la desventaja de que la dimensión medida depende de un marco de referencia.

ANALISIS MICROSCOPICO

Un gramo de partículas contiene 760×10^6 partículas, lo que hace imposible evaluar cada partícula individualmente.

La microscopia electrónica requiere una preparación muy lenta y laboriosa, y en la microscopia manual se analizan muy pocas partículas.



Métodos basados en sedimentación y Elutriación

- Estos métodos dependen del hecho que la velocidad terminal de caída de una partícula en un fluido se incrementa con el tamaño.
- Los análisis por sedimentación deben realizarse a concentraciones lo suficientemente bajas para que los efectos de interacción entre las partículas sean despreciables, tales que las velocidades terminales puedan ser consideradas iguales para todas las partículas. Se debe tener cuidado con la temperatura para evitar las corrientes convectivas.
- El método de elutriación es realmente el inverso a la sedimentación en el cual las partículas son forzadas a fluir hacia arriba por un fluido.
- Se utilizan entre 2 y 20 micras



Elutriación y Contador Coulter

- Todas las partículas cuyas velocidades terminales de caída sean menores que la velocidad de ascenso del fluido caerán. Un análisis completo del tamaño de partículas puede obtenerse utilizando altas velocidades de fluidos.

ELECTROZONE SENSING

Contador Coulter

- **EL CONTADOR COULTER (1-100 µm):**

Esta técnica fue desarrollada en 1950 para el análisis del tamaño de las células de sangre.

Las partículas son suspendidas en un electrolito y son forzadas a través de un pequeño orificio.

La diferencia de potencial (de voltaje) entre dos electrodos ubicados a cada lado del orificio se mide continuamente.

Debido a que la resistencia eléctrica es afectada por la presencia de las partículas, y la magnitud del cambio es una función del tamaño de la partícula y del número de partículas que pasan a través del orificio.

Método de Low Angle Laser Light Scattering o difracción láser

Este método está proporcionando el estándar requerido en muchas industrias, en el rango comprendido entre 0.02 y 3500 micras.

Basado en el hecho de que el ángulo de difracción es inversamente proporcional al tamaño de partículas

En las técnicas Láser, una suspensión de partículas que se desean estudiar se sitúa en un rayo láser.

La distribución de energía generada en un patrón de difracción compleja se analiza mediante el empleo de una computadora.

Se hacen varias suposiciones en la transformación del modelo de dispersión en datos de tamaño de partículas.



Método de Low Angle Laser Light Scattering o difracción láser

El instrumento consiste en:

- Un láser como fuente de luz con una longitud de onda fijada.
- Un detector apropiado, usualmente una estructura tipo diapositiva de sílice fotosensible.

Un polvo seco puede ser soplado a través del haz por medio de un compresor de presión y ser recogido con la ayuda de una aspiradora para evitar la contaminación ambiental.



Método de permeabilidad

- **Métodos de permeabilidad ($> 1 \mu\text{m}$):** Estos métodos dependen del hecho que a bajas velocidades de flujo, el movimiento del fluido a través de un lecho empacado es directamente proporcional a la diferencia de presión, la constante de proporcionalidad es proporcional al cuadrado del área específica del polvo (relación superficie/volumen).

Con método es posible obtener el diámetro de la esfera con igual área superficial que el polvo. La efectividad de este método depende del cuidado con el cual se empaca la mezcla de polvos.

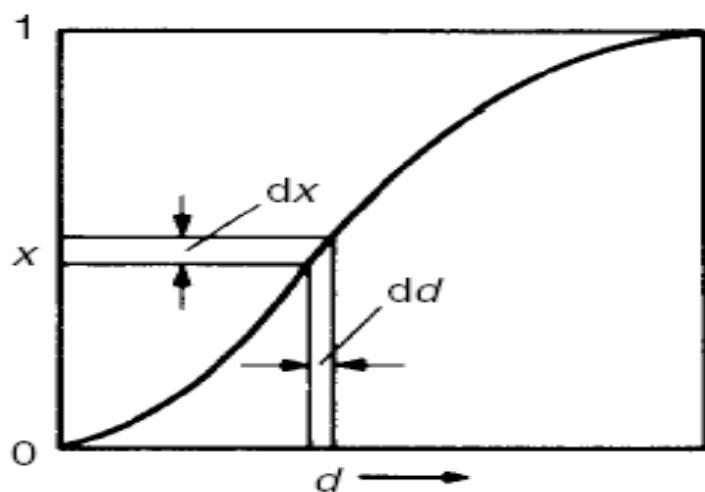
Distribución del tamaño de partícula:

- **Distribución del tamaño de partícula:**

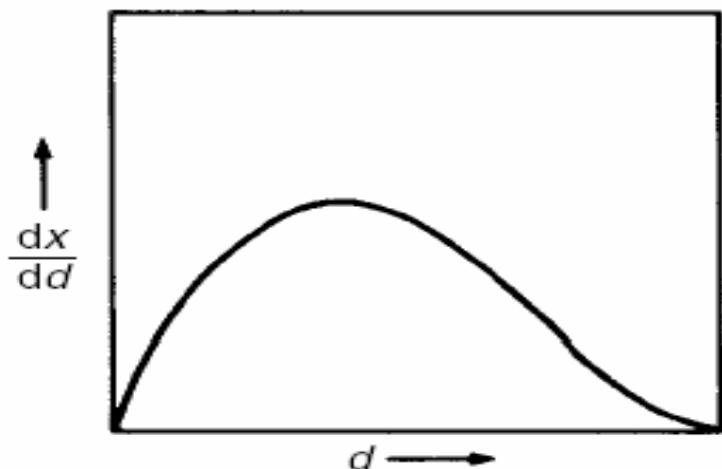
Muchos sistemas particulares que son de interés práctico consisten de partículas con un amplio intervalo de tamaños y es necesario establecer una indicación cuantitativa del tamaño medio de las partículas y de lo amplio de las partículas.

El resultado de un análisis de tamaño partículas puede convenientemente ser representado por medio de una curva acumulativa de fracción en peso.

Distribución del tamaño de partícula:



Distribución del tamaño de partícula:



Tamaño medio de partícula

Ecuaciones para el tamaño de partículas:

Se han propuesto varias ecuaciones para el tamaño de partículas :

La de Rossin-Rammler-Bennet

$$Y = 1 - \left\{ \exp\left(-\frac{X}{X'}\right) \right\}^n$$

El tamaño promedio de las partículas de un polvo puede tener diferentes valores dependiendo de la propiedad que se va a acentuar: peso, volumen, superficie y superficie específica.

Tamaño de partícula

- Los tamaños promedio del volumen y superficie específica se expresan relativamente como:

$$\sqrt[3]{\frac{\sum \Delta Y}{\sum Y * Xm^{-3}}} \text{ y } \frac{\sum \Delta Y}{\sum \Delta Y * Xm^{-1}}$$

basandose en el peso, y $\sqrt[3]{\frac{\sum \Delta N * Xm^3}{\sum \Delta N}}$ y $\frac{\sum \Delta N * Xm^3}{\sum \Delta N * Xm^2}$ basandose en la cantidad,

Tamaño de partícula

- Donde ΔY y ΔN son el peso y la cantidad incremental de partículas respectivamente y Xm es el tamaño medio del incremento.
- La superficie específica se calcula basándose en los datos de la distribución completa. El diagrama de Gates utiliza una gráfica del porcentaje acumulativo por peso menor en función del diámetro recíproco y el área comprendida bajo la curva representa la superficie



Propiedades de flujo de los sólidos pulverulentos

- Las propiedades de los sólidos en masa será una función de las propiedades de las partículas individuales incluyendo sus formas y tamaños, y su distribución de tamaños, y de la forma en la cual las partículas interactúan con las otras.
- Una de las características más importantes de una masa de sólido particulado es su porosidad, la fracción del volumen vacío respecto al volumen total.



PROPIEDADES DE FLUJO DE LOS SÓLIDOS

Las masas de sólidos tienen las siguientes propiedades:

1. La presión no es la misma en todas las direcciones.
2. Un esfuerzo de corte aplicado en la superficie de la masa de partículas, se transmite a través de toda una masa estática de partículas mientras no se produzca rotura.
3. La densidad de la masa de partículas puede variar dependiendo del grado de empaque de los granos.
4. Antes de que una masa de partículas empacadas de forma apretada pueda fluir, se debe aumentar en volumen a fin de permitir el entrecruzamiento de los granos para moverlas entre si.

PROPIEDADES DE FLUJO DE LOS SÓLIDOS

Dependiendo de sus propiedades de flujo, los sólidos en forma de partículas se dividen en dos clases:

- Sólidos cohesivos
- Sólidos No cohesivos

Los materiales no cohesivos como la arena fluyen desde depósitos o silos.

Los sólidos cohesivos como la arcilla húmeda se caracterizan por su dificultad para fluir a través de orificios.

AGLOMERACION

AGLOMERACION:

Debido a que es necesario en las plantas químicas transferir material desde el almacenamiento al proceso, es importante conocer como fluye el material sólido.

Si una cantidad importante de materiales está en la forma de partículas más pequeñas que 10 μm o si las partículas se desvían sustancialmente de la forma isométrica, se puede inferir que las características de flujo serán pobres. Los mecanismos que aumentan la aglomeración son:

- Bloqueo mecánico.
- Atracción superficial.
- Soldado plástico.
- Atracción electrostática.
- Efecto de humedad
- fluctuaciones de temperatura.

AGLOMERACION

Bloqueo mecánico: Ocurre si las partículas son alargadas y de forma delgada.

- Atracción superficial: Si las partículas son muy finas ($<10 \text{ m}\mu$), aparecen las fuerzas superficiales, fuerzas de atracción de Van der Waals, con el incremento de la superficie por unidad de volumen.
- Soldado plástico: cuando entran en contacto partículas irregulares, se generan fuerzas sobre las superficies extremadamente pequeñas de las partículas, y la elevada presión, favorece el soldado plástico.
- Atracción electrostática: Ocurre con partículas cargadas eléctricamente.
- Efecto de humedad: tiene dos efectos, tiende a unir las partículas y puede disolver ligeramente el sólido, y al evaporarse generar una aglomeración de partículas.
- fluctuaciones de temperatura: Incrementa las fuerzas cohesivas, y acelera los cambios en las estructuras de las partículas.

Resistencia al esfuerzo y a la cizalla

Una masa de partículas puede ofrecer una resistencia importante al esfuerzo y a la cizalla, y este efecto es especialmente mayor cuando hay una cantidad significante de aglomeración.

También en los sólidos no aglomerados hay una resistencia al movimiento relativo de las partículas.

La resistencia de una masa de partículas al esfuerzo de corte (cizalla) se mide en un cilindro. El sólido se coloca en un cilindro y es sometido a un esfuerzo axial, y se obtienen diferentes grados de compactación.

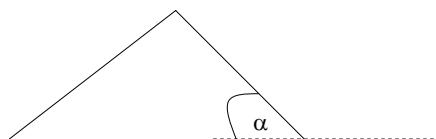
La magnitud del esfuerzo de corte en los sólidos tiene un considerable efecto sobre la forma en la cual fluye el polvo, y particularmente sobre la forma en la cual se descarga desde una tolva a través de una boquilla.

Angulo de reposo

Angulo de reposo y ángulo de fricción:

Un método rápido de valorar el comportamiento de una masa de partículas es medir su ángulo de reposo.

Si el sólido es vaciado desde una boquilla a una superficie plana, formará aproximadamente un montón cónico y el ángulo entre la pendiente lateral del cono y la horizontal es el ángulo de reposo, cuando se determina de esta manera se le llama el ángulo dinámico de reposo



Angulo de reposo

El ángulo de reposo varía desde 20° con sólidos que fluyen libremente hasta 60° con sólidos con pocas características de flujo. En casos extremos de sólidos altamente aglomerados, los ángulos de reposo están cercanos a 90° .

Los polvos con ángulo bajo de reposo tienden a empacarse rápidamente para dar una densidad empacada alta.

ANGULO DE FRICTION

Una medida de las fuerzas de fricción entre las partículas es el ángulo de fricción. Este puede medirse de muchas formas. Dos de las cuales se describen a continuación:

ANGULO DE FRICTION

En la primera, el polvo está en un lecho bidimensional con paredes transparentes y se permite que fluya a través de un hueco en el centro de la base. Se encuentra que una cuña de material en el centro fluye hacia afuera dejando el material estacionario.

El ángulo entre la hendidura dejada por el sólido al salir y el sólido estacionario con la horizontal es el ángulo de fricción.

Ver figura.

ANGULO DE FRICTION

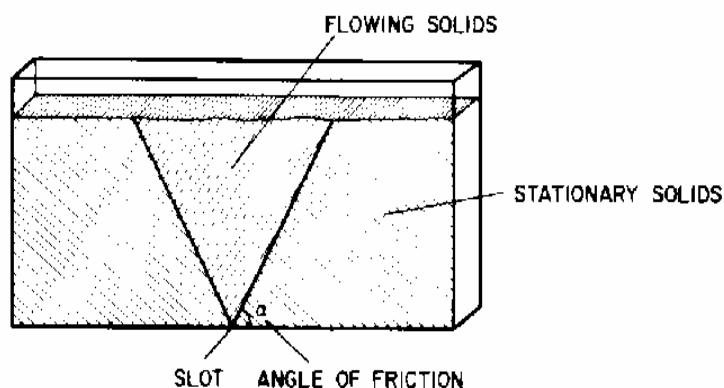


FIG. 1.8. Angle of friction—flow through slot

ANGULO DE FRICTION

Un método simple alternativo para medir el ángulo de fricción emplea un tubo vertical, abierto en el tope, con un pistón ajustado libremente en la base.

Con pequeñas cantidades de sólidos en el tubo, el pistón se moverá libremente hacia arriba, pero cuando se excede una cierta cantidad crítica, ninguna fuerza por más grande que sea forzará a los sólidos hacia arriba en el tubo.

Con el núcleo más grande de sólidos en el tubo, la relación de su longitud al diámetro es la tangente del ángulo de fricción.

Ver figura.

ANGULO DE FRICTION

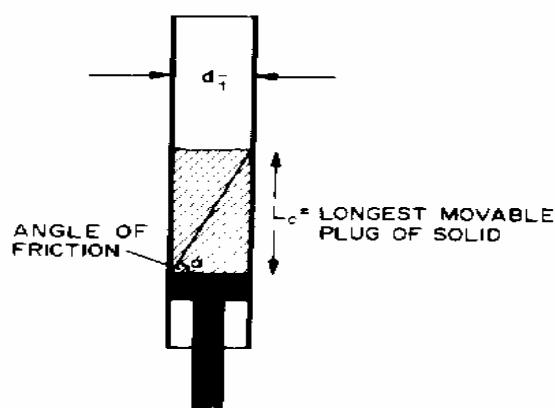


FIG. 1.9. Angle of friction --tube test



ANGULO DE FRICTION

- El ángulo de fricción es importante en su efecto sobre el diseño de silos y tolvas.



GRANULACION

El aumento de tamaño es cualquier proceso mediante el cual las partículas pequeñas se unen para dar masas más grandes y permanentes en las que se pueden identificar aún más las partículas originales

- COMPACTACION A PRESION

La aglomeración ocurre cuando se aplica una fuerza a un sistema de macro partículas dentro de un espacio confinado.

El éxito de la operación depende en parte del aprovechamiento y la transmisión eficaz de la fuerza externa aplicada y parcialmente, de las propiedades físicas del material macroparticulado.

GRANULACION

Transmisión de fuerzas

Al aplicar una presión a un polvo en una matriz o en troquel, se producen diferentes zonas en el material compactado que están sometidas a distintas intensidades de presión y se encuentran en diferentes capas de compactación.

Aglutinantes y lubricantes:

Los lubricantes ayudan a la transmisión de fuerzas y reducen la adhesión a las superficies de las matrices. Los lubricantes internos se mezclan con el material que se está aglomerando y los lubricantes externos se aplican a la superficie de la matriz.

GRANULACION

Los aglutinantes mejoran la fuerza de los compactos. Estos productos se clasifican como tipo matriz, tipo película y productos químicos.

Equipo de compactación:

Esta operación se realiza en dos clases de equipos que son los dispositivos **confinados a presión** (moldeo, producción de tabletas, prensa de rodillos) en los que el movimiento y el esfuerzo cortante de las partículas son incidentales respecto a su consolidación en moldes cerrados o entre dos superficies, **y los dispositivos de extrusión** (molino de granulación, extrusores de rosca o tornillo), en los que el material sufre un esfuerzo cortante específico y se mezcla al consolidarse.

GRANULACION

Las prensas de moldeo o pistón se emplean para crear compactos uniformes y a veces complejos, sobre todo en metalurgia de polvos y en la formación de plásticos.

El equipo comprende una prensa operada mecánica o hidráulicamente y, unida a las placas o los platos de la prensa, un molde de dos partes que consta de una porción superior (macho) y otra inferior (hembra).

La acción de presión y calor sobre la carga de macro partículas hace que se funda y tome la forma de la cavidad del molde.

GRANULACION

Las prensas de pastillaje o producción de tabletas se utilizan en aplicaciones que tienen especificaciones estrictas en lo que respecta a peso, espesor, dureza, densidad y aspecto del producto aglomerado. Producen formas más simples a mayores índices de producción que las prensas de moldeo.

La prensa punzonadora simple es aquella que cuenta con un solo ensamblaje de herramientas consistente de un punzón superior, un inferior y un troquel o matriz.

La prensa rotatoria emplea una mesa redonda rotatoria de matriz con varias estaciones de punzones y troqueles.

GRANULACION

Las antiguas máquinas rotatorias tienen un solo lado, es decir, cuentan con una estación de llenado y otra de compresión para producir una tableta por estación en cada revolución de la cabeza rotatoria.

Para llevar a cabo con éxito el tableteado, el material debe tener propiedades fluidas apropiadas para servir como material de alimentación de una máquina de pastillaje.

La granulación por vía húmeda o seca sirve para mejorar las propiedades físicas de los materiales.

En la granulación por vía húmeda, los ingredientes secos combinados se mezclan con una solución líquida y, a continuación, la masa mojada se somete a extrusión por medio de un tamiz de malla ancha, y los gránulos resultantes se secan.

GRANULACION

En la granulación por vía seca, los ingredientes secos combinados se densifican primero en una prensa de pastillaje rotatoria para servicio pesado, que produce "pequeñas barritas" de 1.9 a 2.5 cm de diámetro.

A su vez éstas se trituran posteriormente para obtener partículas del tamaño requerido para la producción de tabletas



Aditivos utilizados en la fabricación de tabletas

Aglutinantes: Agar, Dextrina, Dextrosa, Gelatina, Glucosa, Gomas, Lactosa, Resinas, Sales, Silicato de sodio, Almidón, Sacarosa, Ceras, Agua

Lubricantes: Benzoato de sodio, Acido Bórico, Grafito, Aceites, Jabones, Almidón, Estearatos de Aluminio, Magnesio, Calcio, Sodio, Litio, cinc, Acido esteárico, Talco, ceras, Agua