

La importancia del valor de pH para el análisis granulométrico

Interrelaciones – Dependencias - Influencias - Efectos

La determinación del tamaño de las partículas de una dispersión es un proceso esencial del análisis de laboratorio en muchas ramas de la industria y la investigación. El tamaño de las partículas del material investigado puede afectar a las propiedades fisicoquímicas, biológicas o sensoriales del producto final, dependiendo de la aplicación. Por esta razón, es esencial determinar la distribución de tamaños de las partículas primarias con la mayor precisión posible. Además de la evaluación de los parámetros adecuados del proceso y de un muestreo preciso, la dispersión correcta de la muestra es un factor crítico para la precisión de la medición. Especialmente en la dispersión húmeda, la influencia del cambio de diversos parámetros, como el valor del pH, puede utilizarse estratégicamente para aumentar la calidad.

Relación entre el valor del pH y la dispersión óptima

Para una dispersión húmeda ideal, el objetivo es romper los posibles aglomerados de partículas mediante el suministro de energía química o física. En el caso más sencillo, la homogeneización y desaglomeración de la muestra en el análisis húmeda puede conseguirse mediante el movimiento de bombeo de la suspensión o emulsión en el circuito cerrado de líquido. Además, los tensioactivos reducen la energía interfacial de la fase sólida líquida o el tratamiento con ultrasonidos proporciona un aporte adicional de energía, lo que debería conducir al denominado estado de dispersión final de la dispersión. Además de la temperatura, la estabilidad de una dispersión húmeda depende especialmente de valor del pH. Esto significa que la distribución del tamaño de las partículas puede variar mucho con diferentes valores de pH de la suspensión o emulsión que se va a analizar debido a la formación de aglomerados. Además de la formación o disolución de aglomerados, el valor del pH también puede afectar a la velocidad de hundimiento de una sedimentación o la solubilidad de una dispersión. Para el usuario, la búsqueda de un resultado reproducible y significativo puede parecer difícil con muestras desconocidas porque hay que resolver una ecuación con varias incógnitas. Empezando por la calidad del agua, pasando por los fenómenos de interacción hasta los procesos de descomposición mencionados, los pasos de la dispersión deben ajustarse en la dirección correcta. Por consiguiente, además de controlar la temperatura, también es aconsejable vigilar el valor del pH. En comparación con la determinación metrológica del potencial zeta (potencial eléctrico de una partícula en movimiento y disociada de una dispersión coloidal), el valor del pH es un parámetro fácil de determinar y ampliamente utilizado que, cuando se varía, influye directamente en el equilibrio entre disociación y adsorción y, por tanto, en el potencial zeta.

Dependencia de la distribución granulométrica del valor pH de la emulsión utilizando el ejemplo de la leche

Un fenómeno cotidiano es la leche agria. Las bacterias lácticas descomponen gradualmente la lactosa y la caseína contenida en la leche se coagula. Una floculación se hace visible. Este proceso de coagulación de la proteína de la leche puede provocarse artificialmente bajando del pH de la leche, por ejemplo añadiendo ácido cítrico. La imagen 1 muestra una clara dependencia de la distribución del tamaño de las partículas con respecto al pH de la emulsión. Se muestran tanto la curva acumulativa $Q_3(x)$ en representación lineal como la distribución de las clases de tamaño de partícula $dQ_3(x)$ en forma de diagrama de columnas en función del diámetro de partícula x . Partiendo de un valor de $pH=7,07$ y una distribución monomodal del tamaño de las partículas con un valor d_{50} de $0,583 \mu m$ (d_{50} : el 50% del volumen total de la muestra tiene un diámetro de partículas inferior o igual a este valor), se observa un aumento de la floculación mediante una reducción constante del valor de pH hasta $pH=2,53$, lo que se refleja en la distribución bimodal del tamaño de las partículas y el correspondiente valor d_{50} de $60,435 \mu m$. Es esencial detectar el valor del pH con la mayor precisión posible, ya que incluso los cambios en el rango de las centésimas provocan un cambio significativo

en la distribución del tamaño de las partículas. Así pues, la evaluación final de los resultados de medición permite concluir que, incluso en el caso de análisis triviales, como el de la leche en el agua de grifo, se puede ser crítico con la calidad del medio de medición. El control adicional del valor de pH beneficia lógicamente a muchas otras muestras basadas en proteínas, por ejemplo de los sectores alimentario y farmacéutico.

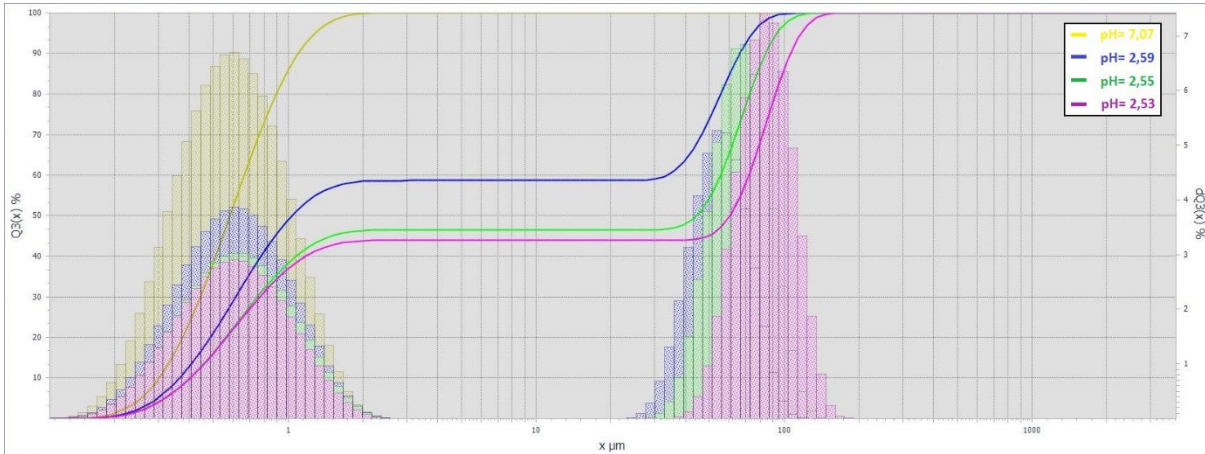


Imagen 1: Dependencia de la distribución del tamaño de las partículas del valor de pH de la emulsión utilizando la leche p.ej. A medida que disminuye el valor de pH, aumenta la proporción de partículas aglomeradas, medida con un ANALYSETTE 22 NeXT con módulo de pH.

Correlación directa entre el valor pH y la dispersión utilizando el ejemplo del cemento rápido

Además de controlar el valor del pH en el caso de muestras de pH crítico o de mantener las mismas condiciones ambientales en todo momento para garantizar la calidad, el valor del pH también puede utilizarse para sacar conclusiones sobre el grado de partículas no dispersas, es decir, todavía aglomeradas. La imagen 2 muestra la distribución granulométrica del cemento rápido, por una parte, directamente después de la adición al baño de dispersión y, por otra, después de 60s de tratamiento ultrasónico a una potencia de 50W, que se utiliza para desaglomerar las partículas. En el curso del tratamiento ultrasónico, el valor d50 se reduce de 36,029 μm a 35,237 μm.

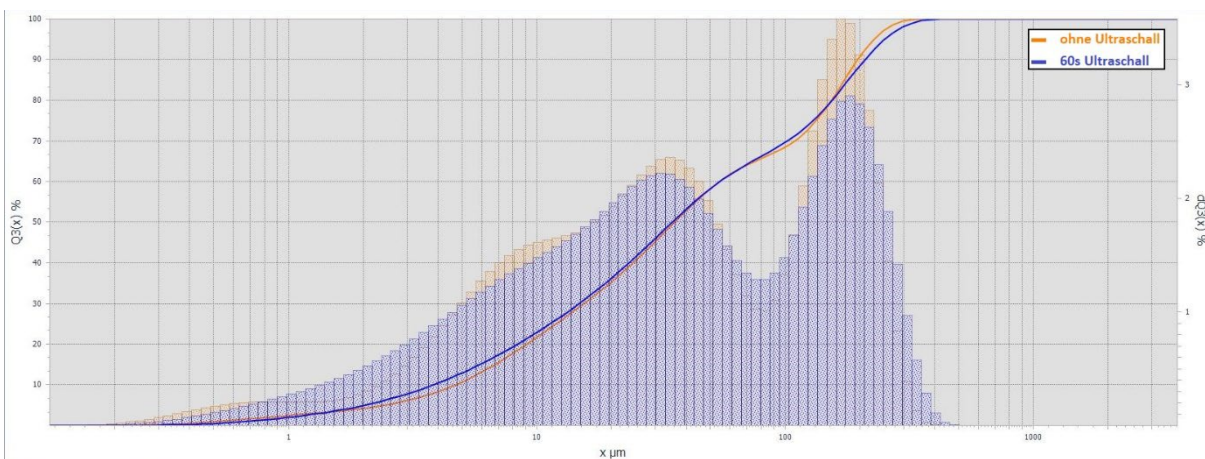


Imagen 2: Comparación de la distribución del tamaño de las partículas antes y después del tratamiento con ultrasonidos, utilizando cemento rápido como ejemplo. En el proceso, el valor del pH aumenta de pH=10,99 a pH=11,30. Medido con un ANALYSETTE22 NeXT con módulo de pH.

Durante el mismo tiempo, el valor del pH aumenta de 10,99 a 11,30 – lo que indica una correlación directa entre ambos parámetros. Hay que tener en cuenta que, además del proceso de disociación, hay otras transformaciones químicas que, entre otras cosas, inician el endurecimiento del cemento, influyen en el tamaño de las partículas, y por tanto, pueden repercutir en el valor del pH.

La medición del valor de pH es valiosa para determinar el tamaño de las partículas

Mediante de dos ejemplares de aplicación se ha demostrado que no sólo la clásica monitorización de la temperatura de una dispersión, sino más bien una monitorización y control específicos del valor del pH son importantes en la determinación del tamaño de las partículas. Se ha demostrado que el valor del pH y la distribución del tamaño de las partículas están directamente correlacionados para determinadas suspensiones y emulsiones. Además, en el caso de las muestras dispersas, la observación de un cambio en el valor del pH puede ser un indicador de una fase no dispersa finalmente dentro del volumen de muestra analizado.

La combinación del análisis del tamaño de las partículas y la medición del pH, introducida recientemente por FRITSCH y patentada entretanto documenta la importancia del valor del pH para una dispersión óptima. Debido al diseño modular del medidor láser de partículas FRITSCH ANALYSETTE 22 NeXT, la unidad de dispersión húmeda para la determinación de la distribución del tamaño de partícula de suspensiones y emulsiones mediante difracción láser según ISO 13320 puede ahora complementarse para muestras relevantes con el nuevo módulo de pH (Imagen3). A través de una interfaz unidireccional, los valores del pH-metro pueden transmitirse directamente al software Mascontrol del ANALYSETTE 22 NeXT mediante un comando SOP. Esto permite determinar con exactitud el valor de pH del baño de muestras antes, durante y después del proceso de dispersión.



Imagen 3: Medidor láser de partículas ANALYSETTE 22 NeXT Unidad de dispersión húmeda con módulo de pH.

Autores:

Dr. Dominique Decker, Consultor de aplicaciones análisis de partículas, decker@fritsch.de
 Leos Benes, Director MUNDIAL de laboratorio, FRITSCH GmbH, benes@fritsch.de
 FRITSCH GmbH • www.fritsch.es