

CUADERNO FIRP S555-A

MODULO DE ENSEÑANZA EN FENOMENOS INTERFACIALES
en español

ANALISIS PRACTICO DE DATOS GRANULOMETRICOS

Jean-Louis Salager

LABORATORIO DE FORMULACION, INTERFASES
REOLOGIA Y PROCESOS



UNIVERSIDAD DE LOS ANDES
FACULTAD DE INGENIERIA
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA

Mérida-Venezuela
Versión # 2 (2007)

ANALISIS PRACTICO de DATOS GRANULOMETRICOS

Contenido

1. ESTANDARDIZACION DE DATOS	1
1.1. Número de intervalos	1
1.2. Escogencia de los intervalos	3
2. ESCALAS ESPECIALES PARA REPRESENTACION LINEAL	6
2.1. Interés de la representación lineal	6
2.2. Escala especial para linearizar la distribución F	7
2.3. Papel de probabilidad	8
2.4. Escala logarítmica	9
2.4. Caso general	11
3. UTILIZACION DE LA DISTRIBUCION LOG-NORMAL	12
3.1. Precauciones – Prueba del gráfico Log-Normal	12
3.2. Valores cracterísticos	14
3.3. Corrección de truncación	15
3.4. Uso de las relaciones de Hatch-Choate	17
REFERENCIAS	21

ANALISIS PRACTICO DE DATOS GRANULOMETRICOS

Este cuaderno tiene como propósito discutir las escogencias prácticas que se deben a menudo realizar cuando se quiere procesar un conjunto de datos granulométricos.

Primero hay que escoger la forma de recortar los intervalos, luego decidir en que tipo de escala se van a graficar estos datos, y finalmente uno debe preguntarse como se puede hacer para que el análisis mejore la precisión de la información en lugar de disminuirla.

Se hará un énfasis particular en la utilización de las propiedades de la ley log-normal, ya que es un caso extremadamente útil en estudios granulométricos de sistemas provenientes de una molienda o una emulsión.

Se discute en detalle algunos ejemplos en este cuaderno. Para poder seguirlos, el lector debe familiarizarse con el material del cuaderno FIRP S554A, "Granulometría—Teoría", antes de seguir adelante con este folleto.

1. ESTANDARIZACION DE DATOS

Cuando se dispone de un conjunto de datos de tamaño no procesados, el primer trabajo consiste en clasificar estos datos mediante un recorte del intervalo global t_{\min} - t_{\max} de tamaño.

El problema es doble: primero se debe decidir del número de intervalos y por lo tanto el número de clases posibles, y segundo se debe fijar el tamaño de cada intervalo.

1.1 NUMERO DE INTERVALOS

El número de intervalos o de clase es importante porque debe ser el fruto de un compromiso.

En efecto no es siempre más preciso escoger un recorte con un mayor número de intervalos, puesto que cuando mayor el número de intervalos, menor el número de grano o la fracción (de orden n) de granos en cada intervalo. Cuando la fracción es inferior al 5% en más del 30% de los intervalos, se empieza a notar el aumento de las desviaciones aleatorias y la distribución obtenida no es más continua que la que se tiene con un menor número de intervalos.

La figura 1 ilustra estos efectos de "ruido estadístico". Cuando menor el número total de granos, y por lo tanto el número de grano en cada intervalo, mayor este ruido estadístico. De otra parte no se debe tomar un recorte con muy poco intervalos porque la información resultante se distorsiona.

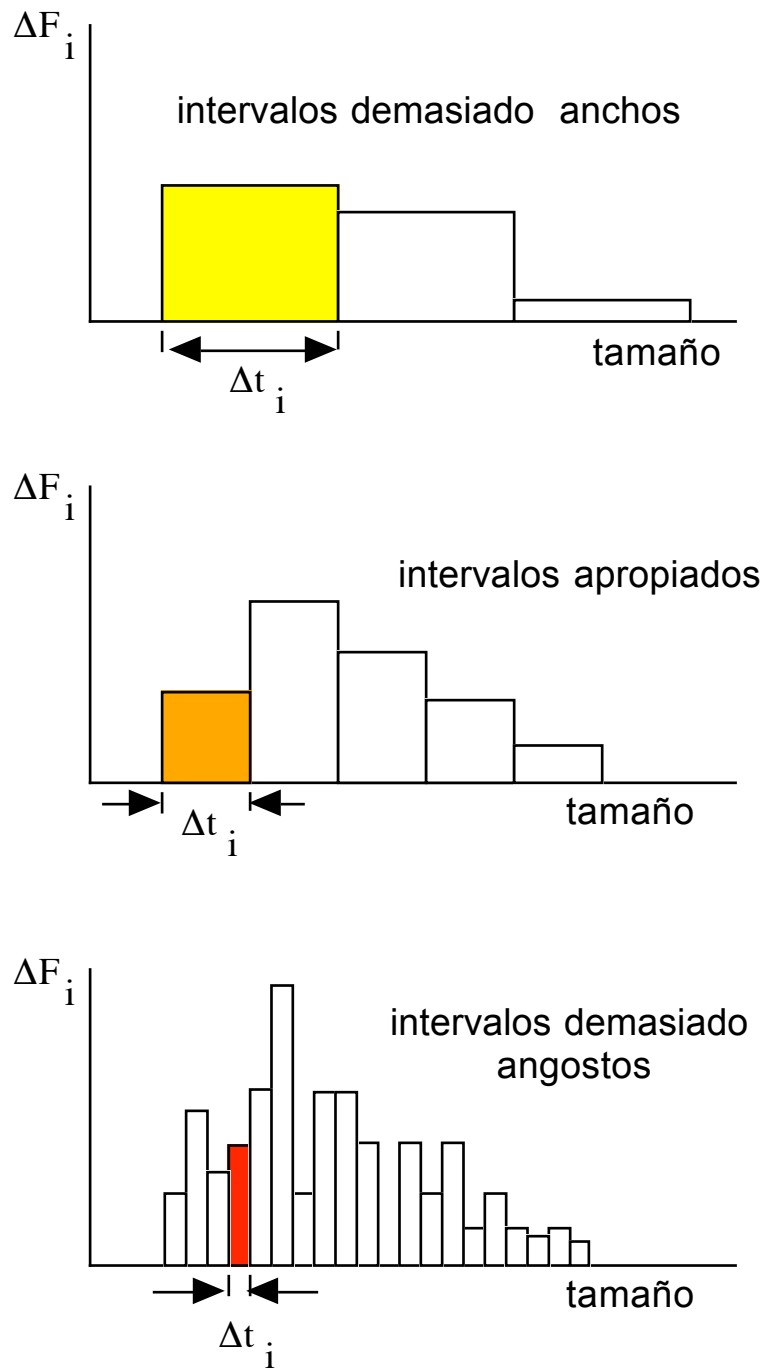



Figura 1. Influencia del tipo de recorte sobre el aspecto del histograma

 Para fijar las ideas, tomemos dos tipos de intervalos alrededor de un tamaño medio de $t = 10 \mu\text{m}$; uno con anchura $2 \mu\text{m}$, y el otro con anchura $10 \mu\text{m}$.

Cuando se van a procesar los datos, se van a contar todos los granos de cada uno de los intervalos y se va a sustituir el diámetro de todos estos granos por el diámetro medio del intervalo, es decir $10 \mu\text{m}$.

Si este diámetro medio se usa para calcular un volúmen, es decir se usa a la potencia 3, es obvio que el error en la sustitución será mayor cuando mayor el intervalo.

Podemos tener una idea del error suponiendo una distribución uniforme y comparando el volumen del grano promedio del intervalo con el promedio de los volúmenes de la mayor y menor partícula del intervalo. Para eso se supone que t es el diámetro y que los granos son esféricos.

$$t = 10 \pm 1 \mu\text{m} \quad \text{con } t_{\min} = 9 \quad \text{y } t_{\max} = 11$$

$$V_{\text{medio}} = 524 \quad V_{\min} = 382 \quad V_{\max} = 697 \quad \frac{V_{\min} + V_{\max}}{2} = 539$$


en este caso no hay realmente mucha diferencia entre 524 y 539.5.

Ahora examinaremos los datos para un intervalo mucho más amplio.

$$t = 10 \pm 5 \mu\text{m} \quad \text{con } t_{\min} = 5 \quad \text{y } t_{\max} = 15$$

$$V_{\text{medio}} = 524 \quad V_{\min} = 65 \quad V_{\max} = 1767 \quad \frac{V_{\min} + V_{\max}}{2} = 916$$

en este caso hay una diferencia considerable entre 524 y 916. Esto tiende a mostrar que el recorte no se debe hacer con intervalos muy grandes.

 La experiencia muestra que se tiene interés en disponer de 10 a 30 intervalos para una muestra mínima del orden de 500 a 1000 granos. Si el número de granos es grande (> 1000) se puede cortar sin problema en 30 intervalos, sino es mejor mantenerse entre 10 y 20.


Los analizadores de partículas por tamizaje poseen en general del orden de 10 intervalos; los aparatos muy sofisticados por análisis mediante difracción laser poseen a veces hasta 32 canales, pero en la mayoría de los casos las distribuciones experimentales raramente cubren más de 15-20 de estos canales.

1.2. ESCOGENCIA DE LOS INTERVALOS

Una vez determinado si el tipo de datos justifique 10, 20 ó 30 intervalos, se debe escoger la forma de efectuar el recorte.


Como se ha mencionado en el cuaderno FIRP S554A no hay necesidad de tomar intervalos iguales, y se puede escoger el recorte al gusto. Sin embargo, no conviene tomar intervalos muy irregulares en amplitud, al menos que eso obedezca a una característica de la distribución.

Por lo general hay dos tipos de recortes, y es recomendable atenerse a ellos.

 Si la distribución es poco extendida, es decir si el mayor tamaño de la muestra de granos es solamente algunas veces (por ejemplo 5 a 10 veces) mayor que el menor tamaño, o si hay evidencia que la distribución es bastante simétrica respecto a su valor medio o a su mediana, entonces es recomendable realizar un corte en intervalos iguales, tratando siempre que no quede más de 2 ó 3 intervalos con una muy pequeña fracción del total.

Sí se toma un recorte en intervalos iguales, se tomará como **valor medio representativo** de cada intervalo, la **media aritmética** entre los límites del intervalo:

$$t_i = (t_{i\min} + t_{i\max})/2$$

 El otro caso opuesto se encuentra a menudo en datos de molienda o de emulsión, procesos que por sus características tienden a producir distribuciones muy extendidas y muy asimétricas, de tipo log-normal.

Para este tipo de distribución es recomendable tomar un recorte en intervalos de amplitud en progresión geométrica de razón r . Se define primero el límite inferior del primer intervalo ($i=1$): $t_{1\min} = t_0$

Luego se fija la razón de la progresión geométrica r , número que sirve de factor multiplicativo para obtener el límite superior del primer intervalo que es también el límite inferior del segundo

$$t_{1\max} = t_{2\min} = r t_{1\min}$$

y así sucesivamente, obteniéndose la tabla siguiente.

N°	$t_{i\min}$	$t_{i\max}$	Δt_i	$t_i = (t_{i\min} t_{i\max})^{1/2}$
1	t_0	rt_0	$(r-1)t_0$	$t_0\sqrt{r}$
2	rt_0	r^2t_0	$r(r-1)t_0$	$rt_0\sqrt{r}$
3	r^2t_0	r^3t_0	$r^2(r-1)t_0$	$r^2t_0\sqrt{r}$
-	-	-	-	-
i	$r^{i-1}t_0$	$r^i t_0$	$r^{i-1}(r-1)t_0$	$r^{i-1}t_0\sqrt{r}$

Se escoge como valor medio t_i representativo del intervalo, la **media geométrica** entre los límites de cada intervalo.

$$t_i = (t_{i\max} t_{i\min})^{1/2}$$

La tabla indica que para tal progresión tanto $t_{i\min}$, $t_{i\max}$ como t_i y Δt_i crecen en progresión geométrica de razón r . Si se toma una escala logarítmica de tamaño, la progresión geométrica resulta en intervalos iguales de amplitud $\log r$. Se toma como valor de r bien sea 2, bien sea un submúltiple de 2. Los analizadores sofisticados utilizan $2^{1/2}$ para producir 16 canales ó $2^{1/4}$ para los aparatos de 32 canales.

1.3 Ejemplo A: Distribución con intervalo en progresión geométrica (ver figura 2)

i	$t_{i\min}$	$t_{i\max}$	Δt_i	t_i	ΔF_i	f_i	F_i
1	1	2	1	$\sqrt{2}$	1/13	1/13	1/13
2	2	4	2	$2\sqrt{2}$	4/13	2/13	5/13
3	4	8	4	$4\sqrt{2}$	4/13	1/13	9/13
4	8	16	8	$8\sqrt{2}$	4/13	1/26	13/13

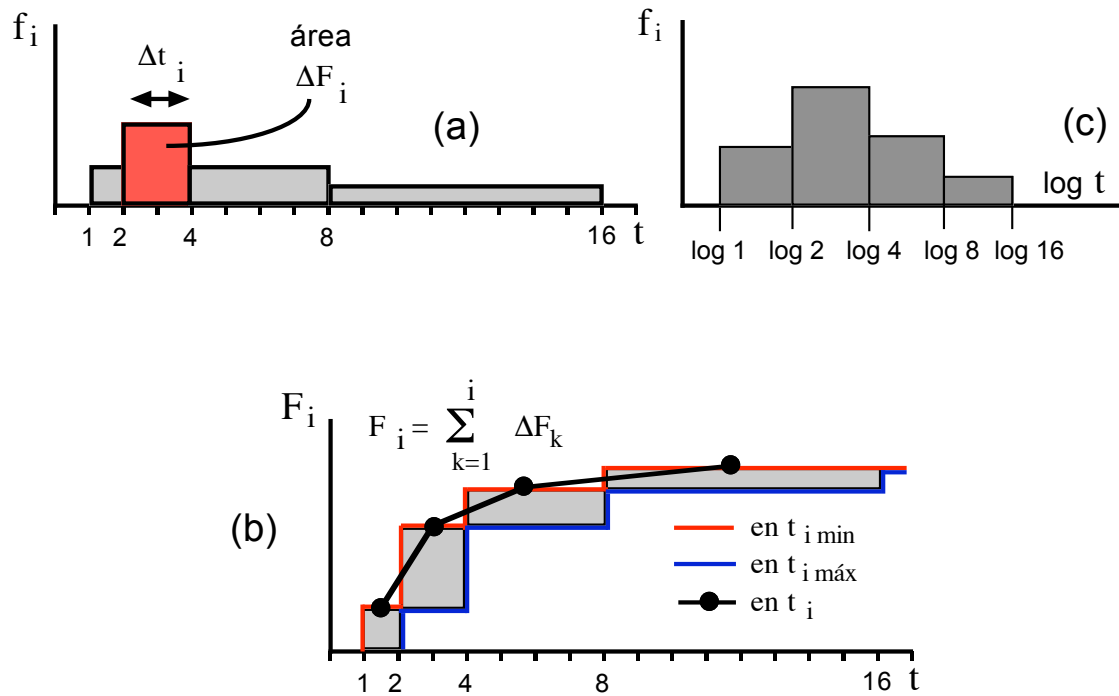


Fig. 2. Histogramas diferencial (a) e integral (b) con abscisa lineal y diferencial con abscisa logarítmica (c) para los datos del Ejemplo A.

2. ESCALAS especiales para REPRESENTACION LINEAL

2.1. INTERES DE UNA REPRESENTACION LINEAL.

Desde el punto de vista práctico es importante poder probar rápidamente si un cierto conjunto de datos sigue una función de distribución clásica. En efecto si es así, se puede entonces buscar los parámetros que dan la mejor aproximación y realizar una parte del análisis con la función de frecuencia continua/análítica, lo que elimine los errores de discretización, los cuales pueden ser considerables en ciertos casos.

No es práctico comparar sobre el mismo gráfico los datos ΔF_i y una función de frecuencia, ya que el criterio válido de optimización del ajuste consistiría en anular el área entre el histograma y la curva, lo que no se hace fácilmente, ni a simple vista, ni numéricamente (véase Fig. 3).

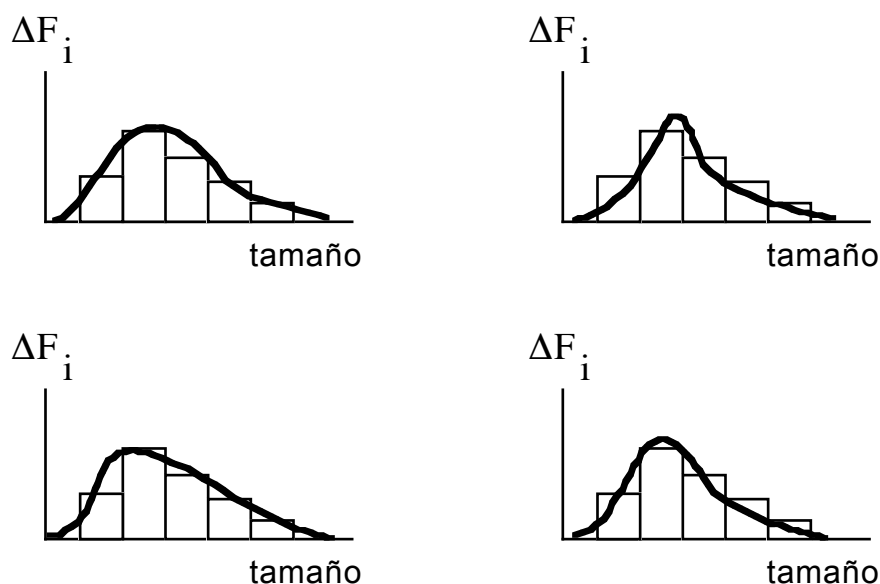



Fig. 3. ¿Como escoger la función que aproxima mejor los datos discretos?

Otra forma de probar una función de distribución es calcular los parámetros característicos a partir de los datos como son el valor medio y la desviación estándar, y luego ensayar varias funciones de distribuciones: normal, log-normal, Weibull, etc. para ver cuál es la mejor.

Aquí también el método no es siempre ideal porque quizás la mejor representación es una ley con un valor medio o una desviación típica un poco diferente, más bien que otra ley con estos valores calculados.

 Se debe buscar una **prueba de tipo fenomenológico**, es decir independiente de los valores particulares de ciertos parámetros, y capaz de probar la forma de variación comparada del histograma y de la ley de distribución a ensayar.

Tal tipo de prueba puede realizarse sí se usa una escala especial que torne lineal la ley a probar. Así es muy simple darse cuenta de la linealidad del histograma en tal gráfico, es decir de la aplicabilidad de la ley, y adicionalmente, se puede hallar fácilmente los parámetros característicos por un medio de un método de mínimos cuadrados.

2.2 ESCALA PARA LINEALIZAR LA DISTRIBUCION F

La distribución acumulativa $F(x)$ es una función continua, que crece en forma monótona desde un valor 0 para $x = 0$ ó $x \rightarrow -\infty$, hasta un valor 1 para $x \rightarrow +\infty$, al menos que los límites estén a distancia finita.

La función de distribución acumulativa posee en general una forma sigmóide. Para "enderezar" la curva representativa, se puede construir una escala especial mediante el proceso descrito a continuación, el cual requiere solamente que $F(x)$ sea una función monótona creciente.

Se grafica sobre la misma hoja de papel la función acumulativa $y_1 = F(x)$ y la recta $y_2 = k x$, la cual va a ser la representación de $F(x)$ con la escala especial (véase Fig. 4); k es una constante de libre escogencia que provee la pendiente apropiada.

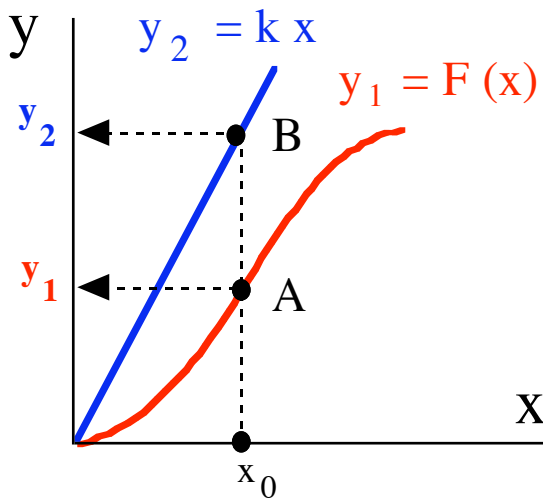


Fig. 4: Relación $y_1 - y_2$

El problema ahora radica esencialmente en hallar esta escala. Llamando F^{-1} la función inversa de F , se tiene para un valor $x = x_0$.

$$y_1 = F(x_0) \qquad x_0 = F^{-1}(y_1) \qquad y_2 = k x_0 = k F^{-1}(y_1)$$

Esta última relación indica la correspondencia entre y_1 y y_2 .

Para que la curva $y_1 = F(x)$ se transforme en la recta $y_2 = k x$, basta colocar la graduación de valor y_1 en la posición y_2 de la escala.

En tal condición el punto A se desplaza hasta B y toda la curva $y_1 = F(x)$ se transforma en la recta $y_2 = k x$.

La figura 5 indica como proceder en la práctica para realizar tal escala. Nótese que es particularmente cómodo tener la escala de ordenada y_1 de un lado y la escala de ordenada y_2 del otro lado.

Variando la posición relativa de $y_1 = F(x)$ y $y_2 = k x$ y el valor de k , se produce una translación y una ampliación o disminución de la escala y_2 .

En la práctica se recomienda hacer cruzar $y_1 = F(x)$ y $y_2 = k x$ en un eventual punto de simetría de $F(x)$, y tomar sobre la escala y_1 una serie de graduaciones a intervalos iguales.

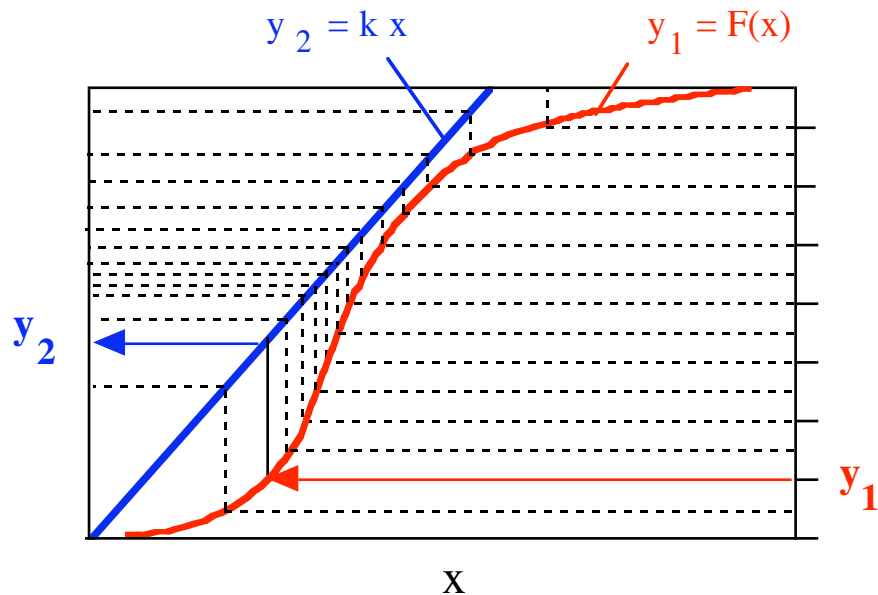


Fig. 5 : Construcción de una escala especial para linearizar $F(x)$

2.3 PAPEL DE PROBABILIDAD

El llamado papel de probabilidad tiene una escala de ordenadas que endereza la ley normal. La figura indica como se realiza la escala, ya que no se puede calcular una expresión analítica de $F^{-1}(x)$.

$$F(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^x e^{-x^2/2} dx \quad \text{ó} \quad 0.5 + \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_0^x e^{-x^2/2} dx$$

Se realiza el gráfico sobre $y_1 \geq 0.5$, y se completa por simetría. Obviamente la asíntota $y_1 = 1$ nunca se logra. En general se limita la escala y_2 a 0.95 ó 0.99, y por simetría a 0.01 ó 0.05.

Nótese que se puede usar la expresión aproximada de F^{-1} . Abramowitz y Stegun (Handbook of mathematical functions, Dover, 9th printing, sección 26.2, 1970) dan varias aproximaciones de $F(x)$, algunas de las cuales pueden invertirse como la siguiente:

$$F(x) = \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \sqrt{1 - \exp[-2x^2/\pi]} \quad \text{válido para } x > 0 \text{ con una buena precisión para } F \leq 0.99$$

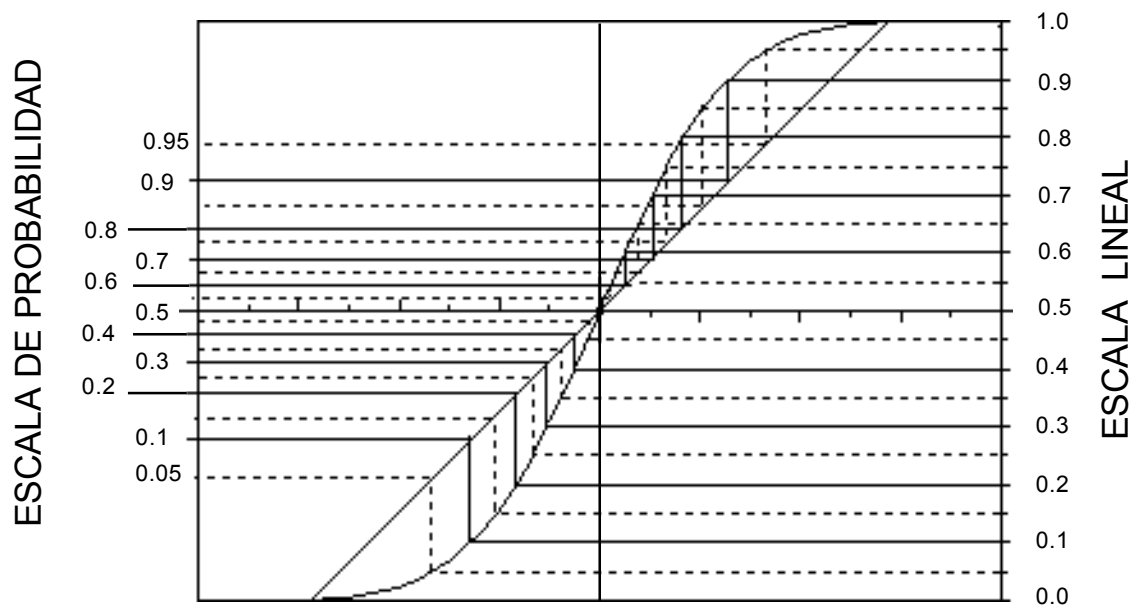


Fig. 6 Construcción de la escala de probabilidad o gaussiana

2.4. ESCALA LOGARITMICA

En el caso en que la función inversa F^{-1} es conocida, no hay evidentemente que realizar la construcción gráfica (véase Fig. 7), ya que basta usar la relación:

$$y_2 = k F^{-1}(y_1)$$

Es decir que se usa la distancia y_2 en ordenada cada vez que se quiere representar y_1 . Este tipo de manipulación se hace muy bien en una computadora. Puede parecer complejo, pero nótese sin embargo que se realiza esta operación en forma corriente cada vez que se ha trazado una escala logarítmica. En efecto, sí la función $y_1 = F(x) = e^x$ la función inversa es $F^{-1}(y_1) = \ln y_1$.

Haciendo corresponder $y_1 = F(x)$ y $y_2 = k x$ en un punto (aquí $x = 0$), se pone en la escala izquierda el valor del logaritmo de lo leído en la escala derecha (véase Fig. 7, abajo). Este método puede aplicarse siempre y cuando se pueda hallar el valor $F^{-1}(y_1)$.

La figura 8 representa un ahoja de papel con escala probabilística en ordenada y escala logarítmica en abcisa. Una distribución log-normal acumulativa aparece como una línea recta en tal gráfico.

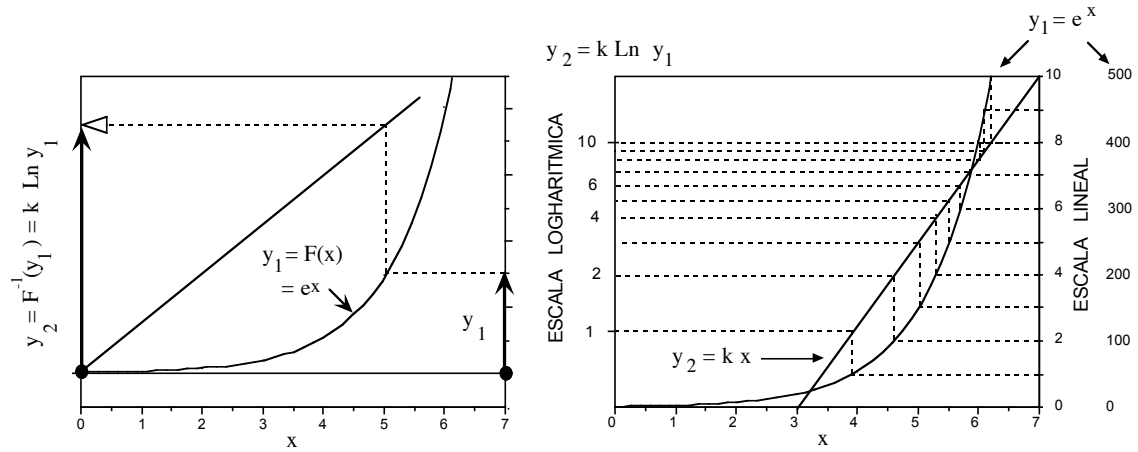


Figura 7. Construcción de una escala logarítmica

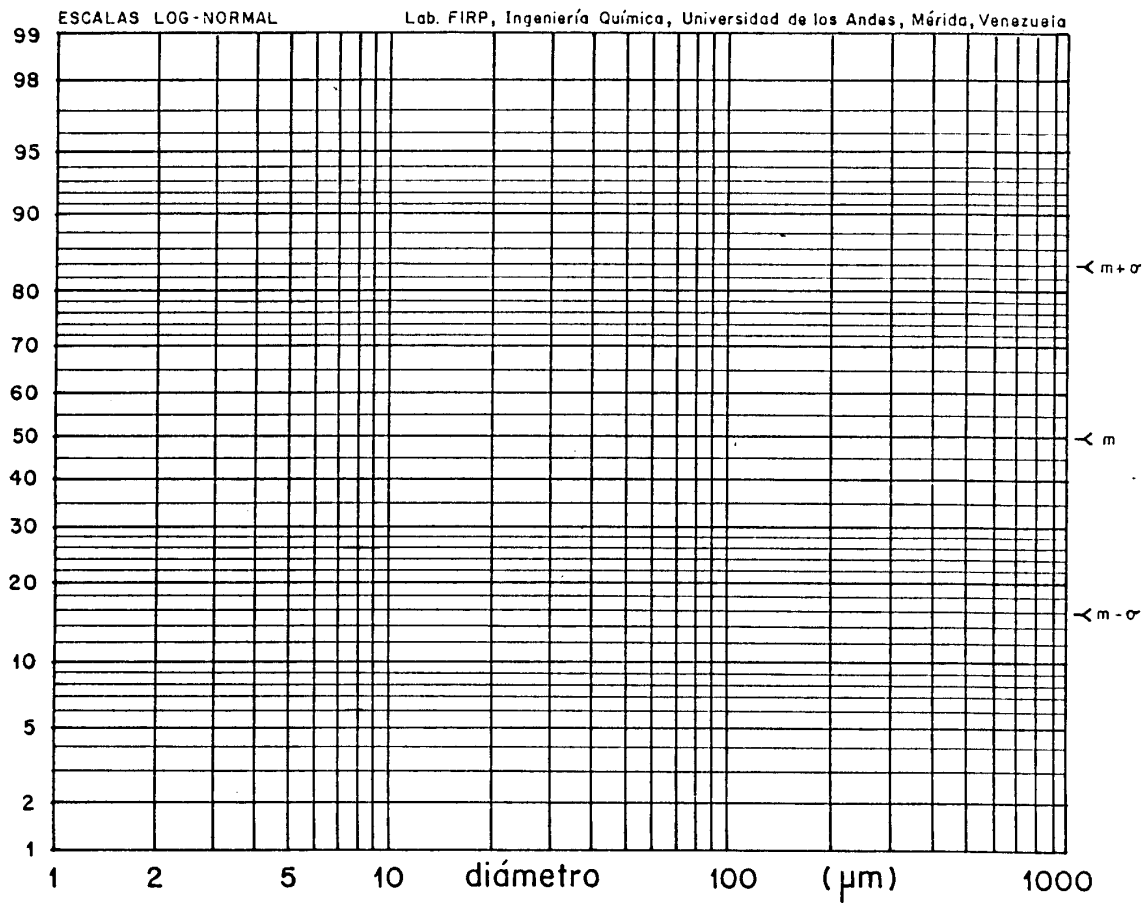


Figura 8. Papel probabilístico con escala de abscisa logarítmica

2.5 CASO GENERAL

Con el uso creciente de los microcomputadores tal cálculo se torna práctico aún si implica un cálculo numérico. En una versión del programa que se encuentra en el cuaderno FIRP S556A se calcula para una ley de Gauss $y_1 = F(x)$ mediante un cálculo de integración numérica con 100 intervalos entre $y_1 = 0.01$ y $y_1 = 0.99$. Luego se procede a aproximar la curva $y_1 = F(x)$ con la secuencia de 98 segmentos de recta entre estos valores extremos. El inverso se calcula mediante interpolación lineal entre los valores de $y_2 = F^{-1}(y_1)$ más cercanos al valor a buscar.

Para el ejemplo dado en el programa, la precisión gráfica lograda con 100 intervalos es suficiente ya que es inferior al tamaño de un pixel de pantalla, y el tiempo de cómputo para calcular a cada corrida la integral $F(x)$ y la tabla y_2 es del orden de 2-3 segundos, lo que compite favorablemente con una lectura sobre un dispositivo de almacenamiento, ya que la interpolación entre datos situados en la memoria viva es instantánea.

Por supuesto se puede pretender a una mayor precisión a expensas de algunos segundos adicionales de cálculo.

En otra versión se usa una aproximación de F de Gauss que es invertible, como:

$$F(x) = \frac{1}{2} + \frac{1}{2} \sqrt{1 - \exp[-2x^2/\pi]} \quad \text{válido para } x > 0$$

Lo importante aquí, es darse cuenta que gracias a la velocidad de cálculo de las microcomputadores y a la facilidad de gráfico dado por el software de tipo GWBASIC se puede fabricar en muy poco tiempo un algoritmo capaz de "enderezar" cualquier función de distribución que tenga una expresión analítica o numérica. Recientemente se ha usado tal procedimiento para describir la ley de Lemlich de ruptura de espuma.

En ciertos casos conviene sin embargo utilizar el juicio y no precipitarse sobre este proceso si existe una forma más obvia de realizar una linealización. Por ejemplo, con la distribución de Weibull:

$$F(x) = 1 - \exp\left[-\frac{(x - \gamma)^\beta}{\alpha}\right]$$

Esta distribución posee tres parámetros, y se coloca en la forma:

$$\ln \ln \frac{1}{1 - F(x)} = \beta \ln(x - \gamma) - \ln \alpha$$

Al graficar $\ln \ln \{1/[1-F(x)]\}$ contra $\ln(x - \gamma)$ como se indica en la figura 9, se obtendrá una recta que permite hallar α y β . Puesto que hay tres parámetros, habrá que tantear los valores de γ para hallar aquel que provee la mejor "rectitud" de los datos.

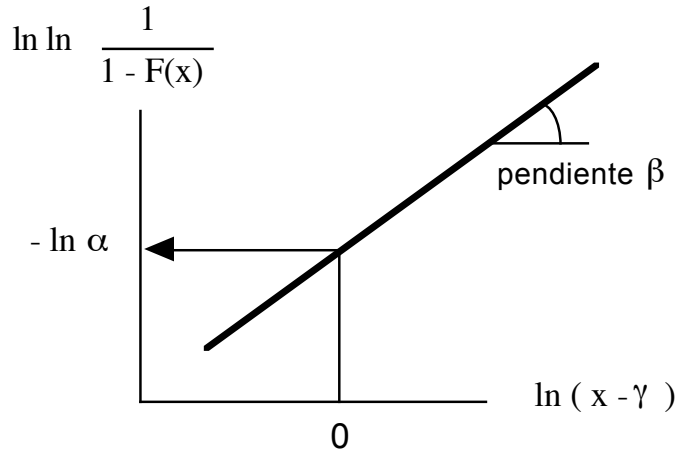


Fig. 9: Representación de la distribución Weibull

Siempre y cuando se debe hallar una aproximación lineal o la mejor recta, se puede usar el método de mínimos cuadrados, eliminando eventualmente algún dato discrepante. Todas estas operaciones se realizan muy fácilmente con microcomputadoras.

3. UTILIZACION DE LA DISTRIBUCION LOG-NORMAL

3.1. PRECAUCIONES - PRUEBA DEL GRAFICO LOG-NORMAL

La ley log-normal posee características únicas que la hacen extremadamente útil para analizar datos granulométricos. En muchos casos, y se puede decir incluso en la gran mayoría de los casos, los datos de distribución de tamaño de polvo o emulsiones indican que se trata de una ley log-normal. En tales casos se puede usar los resultados y las técnicas descritas en esta sección.

Sin embargo debe quedar claro que mucho de los resultados de esta sección son válidos solamente si los datos siguen una ley de distribución log-normal. Por lo tanto la primera cosa que se debe hallar es corroborar que los datos siguen en efecto tal ley.

Tal proceso está simplificado por el hecho de que para los datos que siguen una ley log-normal, cualquier distribución (en número, superficie o volumen) es log-normal, con el mismo factor de desviación estándar geometría.

Se usarán a continuación los mismos símbolos que en el cuaderno FIRP S554A, particularmente en su sección 4.2.

Los datos crudos se colocan en la forma t_i o $t_{i\max}$ vs ΔF_i o F_i y se calcula la tabla t_i , F_i . Estos datos se grafican sobre un papel log-normal $y = F_i(t_i)$ y $x = t_i$, con las escalas apropiadas. La linealidad puede probarse en forma visual o mediante un método de mínimos cuadrados para hallar la mejor recta y el coeficiente de correlación. Tal cálculo debe realizarse tomando las abscisas y las ordenadas con escalas lineales x, y correspondiente por ejemplo a la longitud real sobre el papel, o al número real de pixels en la pantalla o a los valores $x = \log t_i$ y $y_2 = k F^{-1}(y_1)$, si se dispone de estos.

En este cálculo se puede eventualmente descartar algún dato que pueda considerarse erróneo (véase Fig. 10). En el análisis de polvo o emulsiones por tamizaje o por difracción laser los puntos erróneos pueden deberse a dos fuentes :

1. Una truncación, es decir un corte debido a que una parte de la distribución está fuera del rango de medición del aparato. Es el caso por ejemplo cuando una cantidad notable de granos posee un diámetro debajo del límite de resolución del aparato o en el plato al fondo de los tamices. En tal caso se eliminará el punto experimental que corresponde al tamiz de tamaño más pequeño, y eventualmente el siguiente.
2. Unos granos grandes no pasan por el primer tamiz. Se trata de una truncación por arriba. O bien el aparato detecta un tamaño de partícula que no corresponde a la muestra, sino a un sucio sobre la óptica o a burbujas de gas en la emulsión. Este tipo de artefacto produce un pequeño escalón a altos valores de t_j . También aquí no se deben tomar en cuenta estos puntos para realizar la prueba.

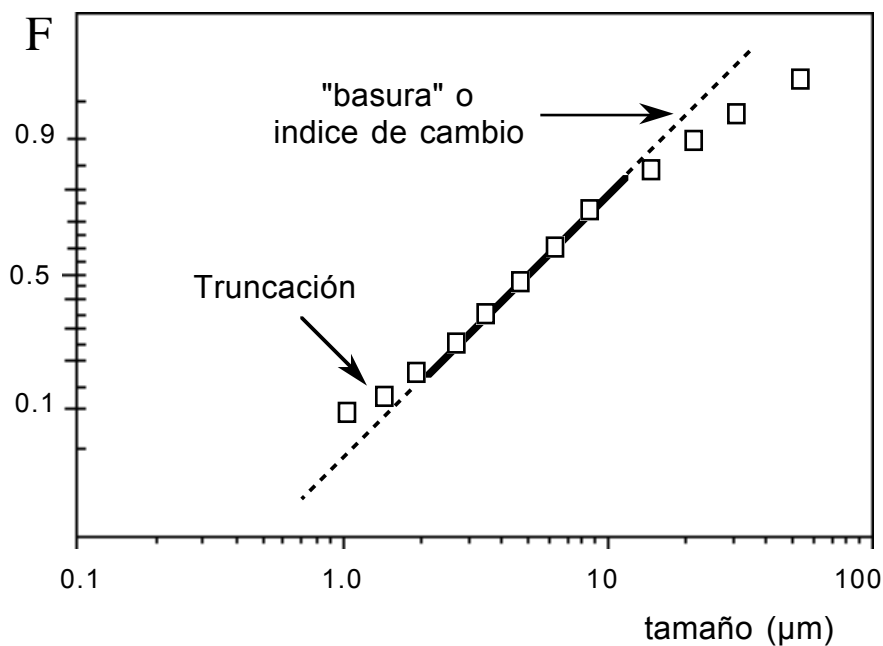


Fig. 10 : Desviaciones a la linealidad en la escala log-normal

El examen visual de los datos permite determinar fácilmente los datos corruptos y eliminarlos para realizar la estimación de la mejor recta.

No debe preocupar que no haya un acuerdo perfecto en las extremidades es decir a bajo y alto tamaño puesto que es en estas zonas que hay el mayor error experimental, y además que la escala gaussiana es la más dilatada.

Como consecuencia, se debe al contrario exigir una fuerte correlación en la zona central, por ejemplo en el intervalo $0.10 < F < 0.90$. En caso que no haya una fuerte correlación lineal en esta zona se deberá abandonar la aproximación log-normal.

En caso de duda, se puede calcular el coeficiente de regresión. Con unos 10 puntos experimentales, y con la eliminación "manual" de eventuales discrepancias en los extremos, se debe obtener un coeficiente de correlación superior a 0.95 para la parte central.

3.2. VALORES CARACTERISTICOS

Una vez determinada la mejor recta, se usa esta recta para calcular los parámetros de la ley log-normal que mejor aproxima a los datos, y luego se usa esta ley para calcular las distribuciones de otro orden, los valores medios y los momentos de interés. Tal procedimiento reduce considerablemente los errores debidos a la discretización de los datos en clases, ya que sustituye una integración a la sumatoria.

La media geométrica m de una distribución log-normal es también la mediana, y por lo tanto se obtiene en el punto de cruce de $F = 0.5$ (véase Fig. 11).

En cuanto a los valores $m\sigma$ y m/σ se obtienen en los puntos de ordenada 0.84 y 0.16 respectivamente (véase Fig. 11). El cociente de los valores leídos en $F = 0.84$ y $F = 0.16$ indica la varianza σ^2 .

Nótese que si las graduaciones de la escala logarítmica en abcisa no están suficientemente cercanas, se puede producir un error importante de lectura. Conviene mejor medir la distancia horizontal y compararla con un módulo de la escala logarítmica.

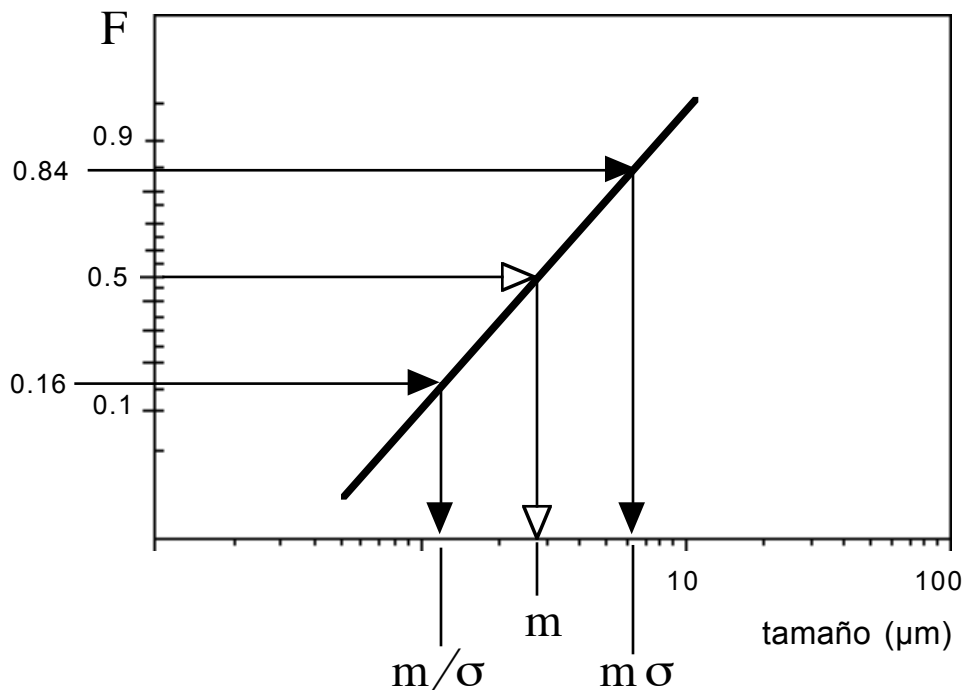


Fig. 11 : Como hallar la media geométrica y la desviación estándar.

Una vez hallado m y σ se puede usar la expresión analítica para los cálculos.

$$f(\ln t) d \ln t = \frac{1}{\ln \sigma \sqrt{2\pi}} \exp \left[-\frac{1}{2} \left(\frac{\ln t - \ln m}{\ln \sigma} \right)^2 \right] d \ln t$$

En la práctica no se hace, sino que se usan las relaciones de Hatch-Choate que permiten calcular directamente las medias y los momentos de cualquier distribución.

Antes de terminar esta sección es importante señalar que el operador debe saber cual es el orden de la distribución que acaba de plasmar sobre un papel log-normal.

En los casos prácticos se trata de la distribución en número si el análisis se realizó por conteo de grano, o de la distribución en volumen/peso si el análisis fué por pesada del contenido de cada tamiz. Los contadores de tipo Coulter o los aparatos por difracción laser MALVERN o CILAS dan en general la distribución en peso/volumen, es decir que la variable de ocurrencia ΔF_i ó F_i es una fracción en volumen.


3.3 CORRECCION DE TRUNCACION


A veces el aparato de medición (o el lente utilizado) no es adecuado para cubrir todo el rango de tamaños presentes en la muestra.

Por ejemplo se puede encontrar que una fracción notable de un polvo paso a través del tamiz más fino, o que una fracción notable de las gotas de una emulsión difracta con un ángulo superior a lo que puede medir el aparato. En ambos casos se dispone sin embargo de un dato o de un estimado cumulativo en la forma

$$t \leq t_{1\max} \quad \Delta F_1 = 0.1 - 0.3$$

Se deben considerar aquí dos casos extremos :

 Primero la fracción cumulada debe ser superior al 5% para que se pueda hablar de truncación, pero no puede ser superior al 30% sin afectar notablemente la validez del análisis. En efecto, 30% en peso puede significar 80% en superficie y aún más en número. Si la propiedad que se busca depende de la distribución en superficie o en número, el error puede ser considerable, porque la mayor importancia corresponde a la zona truncada.

 Segundo, no se tiene el valor mínimo $t_{1\min}$ del primer intervalo 1. En la práctica este primer intervalo puede teóricamente empezar en 0 :

$$0 < t \leq t_{1\max}$$

Es lo que puede ocurrir en el tamizaje de un polvo. En caso de un aparato de difracción de luz, la estimación del peso cumulativo no toma en cuenta las partículas de diámetro inferior a 0.3 μm .

Si se toma $t_{1\max} = 1 \mu\text{m}$, lo que es a menudo el caso, el intervalo 1 es por lo tanto :

$$0 < t \leq 1 \text{ mm}$$

Se ve obviamente que tal situación complica notablemente la escogencia de t_1 , el tamaño medio a afectar al primer intervalo.

Si el límite inferior es 0, no se puede tomar la media geométrica del intervalo. Si el límite inferior es $0.5 \mu\text{m}$, se puede tomar la media geométrica $0.707 \mu\text{m}$, pero entonces este intervalo no tiene probablemente una anchura apropiada para entrar en la sucesión geométrica de los intervalos.

Se toma a menudo el valor $0.5 \mu\text{m}$, es decir la media aritmética, como compromiso, pensando que es razonable. **Pero no es el caso**, ya que eso puede llevar a errores considerables.

Por ejemplo recordemos que el diámetro de Sauter es el momento de orden -1 de la distribución de orden 3. Tal diámetro se calcula a partir de los datos por la sumatoria.

$$\frac{1}{\bar{d}_{vs}} = \sum \frac{\Delta F_i^{(3)}}{d_i} + \frac{\Delta F_1^{(3)}}{d_1} + \frac{\Delta F_2^{(3)}}{d_2} + \frac{\Delta F_3^{(3)}}{d_3} + \frac{\Delta F_4^{(3)}}{d_4} + \frac{\Delta F_5^{(3)}}{d_5} + \dots$$

Si hay una truncación, ΔF_1 tendrá un valor alto, por ejemplo 0.20, respecto a los valores siguientes, las cuales pueden ser $\Delta F_2 = 0.05$, $\Delta F_3 = 0.10$, $\Delta F_4 = 0.25$, $\Delta F_5 = 0.20$, $\Delta F_6 = 0.10$, etc...

Por otra parte siendo d_1 el más pequeño diámetro a menudo 2 ó 3 veces más pequeño que aquel del intervalo siguiente, no es difícil darse cuenta que en la sumatoria, el primer término puede contar por más del 50% del total. Como se acaba de discutir que se toma d_1 en forma un poco arbitraria, no es asombroso que se obtenga a veces valores completamente erróneos para el diámetro de Sauter.

Es por lo tanto necesario proceder a una corrección cuando hay una truncación por abajo y que se deben usar los datos en forma de sumatoria.

Esta corrección implica reemplazar el primer dato (truncación acumulada) por una serie de pseudodatos (véase Fig. 12) que:

→ se ubican en una sucesión de intervalos en la misma progresión que en la parte no truncada (Intervalos iguales en escala log).

→ hasta valores de ΔF_i tales que el término usado para realizar el cálculo de interés (por ejemplo $\Delta F_i/d_i$) sea despreciable. Esto puede significar llegar a tamaños muy pequeños. Para fijar las ideas puede ser necesario llegar a $F = 0.01$ y $d = 0.25 \mu\text{m}$

→ se ubiquen en la extrapolación de la recta que indica la ley log-normal.

Luego se procede al cálculo como si estos datos fueran reales. Sin embargo, tal procedimiento no es siempre necesario, en particular si se puede usar la ley log-normal, a través de las llamadas relaciones de Hatch-Choate.

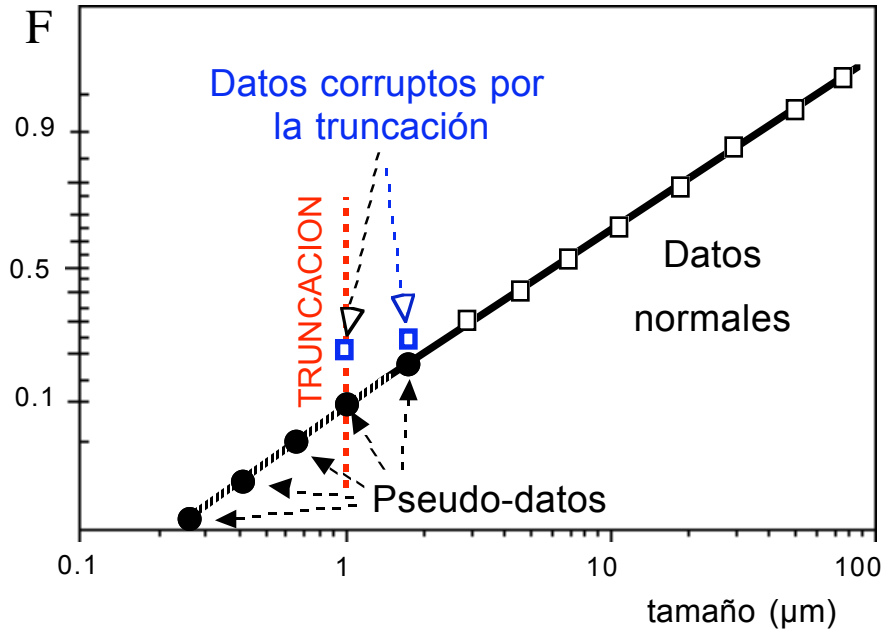


Fig. 12 : Colocación de pseudo-datos para corregir el error de truncación

3.4. USO DE LAS RELACIONES DE HATCH - CHOATE

Según lo visto en el cuaderno FIRP S554A las distribuciones de diferentes ordenes poseen el mismo factor de desviación estándar geométrica σ_G mencionada como σ en lo sucesivo. Por lo tanto están todas representadas por rectas paralelas en el gráfico log-normal (véase Fig. 13).

La media geométrica es : $m^{(n)} = F^{(n)-1}(0.5)$

La primera relación de Hatch-Choate relaciona la media geométrica de la distribución de orden (n) con la media geométrica de la distribución de orden (0).

$$m^{(n)} = m^{(0)} \exp [n (\ln \sigma)^2]$$

$$\ln m^{(n)} = \ln m^{(0)} + n (\ln \sigma)^2$$

Por lo tanto la distancia entre la recta que representa una distribución y la distribución de orden inmediatamente superior es $\Delta = (\ln \sigma)^2$ (véase fig. 13 y 14).

$$m^{(3)} = m^{(2)} \exp (\ln \sigma)^2$$

$$\ln m^{(3)} = \ln m^{(2)} + (\ln \sigma)^2$$

Se tendrá cuidado que como la escala log del gráfico es en general una escala log decimal y no log neperiano, esto significa que la distancia Δ es:

$$\Delta = \log \frac{m^{(k+1)}}{m^k} = 0.575 [\log \sigma]^2$$

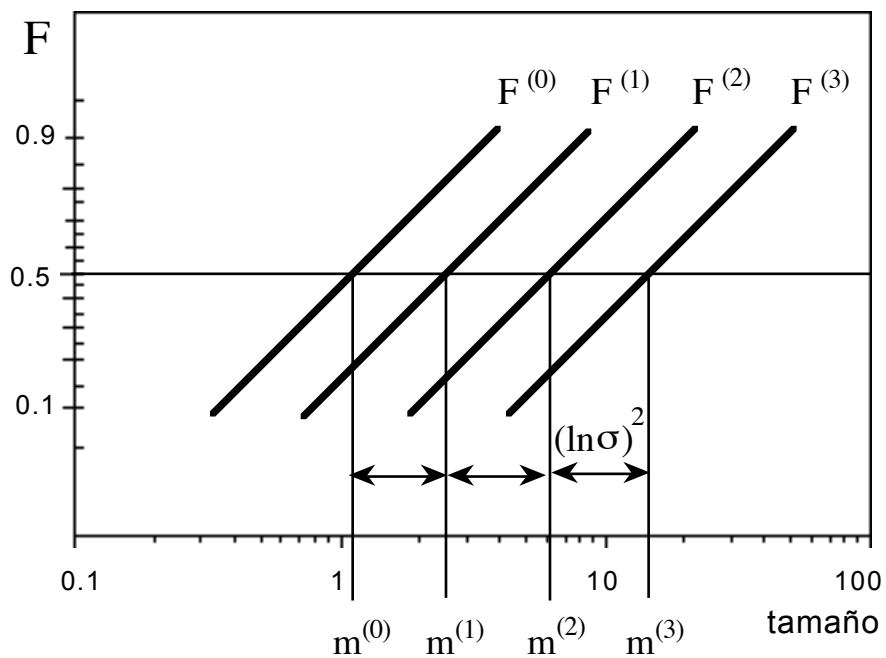


Fig. 13 : Distribuciones de orden (0), (1), (2) y (3) en escala log-normal

Para calcular la potencia $1/p$ del momento de orden p de la distribución de orden n se usará la segunda relación de Hatch-Choate.

$$M_p^{(n)1/p} = m^{(n)} \exp \left[\left(n + \frac{p}{2} \right) (\ln \sigma)^2 \right] = m^{(n)} \exp \left[\frac{p}{2} (\ln \sigma)^2 \right]$$

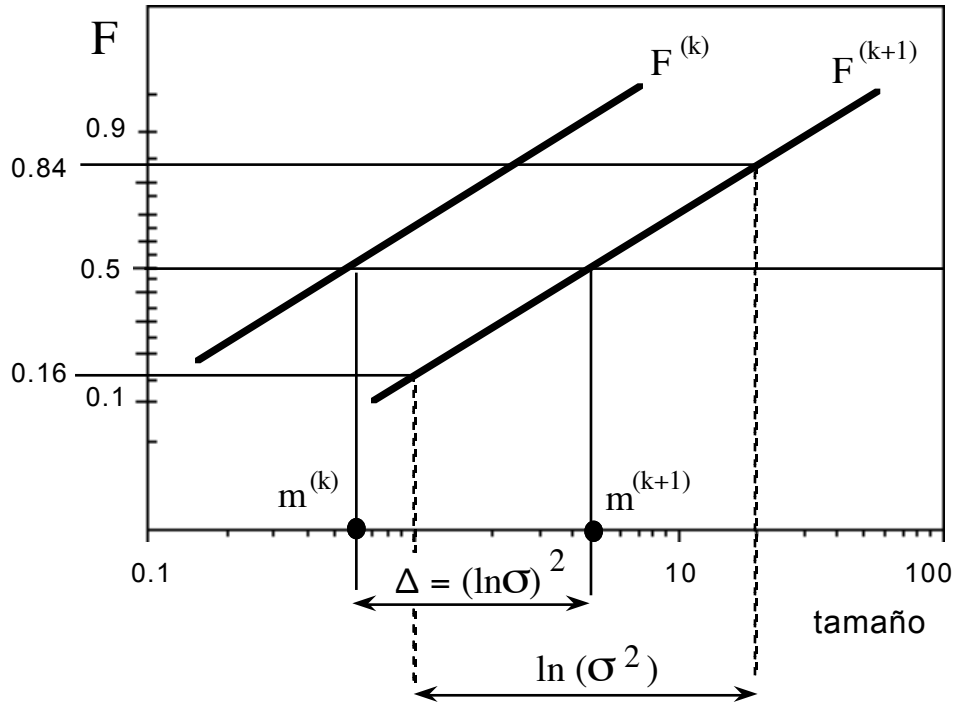


Fig. 14 : Relación entre una distribución y la de orden inmediatamente superior

por ejemplo (véase fig. 15):

$$\bar{D}_v = M_1^{(3)} = m^{(3)} \exp \left[\frac{1}{2} (\ln \sigma)^2 \right]$$

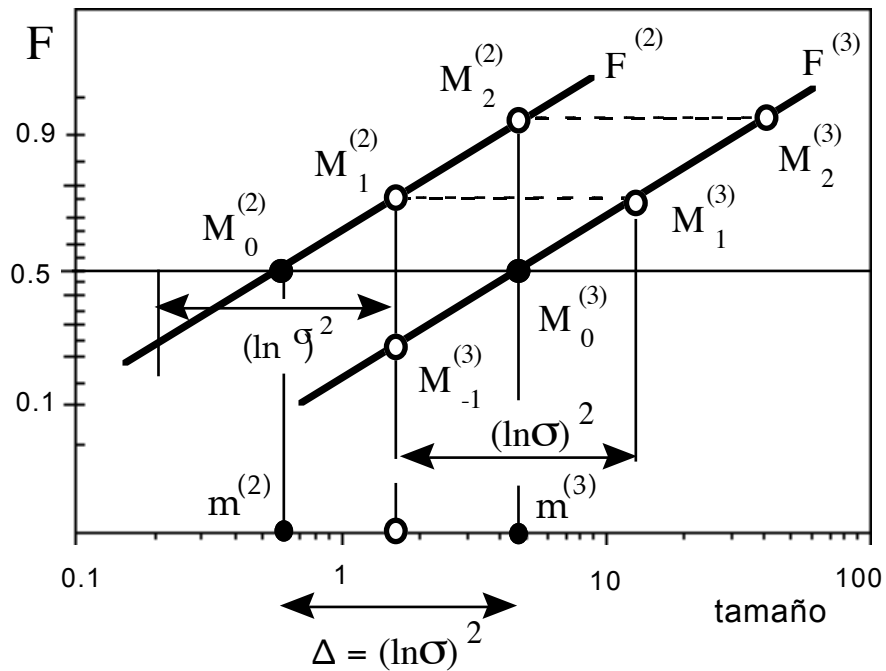
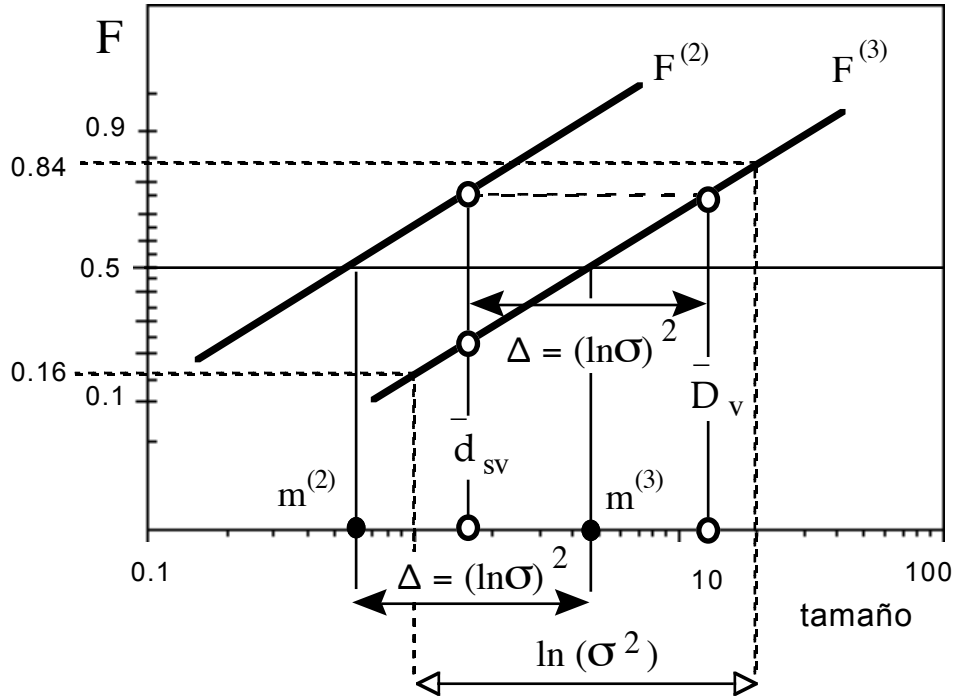
$$\bar{d}_{vs} = [M_{-1}^{(3)}]^{-1} = m^{(3)} \exp \left[-\frac{1}{2} (\ln \sigma)^2 \right]$$

Lo que ubica estos dos diámetros medios de parte y otra de $m^{(3)}$, y a igual distancia.

Recordando que $\bar{d}_{vs} = \bar{D}_s = M_1^{(2)}$, la distancia (sobre el gráfico Fig. 15) entre estos diámetros es $(\ln \sigma)^2$, es decir la distancia entre dos distribuciones de orden sucesivo.

Debido a las relaciones de Hatch-Choate los momentos de orden 1 se ubican todos al punto de cruce de las rectas de las distribuciones y una horizontal. Igualmente para los momentos de orden 2 etc... y los demás (véase Fig. 16).

Por continuidad se notará que la línea horizontal en $F = 0.5$ debería corresponder al momento de orden 0. Es cierto que la media geométrica puede considerarse como el momento de orden cero, aunque no se puede hacer $p = 0$ en la fórmula del momento.



REFERENCIAS

ALLEN T., Particle size measurement, 4th Ed., Chapman & Hall (1992)

BARTH H. Ed., Modern methods of particle size analysis, Vol. 73 Chemical Analysis

HATCH T., CHOATE S. P. Statistical description of the size properties of non-uniform particulate substances. *J. Franklin Inst.* **207**, 369-387 (1929)

KAYE B., Direct measurement of fine particles, Wiley

y cualquier libro de estadística

Título: Análisis práctico de datos granulométricos
Autor: Prof. Jean Louis Salager
Referencia: Cuaderno FIRP N° S555A
Versión # 2 (2007)
Editado y publicado por: Laboratorio FIRP Escuela de INGENIERIA QUIMICA, UNIVERSIDAD de Los ANDES Mérida 5101 VENEZUELA



Condiciones de Reproducción

Los cuadernos FIRP están destinados a docentes y estudiantes. Pueden descargarse y reproducirse solo para uso individual.

Su venta o su reproducción como material de apoyo de cursos con pago de matrícula requiere una autorización escrita del editor (firp@ula.ve)

Laboratorio FIRP, telef: ++ [58] (0) 274 2402954 Fax: ++[58] (0) 274 2402947

e-mail : firp@ula.ve

Escuela de INGENIERIA QUIMICA,
UNIVERSIDAD de Los ANDES Mérida 5101 VENEZUELA

<http://www.firp.ula.ve>