

Tan fina como sea necesario

Preparación de muestras con molinos de laboratorio

Para el análisis de muestras sólidas existe una gran variedad de métodos entre los que pueden mencionarse la AAS, ICP, NIR y FRX. Todos estos métodos tienen algo en común, y es que la muestra a analizar debe ser homogeneizada y tener una granulometría determinada que variará en función del método analítico empleado. La homogeneización y reducción de la muestra a la granulometría indicada se realiza normalmente con trituradoras y molinos de laboratorio adecuados para cada caso.

Fina, más fina, granulometría analítica

Una de las reglas más importantes para la trituración de la muestra es reducir su granulometría no tanto como se pueda, sino sólo tanto como sea necesario. Si bien con muchos materiales es posible alcanzar granulometrías inferiores a 100 nm mediante la molienda mecánica, a partir de un tamaño de grano de 50 µm el aporte de energía requerido aumenta considerablemente. Por otra parte, la red eléctrica nos pone a disposición una cantidad máxima de energía que ya está definida y no se puede aumentar a voluntad. Esto significa que para alcanzar granulometrías del orden nanométrico se requieren tiempos de molienda bastante largos, por lo general de varias horas. Para los laboratorios modernos de control de calidad, no obstante, se recomiendan rutinas de unos pocos minutos como máximo porque sino este paso de preparación de la muestra resultaría muy costoso. Otro aspecto que dificulta el proceso y que hay que tener en consideración es que con tiempos de molienda largos aumenta la abrasión, y ésta puede falsificar el resultado del análisis. Por lo tanto, para aquellos usuarios que realizan regularmente trituraciones la cuestión más importante es: ¿Qué tanto se debe triturar la muestra para que ésta alcance en el tiempo más corto posible una granulometría de grado analítico?

Para poder responderla hay que tener en cuenta dos criterios del proceso de molienda: el primero es que la molienda se hace para homogeneizar el material original, y el segundo es que a veces se debe alcanzar una cierta granulometría para el análisis posterior. Estos criterios se explican a continuación.

I. Muestra homogénea

En numerosas técnicas analíticas, la cantidad de muestra a analizar es mucho menor que la cantidad de muestra original. Esto significa que la fracción de muestra debe mostrar las mismas propiedades de la muestra en su totalidad; en otras palabras, debe ser representativa de ésta. Por ejemplo, si deseamos determinar el poder calorífico de una caja de muesli debemos extraer una fracción de 1 g que sea representativa del contenido de toda la caja, incluyendo hojuelas de avena, pasas, nueces y frutas secas. A partir de qué granulometría puede considerarse una muestra como homogénea, no se puede decir con exactitud. En la práctica se han establecido valores alrededor de los 500 µm.



II. Granulometría analítica

El término "granulometría analítica" se refiere al tamaño de grano máximo que ha de tener la muestra para que no se produzcan errores sistemáticos en el análisis posterior. Aquí es necesario distinguir entre los diversos métodos analíticos:

- a. Métodos por digestión, en los que la muestra sólida es disuelta o calentada.
- b. Métodos de extracción, en los que los componentes son extraídos o separados.
- c. Métodos en los que la muestra sólida es directamente medida sin modificar.

- a. En el caso de la digestión, la forma en que se haya preparado la muestra previamente no juega ningún papel por lo que no tiene sentido hablar de granulometría analítica. No obstante, cuando se realiza una digestión debe ponerse atención en que la reacción no se produzca muy rápido; sobre todo cuando se trabaja con muestras orgánicas, que en presencia

de ácido nítrico se oxidan. Cuando el material tiene una granulometría muy gruesa sucede lo contrario: que la digestión se demora demasiado. Es sólo por razones prácticas que se recomienda una granulometría por el orden de los 500 μm para el análisis por digestión.

- b. Con la extracción sucede algo parecido: cuando el polvo es muy grueso, no se puede extraer todo; y cuando es muy fino, el dedal de extracción queda obstruido y el material es lavado en el matraz. Este problema lo conocemos de la preparación del café: para preparar café de filtro, se requiere una granulometría un poco más gruesa (aprox. 800 μm) que si se va a preparar en máquina (aprox. 500 μm , la granulometría que se usa para una extracción Soxhlet). De la misma manera, cuando se realiza una extracción bajo presión se recomienda trabajar con granulometrías más finas (aprox. 200 μm , como la del café espresso). Como puede observarse, la granulometría óptima varía en función del sistema de extracción empleado, si bien la mayoría de los sistemas – por ejemplo el Soxhlet – trabajan muy bien con 500 μm .
- c. Si se realiza un análisis espectroscópico directamente en la sustancia sólida, la granulometría analítica necesaria se determinará en base a la profundidad de penetración. La profundidad de penetración es la profundidad máxima desde la cual el haz electromagnético regresa a la superficie, por lo que en realidad el término "trayectoria de salida" sería más claro. La profundidad de penetración puede variar mucho en función de la longitud de onda con que se trabaje. En la espectroscopía de resonancia magnética nuclear (NMR) la profundidad de penetración puede ser de 1 metro o más, mientras que en el infrarrojo cercano (NIR) llega a 1 cm aproximadamente y en la fluorescencia de rayos X apenas a unos 100 μm . Por regla general puede afirmarse que a menor longitud de onda la profundidad de penetración es menor. En la espectroscopía NIR, por lo tanto, se recomienda que la muestra tenga un tamaño de grano de 500 μm para garantizar que el haz de luz atraviese por completo las partículas. En la fluorescencia de rayos X, la granulometría de la muestra debería ser inferior a 100 μm .

Resumiendo, puede afirmarse que en casi todos los métodos analíticos se trabaja bien con partículas de 500 μm , tanto en lo concerniente a la

homogeneidad como al grado de finura requerido. Si se van a realizar extracciones bajo presión, la muestra puede ser algo más fina. Sólo para el método por rayos X se requieren granulometrías inferiores a los 100 µm.

Conclusión

RETSCH ofrece una amplia selección de trituradoras y molinos para la trituración y homogeneización de muestras sólidas para análisis posteriores. Dependiendo de las propiedades del material (duro, frágil, elástico, aceitoso, etc.), se aplican mecanismos de esfuerzo diferentes para reducirlo a la granulometría deseada. Así, por ejemplo, los materiales duros pero a la vez frágiles se dejan triturar muy bien por choque y fricción, esfuerzos aplicados por los molinos planetarios de bolas. Los materiales blandos y elásticos, por el contrario, se dejan triturar mejor mediante un esfuerzo de corte como el de los molinos de cuchillas y molinos de corte.

Muy importante para la preparación correcta de la muestra es asimismo la elección de accesorios adecuados y herramientas de molienda en materiales neutros para el análisis.

