



Proyecto Fin de Carrera

Medida de tamaño de partícula por
difractometría laser: un nuevo método de
cálculo de la matriz de transferencia.

Autor

Jorge Bascuas Castillón

Director

Esteban Calvo Bernad

Escuela de Ingeniería y Arquitectura
Universidad de Zaragoza
Año 2016

Medida de tamaño de partícula por difractometría laser: un nuevo método de cálculo de la matriz de transferencia.

RESUMEN

La granulometría por difractometría láser es una técnica de medida de tamaños de partícula basado en el análisis de la luz difractada por la muestra a medir. Es una técnica ampliamente usada para la medida de distribuciones de tamaños de partículas esféricas (gotas), ofreciendo resultados razonables cuando las partículas son no esféricas pero tienen relaciones de aspecto cercanas a la unidad.

Para obtener la distribución de tamaños a partir de la medida de la luz difractada, es preciso realizar la deconvolución de dicho patrón de difracción. La técnica de deconvolución más habitual (y que mejor se adapta a la construcción de difractómetros comerciales) pasa por la discretización de los tamaños de partículas en varias clases y en la descomposición de la función de densidad de probabilidad de los tamaños de partícula en una combinación lineal de un conjunto de funciones base. Dicha base está formada por deltas de Dirac. Con esta aproximación se obtiene una matriz de transferencia que relaciona la distribución de tamaños de la muestra con el patrón de difracción medido.

Este proyecto pretende generalizar esta deconvolución definiendo una nueva base de funciones. La aproximación propuesta genera funciones de distribución continuas, permitiendo una deconvolución más precisa. La nueva base tiene asociada una matriz de transferencia diferente que se va a calcular en el presente proyecto. También se van a estudiar y proponer nuevos criterios para una adecuada elección de las clases de tamaños de partícula. Con el fin de conseguir estos objetivos, se va a realizar una revisión de los principios físicos de funcionamiento y de la constitución del aparato.

Finalmente, se realizará una evaluación del funcionamiento del método de deconvolución propuesto, mediante los oportunos test diseñados para esto.



Índice

1. INTRODUCCIÓN	6
1.1. Antecedentes y contexto actual	6
1.2. Metodología empleada	7
1.3. Contenido de la memoria	8
2. REVISIÓN Y ESTUDIO DE LOS PRINCIPIOS DE OPERACIÓN DE UN DIFRACTÓMETRO LÁSER.....	9
2.1. Principios físicos de funcionamiento.....	9
2.1.1. Principio de Fresnel-Huygens	9
2.1.2. Difracción: Simplificación de Fresnel y de Fraunhofer	10
2.1.3. Diseño y funcionamiento del difractómetro: generación del campo lejano.....	12
2.1.4. La difracción de campo lejano de una esfera.	14
2.1.5. Luz difundida por una población de partículas esféricas.	16
2.2. Discretización convencional del problema	18
2.2.1. Discretización de la pdf de tamaños.....	18
2.2.2. Discretización de los tamaños de partícula: criterio de máxima densidad radial de intensidad	19
2.2.3. Formulación de la matriz de transferencia pdf de tamaños-energías.....	20
2.3. Otros criterios para la discretización del tamaño de partículas.....	21
2.3.1. Criterio de máxima eficiencia del detector	21
2.3.2. Criterio de condicionamiento óptimo.....	22
2.3.3. Comparación de los criterios de discretización de diámetros.....	23
3. UNA DISCRETIZACIÓN ALTERNATIVA DEL PROBLEMA.....	24
3.1. Discretización de la pdf: una base de funciones triangulares.....	24
3.2. La discretización de los diámetros de partícula.	26
4. RESULTADOS.....	28
4.1. Comparación de las bases de funciones.....	28
4.2. Comparación de las matrices de transferencia.....	29
4.3. Verificación de funcionamiento del método.	30
5. CONCLUSIONES.....	32
6. BIBLIOGRAFÍA	34
7. ANEXOS	35
ANEXO 1. ÓPTICA GEOMÉTRICA	35
ANEXO 2. CARACTERIZACIÓN DE SPRAYS, AEROSOLES Y SUSPENSIONES.....	37
ANEXO 3. FUNCIONES DE BESSEL.....	41
ANEXO 4. DATOS MALVERN	44
ANEXO 5. CLASES DE DIÁMETROS DE PARTÍCULAS.....	45
ANEXO 6. MATRICES DE TRANSFERENCIA.....	49
ANEXO 7. COMPARACIÓN DE LOS MÉTODOS EN BASE AL NÚMERO DE CONDICIÓN DE LA MATRIZ DE TRANSFERENCIA	54
ANEXO 8. CÓDIGO MATLAB.....	58

Índice de figuras

Figura 1. Representación de una onda electromagnética	9
Figura 2.a. Representación del fenómeno de difracción de una onda propagándose a través de una rendija	10
Figura 2.b. Representación del fenómeno de difracción de una onda rodeando un obstáculo	10
Figura 3. Representación de la difracción de Fresnel, plano de apertura u objeto difractor y plano de imagen.....	11
Figura 4. Disposición práctica del sistema de medida para utilizar la difracción de Fraunhofer en la medida de tamaños de partícula	12
Figura 5. Difracción de campo lejano producido en el plano focal de una lente convergente	13
Figura 6. Cambio de coordenadas cartesianas a cilíndricas.....	15
Figura 7. Distribución de intensidad para el patrón de difracción de una partícula esférica	16
Figura 8.a. Función de densidad de probabilidad en sus versiones continua y discreta.....	19
Figura 8.b. Función de probabilidad acumulativa en sus versiones continua y discreta.....	19
Figura 9.a. Funciones base triangulares para cada tamaño de partícula	24
Figura 9.b. Pdf discretizada continua y lineal a trozos.....	24
Figura 10.a. Base de funciones para focal $f=300\text{mm}$ siguiendo criterio convencional y criterio funciones base triangulares	28
Figura 10.b. Base de funciones para focal $f=300\text{mm}$ siguiendo criterio convencional y criterio funciones base triangulares (zoom)	28
Figura 11.a. Valores de la matriz de transferencia calculada según criterio de discretización clásico	29
Figura 11.b. Valores de la matriz de transferencia calculada según nuevo criterio de discretización	29
Figura 12. Matriz diferencia porcentual entre el criterio clásico y el criterio base de funciones triangulares	30
Figura 13. Energía medida y energía calculada después de ser afinada.....	31
Figura 14. Pdf de tamaños calculada y simulada	31
Figura 15. Óptica geométrica.....	36
Figura 16. Ejemplo de formación de imagen con una lente convexa	36
Figura 17. Distribución de partículas esquemática de un spray	37

Índice de tablas

Tabla 1. Clases de diámetros según criterio convencional ($f=300\text{mm}$)	20
Tabla 2. Números de condición para los diferentes criterios de discretización de diámetros.....	23
Tabla 3. Indicadores estadísticos de la pdf simulada y calculada	31
Tabla 4. Medidas de los semianillos fotodetectores	44
Tabla 5. Clases de diámetros en mm según el criterio de discretización clásico	45
Tabla 6. Clases de diámetros en mm según el criterio de discretización de máximo porcentaje de energía en el semianillo detector.....	46
Tabla 7. Clases de diámetros en mm según el criterio de discretización de condicionamiento óptimo de la matriz de transferencia	47
Tabla 8. Clases de diámetros en mm según el criterio de discretización con base de funciones triangular	48
Tabla 9. Matriz de transferencia según el criterio convencional ($f=300\text{mm}$)	50
Tabla 10. Matriz de transferencia según criterio de máximo porcentaje de energía en el semianillo ($f=300\text{mm}$).....	51
Tabla 11. Matriz de transferencia según criterio de condicionamiento óptimo de la matriz de transferencia ($f=63\text{mm}$)	52
Tabla 12. Matriz de transferencia según criterio de base de funciones triangulares ($f=300\text{mm}$).....	53
Tabla 13. Matriz de transferencia según el criterio convencional ($f=63\text{mm}$).....	55

Tabla 14. Matriz de transferencia según criterio de máximo porcentaje de energía en el semianillo (f=63mm).....	56
Tabla 15. Matriz de transferencia según criterio de base de funciones triangulares (f=63mm).....	57

Índice de ecuaciones

Ecuación 1. Ecuación de onda en el plano de imagen	10
Ecuación 2. Integral de Fresnel	11
Ecuación 3. Integral de Fraunhofer	11
Ecuación 4. Patrón de difracción en el plano focal	13
Ecuación 5. Principio de Babinet	14
Ecuación 6. Patrón de difracción en coordenadas cilíndricas	15
Ecuación 7. Intensidad luminosa	15
Ecuación 8. Intensidad luminosa	16
Ecuación 9. Energía recibida en el detector i debido a la partícula de tamaño j	16
Ecuación 10. Cambio de variable	17
Ecuación 11. Energía total recibida en un detector	17
Ecuación 12. Energía total recibida en un detector con fdp expresada en volumen	17
Ecuación 13. Función de densidad de probabilidad en número de partículas y en volumen	17
Ecuación 14. Descomposición de la pdf de tamaños en base delta de Dirac	18
Ecuación 15. Densidad de energía por unidad de radio	19
Ecuación 16. Condición de máximo de densidad de energía dentro de semianillo detector	19
Ecuación 17. Formulación de la matriz de transferencia pdf-energías	20
Ecuación 18. Condición de máximo porcentaje de energía detectado por un semianillo	21
Ecuación 19: Energía detectada en un anillo fino	22
Ecuación 20. Función base triangular	24
Ecuación 21. pdf de tamaños de partícula y propiedad de continuidad	25
Ecuación 22. Formulación de la matriz de transferencia pdf tamaños-energías en base de funciones triangulares	25
Ecuación 23. Energía incidente sobre el anillo i -ésimo	26
Ecuación 24. Energía total difractada por una población de partículas $f(d)$	26
Ecuación 25. Factor de eficiencia del detector i -ésimo	26
Ecuación 26. Matriz diferencia entre los criterios clásico y de base de funciones triangulares	29
Ecuación 27. Ley de reflexión	35
Ecuación 28. Ley de refracción (Ley de Snell)	36
Ecuación 29. Formación de imagen	36
Ecuación 30. Función de la densidad de probabilidad de la distribución numérica de tamaños	37
Ecuación 31. Fdp numérica de tamaños	38
Ecuación 32. Función de distribución acumulada de la distribución numérica de tamaños	38
Ecuación 33. Función de densidad de probabilidad de la distribución volumen	38
Ecuación 34. fdp volumen	38
Ecuación 35. fdp volumen en función de la fdp numérica de tamaños	39
Ecuación 36. fdp numérica de tamaños en función de la fdp volumen	39
Ecuación 37. diámetro medio y desviación estadística de la distribución de tamaños	39
Ecuación 38. Diámetro medio en función de la distribución numérica de tamaños y de la distribución de volumen	39
Ecuación 39. Definición de Span o anchura adimensional	39
Ecuación 40. Ecuación diferencial de Bessel	41
Ecuación 41. Casos particulares de funciones de Bessel de primera especie	41



Ecuación 42. Integral de Bessel.....	41
Ecuación 43. Integral de Bessel de forma exponencial.....	41
Ecuación 44.....	42
Ecuación 45.....	42
Ecuación 46.....	42
Ecuación 47.....	42
Ecuación 48. Derivada de la función de Bessel.....	42
Ecuación 49. Relación de recurrencia	42
Ecuación 50.....	42
Ecuación 51.....	43
Ecuación 52. Sistema de ecuaciones que relaciona energía recibida con tamaño de partículas.....	49

1. INTRODUCCIÓN

1.1. Antecedentes y contexto actual

El Área de Mecánica de Fluidos de la Universidad de Zaragoza ha trabajado, desde los años 80, en el ámbito de los flujos bifásicos particulados (gotas líquidas en gas, partículas sólidas en gas o líquido, etc). Este campo de trabajo debe su importancia a la gran cantidad de aplicaciones técnicas y su presencia en flujos naturales (atomización, combustión, transporte neumático, transporte de sedimentos, física de nubes...). Debido a la complejidad del problema, se requieren tanto una aproximación teórica como experimental.

Uno de los principales parámetros de interés en este tipo de flujos es el tamaño de las partículas. Existen diversos tipos de instrumentos para medir esta magnitud. Uno de ellos es el granulómetro por difractometría láser. Esta técnica es ampliamente usada y de referencia debido a sus ventajas. Es un aparato óptico, no intrusivo (no altera el flujo como lo haría la inserción de sonda sólida en el mismo), puede emplearse “en línea” y casi “en tiempo real” (salvo el tiempo necesario para procesar los datos con un ordenador), lo cual permite medir de forma cómoda el tamaño de las gotas de un spray líquido (tarea imposible para métodos de recolección de partículas) y determinar el comportamiento temporal del spray. Su única desventaja es la necesidad de un acceso óptico al flujo, cosa en ocasiones complicada.

Este instrumento caracteriza, con ayuda de un conjunto discreto de fotodetectores (unos 30 de forma habitual) el patrón de difracción de campo lejano generado por las partículas a medir cuando sobre ellas incide un haz láser colimado. Este patrón de difracción es función de la distribución de tamaños de las partículas existentes dentro de la trayectoria del haz. Por tanto, una vez caracterizada la difracción producida, el aparato calcula qué distribución de tamaños genera este patrón.

Para calcular la distribución de tamaños a partir de la intensidad medidas por los fotodetectores, se clasifican las partículas en diferentes clases de tamaños D_i . El objetivo es conocer la cantidad de partículas contenida en cada clase de diámetro. Asumiendo que la intensidad que incide en cada detector es la suma de las intensidades difractadas por cada partícula, se llega a un sistema de ecuaciones lineales, donde una matriz de transferencia relaciona la distribución de tamaños con la intensidad luminosa medida por cada detector. Su inversión permite obtener la distribución de tamaños discretizada.

El Área de Mecánica de Fluidos dispone de un difractómetro Malvern mod. HSM 2600 desde mediados de los 80, aunque con posterioridad, se han adquirido otros instrumentos modernizados. El instrumento fue en su momento sometido a un detallado proceso de ingeniería inversa (PFC de JL Lagranja & FJ Vecino, 1986 [7]). Este trabajo permitió conocer totalmente su funcionamiento interno, así como su control y comunicación con un ordenador externo y el detalle de los algoritmos de inversión para la obtención de la distribución de tamaños. Estos algoritmos están también parcialmente explicados por Swithenbank (1977). De hecho, el instrumento de Malvern está basado en los estudios de este investigador.

Sobre esta base, se pudo cambiar el obsoleto ordenador de control y procesamiento (un Commodore CBM 8296) por un PC, con ayuda de una tarjeta PCI de comunicación digital de bajo nivel. Además, se amplió la resolución del instrumento de 16 a 31 clases de tamaño de partícula, algo en principio factible, ya que el difractómetro fue fabricado con 31 sensores para caracterizar el patrón de difracción. Para ello, fue necesario calcular una nueva matriz de transferencia, de acuerdo a lo explicado con anterioridad. Este trabajo se llevó a cabo en el Proyecto Fin de Carrera de D. Agustín Esbec, 1997 [8].

Un tiempo después, se cambió la tarjeta PCI de comunicación de bajo nivel PC - difractómetro por un dispositivo USB, de uso más cómodo, y migrando las rutinas de control a C#. Sin embargo, los algoritmos de inversión no se modificaron, salvo para corregir errores menores. Este trabajo fue el objeto del PFC de Dña. María Victoria Ferruz, 2014 [9].

1.2. Metodología empleada

A raíz de esta última modificación, se planteó la posibilidad de refinar el cálculo de la distribución de tamaños, generalizando el tratamiento clásico explicado en los párrafos anteriores. Así, la función de densidad de probabilidad de los tamaños de partícula se descompone en una combinación lineal de un conjunto de funciones base (o funciones de distribución elementales). El tratamiento clásico (originalmente implementado en el citado Malvern HSM 2600) se recupera cuando la base de funciones es un conjunto de deltas de Dirac.

Para este proyecto, se elige una base formada por funciones triangulares. Esta base permite generar funciones de distribución de tamaños lineales a trozos y continuas. Esta nueva base tiene asociada una matriz de transferencia diferente, que es preciso formular y calcular. Se espera que la nueva matriz de transferencia evalúe de forma más precisa las energías que llegan a cada fotodetector, ya que se tiene en cuenta la luz difractada por un continuo de tamaños (la distribución de tamaños discretizada es continua) en vez de por un conjunto discreto de diámetros. Por tanto, se espera que el método sea de un orden de precisión superior.

Por otra parte, también se van a estudiar y proponer nuevos criterios para una adecuada elección de las clases de tamaños de partícula que mejore el comportamiento del sistema de ecuaciones obtenido.

Finalmente, se comprobará el funcionamiento de la nueva metodología. Para ello, se calculará, por integración numérica precisa, las energías luminosas medidas por los fotodetectores cuando está presente una población de partículas con una distribución de tamaños prescrita (que se tomará con la distribución de tamaños "real"). Partiendo de estas energías simuladas (que se tomarán como energías medidas por el aparato), se solucionará el sistema de ecuaciones lineales generado por la discretización matemática antes explicada, obteniendo así la distribución de tamaños " medida" por el instrumento. Finalmente, se comparará la distribución de tamaños " medida" con la "real". Si la nueva inversión propuesta en este PFC funciona, se realizará (en un futuro) su implementación en el citado Malvern HSM 2600. Como se ha explicado, este instrumento (por la labor de ingeniería inversa realizada) puede ser usado como banco de pruebas práctico de la difractometría láser.

Para realizar esta tarea, debe de recopilarse y consultarse documentación acerca de teoría óptica, difracción y descripción de la granulometría de un material pulverulento. Puesto que la realización de la labor descrita requiere un intenso trabajo de cálculo numérico, se empleará software de cálculo numérico y matricial, como MatLab y Excel.

1.3. Contenido de la memoria

El presente trabajo se estructura en cinco capítulos principales. En el capítulo 1, meramente introductorio, se pone en contexto al lector exponiendo que trabajos relacionados se han llevado a cabo anteriormente y como se va a estructurar el trabajo aquí realizado.

En el capítulo 2 se explican los principios físicos de funcionamiento de un granulómetro por difractometría, su diseño básico y unas pinceladas de teoría óptica, difracción y caracterización de aerosoles que se completarán con los anexos 1 y 2. Posteriormente, aunque dentro del capítulo 2, se expondrá la discretización convencional del problema desarrollada en base a una combinación lineal de funciones base deltas de Dirac. También se expondrán otros criterios de discretización que utilizan esa misma base de funciones. El anexo 3 proporciona información matemática útil para comprender los procesos de discretización.

El capítulo 3 aborda la discretización alternativa del problema clásico en la que se utilizará una base de funciones constituida por combinación lineal de funciones triangulares solapadas entre sí. Tanto la discretización alternativa del problema como la convencional se han llevado a cabo con software matemático cuyo código se puede consultar en el anexo 8. Además, los anexos 4 a 7 proporcionan datos importantes tanto del difractómetro como del proceso de discretización.

El capítulo 4 de este proyecto final de carrera se reserva para la exposición de resultados y su comparación. Finalmente, en el capítulo 5 se encuentran las conclusiones obtenidas del desarrollo de este trabajo. La bibliografía usada puede verse en el capítulo 6.

2. REVISIÓN Y ESTUDIO DE LOS PRINCIPIOS DE OPERACIÓN DE UN DIFRACTÓMETRO LÁSER

2.1. Principios físicos de funcionamiento

Un granulómetro por difractometría láser pretende medir el diámetro de una población de partículas esféricas gracias a la interacción de estas partículas con un haz de luz coherente y colimada (láser). Más específicamente, usa el patrón de dispersión luminosa en el infinito generado por la población de partículas a medir y, en direcciones de dispersión cercanas a la de propagación del haz láser incidente. La teoría de difracción es adecuada para modelar este fenómeno, dentro de este rango de direcciones cercanas a la de incidencia de la fuente luminosa. En este apartado se bosqueja su principio de funcionamiento.

El electromagnetismo clásico proporciona una descripción adecuada del comportamiento de la luz en problemas donde los efectos cuánticos son despreciables. Así, las ecuaciones de Maxwell describen a la luz como una onda, compuesta por un campo eléctrico que, al variar, genera un campo magnético y viceversa. Ambos vectores son ortogonales entre si y perpendiculares a su vez a la dirección de propagación de la onda (Figura 1).

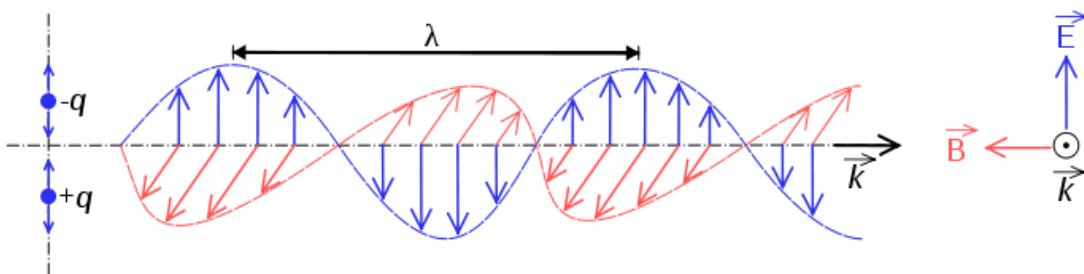


Figura 1. Representación de una onda electromagnética

Por su naturaleza ondulatoria, la luz experimenta los fenómenos de interferencia, de difracción, de refracción o de reflexión entre otros. Los granulómetros por difractometría láser hacen uso de la difracción, tal y como indica su nombre. Para explicar este fenómeno, se hace preciso hacer uso del principio de Fresnel-Huygens.

2.1.1. Principio de Fresnel-Huygens

Este principio enunciado por el físico neerlandés Christiaan Huygens y el físico francés Augustin-Jean Fresnel es un método de análisis aplicado a los problemas de propagación y difracción de ondas tanto de campo lejano como de campo cercano, y podría resumirse del siguiente modo:

Todo punto de un frente de onda inicial puede considerarse como una fuente de ondas esféricas secundarias que se extienden en todas las direcciones con la misma velocidad, frecuencia y longitud de onda que el frente de onda del que proceden.

2.1.2. Difracción: Simplificación de Fresnel y de Fraunhofer

El principio de Fresnel – Huygens establece que todo punto alcanzado por una onda se convierte, a su vez, en un reemisor de una onda esférica con la misma frecuencia y longitud de onda. No obstante, aunque este principio es consustancial a cualquier fenómeno ondulatorio, para aplicarlo a un sistema concreto (el medio electromagnético en este caso) es necesaria complementarlo con información adicional. Por ejemplo, la amplitud de la onda reemitida no es la misma en todas las direcciones, siendo más intensa la onda propagada hacia adelante que hacia los laterales. Esto se tiene en cuenta mediante el factor de oblicuidad, el cual es función de la dirección de reemisión. Estos detalles dependen de la naturaleza concreta del problema ondulatorio y deben ser deducidos a partir de ecuaciones más fundamentales del problema tratado (en este caso, de las ecuaciones de Maxwell).

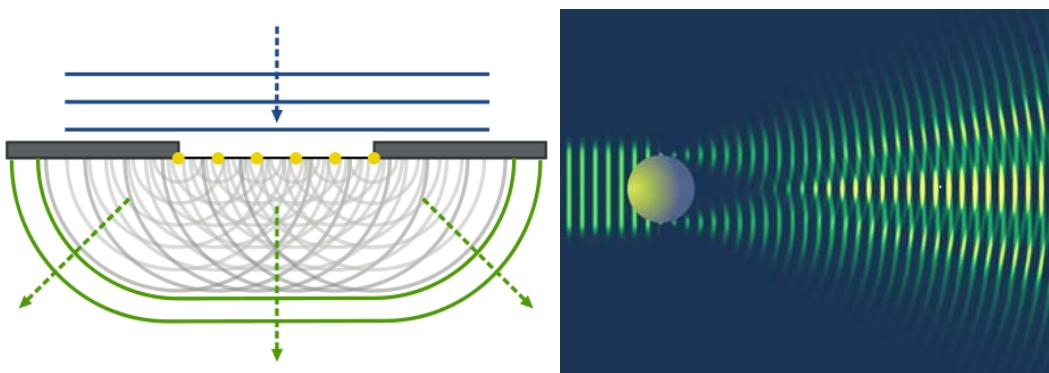


Figura 2.a. Representación del fenómeno de difracción de una onda propagándose a través de una rendija

Figura 2.b. Representación del fenómeno de difracción de una onda rodeando un obstáculo

Esto implica que al incidir una onda sobre una apertura practicada en una pared, la onda la atravesará, dispersándose después tanto frontal como transversalmente (Figura 2.a). Y si incide sobre un obstáculo (Figura 2.b), lo rodeará. Por tanto, la onda electromagnética detrás de la apertura (o el obstáculo) puede calcularse como la suma de las ondas reemitidas por cada uno de los puntos de la apertura (o externos al obstáculo).

Para calcular el patrón de difracción que puede observarse en una pantalla colocada tras una apertura, usaremos la aproximación escalar de óptica ondulatoria y el teorema de Kirchhoff (deducido de las ecuaciones de Maxwell). Ambos son válidos para ondas polarizadas transversalmente. Si la luz incidente sobre la apertura corresponde a una onda plana de amplitud compleja de campo eléctrico constante E_0 , la amplitud compleja de la onda E_C en el punto P tras la apertura se calcula particularizando el teorema de Kirchhoff a esta situación, obteniendo:

$$E_C(x, y, z) = \frac{ikE_0}{4\pi} \iint_{\text{apertura}} (1 + \cos\chi) \frac{\exp(-ikr)}{r} dx' dy'$$

$$\text{con } r = \sqrt{(x - x')^2 + (y - y')^2 + z^2} \text{ y } E = E_C \exp(i\omega t)$$

Ecuación 1. Ecuación de onda en el plano de imagen

En la anterior expresión, el factor $\exp(-ikr) / r$ describe la propagación de una onda esférica, $k = 2\pi/\lambda$ es el número de ondas de la luz con λ su longitud de onda y $(1+\cos\chi)$ es el citado factor de oblicuidad. Por tanto, la integral es la transcripción matemática del principio de Huygens. Los sistema de coordenadas usados, así como la definición del punto P del radio r y el ángulo χ aparecen en la Figura 3.

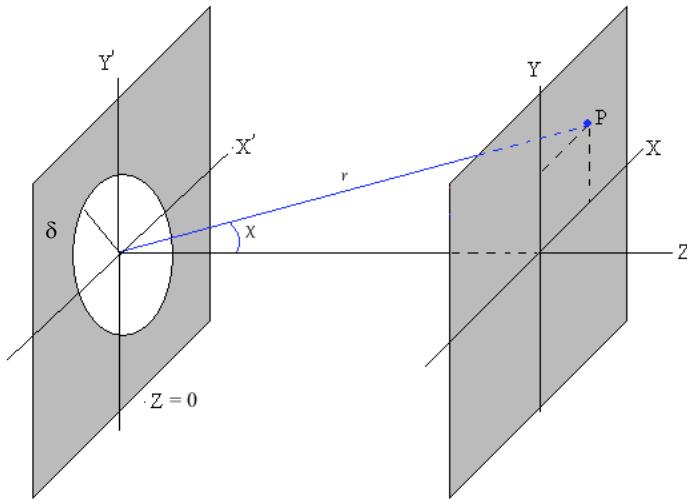


Figura 3. Representación de la difracción de Fresnel, plano de apertura u objeto difractor y plano de imagen

Bajo ciertas condiciones, la anterior ecuación puede simplificarse, llegándose a la integral de Fresnel (Ecuación 2).

$$E(x, y, z) = \frac{ikE_0 \exp(-ikz)}{2\pi z} \iint_{\text{apertura}} \exp\left\{-\frac{ik}{2z}[(x-x')^2 + (y-y')^2]\right\} dx' dy'$$

válido para $\begin{cases} \delta/z < 0.3 \\ \frac{\delta^4}{z^3 \lambda} \ll 8 \end{cases}$

Ecuación 2. Integral de Fresnel

Aquí, δ es un tamaño característico del orificio. Si, además, el punto P está ubicado casi en el infinito, la integral de Fresnel puede simplificarse aún más, obteniendo la integral de Fraunhofer (Ecuación 3).

$$E(x, y, z) = \frac{ikE_0 \exp\left[-ikz\left(1 + \frac{x^2 + y^2}{z^2}\right)\right]}{2\pi z} \iint_{\text{apertura}} \exp\{ik(\alpha x' + \beta y')\} dx' dy'$$

con $\alpha = x/z$, $\beta = y/z$, válido para $\frac{\delta^2}{z\lambda} \ll 2$

Ecuación 3. Integral de Fraunhofer

α y β son las direcciones donde se ubica el punto P del infinito. Dada una coordenada z (ubicada muy lejos), el factor C que hay delante de la integral puede tomarse como constante para valores de x e y pequeños, cercanos al eje y mucho menores que $z \rightarrow \infty$. En cualquier caso, solo modificaría la fase del campo eléctrico y no su amplitud ni la intensidad luminosa. Como puede verse, la difracción de Fraunhofer o de campo lejano presenta la estructura de una transformada de Fourier.

2.1.3. Diseño y funcionamiento del difractómetro: generación del campo lejano

Estrictamente hablando, la integral de Fraunhofer es la solución asintótica de la difracción cuando el plano de observación tiende al infinito. Conviene usar la difracción de campo lejano, ya que se elimina como parámetro a conocer la distancia que media entre las partículas a medir y el plano de observación (los detectores), simplificando bastante el problema. Por desgracia, los detectores no pueden colocarse en el infinito (o a una distancia lo suficiente lejana) por motivos prácticos: el instrumento sería demasiado grande, los detectores no pueden confinarse dentro de una cámara opaca y la débil luz difractada quedaría ocultada por cualquier fuente luminosa parásita del laboratorio.

Debido a estos inconvenientes, los granulómetros por difractometría láser cuentan con un montaje óptico diseñado para generar el patrón de difracción de campo lejano sobre un plano ubicado a distancias finitas. Es en este plano donde se ubican los detectores luminosos, responsables que caracterizar el patrón de difracción.

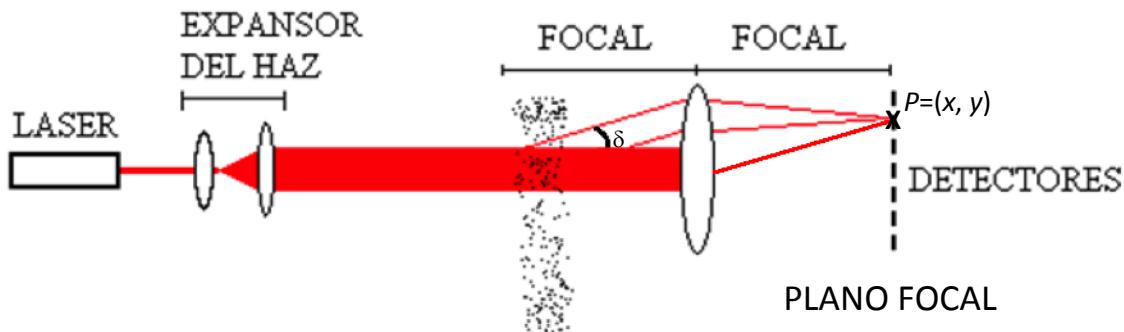


Figura 4. Disposición práctica del sistema de medida para utilizar la difracción de Fraunhofer en la medida de tamaños de partícula

En la Figura 4 se muestra de forma esquemática el sistema de medida formado por un haz láser colimado, una lente convergente colectora y un conjunto de anillos fotodetectores ubicados en el plano focal de la lente. Los haces paralelos dispersados por las partículas con dirección α y β (y que se cortarían e interferirían en el infinito) son enviados por la lente al mismo punto P , interfiriendo entre sí: así se logra proyectar la difracción Fraunhofer desde el infinito sobre el plano focal de la lente. Los anillos fotodetectores (con centro en el eje óptico del sistema) se ubican en este plano focal.

Figura 5. Los anillos fotodetectores (con centro en el eje óptico del sistema) se ubican en este plano focal.

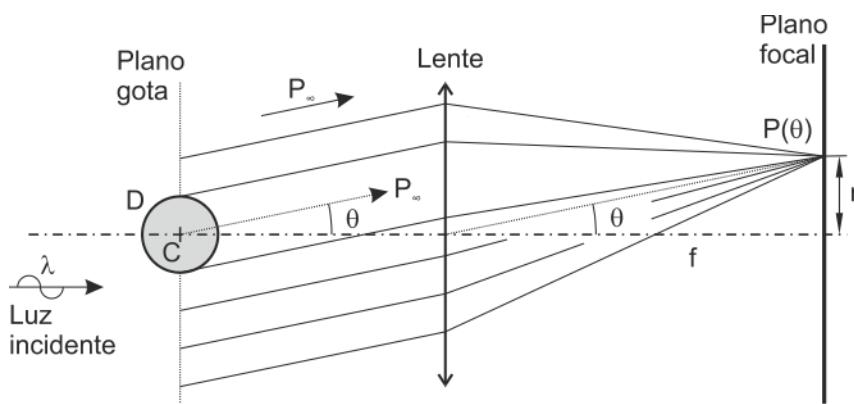


Figura 5. Difracción de campo lejano producido en el plano focal de una lente convergente

En este montaje, la relación entre las direcciones de dispersión α y β y el punto $P=(x, y)$ del plano focal donde incide el haz dispersado es:

$$x = \alpha f, y = \beta f$$

Así, el patrón de difracción generado en el plano focal se evalúa como:

$$E_C(x, y) = C \iint_{apertura} \exp \left\{ ik \left(\frac{x}{f} x' + \frac{y}{f} y' \right) \right\} dx' dy'$$

Ecuación 4. Patrón de difracción en el plano focal

Nótese que en las expresiones anteriores, las coordenadas (x, y) son coordenadas físicas extendidas sobre el plano focal de la lente, no en el infinito. La constante C la ajustaremos más adelante.

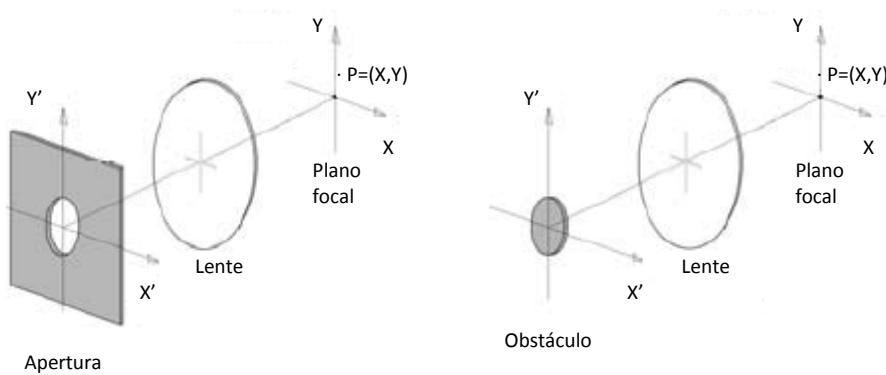
Con este montaje óptico, el conjunto de anillos detectores caracterizan el patrón de difracción de campo lejano generado por las partículas. Esta distribución de intensidad difractada va a depender de la geometría de las partículas. Si estas son esféricas, cosa que ocurre en ocasiones (gotas de líquido, partículas de vidrio para pulido, etc.), su geometría queda fijada por su diámetro. Así, una vez medido el patrón de difracción, el instrumento calcula el tamaño de las partículas que ha generado este patrón.

La mayoría de espráis de líquidos y materiales pulverulentos no contienen partículas de un solo tamaño. En realidad, hay un continuo de diámetros y su distribución se describe por medio de la función de densidad de probabilidad (fdp) de tamaños $f(D)$. Esta describe la probabilidad de que una partícula dada tenga un tamaño D . Un difractómetro láser obtiene este tipo de información: la distribución de tamaños de una muestra de partículas a caracterizar. Para una mayor información sobre las distribuciones de tamaños, puede consultarse el ANEXO 2.

Como se ha indicado con anterioridad, el Área de Mecánica de Fluidos dispone de un difractómetro Malvern HSM 2600. Para este aparto en particular, sus detectores luminosos son semianillos, es decir, cubren un ángulo de 180° , y no de 360° como lo haría un anillo completo. Las expresiones matemáticas que siguen se calcularán teniendo en cuenta este hecho.

2.1.4. La difracción de campo lejano de una esfera.

El principio de Babinet resulta útil para el cálculo práctico de la difracción de Fraunhofer. Este principio dice que una abertura y un obstáculo, de la misma forma geométrica y las mismas dimensiones e iluminados por una onda plana de la misma intensidad, producen el mismo patrón de difracción. Esto es así porque la suma de los campos eléctricos generados por la abertura y el obstáculo debe de volver a generar la onda plana original. Por tanto, en un punto P en el plano focal de la lente recolectora, pero fuera del eje óptico, la suma de los campos eléctricos de ambos (abertura y obstáculo) debe de ser nula.



$$0 = C \iint_{apertura} \exp \left\{ ik \left(\frac{x}{f} x' + \frac{y}{f} y' \right) \right\} dx' dy' + C \iint_{obstáculo} \exp \left\{ ik \left(\frac{x}{f} x' + \frac{y}{f} y' \right) \right\} dx' dy'$$

Ecuación 5. Principio de Babinet

Como los campos eléctricos calculados con las integrales extendidas a la “apertura” y al “obstáculo” tienen la misma amplitud (aunque presenten un desfase de 180°), el patrón de intensidad luminosa es el mismo para ambos casos. Así, para calcular el patrón de difracción de una esfera, supondremos que está producida por una apertura circular del mismo diámetro.

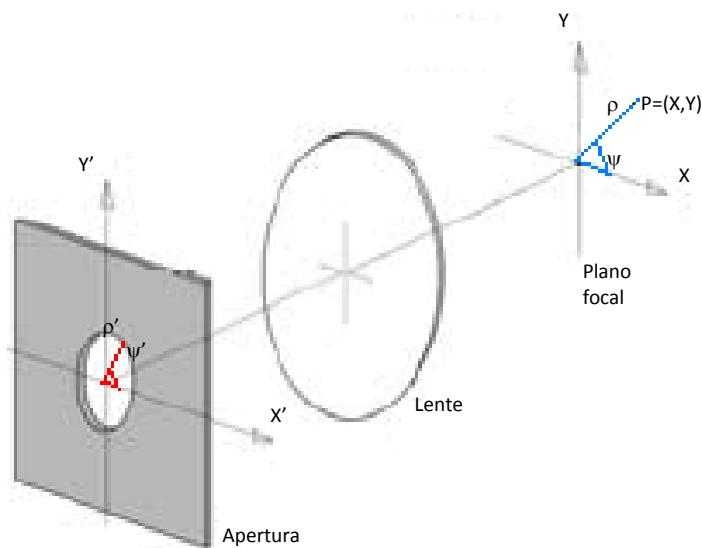


Figura 6. Cambio de coordenadas cartesianas a cilíndricas

Ya que el problema presenta simetría de revolución, usaremos dos sistemas de coordenadas cilíndricas sobre apertura (coordenadas x' e y') y plano focal (coordenadas x e y . Figura 6).

$$\begin{cases} x' = \rho' \cos \psi' \\ y' = \rho' \sin \psi' \end{cases} \quad \begin{cases} x = \rho \cos \psi \\ y = \rho \sin \psi \end{cases}$$

Además, el patrón de difracción solo es función del radio ρ , por lo que se evalúa para $\psi = 0$. Sustituyendo en la Ecuación 4 se obtiene:

$$E_C = C \int_0^R \int_0^{2\pi} \exp\left(ik \frac{\rho' \rho}{f} \cos \psi\right) \rho' d\psi d\rho' = \pi R^2 C \frac{2J_1(z)}{z} \text{ con } z = \frac{\pi D \rho}{\lambda f}$$

Ecuación 6. Patrón de difracción en coordenadas cilíndricas

siendo, J_1 la función de Bessel de primera especie y primer orden, R y D el radio y el diámetro de la esfera y z el *parámetro de forma* de la partícula. z compara el tamaño de la partícula con la longitud de onda de la luz incidente. Por coherencia con la literatura existente sobre difractometría, z deja de ser una coordenada espacial a partir de aquí.

Con la amplitud compleja del campo eléctrico obtenemos la distribución de intensidad luminosa sobre los fotodetectores.

$$I(x, y) = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\varepsilon}{\mu}} E_C E_C^* = I_{eje} \left(\frac{2J_1(z)}{z} \right)^2$$

Ecuación 7. Intensidad luminosa

La distribución de energía se grafica en la Figura 7 y es el clásico disco de Airy. El factor I_{eje} se evalúa igualando la energía total difractada a lo ancho del plano focal tiene con la energía incidente sobre la apertura y que pasa íntegra hasta el plano focal de la lente. Finalmente, se obtiene:

$$I(x, y) = W_0 \frac{\pi D^2}{\lambda^2 f^2} \left(\frac{J_1(z)}{z} \right)^2 \quad \text{con } W_0 = I_0 \frac{\pi}{4} D^2, z = \frac{\pi D \rho}{\lambda f}$$

Ecuación 8. Intensidad luminosa

En la anterior expresión, I_0 es la intensidad del haz láser y W_0 es la potencia luminosa incidente sobre la esfera.

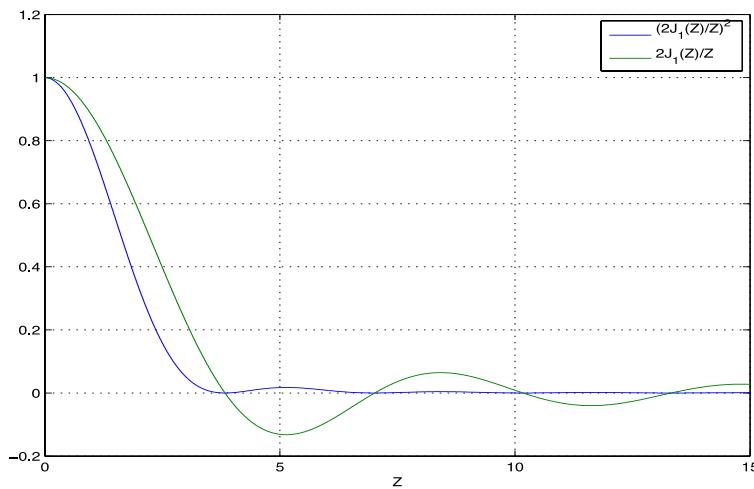


Figura 7. Distribución de intensidad para el patrón de difracción de una partícula esférica

La contribución de la intensidad debida a la difracción obtenida en la ecuación 8, será asumida como la intensidad total dispersada por la partícula despreciando las contribuciones de reflexión y refracción. Esta simplificación puede asumirse dado que para ángulos pequeños (o más exactamente, para factores $z \rightarrow 0$) la intensidad procedente de la difracción es mucho mayor que las otras dos componentes. Este es el rango de ángulos que se usa en un difractómetro. La simplificación es tanto más válida cuanto mayor sea la partícula.

2.1.5. Luz difundida por una población de partículas esféricas.

A partir de la Ecuación 8, la energía recibida por el i -ésimo semi-anillo detector (π radianes de extensión angular) ubicado en el plano focal difractada por una partícula aislada se calcula como:

$$w_i = \iint_{\text{sup. detector}} IdS = \int_{r_{\text{inti}}}^{r_{\text{exti}}} W_0 \frac{\pi D^2}{\lambda^2 f^2} \left(\frac{J_1(z)}{z} \right)^2 \pi \rho d\rho \quad \text{con } W_0 = I_0 \frac{\pi}{4} D^2, z = \frac{\pi D \rho}{\lambda f}$$

Ecuación 9. Energía recibida en el detector i debido a la partícula de tamaño j

ρ es la coordenada radial en el plano focal. Realizando un cambio de variable, se obtiene:

$$\text{c.v: } z = \frac{\pi D \rho}{\lambda f} \Rightarrow w_i = W_0 \int_{z_{inti}}^{z_{exti}} \frac{J_1^2(z)}{z} dz = -\frac{W_0}{2} [J_0^2(z) + J_1^2(z)]_{z_{inti}}^{z_{exti}} \text{ con } z_{exti} = \frac{\pi D \rho_{exti}}{\lambda f}$$

Ecuación 10. Cambio de variable

z_{inti} se define de forma análoga. La integración viene definida en el ANEXO 3. Si las partículas están aleatoria e incorreladamente dispuestas en el espacio (condición habitual en un spray) y la atenuación óptica del medio es baja (con lo que las difracciones múltiples son despreciables) la intensidad media de luz incidente sobre un detector puede evaluarse como la suma de las intensidades aportadas por cada partícula a ese detector. Para realizar este cálculo, es necesario conocer la distribución de tamaños de las partículas ubicadas dentro del haz láser del difractómetro $f_N(D)$. Matemáticamente:

$$W_i = N \int_{D_{min}}^{D_{max}} f_N(D) w_i(D) dD$$

Ecuación 11. Energía total recibida en un detector

Con w_i calculada con la Ecuación 9. Aquí aparece la distribución numérica de tamaños descrita por la función de densidad de probabilidad de tamaño de partícula $f_N(D)$ (fdp), que describe la distribución. El número de partículas con tamaño $(D, D+dD)$ se calcula como $N f_N(D) dD$, con N el número total de partículas dentro del haz láser.

En atomización, es más habitual usar la distribución de tamaño en volumen y su fdp en asociada $f_V(D)$. Con esta función, el volumen de materia contenido en partículas de tamaño $(D, D+dD)$ se calcula como $V f_V(D) dD$, siendo V el volumen total ocupado por las partículas (véase el ANEXO 2). Por tanto el número de gotas con tamaño $(D, D+dD)$ se calcula como $V f_V(D) dD / (\pi / 6 D^3)$. Así, la energía recogida por el semianillo i -ésimo se evalúa:

$$W_i = V \int_{D_{min}}^{D_{max}} \frac{f_V(D)}{\frac{\pi}{6} D^3} w_i(D) dD \Rightarrow$$

$$\Rightarrow W_i = \frac{3}{4} I_0 V \int_{D_{min}}^{D_{max}} f_V(D) \frac{1}{D} [J_0^2(z) + J_1^2(z)]_{z_{exti} = \frac{\pi \rho_{exti} D}{\lambda f}}^{z_{inti} = \frac{\pi \rho_{inti} D}{\lambda f}} dD$$

Ecuación 12. Energía total recibida en un detector con fdp expresada en volumen

Ambas descripciones $f_N(D)$, $f_V(D)$ de distribución de tamaños contienen la misma información. Como se indica en el ANEXO 2, es fácil demostrar:

$$f_N(D) = \frac{f_V(D)}{D^3} ; f_V(D) = \frac{D^3 f_N(D)}{\int_0^\infty f_V(D) dD}$$

Ecuación 13. Función de densidad de probabilidad en número de partículas y en volumen

2.2. Discretización convencional del problema

La inversión de la Ecuación 12 permite obtener la distribución de tamaños a partir del patrón de difracción detectado. El principal problema para hacer esto es que las energías medidas por cada detector $\{W_i\}$ es un conjunto de datos discreto, mientras que la pdf de tamaños $f_V(D)$ es continua.

Para solventar este problema se discretiza la ecuación Ecuación 12. Por un lado, la pdf $f_V(D)$ se descompone en una suma de funciones base elementales (discretización de la función de densidad de probabilidad). Como cada función de la base se extiende a lo largo de un rango de tamaños, los tamaños de partícula D también deben discretizarse. Todo esto desemboca en un tratamiento matricial del problema, que es el usualmente implementado en los difractómetros comerciales, siguiendo la filosofía de los trabajos de Swithenbank et al. (1976).

2.2.1. Discretización de la pdf de tamaños.

La descomposición más elemental de la pdf de tamaños en volumen f_V es una combinación lineal de deltas de Dirac, cada una de ellas asociada a una clase de tamaños:

$$f_V(D) = \sum_{i=1}^N v_i f_i \text{ con } f_i = \delta(D - D_i)$$

Ecuación 14. Descomposición de la pdf de tamaños en base delta de Dirac

Como se ve en la expresión anterior, cada delta de la función base está asociada a un tamaño de partícula D_i . Físicamente, las diferentes partículas se clasifican en varias clases de tamaños D_i contabilizándose el tanto por uno de volumen de materia v_i (líquida o sólida) contenida en las partículas de cada clase de tamaño. Por definición de función de densidad de probabilidad, debe de cumplirse $\sum v_i = 1$.

Por tanto, este tratamiento requiere una discretización D_i de los tamaños de partícula. Se adelanta que el número de clases (igual al número de funciones base N) es igual al número de semianillos fotodetectores, existiendo una relación estrecha entre los tamaños D_i y su i -ésimo semianillo fotodetector asociado.

La delta de Dirac no es una función en sentido estricto. Por tanto, esta tipo de discretización solo tiene sentido si se aplica la integral. La función de distribución acumulada se descompone en:

$$F_V(D) = \sum_{i=1}^N v_i \int_0^D \delta(\zeta - D_i) d\zeta = \sum_{i=1}^N v_i h_i(D - D_i) \text{ con } h_i = \begin{cases} 1 & \text{si } D > D_i \\ 1/2 & \text{si } D = D_i \\ 0 & \text{si } D < D_i \end{cases}$$

h_i es la función escalón unitario centrada sobre el tamaño D_i . Por tanto, los coeficientes v_i es el volumen de fase dispersa (partículas) contenido en partículas de tamaño D_i . Las pdf y cdf continuas y discretizadas se ilustran en la Figura 8.a y Figura 8.b respectivamente.

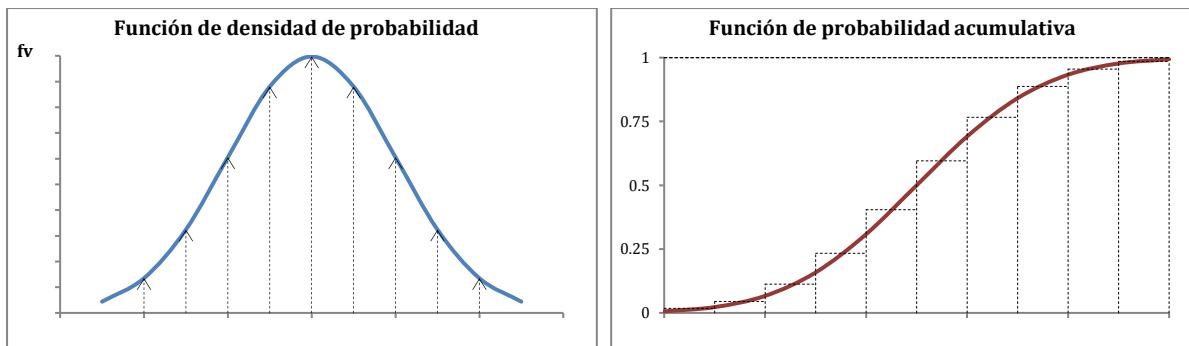


Figura 8.a. Función de densidad de probabilidad en sus versiones continua y discreta

Figura 8.b. Función de probabilidad acumulativa en sus versiones continua y discreta

2.2.2. Discretización de los tamaños de partícula: criterio de máxima densidad radial de intensidad

Para completar la discretización hay que construir un criterio para la elección de las clases de tamaño D_i . Swithenbank (1976) diseñó un criterio con el objetivo de que cada semianillo fotodetector fuera especialmente sensible a un cierto tamaño de partícula. Así, se establece una asociación entre el semianillo i -ésimo y su clase de tamaño D_i .

A partir de la Ecuación 9 se demuestra que la densidad de energía incidente en los detectores por unidad de radio y difractada por una partícula de diámetro D es igual a:

$$\frac{dw}{d\rho} = W_0 \frac{\pi D^2}{\lambda^2 f^2} \left(\frac{J_1(z)}{z} \right)^2 2\pi\rho = I_0 \left(\frac{\pi}{2} \frac{D^2}{\lambda f} \right)^2 2 \frac{J_1^2(z)}{z} \frac{\lambda f}{D}$$

Ecuación 15. Densidad de energía por unidad de radio

Swithenbank busca que el máximo de esta densidad de energía se sitúe dentro del anillo, matemáticamente:

$$\frac{d}{d\rho} \left(\frac{J_1^2(z)}{z} \right) = \frac{\pi D}{\lambda f} \frac{d}{dz} \left(\frac{J_1^2(z)}{z} \right) = 0 \Rightarrow z = \boxed{\frac{\pi D \rho}{\lambda f} = 1.356}$$

La expresión recuadrada puede obtenerse aplicando las propiedades de las funciones de Bessel recogidas en el ANEXO 3. Esta expresión proporciona para cada radio de anillo ρ_i un tamaño de partícula D_i . Despejando:

$$D_i = 1.356 \frac{\lambda f}{\pi \rho_i}$$

Ecuación 16. Condición de máximo de densidad de energía dentro de semianillo detector

De esta forma, se definen N tamaños, siendo N el número de semianillos detectores. Swithenbank (1976) elige el radio más externo de cada semianillo $\rho_{max,i}$ en lugar del central $\rho_{central,i} = (\rho_{min,i} + \rho_{max,i}) / 2$. Véase que cuanto más externo es el anillo (mayor es ρ_i) menor es el diámetro de partícula asociado D_i . Esto ocurre así porque las partículas pequeñas difractan luz en ángulos mayores. Por otra parte, para un conjunto de anillos detectores fijo (con radios constantes) puede ajustarse la resolución cambiando la lente del instrumento: **cuanto mayor sea la focal de la lente montada, el difractómetro puede medir partículas más grandes.**

Esta discretización de tamaños es la usada en el Malvern HS 2600 y el criterio que conduce a ella se le denomina en este PFC “*de máxima densidad radial de intensidad*” luminosa. La Tabla 1 muestra las clases de diámetros calculados siguiendo este criterio para la distancia focal $f=300$ mm de un Malvern 2600 equipado con un laser HeNe de longitud de onda $\lambda=0,6328 \times 10^{-3}$ mm (en aire) y radios de semianillos detectores ρ representados en el ANEXO 4. En el ANEXO 5 se encuentran disponibles los tamaños discretizados para todas las focales del instrumento.

j	D_j (μm)	j	D_j (μm)	j	D_j (μm)	j	D_j (μm)	j	D_j (μm)	j	D_j (μm)	j	D_j (μm)		
1	550,2	5	148,0	9	80,3	13	48,5	17	29,6	21	18,1	25	11,2	29	7,1
2	322,7	6	124,2	10	70,5	14	42,8	18	26,1	22	16,0	26	10,0	30	6,4
3	232,2	7	106,2	11	62,1	15	37,8	19	23,1	23	14,2	27	8,9	31	5,7
4	181,4	8	91,9	12	54,8	16	33,5	20	20,4	24	12,6	28	7,9		

Tabla 1. Clases de diámetros según criterio convencional ($f=300\text{mm}$)

2.2.3. Formulación de la matriz de transferencia pdf de tamaños-energías.

La Ecuación 12 aplicada a cada uno de los semianillos detectores se convierte en un sistema de ecuaciones lineales al aplicar la discretización de la pdf definida por la Ecuación 16. Sustituyendo:

$$W_i = V \frac{3}{2} \int_{D_{min}}^{D_{max}} \sum_{j=1}^N v_j \delta(D - D_j) \frac{1}{D} [J_0^2(z) + J_1^2(z)]_{z_{int,i} = \frac{\pi \rho_{int,i} D}{\lambda f}}^{z_{ext,i} = \frac{\pi \rho_{ext,i} D}{\lambda f}} dD$$

$$= \frac{3}{4} I_0 V \sum_{j=1}^N \left\{ \left[\frac{1}{D_j} [J_0^2(z) + J_1^2(z)]_{z_{int,ij} = \frac{\pi \rho_{int,i} D_j}{\lambda f}}^{z_{ext,ij} = \frac{\pi \rho_{ext,i} D_j}{\lambda f}} \right] v_j \right\} \text{ para } i = 1, \dots, N$$

En forma matricial:

$$W = MV$$

$$\text{con } \left\{ \begin{array}{l} m_{ij} = \frac{1}{D_j} [J_0^2(z) + J_1^2(z)]_{z_{int,ij} = \frac{\pi \rho_{int,i} D_j}{\lambda f}}^{z_{ext,ij} = \frac{\pi \rho_{ext,i} D_j}{\lambda f}} = \text{matriz de transferencia} \\ W = \{w_i\} = \text{vector de energías} \\ V = \{v_j\} = \text{vector de distribución de tamaños} \end{array} \right. \text{ para } \begin{cases} i = 1, \dots, N \\ j = 1, \dots, N \end{cases}$$

Ecuación 17. Formulación de la matriz de transferencia pdf-energías

En la definición de M_{ij} , se ha omitido el factor $(3/4)I_0V$, ya que solo estamos interesados en la distribución de tamaños y no en el volumen total de las partículas contenidas en el haz láser. Además, la intensidad del láser I_0 puede variar con el tiempo dependiendo de las condiciones de operación (tensión de excitación aplicada, temperatura ambiental...) o el envejecimiento del mismo, por lo que no es un factor demasiado útil.

Cada una de las columnas j -ésima de la matriz de transferencia M tiene un significado claro: es el patrón de difracción medido por los detectores cuando se coloca una partícula de tamaño D_j en el aparato. Por tanto, lo que persigue Swithenbank (1976) con su discretización de tamaños es hacer la matriz lo más “diagonal” posible, generando el término más grande en la diagonal principal. Es decir, se busca facilitar la resolución del sistema de ecuaciones.

2.3. Otros criterios para la discretización del tamaño de partículas

Expuesto el tratamiento de datos clásico (e implementado en el difractómetro Malvern HSM 2600), se procede con el estudio de posibles las alternativas. Se comienza con nuevas propuestas de elección de las clases de tamaño. El propósito del criterio “máxima densidad radial de intensidad” es facilitar la resolución del sistema de ecuaciones resultante. A pesar de su evidente interpretación física este criterio es arbitrario.

En este apartado, se presentan otras dos alternativas de elección de clases D_i : el de “máximo porcentaje de energía detectada” por el anillo y el “criterio de condicionamiento óptimo”. Los tres criterios se compararán entre sí.

2.3.1. Criterio de máxima eficiencia del detector

Si se desea que la matriz M sea lo más diagonal posible, cada columna i -ésima de la misma debe contener **un valor grande en la diagonal y números pequeños fuera de la diagonal**. Es decir, el anillo j -ésimo debe de tener la mayor **sensibilidad relativa** a la clase de tamaño D_j . Por tanto, debe buscarse que el mayor porcentaje de la energía difractada por esta clase de tamaño incida en dicho anillo. En otras palabras, buscamos la partícula D_i tal que maximice la eficiencia de recolección de luz de detector i .

Usando la Ecuación 10 y como la energía difractada total vale W_0 , el porcentaje de energía recogida por el semianillo i cuando están presentes partículas de tamaño D se calcula como:

$$\frac{w_i}{W_0} = \frac{1}{2} \left[J_0^2(z) + J_1^2(z) \right]_{z_{exti} = \frac{\pi \rho_{exti} D}{\lambda f}}^{z_{inti} = \frac{\pi \rho_{inti} D}{\lambda f}}$$

Ecuación 18. Condición de máximo porcentaje de energía detectado por un semianillo

Así, la clase de tamaño D_i es aquella que maximiza el ratio w_i / W_0 de la Ecuación 18 para el detector i -ésimo. Esta tarea se realiza con ayuda de software matemático como se puede observar en el ANEXO 8.

Este criterio no coincide con el usado de forma clásica (máxima densidad radial de intensidad) a pesar de que, a primera vista, son similares. Para ilustrar la diferencia entre ambos, vamos a considerar anillos de anchura $\Delta\rho_i$ pequeña, con radio interno $\rho_{int\,i}$, radio externo $\rho_{ext\,i} = \rho_{int\,i} + \Delta\rho_i$ y radio medio $\rho_{m\,i} = \rho_{int\,i} + \Delta\rho_i / 2$. Partiendo de la Ecuación 10, la energía incidente sobre el detector puede aproximarse por:

$$w_i = W_0 \int_{z_{int\,i}}^{z_{ext\,i}} \frac{J_1^2(z)}{z} dz \sim W_0 \frac{J_1^2(z_{m\,i})}{z_{m\,i}} \Delta z_i = W_0 \frac{J_1^2\left(\frac{\pi D \rho_{m\,i}}{\lambda f}\right)}{\rho_{m\,i}} \Delta \rho_i \text{ con } W_0 = I_0 \frac{\pi}{4} D^2, z = \frac{\pi D \rho}{\lambda f}$$

Ecuación 19: Energía detectada en un anillo fino

Ahora, se aprecia perfectamente la diferencia entre ambos criterios: el clásico busca el D_i que maximiza la función $J_1^2(z) / z$ (véase la Ecuación 16). Sin embargo, la Ecuación 19 muestra que maximizar w_i / W_0 (que es la propuesta de este apartado) implica hacer máximo $J_1^2(z)$, en el límite de anillos muy delgados.

2.3.2. Criterio de condicionamiento óptimo.

A pesar de que el “Criterio de máxima eficiencia de detección” pueda parecer más racional que el originalmente expresado por Swithenbank, es en realidad casi tan arbitrario como el primero.

El objetivo de ambos criterios es facilitar la resolución del sistema de ecuaciones lineal resultante. Existe un parámetro llamado *número de condición* que mide la “facilidad” con la que se resuelve un sistema de ecuaciones lineales. Así, dado el sistema de ecuaciones lineal $MV = W$ con M la matriz cuadrada, se define el número de condición del sistema (o, lo que es lo mismo, de la matriz M) como:

$$\text{cond}_p(M) = \|M\|_p \|M^{-1}\|_p$$

Donde $\|M\|_p$ es la norma- p de la matriz M . Según teoría estándar de álgebra lineal, puede demostrarse que **cuanto menor sea el número de condición** de la matriz $\text{cond}_p(M)$, **menos sensible** es la solución (la distribución de tamaños calculada V) a los pequeños errores de medida de las energías W . Por tanto, el sistema es **más fácilmente resoluble**. El menor número de condición posible es la unidad, indicando que dicha matriz está óptimamente condicionada.

Como la matriz de transferencia es función de la discretización de tamaños que se elija $M = M(\{D_i\})$ (véase la Ecuación 17), el tercer criterio que se plantea para esta discretización es elegir un conjunto de diámetros de partícula $\{D^*_i\}$ que minimice el número de condición de la matriz de transferencia obtenida M . Formalmente:

$$\{D^*_i\} \text{ con } i = 1 \dots N \text{ tal que } \text{cond}_p(M(\{D^*_i\})) = \min_{\forall \{D_i\}} \text{cond}_p(M(\{D_i\}))$$

Este criterio proporciona la discretización de tamaños más funcional, pero, a cambio, el cálculo es extremadamente costoso en términos computacionales. Así, el cálculo toma cerca de una hora para un PC de gama media-alta usando los datos del difractómetro Malvern existente en el Área de Mecánica Fluidos. Por esta razón, la determinación de las clases de tamaño según este

método se ha realizado solo para la lente de focal $f = 63$ mm usando el script de Matlab detallado en el ANEXO 8 En el ANEXO 7, se comparan las clases de diámetros obtenidas por los tres criterios para esta misma lente ($f = 63$ mm).

2.3.3. Comparación de los criterios de discretización de diámetros

Los números de condición de las matrices generadas por cada criterio de condición son los dados en la siguiente tabla:

Criterio de discretización	Número de condición de la matriz de transferencia
Máxima densidad radial de intensidad (criterio convencional)	1,6255E+08
Máxima eficiencia del detector	1,3048E+08
Condicionamiento óptimo de la matriz de transferencia	9,0169E+07

Tabla 2. Números de condición para los diferentes criterios de discretización de diámetros

Como primera conclusión, casi cualquier discretización de tamaños genera matrices de transferencia con números de condición elevados. Esto va a obligar a usar métodos de resolución de sistemas de ecuaciones lineales que ofrezcan soluciones “plausibles” pero suavizadas. Por su buen y más que probado comportamiento, se empleará el método implementado de forma original en el Malvern HSM 2600 y descrito en el PFC de Lagranja & Vecino (1986).

Por otra parte, los criterios de máxima eficiencia de detección y condicionamiento óptimo presentan números de condición comparables entre sí y menores a los dados por la discretización de diámetros clásica. Por tanto, se concluye que los dos nuevos criterios son superiores al clásico. Si se comparan las clases de tamaños obtenidos, los dos nuevos criterios arrojan valores virtualmente idénticos. Estas clases difieren de las dadas por el criterio clásico y se desplazan hacia tamaños ligeramente superiores.

Por todo esto, se toma como criterio práctico para la discretización de las clases de tamaños el de *máxima eficiencia de detección*, ya que arroja resultados similares al mejor de ellos (el de *condicionamiento óptimo*) y resulta computacionalmente mucho menos costoso.

3. UNA DISCRETIZACIÓN ALTERNATIVA DEL PROBLEMA

3.1. Discretización de la pdf: una base de funciones triangulares.

Como procedimiento novedoso en el ámbito de la granulometría por difractometría laser, se propone un método de discretización basado en una combinación lineal de funciones base con forma triangulare. Formalmente, lo expuesto en este apartado es una generalización del tratamiento clásico.

En esta metodología, las funciones base triangulares estarán asociadas a cada uno de los semianillos detectores pero no estarán asociadas con un único tamaño de partícula, sino con tres: uno central donde se situará el máximo y dos extremos en los que la función será cero (

Figura 9.a. Funciones base triangulares para cada tamaño de partícula

Figura 9.b. Pdf discretizada continua y lineal a trozos

.a). Véase que, de nuevo, existen tantas funciones base como semianillos detectores.

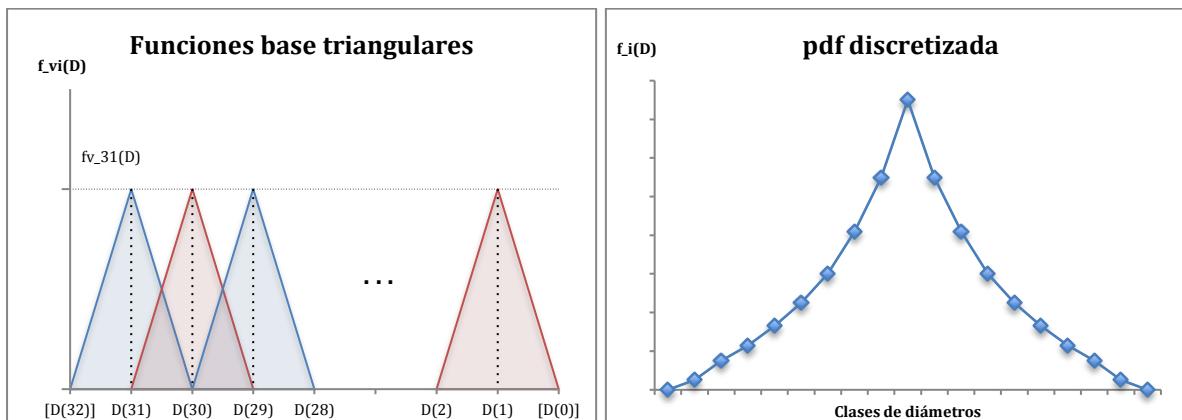


Figura 9.a. Funciones base triangulares para cada tamaño de partícula

Figura 9.b. Pdf discretizada continua y lineal a trozos

Para conseguir que la pdf discretizada sea continua, los diámetros extremos de la función base f_i deberán coincidir con el diámetro central de las funciones f_{i-1} y f_{i+1} . Por lo tanto, el número total de diámetros “discretos” serán 31 (el número de semianillos detectores del difractómetro) más dos tamaños de partículas adicionales en los extremos, $D(0)$ y $D(32)$ como se puede observar en la Figura 9a.

Matemáticamente, cada una de las funciones triangulares se expresa como:

$$f_i(d) = \begin{cases} \frac{2}{D_{i-1} - D_{i+1}} \cdot \frac{d - D_{i+1}}{D_i - D_{i+1}} & \text{si } d \in (D_{i+1}, D_i) \\ \frac{2}{D_{i-1} - D_{i+1}} \cdot \frac{D_{i-1} - d}{D_{i-1} - D_i} & \text{si } d \in (D_i, D_{i-1}) \end{cases}$$

Ecuación 20. Función base triangular

Como antes, las clases de tamaño están ordenadas de mayor a menor $D_{i+1} < D_i < D_{i-1}$. En esta definición, el coeficiente $2 / (D_{i-1} - D_{i-1})$ se introduce para normalizar a la unidad cada función de la base, teniendo a su vez sentido de función de densidad de probabilidad elemental. Es decir:

$$\int_0^\infty f_i(d) dd = \int_{D_{i+1}}^{D_{i-1}} f_i(d) dd = 1$$

Puede verse que la discretización de tamaños $\{D_i\}$ define unívocamente las base de funciones. Con esto, la pdf de tamaños se formará por combinación lineal de las funciones base triangulares:

La pdf de tamaños se formará por combinación lineal de las funciones base triangulares:

$$f_V(D) = \sum_{i=1}^{31} v_i f_i \text{ con } \int_0^\infty f_V dd = \sum_{i=1}^{31} v_i = 1$$

Ecuación 21. pdf de tamaños de partícula y propiedad de continuidad

El resultado de todo esto es una pdf continua y lineal a trozos entre los diferentes diámetros discretos D_i , según ilustra la Figura 9.b. La Ecuación 12 aplicada a cada uno de los semianillos detectores se convierte en un sistema de ecuaciones lineales al aplicar la discretización de la pdf definida por la Ecuación 21. Sustituyendo:

$$W_i = I_0 V \frac{3}{2} \left\{ \int_{D_{j+1}}^{D_j} \sum_{j=1}^N v_j \frac{2}{D_{j-1} - D_{j+1}} \cdot \frac{d - D_{j+1}}{D_j - D_{j+1}} [J_0^2(z) + J_1^2(z)] \Big|_{z_{exti} = \frac{\pi \rho_{exti} d}{\lambda f}}^{z_{inti} = \frac{\pi \rho_{inti} d}{\lambda f}} dd \right. \\ \left. + \int_{D_j}^{D_{j-1}} \sum_{j=1}^N v_j \frac{2}{D_{j-1} - D_{j+1}} \cdot \frac{D_{j-1} - d}{D_{j-1} - D_j} [J_0^2(z) + J_1^2(z)] \Big|_{z_{exti} = \frac{\pi \rho_{exti} d}{\lambda f}}^{z_{inti} = \frac{\pi \rho_{inti} d}{\lambda f}} dd \right\}$$

En forma matricial:

$$W = MV \text{ con } \left\{ \begin{array}{l} m_{ij} = \int_{D_{j+1}}^{D_j} \frac{2}{D_{j-1} - D_{j+1}} \cdot \frac{d - D_{j+1}}{D_j - D_{j+1}} [J_0^2(z) + J_1^2(z)] \Big|_{z_{exti} = \frac{\pi \rho_{exti} d}{\lambda f}}^{z_{inti} = \frac{\pi \rho_{inti} d}{\lambda f}} dd \\ + \int_{D_j}^{D_{j-1}} \frac{2}{D_{j-1} - D_{j+1}} \cdot \frac{D_{j-1} - d}{D_{j-1} - D_j} [J_0^2(z) + J_1^2(z)] \Big|_{z_{exti} = \frac{\pi \rho_{exti} d}{\lambda f}}^{z_{inti} = \frac{\pi \rho_{inti} d}{\lambda f}} dd \\ W = \{w_i\} = \text{vector de energías} \\ V = \{v_j\} = \text{vector de distribución de tamaños} \\ \text{para } \begin{cases} i = 1, \dots, N \\ j = 1, \dots, N \end{cases} \end{array} \right.$$

Ecuación 22. Formulación de la matriz de transferencia pdf tamaños-energías en base de funciones triangulares

Comparando la formulación basada en una base de funciones triangulares (Ecuación 22) con la obtenida con deltas de Dirac (Ecuación 17) se puede apreciar la ventaja de la formulación propuesta: la nueva matriz de transferencia permite calcular la energía incidente sobre uno de los anillos con una mayor precisión ya que tiene cuenta la luz difundida por las partículas con un diámetro intermedio entre las diferentes clases de tamaño D_i . Por tanto, esta formulación presenta

una discretización de precisión un orden superior al tratamiento clásico. Esta es la razón de ser esencial de este PFC.

3.2. La discretización de los diámetros de partícula.

Una vez presentado el concepto de funciones base triangulares y sus efectos en la pdf discretizada, queda elegir correctamente las clases de diámetros que harán de soporte para dichas funciones. Los criterios presentados hasta ahora (secciones 2.2.2 y 2.3) están adaptados a la base de funciones clásica constituida por deltas de Dirac. Por tanto, es necesario extenderlos a la nueva base.

Por su moderado coste computacional y el buen comportamiento mostrado anteriormente, se va a trabajar en la extensión del criterio de máxima eficiencia de detector. Así, se desea que cada anillo detector i sea especialmente eficiente recolectando la luz de una población de partículas con distribución volúmica de tamaños del elemento $f(d)$ de la base de funciones triangulares (Ecuación 20). Es decir, si llamamos w_{ii} a la energía incidente sobre el anillo i -ésimo cuando difracta luz una población de partículas $f(d)$ (función triangular i -ésima de la base) y W_{0i} la energía total difractada por dicha población, se debe maximizar el ratio w_{ii}/W_{0i} .

En forma matemática, w_{ii} se evalúa sustituyendo la definición de la función base (Ecuación 20) en la Ecuación 12:

$$w_{ii} = \frac{3}{4} I_0 \left\{ \int_{D_{j+1}}^{D_j} \frac{2}{D_{j-1} - D_{j+1}} \cdot \frac{d - D_{j+1}}{D_j - D_{j+1}} [J_0^2(z) + J_1^2(z)]_{z_{intij}=\frac{\pi\rho_{inti}d}{\lambda f}}^{z_{extij}=\frac{\pi\rho_{exti}d}{\lambda f}} dd \right. \\ \left. + \int_{D_j}^{D_{j-1}} \frac{2}{D_{j-1} - D_j} \cdot \frac{D_{j-1} - d}{D_{j-1} - D_j} [J_0^2(z) + J_1^2(z)]_{z_{exti}=\frac{\pi\rho_{exti}d}{\lambda f}}^{z_{inti}=\frac{\pi\rho_{inti}d}{\lambda f}} dd \right\}$$

Ecuación 23. Energía incidente sobre el anillo i -ésimo

Y la energía total difractada W_{0i} no es más que la suma de la energía incidente en cada una de las partículas de la distribución f_i .

$$W_{0i} = \int_0^{\infty} \frac{f_i(d)}{\pi d^3} I_0 \frac{\pi}{4} d^2 dd = \frac{3}{2} I_0 \frac{2}{D_{i-1} - D_{i+1}} \left\{ \frac{D_{i-1}}{D_{i-1} - D_i} \ln \left(\frac{D_{i-1}}{D_i} \right) - \frac{D_{i+1}}{D_i - D_{i+1}} \ln \left(\frac{D_i}{D_{i+1}} \right) \right\}$$

Ecuación 24. Energía total difractada por una población de partículas $f_i(d)$

Con esto, la eficiencia del detector p_i frente la fdp elemental triangular f_i se evalúa fácilmente. Como la función de la base queda únicamente definida por la discretización de diámetros $f_i = f_i(d, D_{i+1}, D_i, D_{i-1})$, la eficiencia p_i solo depende de estos diámetros discretos.

$$p_i = \frac{w_{ii}}{W_{0i}} = p_i(D_{i+1}, D_i, D_{i-1})$$

Ecuación 25. Factor de eficiencia del detector i -ésimo

Por tanto, el criterio se reduce a encontrar la terna (D_{i+1}, D_i, D_{i-1}) que maximiza la eficiencia de detección. Por desgracia, no es posible encontrar un conjunto de diámetros $\{D_i\}$ que maximicen la eficiencia de todos los anillos. En otras palabras, los valores D_{i+1}, D_i, D_{i-1} que maximicen a la vez el ratio $p_i = w_{ii}/W_{0,i}$ (asociado al detector i) son incompatibles con los valores D'_i, D'_{i-1}, D'_{i-2} que maximizan $p_{(i-1)(i-1)}$ (asociado al detector $i-1$), ya que, en general, $D_i \neq D'_i$ y $D_{i-1} \neq D'_{i-1}$. Es decir, las funciones bases están acopladas entre sí, de tal forma que la modificación de una de ellas altera a las demás. En estas condiciones, no se puede plantear la optimización del rendimiento de detección de cada uno de los detectores individualmente.

La solución a esta dificultad es el planteamiento de una optimización multiobjetivo. Evaluando la eficiencia de detección promedio e_p , se busca el conjunto de diámetros $\{D_i\}$ que maximice esta eficiencia media. Matemáticamente, la discretización es un conjunto de tamaños de partícula D^* definida por:

$$D^* = \{D^*_i\}_{i=0}^{i=32} \text{ tal que } e_p(D^*_0, \dots, D^*_{32}) = \max_{\forall D_i > 0} e_p \text{ con } e_p = \frac{\sum_{i=1}^{31} p_i}{31} = e_p(D_0, \dots, D_{32})$$

De esta forma, se consigue una buena eficiencia de detección en todos los anillos, aunque ninguno de ellos esté optimizado al completo. Puede comprobarse que esto es una extensión del criterio equivalente para las base de deltas de Dirac. Para este caso, la eficiencia de cada uno de los sensores pueden optimizarse individualmente y, al hacerlo, se maximiza la eficiencia de detección conjunta promedio.

La implementación computacional de este criterio de optimización puede verse íntegramente en el ANEXO 8, en donde los tamaños de partículas iniciales para comenzar la optimización han sido los procedentes del criterio clásico. El resultado es la discretización de tamaños válida para el Malvern HSM 2600, para cada diferentes focales empleada.

Otra variante de este proceso podría haber sido el definir una variable que cuantifique el condicionamiento de la matriz y minimizar dicha ecuación para obtener una clase de tamaños de partícula, pero dicho criterio se ha desestimado por su altísimo coste computacional ya citado en el apartado 2.3.2 y sus reducidas ventajas.

4. RESULTADOS

Se exponen a continuación los resultados obtenidos al aplicar los diferentes criterios explicados anteriormente al granulómetro Malvern, mod. HSM 2600 disponible en el Área de Mecánica de Fluidos. Se elige la configuración obtenida al usar la lente de focal $f = 300$ mm, útil para caracterizar partículas con tamaño entre varias decenas y alguna centena de micrómetros. En el ANEXO 4 se encuentran los datos necesarios del difractómetro para efectuar los cálculos.

4.1. Comparación de las bases de funciones.

En este apartado se comparan las bases de funciones obtenidas con el tratamiento convencional (Base de deltas de Dirac junto con una discretización de tamaños de partícula por el criterio de *máxima densidad radial de intensidad*) con el nuevo tratamiento (base de funciones triangulares y discretización de diámetros por el criterio de *máxima eficiencia de detección*).

En la Figura 10.a se representa en rojo los D_j obtenidos a partir del criterio convencional, en azul las funciones base triangulares y en negro los D_j obtenidos a partir de dichas funciones base.

Para facilitar la comparación, la Figura 10.b muestra un zoom de la Figura 10.a sobre los D_j más pequeños.

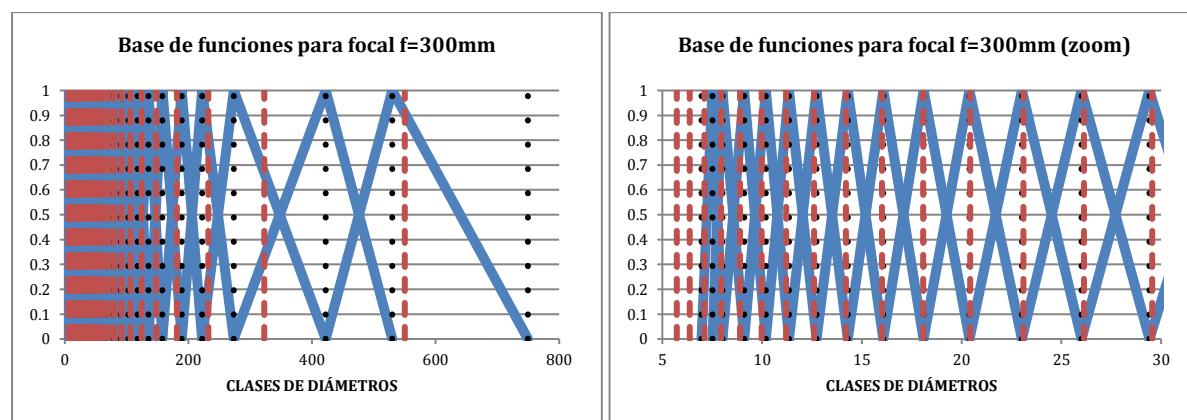


Figura 10.a. Base de funciones para focal $f=300$ mm siguiendo criterio convencional y criterio funciones base triangulares

Figura 10.b. Base de funciones para focal $f=300$ mm siguiendo criterio convencional y criterio funciones base triangulares (zoom)

Como ocurría con el uso de la base de deltas de Dirac, el uso del criterio de máxima eficiencia desplaza el rango de tamaños medido hacia tamaños ligeramente más grandes (de entre 5.72 y 550 μm para el tratamiento convencional a entre 6.96 y 749 μm en la nueva propuesta). El rango dinámico, definido como el tamaño máximo y mínimo que puede gestionar el aparato también aumenta ligeramente (de 96 a 108 en el nuevo tratamiento). No obstante, todos estos cambios son contenidos.

Finalmente, el aparato tiene una gran resolución para los tamaños más pequeños y aporta un menor grado de detalle para los tamaños más grandes. Esto es debido al diseño del módulo de

anillo de detectores: el mismo fenómeno se presenta en ambos tratamientos. Cambiar este comportamiento requiere el rediseño de los detectores, algo que queda fuera del alcance de este proyecto.

Numéricamente, los tamaños de partículas discretizados según los diferentes criterios y para todas las distancias focales que permite elegir el difractómetro Malvern HS-2600 se encuentran en el ANEXO 5.

4.2. Comparación de las matrices de transferencia.

Las matrices de transferencia calculadas según los diferentes criterios de discretización para la distancia focal de 300mm (distancia intermedia), se representan en el ANEXO 6. Para facilitar la discusión, en la Figura 11.a y Figura 11.b se representan gráficamente las matrices de transferencia obtenidas según el tratamiento clásico y según el nuevo tratamiento respectivamente.

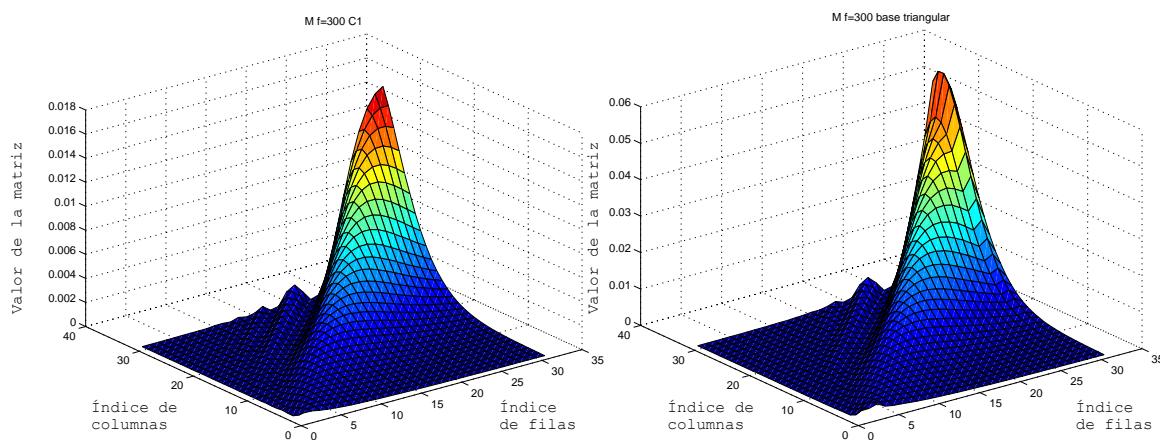


Figura 11.a. Valores de la matriz de transferencia calculada según criterio de discretización clásico

Figura 11.b. Valores de la matriz de transferencia según nuevo criterio de discretización

Cualitativamente, ambas matrices son similares: el entorno de la diagonal principal tiene grandes valores, con un “rizado” en la zona por encima de la diagonal. Este rizado es consustancial a los efectos de difracción.

Para apreciar mejor dónde están las diferencias entre ambas, se evalúa la cambio porcentual elemento a elemento, definido según, la Ecuación 26.

$$Dif_{i,j} = \frac{MT_{i,j} - MC_{i,j}}{MC_{i,j}} \text{ para } \begin{cases} i = 1, \dots, N \\ j = 1, \dots, N \end{cases}$$

Ecuación 26. Matriz diferencia entre los criterios clásico y de base de funciones triangulares

siendo $MT_{i,j}$ cada uno de los elementos de la matriz de transferencia según una base de funciones triangulares y $MC_{i,j}$ cada uno de los elementos según el criterio clásico. La comparación entre las matrices puede hacerse de forma directa porque ambas están normalizadas al mismo rango de valores. En efecto, la definición de la nueva matriz (Ecuación 22) se reduce a la matriz

clásica (Ecuación 17) si las funciones triangulares fueran infinitamente estrecha ($D_{i-1} - D_{i+1} \rightarrow 0$ para todo i). Evidentemente, para conseguir esto se necesitaría un infinito número de anillos, algo imposible.

El resultado se grafica en la Figura 12. Se observa que las matrices difieren sobre todo en la submatriz diagonal superior. El efecto final en un suavizado del rizado existente por encima de la diagonal principal.

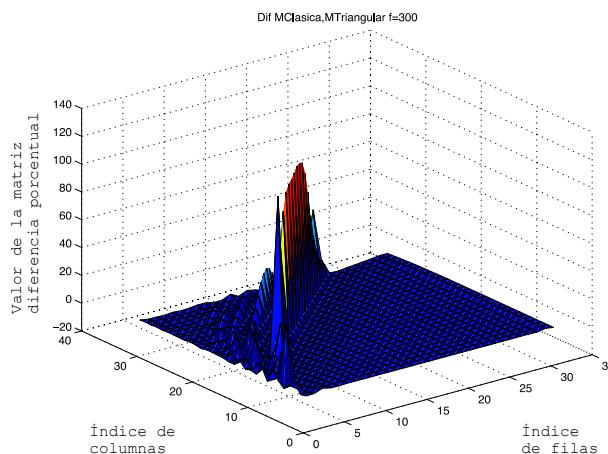


Figura 12. Matriz diferencia porcentual entre el criterio clásico y el criterio base de funciones triangulares

4.3. Verificación de funcionamiento del método.

En el presente proyecto no se ha utilizado el difractómetro Malvern HS-2600 para la validación experimental del tratamiento de inversión explicado hasta aquí. En lugar de eso, se ha considerado que el aparato está midiendo un espray con una distribución de tamaños prescrita y conocida (se ha usado una distribución lognormal, muy usual en espráis reales). Por tanto, esta distribución prescrita de tamaños se considera “real”.

Usando la ecuación 12, válida bajos las condiciones explicadas en apartados anteriores, se ha calculado mediante integración numérica precisa, el patrón de difracción de campo lejano generado sobre los fotodetectores del Malvern. Con esto, se ha simulado el vector de energías que medirían los fotodetectores $W = \{W_i\}$ cuando estuviera presente la distribución de tamaños lognormal prescrita. Estas energías simuladas se han considerado como reales, “medidas” por el instrumento.

Esta distribución de energías “medidas” se introduce como término independiente en el sistema de ecuaciones lineal $W = MV$ donde M es la matriz de transferencia calculada según la base de funciones triangulares (Ecuación 22) y la discretización de tamaños dada por el criterio de *máxima eficiencia de detección* aplicado a esta nueva base (apartado 3.2). La resolución del sistema da el vector $V = \{V_i\}$. Este vector da la medida de la distribución de tamaños efectuada por el difractómetro $f_{V \text{ medida}} = \sum V_i \cdot f_i$.

Debido al mal condicionamiento de la matriz final obtenida (apartado 2.3), para obtener el vector V se ha seguido el método de resolución implementado originalmente en el Malvern (PFC de Lagranja & Vecino 1986). Dicho método afina progresivamente la distribución de tamaños hasta

reproducir el patrón de difracción detectado por el instrumento. Su algoritmo viene descrito en el ANEXO 8, así como en el citado PFC. El proceso de afinado concluye cuando ambas distribuciones de energía (“medida” y calculada por el sistema de ecuaciones lineal) exhiben un bajo desacuerdo. La Figura 13 compara ambos patrones de difracción al final del proceso de afinamiento. Como puede verse, el grado de acuerdo es excelente.

La Figura 14 compara la distribución de tamaños “real” (la lognormal prescrita) con la calculada tras resolver V del sistema de ecuaciones. El acuerdo es notable. La media de ambas funciones difiere en el quinto decimal, la desviación estándar en el cuarto decimal y el coeficiente de asimetría sólo varía en 0,56 entre ambas pdf como se puede ver en la Tabla 3. Con estos resultados, se considera validado el procedimiento de inversión propuesto del patrón de difracción para la medida de distribuciones de tamaño por difractometría láser.

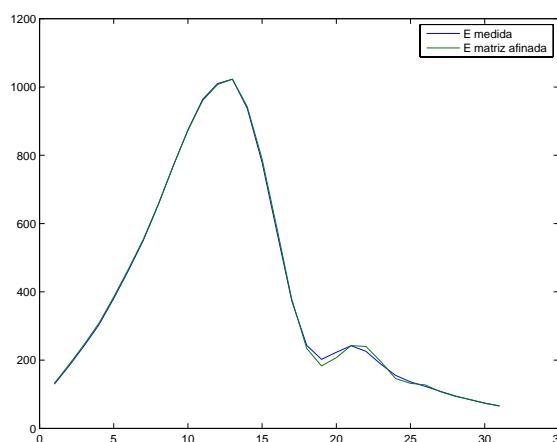


Figura 13. Energía medida y energía calculada después de ser afinada

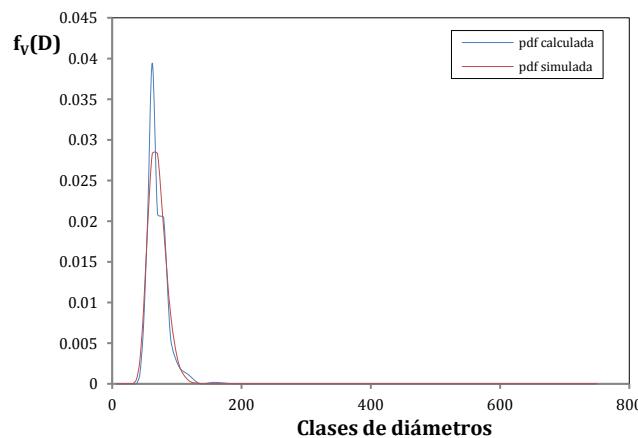


Figura 14. Pdf de tamaños calculada y simulada

	pdf simulada	pdf calculada	diferencia
Media	0,003594	0,003579	-1,50E-05
Desviación típica	0,008038	0,008803	0,000765
Coeficiente de asimetría	2,345808	2,904979	0,559170

Tabla 3. Indicadores estadísticos de la pdf simulada y calculada

5. CONCLUSIONES

Este proyecto trata sobre la medida la distribuciones de tamaño de una muestra de partículas esféricas por medio de un difractómetro laser. Más concretamente, refina el cálculo de dicha distribución a partir del patrón de difracción de campo lejano medido por los fotodetectores del instrumento cuando la muestra de partículas a caracterizar atraviesa un haz láser colimado.

Para conseguir este objetivo, se ha realizado un estudio sistemático de la teoría óptica asociada (difracción de campo lejano, óptica geométrica aplicada a lentes...) así como del tratamiento matemático implementado en difractómetros comerciales para realizar este cálculo. Este tratamiento fundamentalmente discretiza el problema, obteniéndose un sistema de ecuaciones lineales. Dicho sistema consta de una matriz de transferencia M que relaciona la distribución de tamaños de partícula (vector de porcentajes de volumen de partículas en cada clase de tamaño a calcular) con la energía medida en cada fotodetector del instrumento.

Tras esto, se generaliza el tratamiento matemático. Primero, la discretización de la función de densidad de probabilidad de tamaño de partícula se formula como una combinación lineal de una base de distribuciones de tamaño elementales. Así, al elegir una base formada por funciones delta de Dirac, se recupera el tratamiento clásico de cálculo de tamaños.

Para obtener un cálculo más refinado de la distribución de tamaños, se elige un conjunto de funciones triangulares solapadas entre sí. Esto permite generar distribuciones discretizadas lineales y continuas a trozos. Esta distribución sintética se ajusta mucho mejor a la distribución real de las partículas que la generada por la discretización clásica. También permite generar una matriz de transferencia que calcula con mayor precisión el patrón de energías difractadas al tener en cuenta el efecto de partículas de tamaño intermedio entre dos clases consecutivas de tamaño.

La revisión de la bibliografía también concluye que el criterio de elección de las clases discretas de tamaño es arbitrario. Se proponen dos criterios alternativos que muestran un mejor comportamiento: el criterio de *máxima eficiencia de detector* y el criterio de *condicionamiento óptimo de la matriz de transferencia*. Ambos dos mejoran el comportamiento de la matriz (medido por el número de condición como puede observarse en el ANEXO 7). Además, ambos ofrecen resultados muy próximos entre sí, siendo el segundo de mucho mayor coste computacional. Por tanto, se elige para formular el tratamiento alternativo la discretización de tamaños dada por el criterio de *máxima eficiencia de detección*.

La formulación original del criterio de *máxima eficiencia de detección* para la discretización de diámetros es solo válida para el tratamiento clásico (base de funciones de deltas de Dirac). Para ser aplicado a la nueva base de funciones triangulares, es preciso generalizarlo también. La principal dificultad es el acoplamiento que presentan entre sí las funciones de la base. Esto impide la maximizar de forma individualizada la eficacia de detección de cada uno de los fotodiodos simultáneamente. Es decir, si se maximiza la eficiencia del detector i , se empeora la de los vecinos $i+1$ e $i-1$.

Para solucionarlo, se formula una maximización multiobjetivo. De esta forma, se optimiza la eficiencia de detección en su conjunto, sin que ninguno de ellos presente un comportamiento óptimo.

Finalmente, se comparan las dos formulaciones, la clásica y la propuesta. La formulación propuesta desplaza el rango de medida del instrumento hacia diámetros algo mayores, incrementando también ligeramente el rango del aparato. La resolución del instrumento sigue siendo mayor para los diámetros pequeños que para los grandes.

Finalmente, se ha comprobado el funcionamiento de la nueva formulación propuesta. Para ello, se ha simulado de forma precisa el patrón de difracción generado por una distribución lognormal (muy usual en atomización). Este patrón se ha sometido al algoritmo de inversión desarrollado en este proyecto fin de carrera, obteniendo una distribución discreta. El grado de acuerdo entre la distribución lognormal de partida y la calculada por el nuevo formalismo es razonable.

Validado el nuevo procedimiento de inversión, queda como trabajo futuro su comparación con el procedimiento clásico, para cuantificar el grado de mejora. También se desea hacer un estudio sobre cómo afecta la forma de la distribución a la precisión de este método (la anchura de la distribución, su simetría, la posición del valor medio dentro del rango de medida, etc.). Por último, si se concluye que el nuevo método es completamente superior al convencional, se procederá a implementarlo en el difractómetro Malvern HSM 2600 del Área de Mecánica de Fluidos.

6. BIBLIOGRAFÍA

- 1) Malvern HS-2600 User Manual.
- 2) L. P. Baybel et al. Electromagnetic scattering and its applications, 1981.
- 3) Gérard Gouesbet & Gérard Gréhan. Optical Particle Sizing, 1988.
- 4) M. Kerker. The scattering of light and other electromagnetic radiation. Academic, New York. 1969.
- 5) William C. Hinds. Aerosol Technology. John Wiley & Sons, New York, 1998.
- 6) Benjamin Chu, Laser light scattering. Academic, New York, 1974.

Proyectos fin de carrera:

- 7) Título: Instalación para determinación de tamaño de partícula de un spray por difracción láser mediante aplicación de la transformación tomográfica.
Autores: Jorge Luis Lagranja Berges y Francisco Javier Vecino Soler
Director: César Dopazo García. Año: 1986.
- 8) Título: Mejora de la resolución e interface de usuario del sistema de medida dinámica de gotas Malvern 2600.
Autor: Agustín Esbec Albalad
Director: José Ignacio García Palacín
Año: 1997
- 9) Título: Desarrollo de un software para la adquisición de datos de un equipo de difractometría Malvern HS-2600 para determinar el tamaño de burbujas generadas por cavitación
Autor: María Victoria Ferruz Alba
Directores: Luis Manuel Cerecedo Figueroa y Juan Antonio García Rodríguez
Año: 2014