

EMPLEO DEL ANÁLISIS DE IMÁGENES OBTENIDAS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB) PARA LA DETERMINACIÓN DE LA ESFERICIDAD EN LAS PARTÍCULAS DE PVC

P. F. Álvarez Monsalve^a, V. A. Granadillo Morán^{a*}, L.C. Díaz Chacón^{b*} y O. J. Herrera^c

^a Laboratorio de Instrumentación Analítica (LIA), Facultad Experimental de Ciencias, Universidad del Zulia. Maracaibo, Venezuela.

^b Laboratorio de Materiales para Tecnologías Emergentes. Departamento de Investigación y Tecnología de Materiales y Ambiente. Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), Venezuela.

^c Complejo Petroquímico Ana María Campos. Pequiven. Venezuela.

*Corresponding authors, E-mail: lurayni@gmail.com, vgranadillo@luz.edu.ve, phone: +58 261 7597790

Recibido: Febrero 2011. Aprobado: Agosto 2011.

Publicado: Noviembre 2011

RESUMEN

Las imágenes obtenidas a través de la técnica microscopía electrónica de barrido (MEB) pueden ser empleadas para determinar: forma y tamaño de las partículas mediante un análisis computarizado (análisis de imágenes). En esta investigación se determinó por medio del análisis de imágenes, la esfericidad de las partículas de diferentes resinas de policloruro de vinilo (PVC) usando la MEB. Se emplearon 4 diferentes tipos de resinas de PVC las cuales se examinaron por MEB a diferentes magnificaciones (e.g., 100 y 250X). Posteriormente, se empleó el análisis de imágenes para cada una de las imágenes. La morfología que presentaron las partículas de PVC fue similar a unas cotufas; en cuanto a la esfericidad, en la mayoría de las partículas se obtuvieron valores $<0,72$ para los distintos tipos de PVC analizados, lo que indica que no son partículas esféricas perfectas.

Palabras claves: Análisis de imágenes, esfericidad, microscopia electrónica de barrido, PVC.

USING IMAGE ANALYSIS OBTAINED BY SCANNING ELECTRON MICROSCOPY (SEM) FOR DETERMINATION OF SPHERICITY IN PVC PARTICLES.

ABSTRACT

The images obtained by the technique of scanning electron microscopy (SEM) can be used to determine: shape and size of the particles by a computerized analysis (image analysis). In this investigation was determined by image analysis the sphericity of particles in different polyvinyl chloride (PVC) resins using SEM. Were used 4 different types of PVC resins which were examined by SEM at different magnifications (i.e., 100 and 250X). Subsequently, was used image analysis for each micrographs. The morphology of PVC particles had was similar to some popcorn; with to respect the sphericity of the particles most values were <0.72 for the different types of PVC analyzed, indicating that they are not spherical. We conclude that PVC particles are differ from a perfect sphere because the image analysis showed values less than 1, this value being indicative of a perfect sphere.

Keywords: Image analysis, sphericity, scanning electron microscopy, PVC.

INTRODUCCIÓN

El análisis de imágenes es una herramienta muy útil en la medición del tamaño de partículas y de la forma de la misma, no obstante, hay que tener en cuenta diversos parámetros, entre ellos: el diámetro de círculo equivalente, tamaño máximo, tamaño equivalente a un elipse, y diámetro de Ferret (valor máximo o mínimo, de la distancia entre dos pares de tangentes paralelas,

proyectas en la partícula.), entre otras, ya que una representación razonable del tamaño de una partícula debe reflejar su forma. Con el empleo del microscopio electrónico de barrido ó del microscopio óptico, es posible obtener imágenes bidimensionales que pueden ser procesadas por medio de esta técnica, su uso más frecuente es para determinar la morfología, aspecto de la superficie y tamaño [1,2].

El análisis de imágenes obtenidas por medio de la microscopía electrónica de barrido, puede ser empleado como herramienta en la determinación de la morfología y tamaño de partículas en diferentes materiales, debido a que este método presenta la ventaja de calcular la desviación que puede presentar una partícula, de una figura geométrica perfecta [3,4]. El cálculo necesario para conocer la morfología de una partícula es laborioso a la hora de obtener una medida cuantitativa estadísticamente confiable, ya que no sólo difiere de un material a otro, sino también de partícula a partícula en un mismo material.

El cálculo asociado a la morfología de una partícula, puede extraerse de una imagen en dos (2D) o tres dimensiones (3D) [5]. El análisis de imágenes obtenidas por MEB permite extraer datos como: longitud, radio, perímetro, anchura, entre otros, dichos datos permiten calcular la información estadística asociada a la forma, basada en factores individuales, conocidos como: esfericidad, circularidad, aspecto del radio y “chunkiness” (término en inglés que se refiere a el radio de una imagen de su anchura entre su longitud), estos parámetros están disponibles para describir la desviación de una partícula no esférica de una esférica, debido a que todos estos factores deben encontrarse en un rango de 0 hasta 1, siendo 1 el valor asignado para partículas completamente esféricas; de esta manera es posible obtener el porcentaje de esfericidad de una partícula a través del análisis de imágenes en 2D. A pesar de que no se puede conocer con exactitud el porcentaje real de esfericidad de una partícula mostrada de forma plana en una imagen 2D, el cálculo de los factores de forma discutidos en este trabajo proporciona una aproximación del comportamiento de una partícula esférica vista en 3D [6].

Uno de los parámetros que pueden ser determinados a través del análisis de imágenes es la distribución de tamaño de partículas (DTP), la cual puede describirse a través de modelos matemáticos sencillos (basados en una

imagen bidimensional). Estos modelos matemáticos aportan parámetros conocidos como descriptores de partículas entre los que se pueden mencionar: el diámetro equivalente circular del área (D_a), el cual representa la distribución de tamaño en una muestra dada; el diámetro equivalente circular del perímetro (D_p); la longitud (L); y la anchura (W). Estos parámetros permiten determinar los factores de forma tales como: esfericidad, circularidad y aspecto de forma. En este trabajo solo fue tomado en cuenta el factor esfericidad, debido a que es uno de los parámetros más útil para describir la desviación de una partícula no esférica de una esférica. Ambos parámetros, tanto los descriptores de tamaño de partícula y de forma tienen que ser calculados para cada una de las partículas individuales encontradas en las imágenes estudiadas [7].

El objetivo de este trabajo fue analizar y determinar la esfericidad de partículas en resinas de policloruro de vinilo (PVC) a través del análisis de imágenes obtenidas por MEB, a fin de aportar información sobre la distribución de tamaño de partícula y la morfología de este material, parámetro de vital importancia para la industria polimérica venezolana.

MATERIALES Y MÉTODOS

Policloruro de Vinilo (PVC)

El PVC (e.g., Vinilen 115, 140, 145 y 150), empleado se sintetizó en la planta PVC-II del complejo petroquímico “Ana María Campos”, municipio Miranda, estado Zulia, Venezuela.

Microscopía Electrónica de Barrido (MEB)

Se preparó el porta muestra, el cual contenía doce piezas de aluminio donde se colocaron las diferentes muestras de PVC. Este se introdujo en el recubridor iónico (marca SPI-module Sputter-Coter) durante un tiempo inicial de 15 min., hasta obtener una presión de 0,1 pascal. Posteriormente, se comenzó a pasar un voltaje (ca. 1000 V) necesario para recubrir con oro al PVC, esto fue por un tiempo de 100 s hasta obtener un espesor de 300 Å en

la muestra de PVC, esto para evitar interferencias durante la obtención de las imágenes por MEB. Luego del recubrimiento con oro, se procedió a obtener las imágenes por MEB empleando un microscopio marca Hitachi modelo S-250) a diferentes magnificaciones (e.g., 100 y 250X) con un voltaje constante de 8 kV, las cuales se tomaron por triplicado para cada uno de los Vinilen estudiados.

Descriptores de Tamaño de Partícula y de Forma

Los descriptores que se emplearon para determinar la esfericidad de las partículas abarcaron los parámetros que se muestran en la Tabla I.

Tabla I. Descriptores de tamaño y de formas de partículas empleados en el análisis de imágenes

Parámetro	Símbolo	Formula
Diámetro equivalente circular del área	D_a	$D_a = 2 \sqrt{\frac{A}{\pi}}$
Diámetro equivalente circular del perímetro	D_p	$D_p = \frac{P}{\pi}$
Longitud	L	$L = F_{max}$
Anchura	W	$W = F_{min}$ ó $W = \frac{A}{L} = \frac{A}{F_{max}}$
Esfericidad	S	$S = \frac{4 \pi A}{P^2} = \left(\frac{D_a}{D_p}\right)^2$
Circularidad	C	$C = \frac{4 A}{\pi F_{max}^2} = \frac{4 A}{\pi L^2}$
Aspecto radio	AR	$AR = \frac{L}{W}$
Chunkiness	Ch	$Ch = \frac{1}{AR} = \frac{W}{L}$

A: área; P: perímetro; π : 3,14; F_{max} o F_{min} : Es el valor máximo o mínimo de la distancia entre dos pares de tangentes paralelas proyectadas en la partícula.

Análisis de Imágenes

El análisis de imágenes se realizó por medio del programa computacional Digimizer® (Versión 3.7) necesario para los cálculos de los descriptores de tamaño de partículas y de forma. Se trabajó a una ampliación en cada imagen de 740% (Figura 1) para realizar la conversión de pixel a micrómetros a través de la medición de la micromarca. Este valor de pixel fue verificado con otro programa para el análisis de imágenes: Image Pro Plus® versión 6 de la compañía Media Cybernetics USA, obteniéndose él mismo resultado que por el Digimizer®. Posteriormente, se trabajó a una ampliación de 300% para los cálculos individuales de cada partícula de PVC (Figura 2), tomando en cuenta que las partículas estuvieran en su forma completa. Esto significa que no estén cortadas por los bordes de la imagen ni estén solapadas por otras partículas. Por último, se realizó una verificación a una ampliación de 120% para observar si se analizaron correctamente las partículas de las imágenes (Figura 3).

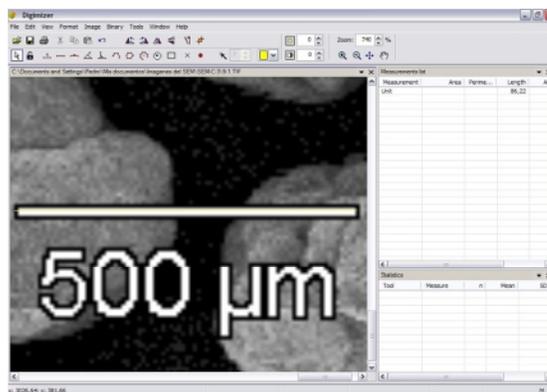


Fig.1. Transformación de la micromarca de pixel a micrómetros.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Se tomaron tres imágenes por muestra, por cada grado para cada uno de los tres lotes escogidos, se observó la

morfología del material encontrándose partículas similares a una cotufa (palomitas de maíz o popcorn), tal y como se muestra en la Figura 4. Por otra parte, se procedió a realizar el estudio y la evaluación de las imágenes obtenidas, analizando las partículas de forma individual para cada una de cada micrografía y tomando como n el número total de partículas encontradas en cada imagen, determinando (longitud, anchura, perímetro y área), valores necesarios tanto para el cálculo de los descriptores de tamaño como los descriptores de forma.

Los factores asociados a la forma como la esfericidad, circularidad y chunkiness se emplearon para caracterizar las diferentes resinas de PVC (Tabla II). El intervalo empleado de estos factores fue desde 0 a 1, siendo 0 el valor para partículas que no tienen forma esférica y 1, para una esfera perfecta [4]. Los valores obtenidos, demuestran la alta desviación que poseen las partículas de PVC de una partícula esférica perfecta, corroborando la morfología vista por MEB. La dispersión del cálculo de los datos obtenidos del análisis de imágenes (Tabla II), fue determinada a través de la ecuación estadística de la desviación estándar para un número n de 80 partículas.

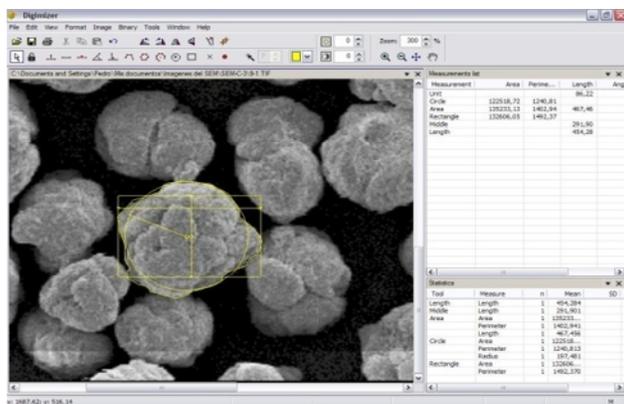


Fig. 2. Análisis individual para cada partícula de PVC por medio del software Digimizer®.

En las figuras 5-7 se muestran las distribuciones para cada uno de los factores de forma de las partículas de PVC en las cuales el eje de las abscisas, X , representa los diámetros equivalentes del área circular para cada una de

las partículas analizadas y en eje de las ordenadas, Y , está representado cada uno de los factores antes mencionados.

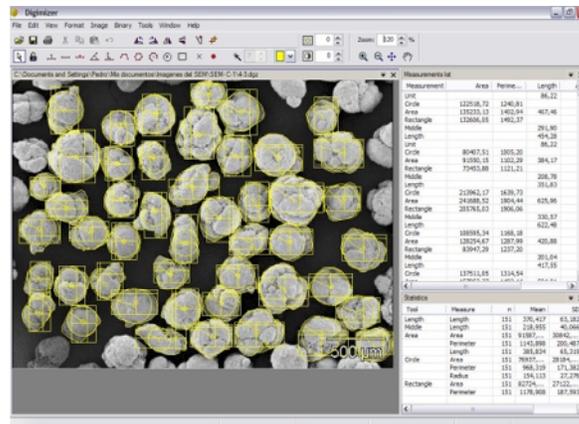


Fig. 3. Análisis completo de una micrografía para los cálculos de los descriptores de tamaño de partícula.

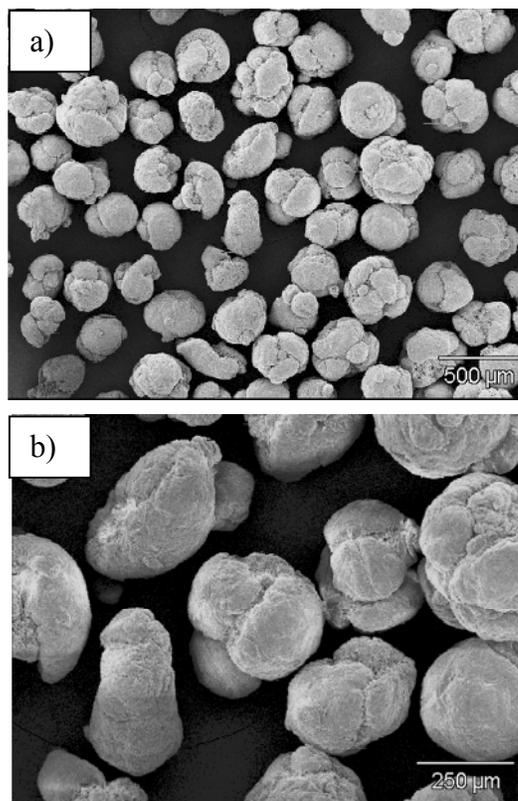


Fig. 4. Imagen de una muestra de PVC, recubierta en oro: (a) Magnificación: 100 X y Voltaje: 8 kV; (b) Magnificación: 250 X y Voltaje: 8 kV.

Se puede observar que los tres factores proporcionan información similar en cuanto a la forma, mostrando que las partículas de PVC para los diferentes Vinilen no son perfectamente esféricas, debido a que los factores de

forma son <1. Sin embargo, analizando la tabla y gráficas obtenidas se encontró que existen diferentes formas de partículas en las resinas (e.g., esférica y no esféricas) de las cuales predomina la forma irregular o no esférica. Por otra parte, los datos experimentales muestran ligeras desviaciones estándar en los factores de forma, indicando la uniformidad en el análisis de los parámetros calculados, la dispersión observada en las figuras 5-7 es atribuida a las desviaciones de la forma de la partícula y no a errores en el cálculo realizado. La esfericidad para los Vinilen fue $115 > 145 > 150 > 140$.

Tabla II. Valores de los diferentes factores medidos por análisis de imágenes.

Vinilen	Esfericidad	Circularidad	Aspecto de forma
140	$0,66 \pm 0,08$	$0,64 \pm 0,10$	$0,62 \pm 0,07$
115	$0,72 \pm 0,13$	$0,70 \pm 0,13$	$0,60 \pm 0,08$
150	$0,70 \pm 0,08$	$0,66 \pm 0,13$	$0,64 \pm 0,10$
145	$0,70 \pm 0,08$	$0,65 \pm 0,12$	$0,62 \pm 0,07$

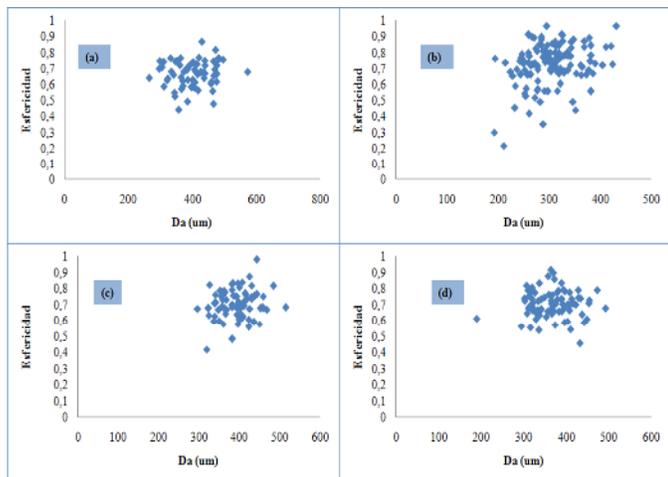


Fig. 5. Factor de forma: esfericidad de la partícula de PVC del primer lote (Vinilen) determinada por análisis de imágenes: (a) 140; (b) 115; (c) 150; y (d) 145.

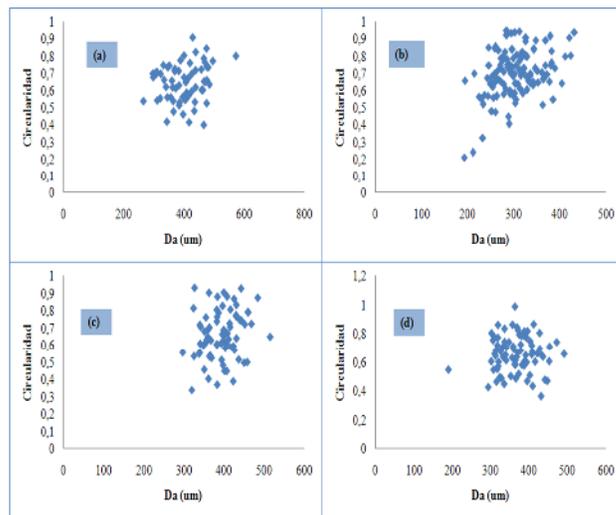


Fig. 6. Factor de forma: circularidad de la partícula de PVC del primer lote (Vinilen), medida por análisis de imágenes: (a) 140; (b) 115; (c) 150; y (d) 145.

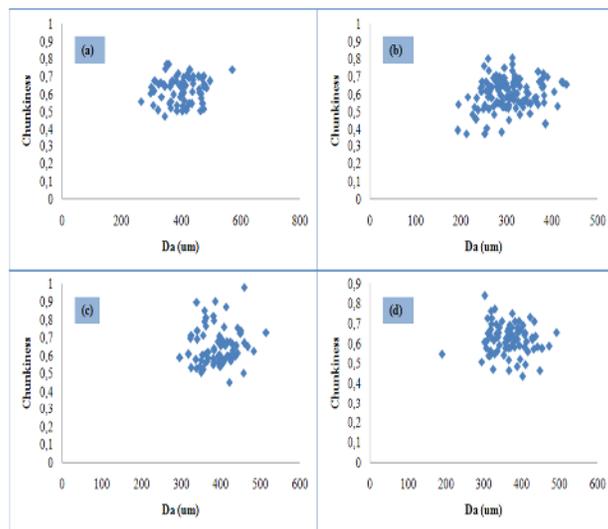


Fig. 7. Factor de forma: chunkiness de la partícula de PVC del primer lote (Vinilen) medida por análisis de imágenes: (a) 140; (b) 115; (c) 150; y (d) 145.

CONCLUSIÓN

Se determinó a través del análisis de imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido, que las resinas de PVC poseen una distribución de tamaño y forma, encontrándose partículas con esfericidad en un rango comprendido de 0,66 a 0,72 poniendo de manifiesto la irregularidad de dichas partículas. Se recomienda la técnica de análisis de imágenes para la determinación de los factores de forma ya que se obtiene resultados con

rapidez, precisión y exactitud en las mediciones. Además, los costos de los sistemas computacionales actuales de análisis de imágenes son bajos; siendo estos sistemas rápidos y de fácil operación.

AGRADECIMIENTO

Se agradecen los cofinanciamientos parciales otorgados por el LIA, LUZ, PEQUIVEN y FUNDACITE-ZULIA que ayudaron a llevar a cabo esta investigación y al LAQUEM-ULA por la toma de las imágenes.

REFERENCIAS

- [1] Mertens, G; Elsen, J. (2006) "Use of computer assisted image analysis for the determination of the grain-size distribution of sands used in mortars", *Cement. Concrete. Res.*, 36, 1453.
- [2] Yu, W; Hancock, B. (2008) "Evaluation of dynamic image analysis for characterizing pharmaceutical excipient particles", *Int. J. Pharm.*, 361, 150-151.
- [3] Ma, Z; Merkus, H; Smet, J; Heffels, C; Scarlett, B. (2000) "New developments in particle characterization by laser diffraction: size and shape", *Powder. Technol.*, 111, 66-69.
- [4] Wang, W. (2006) "Size and shape measure of particles by image analysis", *Lect. Notes. Comput. Sc.*, 4040, 253.
- [5] Xu, R. (2000). "Particle size and shape analysis using laser scattering and image analysis", *Rev. Lat. Met. Mater.*, 20, 83.
- [6] Jilavenkatesa, A; Dapkunas, S; Lum, L. (2001) "Particle size characterization", *National Institute of Standards and Technology (NIST)*, 960-1, 69-124.
- [7] Li, M; Wilkinson, D; Patchigolla, K. (2005) "Comparison of particle size distributions measured using different techniques", *Particul. Sci. Technol.*, 23, 265-266.