

FACTORES QUE INFLUYEN EN LA ESTIMACIÓN DEL TAMAÑO DE PARTÍCULA PROMEDIO POR DISPERSIÓN DE LUZ DINÁMICA PARA NANOPARTÍCULAS

Karla M. Berthely Cardoso, Norma González Rojano
Dirección General de Metrología de Materiales, ProMetNano, Centro Nacional de Metrología
Km 4.5 Carretera a los Cués, El Marqués, Querétaro
442 2110500, Kberthe@cenam.mx, ngonzale@cenam.mx

Resumen: La técnica de dispersión de luz dinámica (DLS) es una de las técnicas más utilizadas por la industria para la determinación del tamaño de nanopartículas promedio en medio líquido. Sin embargo, se ha observado que la medición confiable de partículas en la nanoescala por esta técnica se ve influenciada por varios factores, aun partiendo de materiales de referencia, siendo uno de estos factores el proceso de preparación de la muestra, entre otros. En este trabajo se presentan algunos de los factores evaluados en la medición del diámetro promedio de nanopartículas inorgánicas y orgánicas.

1. INTRODUCCIÓN

La dispersión de luz dinámica (DLS, por sus siglas en inglés) es una técnica empleada para la determinación del tamaño de partícula promedio en suspensión, o macromoléculas en solución tales como proteínas o polímeros. No obstante, en la medición del diámetro de partícula promedio (diámetro hidrodinámico) hay varios parámetros que pueden influir en la medición de acuerdo a la ecuación de Stokes-Einstein [1]. Aunque el tamaño de partícula es el determinante primario del coeficiente de difusión medido, otros parámetros pueden intervenir en estas mediciones e influir en el tamaño medido como la temperatura, la concentración, viscosidad y el índice de refracción del medio de dispersión. Por lo tanto, es importante evaluar los factores que influyen para realizar mediciones de manera precisa del tamaño de partículas en la nanoescala. En este trabajo se utilizaron materiales de referencia con un valor del tamaño promedio de partícula conocido para identificar algunos de los factores que pueden influir en la medición de nanopartículas.

2. DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para la evaluación de los factores que influyen en la medición del tamaño de partícula promedio en materiales en la nanoescala, se utilizaron materiales de referencia de nanopartículas.

2.1. Materiales y equipo

Los equipos utilizados fueron un analizador de tamaño de partícula Malvern Zetasizer Nano-S utilizando los siguientes parámetros de medición: longitud de onda láser de 632.8 nm (láser He-Ne),

ángulo de dispersión 173°, número de mediciones 3 (13 repeticiones), la viscosidad e índice de refracción del medio de dispersión (agua) son 0.8872 mPa.s y 1.330, respectivamente a 25 °C.

El medio de dispersión utilizado fue agua obtenida del sistema ELGA. Los materiales de referencia utilizados fueron el RM 8012 Gold nanoparticles con un valor de referencia del diámetro de partícula de 28.6 nm \pm 0.9 nm [2] y el SRM 1963a Polystyrene spheres con un valor de referencia del diámetro modal de 101.8 nm \pm 1.1 nm [3].

2.2. Preparación de las muestras y procedimiento de medición

El proceso general utilizado para la preparación de las muestras consistió en enjuagar las cubetas con agua de medición filtrada y se dejaron secar previo a su uso. El medio de dilución, agua, se filtró previo a la preparación de la muestra. La concentración inicial de la muestra fue la concentración original del material de referencia utilizado. Las muestras se filtraron al momento de transferirlas a la cubeta tomando una cantidad mínima necesaria para completar el nivel del líquido requerido para la medición y evitando la formación de burbujas. En todos los casos, la filtración se realizó usando una membrana de PVDF de tamaño de poro de 0.22 μ m.

3. RESULTADOS

3.1 Influencia de la temperatura de medición

Las nanopartículas de oro (NP-Au) se midieron tomando una alícuota de 1.2 mL de este material de referencia que se transfirió directamente a la cubeta de medición sin dilución previa y siguiendo las instrucciones de uso dadas en el reporte de

investigación de este material. La medición de la muestra se realizó 3 veces en diferentes días a 20 °C y 25 °C de temperatura, los resultados se muestran en la tabla 1.

Tabla 1. Resultados de la medición de NP-Au a diferentes temperaturas.

Material de referencia	Temperatura de medición, °C	Tamaño de partícula promedio (diámetro), nm
RM 8012	20	27.6 ± 0.1
RM 8012	25	28.1 ± 0.1

± desviación estándar de 6 mediciones

3.2 Influencia del tipo de material y la concentración

La medición de esferas de poliestireno de tamaño nanométrico (NP-PS) se realizó transfiriendo aproximadamente 1.2 mL del material directamente a la cubeta de medición sin dilución previa y siguiendo las instrucciones de uso dadas en el certificado de este material. Adicionalmente, se midió una serie de diluciones de concentración de masa 52.8 mg/L, 26.4 mg/L y 52.8 µg/L del material de referencia utilizando agua de medición filtrada. En la figura 1 muestra los resultados obtenidos.

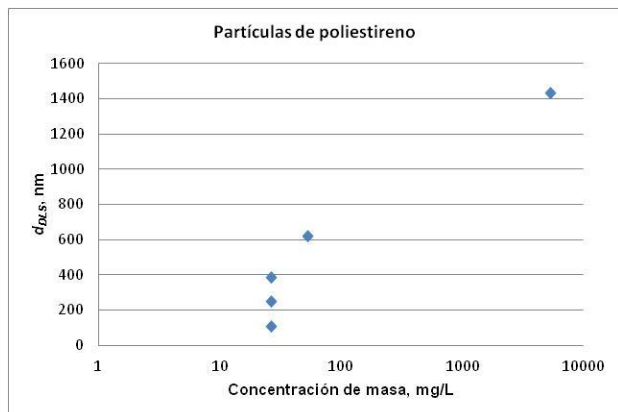


Fig. 1. Efecto de la concentración en el tamaño de partícula.

La medición a la concentración de masa de 52.8 µg/L no proporcionó un valor de diámetro promedio de partícula congruente, es probable que se deba a la concentración es tan baja que pudo haber afectado la relación señal-ruido y la medición estuvo sujeta a la partículas presentes en el medio de dispersión.

4. DISCUSIÓN

En la medición del diámetro promedio de partículas por DLS, la viscosidad y el índice de refracción del medio de dispersión dependen de la temperatura. De aquí que, en la medición de la suspensión de NP-Au a diferente temperatura, se observó que el valor del diámetro promedio obtenido a 20 °C está por debajo del intervalo de incertidumbre del valor de referencia. Mientras que a 25 °C, el diámetro promedio medido está dentro del intervalo de incertidumbre de valor de referencia de este material.

En nanopartículas de tipo orgánico como las de poliestireno, se observó la aglomeración de las nanopartículas en la suspensión del material de referencia, efecto que no se observó en las NP-Au que son de tipo inorgánico. Conforme la suspensión se fue diluyendo, el diámetro promedio disminuyó (Fig. 1) y se acercó más al valor de referencia del material cuando se filtró la suspensión. Es probable que este efecto pueda deberse a interacciones atractivas interpartícula.

5. CONCLUSIONES

En la medición del tamaño promedio de nanopartículas en medio líquido por DLS es importante evaluar los factores que influyen para obtener resultados confiables. La temperatura de medición es uno de estos factores, al igual que las características físicas y químicas del nanomaterial a medir.

AGRADECIMIENTOS

Para la realización de este trabajo se agradece al SIDEPRO del CENAM por la beca otorgada.

REFERENCIAS

- [1] A. Cuadros-Moreno, R. Casañas Pimentel, E. San Martín-Martínez, J. Yáñez Fernández; "Dispersión de luz dinámica en la determinación de tamaño de nanopartículas poliméricas"; 2014.
- [2] National Institute of Standard and Technology, "Report of Investigation. Reference Material 8012 Gold nanoparticles, nominal 30 nm diameter", Estados Unidos de América, 2012.
- [3] National Institute of Standard and Technology, "Certificate of Analysis. Standard Reference Material 1963a Nominal 100 nm diameter polystyrene spheres", Estados Unidos de América, 2014.