

"2013, Año de la Lealtad Institucional y Centenario del Ejército Mexicano"

DIRECCIÓN  
SUBDIRECCIÓN ACADÉMICA  
DIVISIÓN DE ESTUDIOS PROFESIONALES  
Tuxtla Gutiérrez, Chiapas 05 JUNIO 2013

OFICIO NUM. DEP-CT-142-2013

**C. ARTURO ABADIA CHANONA, ENRIQUE IGNACIO CONSTANTINO SILVA**  
PASANTE DE LA CARRERA DE INGENIERÍA ELECTRÓNICA  
EGRESADO DEL INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ.  
P R E S E N T E.

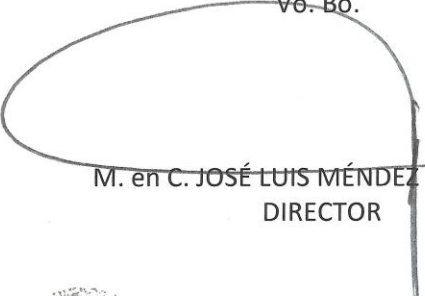
Habiendo recibido la comunicación de su trabajo profesional por parte de los CC. M.C. RAUL MORENO RINCON, M.C. ALDO ESTEBAN AGUILAR CASTILLEJOS, M.C. ANGEL SEIN PEREZ RODRIGUEZ En el sentido que se encuentra satisfactorio el contenido del mismo como prueba escrita, **AUTORIZO** a Usted a que se proceda a la impresión del mencionado Trabajo denominado:

**"ESPARCIAMIENTO ANGULAR DE NANOPARTÍCULAS METÁLICAS DE ORO EN LA REGION INFRARROJA"**

Registrado mediante la opción:  
**III (PROYECTO DE INVESTIGACIÓN)**

**ATENTAMENTE**  
**"CIENCIA Y TECNOLOGÍA CON SENTIDO HUMANO"**

  
M.I. APOLINAR PÉREZ LÓPEZ  
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS PROFESIONALES

Vo. Bo.  
  
M. en C. JOSÉ LUIS MÉNDEZ NAVARRO  
DIRECTOR

C.c.p.- Departamento de Servicios Escolares  
C.c.p.- Expediente  
I'JLMN/M'APL/I'eeam



Secretaría de Educ. Pública  
Instituto Tecnológico  
de Tuxtla Gutiérrez  
Div. de Est. Profesionales



SUBSECRETARÍA DE EDUCACIÓN SUPERIOR

DIRECCIÓN GENERAL DE EDUCACIÓN SUPERIOR  
TECNOLÓGICA

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TUXTLA GUTIÉRREZ



SECRETARÍA DE  
EDUCACIÓN PÚBLICA



**SEP**

**TRABAJO PROFESIONAL  
COMO REQUISITO PARA OBTENER EL TITULO DE:**

**INGENIERO ELECTRÓNICO**

**QUE PRESENTA:**

**ARTURO ABADÍA CHANONA  
ENRIQUE IGNACIO CONSTANTINO SILVA**

**CON EL TEMA:**

**“ESPARCIMIENTO ANGULAR DE NANOPARTÍCULAS  
METÁLICAS DE ORO EN LA REGIÓN INFRARROJA”**

**MEDIANTE:**

**OPCION III  
(PROYECTO DE INVESTIGACION)**

**TUXTLA GUTIERREZ, CHIAPAS**

**SEPTIEMBRE 2013**



## DEDICATORIA

Este trabajo de investigación se lo dedico a mi Dios quién supo guiarme por el buen camino, darme fuerzas para seguir adelante y no desmayar en los problemas que se presentaban, enseñándome a encarar las adversidades sin perder nunca la dignidad ni desfallecer en el intento.

A mi familia quienes por ellos soy lo que soy, por su apoyo, consejos, comprensión, amor, ayuda en los momentos difíciles, y por ayudarme con los recursos necesarios para estudiar. Me han dado todo lo que soy como persona, mis valores, mis principios, mi carácter, mi empeño, mi perseverancia, mi coraje para conseguir mis objetivos.

Al Dr. Juan Luis Pichardo Molina por su amabilidad, buena disposición, paciencia, por el tiempo que dedico para que este trabajo culminara exitosamente, un agradecimiento sincero.

Al M.C. Raúl Moreno Rincón, por ser más que un asesor y apoyar para que lleváramos acabo el proceso de titulación de manera exitosa.

Al Centro de Investigación en Óptica por brindarnos la oportunidad de realizar nuestra Residencia Profesional en sus instalaciones y la perfecta atención brindada.

Al Instituto Tecnológico de Tuxtla Gutiérrez y maestros por darme la oportunidad de estudiar y ser un profesional.



# ÍNDICE DE TEMAS

## Capítulo I

### 1 Introducción

1.1 Problemática-----	1
1.2 Hipótesis -----	1
1.3 Objetivo General -----	2
1.4 Objetivos Específicos -----	2
1.5 Justificación del montaje de DLS -----	2
1.6 Alcances -----	4
1.7 Limitaciones -----	4

## Capítulo II

### 2 Espacio del Trabajo

2.1 Antecedentes Históricos del CIO -----	6
2.2 Misión y Visión -----	7
2.2.1 Misión -----	7
2.2.2 Visión -----	7
2.2.3 Objetivos Estratégicos -----	7
2.2.4 Estrategias Clave -----	8
2.3 Departamento De La Institución Receptora Involucrado-----	8
2.3.1 División Fotónica -----	8
2.3.2 Laboratorio de Espectroscopia Médica -----	8
2.3.3 Laboratorio de Microscopia de Transmisión Electrónica-----	9

## Capítulo III

### 3 Marco Teórico

3.1 Antecedentes -----	10
------------------------	----

3.2	Dispersión de luz -----	11
3.3	Dispersión Rayleigh -----	11
3.4	Teoría de Mie -----	13
3.5	Técnicas de Caracterización -----	14
3.5.1	Dispersión Dinámica de luz láser (DLS) -----	15
3.5.2	Esparcimiento Multi-ángulo de luz láser -----	17
3.5.3	Espectroscopia de Absorción UV-Vis -----	17
3.5.4	Microscopia de Transmisión Electrónica -----	19

## Capítulo IV

### 4 Desarrollo del Proyecto

4.1	Síntesis de Nanopartículas -----	21
4.1.1	Síntesis de nanoestrellas de oro -----	21
4.1.2	Síntesis fotoquímica de decaedros de plata -----	23
4.2	Diseño Experimental -----	25
4.2.1	Sistema Experimental De Esparcimiento De Luz Láser -----	25
4.3	Adquisición De Datos -----	27
4.4	Procesamiento De Datos -----	30

## Capítulo V

### 5 Resultados

5.1	Esparcimiento Dinámico de luz (DLS) -----	33
5.2	Distribución Multi-ángulo Del Esparcimiento De Luz Láser -----	36
	Conclusiones -----	41
	Referencias bibliográficas -----	42

## ÍNDICE DE IMÁGENES

<b>Figura 3.1.</b> Distribución angular del esparcimiento de luz láser de nanopartículas de silica de 3 $\mu$ m -----	14
<b>Figura 3.2.</b> Sistema experimental de esparcimiento dinámico de luz láser para medir distribución de nano-partícula -----	16
<b>Figura 3.3.</b> Componentes que integran el Espectrómetro, Lámpara de luz blanca (izq.), porta muestras (centro) y espectrómetro (der.)-----	18
<b>Figura 3.4.</b> En la figura se muestra un microscopio convencional de transmisión electrónica -----	20
<b>Figura 4.1.</b> Espectro de Absorción de Nanopartículas metálicas de oro -----	22
<b>Figura 4.2.</b> Imagen TEM de nanoestrellas de oro -----	23
<b>Figura 4.3.</b> Evolución Espectral de Nanopartículas metálicas de plata irradiado con luz azul -----	24
<b>Figura 4.4.</b> Imagen TEM de nanodecaedros de plata -----	25
<b>Figura 4.5.</b> Sistema experimental DLS Y de distribución angular del esparcimiento de luz láser. 1) Diodo láser (532nm), 2). Modulador mecánico, 3) expansor e haz, 4) Lente, 5) Muestra, 6) Detector, 7) Motor a pasos, 8) Barra acopladora, 9) Lock-in Amplificador. -----	26
<b>Figura 4.6.</b> Diagrama de Flujo -----	27
<b>Figura 4.7.</b> Imagen del programa que se implementó para el control del motor de pasos y el amplificador lock-in, así como la adquisición de datos -----	30
<b>Figura 4.8</b> Captura de pantalla de Microcal Origin 8 software utilizado para procesar los datos -----	31
<b>Figura 5.1.</b> Distribución de nanopartículas esféricas de un polímero -----	33
<b>Figura 5.2.</b> Distribución de nanopartículas esféricas de poliestireno -----	34
<b>Figura 5.3.</b> Distribución de nanopartículas de plata con morfología de decaedros -----	35

<b>Figura 5.4</b> Nanopartículas esféricas de un polimero con diametro de 330nm -----	37
<b>Figura 5.5.</b> Nanopartículas esféricas de poliestireno con diametro de 555nm -----	38
<b>Figura 5.6.</b> Nanopartículas metálicas de oro con morfología de decaedros -----	39
<b>Figura 5.7.</b> Nanopartículas metálicas de oro con morfología de estrellas con un diametro de 150nm -----	40

# Capítulo 1

## 1. INTRODUCCION

### 1.1. PROBLEMÁTICA

La línea de investigación principal del laboratorio de espectroscopia medica se enfoca en la creación de nanopartículas metálicas mediante síntesis por reducción química para fines biomédicos, esto nos lleva a conocer las características morfológicas y ópticas de las nanopartículas metálicas indispensables para la investigación. Siendo el principal problema la carencia de un sistema que ayude a conocer la morfología de nanopartículas metálicas.

Esto conlleva al diseño mecánico que adapte o acople todos los elementos ópticos que integran el sistema de esparcimiento angular, siendo esta la técnica que se implementara para conocer la morfología de las nanopartículas metálicas, buscando un funcionamiento óptimo y eficiente del conjunto.

Para lograr obtener un funcionamiento eficiente en el sistema se debe tomar en cuenta la modulación de la fuente de luz láser, al no tener una fuente laser modulada el detector es capaz de recibir señales externas a las emitidas por la muestra a analizar, obteniendo señales ruidosas, con poca información y posiblemente erróneas. A esto podemos sumar la alineación de la muestra, y, todos los componentes ópticos, los reflejos ocasionados por el material del contenedor de las nanopartículas impiden que se lleve a cabo una buena medición, obteniendo información errónea.

### 1.2. HIPOTESIS

Las técnicas de dispersión tales como dispersión estática o multi-ángulo y dinámica de luz (SLS y DLS respectivamente por sus siglas en inglés) son una opción relativamente económica y puede ser implementada de manera simple.



### **1.3. OBJETIVO GENERAL**

Implementar la técnica de esparcimiento multi-ángulo de luz para la caracterización de nanopartículas, así como del uso de técnicas complementarias como la espectroscopia de absorción óptica.

### **1.4. OBJETIVOS ESPECIFICOS**

1. Implementar la técnica de SLS para la caracterización de nanopartículas
2. Diseño mecánico que acople los elementos ópticos.
3. Modulación de la fuente de luz laser
4. Alineación de la muestra y de los elementos ópticos.
5. Calibrar el sistema SLS usando nanopartículas comerciales como estándar
6. Síntesis de nanopartículas de oro por reducción química
7. Llevar a cabo la correspondiente caracterización morfológica y distribución de tamaño de nanopartículas sintetizadas mediante imágenes de microscopia de transmisión electrónica (TEM).

### **1.5. JUSTIFICACIÓN DEL MONTAJE DE SLS**

Este trabajo se centra en la caracterización de nanopartículas metálicas de oro y plata, las cuales tiene un potencial muy amplio en diversas áreas de la investigación científica. Para llevar a cabo dicha caracterización se usa de manera convencional las técnicas de microscopia de transmisión electrónica, barrido electrónico y fuerza atómica. Sin embargo, el costo del equipo es muy elevado, inclusive el pago por servicio sigue siendo muy costoso. Es por eso que se implementara la técnica de SLS para la caracterización de nanopartículas metálicas de oro y plata, pues esta requiere de instrumentación relativamente simple y de bajo costo.

La ventaja de esta técnica con respecto a las técnicas TEM; SEM y AFM es que una vez que se conoce por primera vez el tamaño de las partículas (digamos por TEM), es posible monitorear futuras síntesis usando los parámetros obtenidos de TEM, y de esta forma el análisis puede llevarse a cabo prácticamente en tiempo real, además SLS y DLS ofrecen directamente la distribución de tamaño de las nano-partículas presentes a diferencia de las técnicas TEM y AFM en las que se debe hacer un análisis estadístico de toda una serie de imágenes de las partículas en estudio.

El sistema está basado en cuatro elementos ópticos, un beam expander, y tres lentes de 200mm, 10mm, 5mm respectivamente. Estos elementos ópticos nos ayudan a tener una señal de la fuente de luz láser en óptimas condiciones, es decir el beam expander permite aumentar el diámetro de un haz de entrada sin afectar sus propiedades ópticas, este se hace pasar por una primera lente cuya distancia focal es de 200mm reduciendo el spot y concentrándolo en el diámetro más pequeño posible esto es porque en ese momento el haz presenta la máxima potencia, es por esto que la muestra deberá ser colocada justamente en donde se encuentre la cintura de láser, las dos últimas lentes se ubican detrás de la muestra y son las encargadas de enfocar el esparcimiento de luz hacia el detector.

Una vez perfeccionado el montaje del sistema, será capaz de analizar el comportamiento de nanopartículas, conocer su morfología así como la distribución de tamaño, todo esto mediante el esparcimiento angular de luz que producirán debido al haz que se hará incidir sobre ellas y a su vez a la comparación que se realizará con el estándar de resultados que previamente se sacará con el Microscopio de Transmisión Electrónica (TEM).

## **1.6. ALCANCES**

Se diseñará e implementara la técnica de esparcimiento multi ángulo de luz, el cual muestra la distribución de las nanopartículas analizadas en una región específica.

Se cuenta con una fuente de luz laser con una longitud de onda de 532nm, es por esto que las nanopartículas a analizar deberán presentar un pico de absorción ligeramente lejano de la longitud de onda de la fuente de luz.

Un buen esparcimiento se debe a que la morfología de las nanopartículas tiene una forma no uniforme y con una buena cantidad de aristas, provocando que el esparcimiento sea mayor al de nanopartículas planas. Es por esto que al contar con nanopartículas en forma de estrellas y decaedros en nuestro análisis, el esparcimiento angular es bueno, favoreciendo la técnica.

## **1.7. LIMITACIONES**

Como principal limitación con la que se cuenta para el desarrollo de este proyecto es el tiempo destinado para el mismo, ya que se requerirá de equipo especializado para el desarrollo de la investigación ya que deberá importarse de otros países obstruyendo un poco con el avance programado del proyecto.

Una de las limitaciones que se tiene es que no se puede analizar nanopartículas cuyo pico de absorción se encuentre en el rango de nuestra fuente de luz láser, los resultados no serían eficientes porque el fenómeno que se estaría analizando sería absorción.

Las nanopartículas cuya morfología es plana y sin aristas no podrán ser analizadas debido a que su esparcimiento es muy bajo y queda fuera del rango de medición de nuestro sistema.

Para la captura y almacenamiento de los datos obtenidos se presentan limitaciones tales como la velocidad de captura por el detector y el lock-in, también

de que no se puede medir los 360 grados ya que en varios puntos el detector se atraviesa justo donde incide el láser y este hace que la muestra no presente esparcimiento de luz por lo tanto se consideran a esos puntos como ciegos.

# Capítulo 2

## 2. ESPACIO DE TRABAJO

### 2.1. ANTECEDENTES HISTÓRICOS DEL CIO

Acorde con el objetivo que el CONACYT estableció desde sus inicios, el fomentar una cultura competitiva basada en el desarrollo científico y tecnológico, enmarcando sus acciones en las políticas y objetivos del Plan Indicativo de Ciencia y Tecnología 1976-1982, el Consejo tuteló la fundación del Centro de Investigaciones en Óptica, Asociación Civil, (CIO), en la ciudad de León Gto. Dicho proceso de creación tuvo su inicio legal el 18 de Abril de 1980, en un acto protocolario en el que se levantó el acta constitutiva de la nueva institución, donde aparecen como firmantes quienes en la época eran autoridad en niveles de gobierno y dependencias oficiales: el Dr. Edmundo Flores, Director General del CONACYT, el Dr. Guillermo Soberón Acevedo, Rector de la UNAM, el Lic. Enrique Velasco Ibarra, Gobernador Constitucional del Estado de Guanajuato y el Lic. Harold Gabriel Appetl, Presidente del Ayuntamiento Constitucional de la Ciudad de León Gto.

Así, en abril de 1980 el CIO se funda en León e inicia labores en un piso rentado de un edificio del primer cuadro de la ciudad con un investigador y 3técnicos (el propio Dr. Malacara, el entonces M.C. Arquímedes Morales Romero y los Ingenieros José Castro Villicaña y Carlos Javier Martínez Castro, comisionados todos por la UNAM), desarrollando investigación en el área de la instrumentación óptica, fundamentalmente en el área de telescopios astronómicos y superficies ópticas.

Se dieron también los primeros pasos para hacer crecer el número de su personal y las áreas de trabajo (que era una de las más urgentes necesidades para crecer y consolidarse, pues había sido ésta también una de las condiciones impuestas por el Consejo y la Universidad Nacional para apoyar el traslado del proyecto a

Guanajuato) y lo que es más importante, se inició la divulgación de temas científicos y de la óptica en las instituciones educativas de nivel medio y superior que existían en esa época, impartiendo cursos en diferentes carreras y dirigiendo tesis con temáticas científicas, tanto en instituciones de la ciudad como en la región central del país.

## **2.2. MISIÓN Y VISIÓN**

### **2.2.1. MISIÓN**

El Centro de Investigaciones en Óptica, A.C., es un centro público de investigación dedicado a la investigación básica y aplicada, la formación de recursos humanos de alto nivel en el campo de la óptica, así como al fomento de la cultura científica en la sociedad.

### **2.2.2. VISIÓN**

Ser un centro de investigación de excelencia, con liderazgo nacional y reconocimiento internacional creciente en el campo de la óptica, ocupando un lugar central en el desarrollo de la ciencia y la tecnología de nuestro país.

### **2.2.3. OBJETIVOS ESTRATÉGICOS**

Son la primera instancia institucional que orienta y da sentido a todas y cada una de las actividades sustantivas y de apoyo en el Centro, así como, a las tareas cotidianas que desarrollan todos y cada uno de sus colaboradores. En este sentido los objetivos estratégicos del CIO son:

1. Contribuir al conocimiento científico internacional, a través de la investigación teórica y experimental en óptica y disciplinas afines.
2. Fortalecer la capacidad científica y tecnológica humana del país con nivel internacional, a través de programas de estudio de especialización y posgrado.

3. Contribuir al crecimiento tecnológico del país, a través del desarrollo y/o la transferencia de tecnología.

4. Contribuir al desarrollo de una cultura científica en la sociedad mexicana, a través de la divulgación y difusión del conocimiento científico universal.

#### **2.2.4. ESTRATEGIAS CLAVE**

1. Promover acciones para recibir fondos de diversas fuentes para financiamiento de sus actividades.

2. Mantener un alto nivel académico, que se refleje en el éxito y el reconocimiento de nuestra institución. La capacitación y la motivación serán siempre perseguidas y la administración será transparente, eficaz y servicial laborando con los lineamientos claros de sus autoridades. La equidad, el respeto a las personas y a su trabajo, la capacidad creativa y la libertad con responsabilidad, son valores que se reconocerán y se promoverán continuamente.

### **2.3. DEPARTAMENTO DE LA INSTITUCIÓN RECEPTORA INVOLUCRADO**

#### **2.3.1. DIVISIÓN FOTÓNICA**

La División Fotónica trabaja en coordinación con la Dirección de Investigación, y esta a su vez con las otras Direcciones de Área, para fortalecer las líneas de investigación existentes, proponer mecanismos para estimular la productividad científica-académica-tecnológica y de innovación entre los investigadores de su División, ayudar en la solución de problemas que pudieran surgir en los Grupos de investigación existentes, así como promover nuevas líneas que conlleven a proyectos de investigación con mayor impacto social-económico- científico-académico.

#### **2.3.2. LABORATORIO DE ESPECTROSCOPIA MEDICA**

El proyecto de investigación se desarrolló en el laboratorio de espectroscopia médica, en donde el Doctor investigador a nuestro cargo realiza sus actividades.

El laboratorio cuenta con el suficiente material de trabajo como lo son micropipetas para depositar líquidos en cantidades muy pequeñas, láseres de alta potencia, variedad de lentes especiales para enfocar láseres, etc. Todo esto para realizar diversas actividades tales como:

- El desarrollo de síntesis por reducción química de nanopartículas metálicas de oro y plata.
- El montaje y la experimentación de la técnica a implementar.
- La obtención y análisis de los resultados mediante sistemas de adquisición de datos y equipo electrónico.

### **2.3.3. LABORATORIO DE MICROSCOPIA DE TRANSMISIÓN ELECTRÓNICA**

Este laboratorio se encuentra fuera de las instalaciones del CIO, ubicado en la ciudad de Irapuato, en este se llevó a cabo la correspondiente caracterización morfológica y la distribución del tamaño de las nanopartículas sintetizadas mediante imágenes de microscopia de transmisión electrónica (TEM) para luego comparar los resultados con DLS.



# Capítulo 3

## 3. MARCO TEORICO

### 3.1. ANTECEDENTES

Actualmente, existen una diversidad de métodos y técnicas que permiten la creación y manipulación de materiales nano-estructurados usando una gran variedad de materiales orgánicos como inorgánicos. Las propiedades físicas que estos exhiben son dependientes de su tamaño y forma geométrica (morfología). [1-2].

Diversos estudios han mostrado que pequeños cambios en su tamaño, forma geométrica, estado de agregación y variaciones del ambiente local causan enormes cambios en las propiedades de absorción y esparcimiento óptico.[3] Estas interesantes propiedades permiten la manipulación de fenómenos ópticos como el incremento de fluorescencia (FRET)[4], amplificación de dispersión Raman (SERS por sus siglas en inglés) [5], incluso se ha determinado que algunas de estas nano-estructuras poseen propiedades ópticas no-lineales muy interesantes, permitiendo su aplicación en fenómenos ópticos de dos fotones con fines de aplicación biomédica [6] en imagenología.

Debido a todo lo anterior, es importante llevar a cabo su correspondiente caracterización física y morfológica: tamaño, forma geométrica y propiedades ópticas. La microscopia de transmisión electrónica (TEM, por sus siglas en inglés) es una de las técnicas más usadas en el análisis del tamaño y morfología. Sin embargo, el alto costo de un equipo de este tipo, hace que no sea posible su uso de forma rutinaria, por lo que es necesaria la búsqueda de nuevas técnicas que permitan dicho análisis. Las técnicas de dispersión tales como dispersión estática o multi-ángulo y dinámica de luz (SLS y DLS respectivamente por sus siglas en inglés) son una opción relativamente económica y puede ser implementada de manera simple.

### 3.2. DISPERSIÓN DE LUZ

Cuando radiación electromagnética interacciona con la materia, diversos fenómenos físicos pueden ocurrir: absorción, reflexión, transición, refracción y dispersión. La dispersión óptica puede ser de tipo elástico o inelástico. Durante una dispersión inelástica, habrá un intercambio de energía entre los fotones incidentes y la materia, por lo que la radiación dispersada no solo exhibe un cambio en su dirección de propagación, sino también un cambio en su longitud de onda. Este fenómeno fue predicho por Adolfo Smekal en 1923 y experimentalmente observado en 1928 por Sir Chandrasekhara Venkata Raman, científico hindú que recibió el premio Nobel en 1930 por el descubrimiento de este fenómeno físico. Mientras que en un proceso elástico no hay intercambio de energía entre la radiación incidente y la materia, se dice que la luz dispersada solo sufre un cambio en su dirección de propagación. La luz dispersada elásticamente depende principalmente de la polarizabilidad y del peso molecular (o de su tamaño). Para iniciar nuestra discusión sobre la dispersión de la luz vamos a discutir dos de las teorías más importantes sobre el fenómeno de dispersión de partículas inmersas en un fluido. [3]

### 3.3. DISPERSIÓN RAYLEIGH

La dispersión de Rayleigh es la dispersión de radiación electromagnética por partículas mucho menores que la longitud de onda de los fotones dispersados ( $d \ll \lambda$ ). Ocurre cuando la luz viaja por sólidos y líquidos transparentes, aunque se puede observar con mayor frecuencia en los gases. El grado de dispersión de Rayleigh que sufre un rayo de luz depende del tamaño de las partículas y de la longitud de onda de la luz, en concreto, del coeficiente de dispersión y por lo tanto la intensidad de la luz dispersada depende inversamente de la cuarta potencia de la longitud de onda, relación conocida como Ley de dispersión Rayleigh[7].

$$I = I_0 \left( \frac{1 + \cos^2 \theta}{2R^3} \right) \left( \frac{2\pi}{\lambda} \right)^4 \left( \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \right)^2 \left( \frac{d}{2} \right)^6 \quad 3.1$$

Dónde  $R$  es la distancia de observación a la partícula,  $\theta$  es el ángulo de dispersión,  $n$  es el índice de refracción de la partícula y  $d$  es el diámetro de la partícula.

En el caso de luz polarizada (y si no se puede generalizar) también lo podemos expresar la intensidad de luz polarizado por las siguientes ecuaciones:

$$I_{\parallel} = I_{0\parallel} \frac{16\pi^4 \left(\frac{d}{2}\right)^6 \left(\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2}\right)^2}{\lambda^4 R^2} \quad 3.2$$

$$I_{\perp} = I_{0\perp} \frac{16\pi^4 \left(\frac{d}{2}\right)^6 \left(\frac{n^2 - 1}{n^2 + 2}\right)^2}{\lambda^4 R^2} \cos^2(\theta) \quad 3.3$$

$I_{\parallel}$  para el caso de polarización paralela, e  $I_{\perp}$  para el caso de polarización perpendicular.

De estas ecuaciones se puede deducir con facilidad, la fuerte dependencia de la intensidad de la dispersión como función de la longitud de onda ( $\sim \lambda^{-4}$ ), esto implica que en una fuente de luz blanca, las longitudes que son dispersada mas fuertemente son el violeta y el azul, y la menos dispersada son el rojo.

Por ejemplo, cuando el sol se encuentra en el cenit, la atmósfera provoca que los fotones en el azul (446-500nm) se dispersen mucho más que los de longitudes de onda mayores (500-780nm), por este motivo vemos el cielo azulado en todas direcciones. Mientras que cuando esta en el alba o bien en el ocaso, la luz proveniente del sol atraviesa una trayectoria mas largo en la atmósfera, esto provoca que tanto la luz azul como la luz roja sean dispersadas fuertemente, debido a esto es que observamos un tono rojizo en el cielo. [7]

Cabe destacar que, a pesar del uso del término fotón, la ley de dispersión de Rayleigh fue desarrollada antes de la invención de la mecánica cuántica y por lo

tanto, no se basa fundamentalmente en la teoría moderna sobre la interacción de la luz con la materia. No obstante, la dispersión de Rayleigh es una buena aproximación a la forma en que la luz es dispersada por partículas mucho más pequeñas que su longitud de onda.

### **3.4. TEORÍA DE MIE**

En la atmósfera real, donde se encuentran las nubes y los aerosoles, las dimensiones de las partículas no son despreciables en relación con la longitud de onda de la radiación incidente. Sus propiedades ópticas de dispersión dependen de su tamaño, de su forma, de la parte real e imaginaria de su índice de refracción, así como de la distribución de tamaños. La primera teoría completa sobre la dispersión esférica fue desarrollada por Gustav Mie (1908). Según la dispersión de Mie, se produce más dispersión hacia delante que en ninguna otra dirección. Conforme aumenta el tamaño de la partícula, la dispersión hacia delante también aumenta. La figura 3.1 muestra el aspecto típico de la dispersión producida por partículas de silica de 3  $\mu\text{m}$  de diámetro (índice de refracción de 1.475) a 400, 532 y 700 nm. En esta imagen se puede observar que en efecto el esparcimiento de la luz es muy intenso hacia adelante. Además de que se puede observar, que las partículas con tamaños mayores a la longitud de onda incidente, prácticamente dispersan con la misma eficiencia cualquier longitud de onda en el visible.

La teoría describe la interacción de una onda plana con un dieléctrico esférico. La teoría de Mie se basa en las ecuaciones de Maxwell [7], a partir de las cuales se puede obtener la ecuación de onda vectorial en coordenadas esféricas. Haciendo uso de la separación de variables, se puede expresar la solución de los campos eléctrico y magnético de la onda incidente en forma de funciones matemáticas. Para el campo de dispersión a mucha distancia de la esfera, la dispersión y la sección de extinción se pueden determinar en función de una serie infinita que contiene asociados los polinomios de Legendre y las funciones esféricas de Bessel [8].

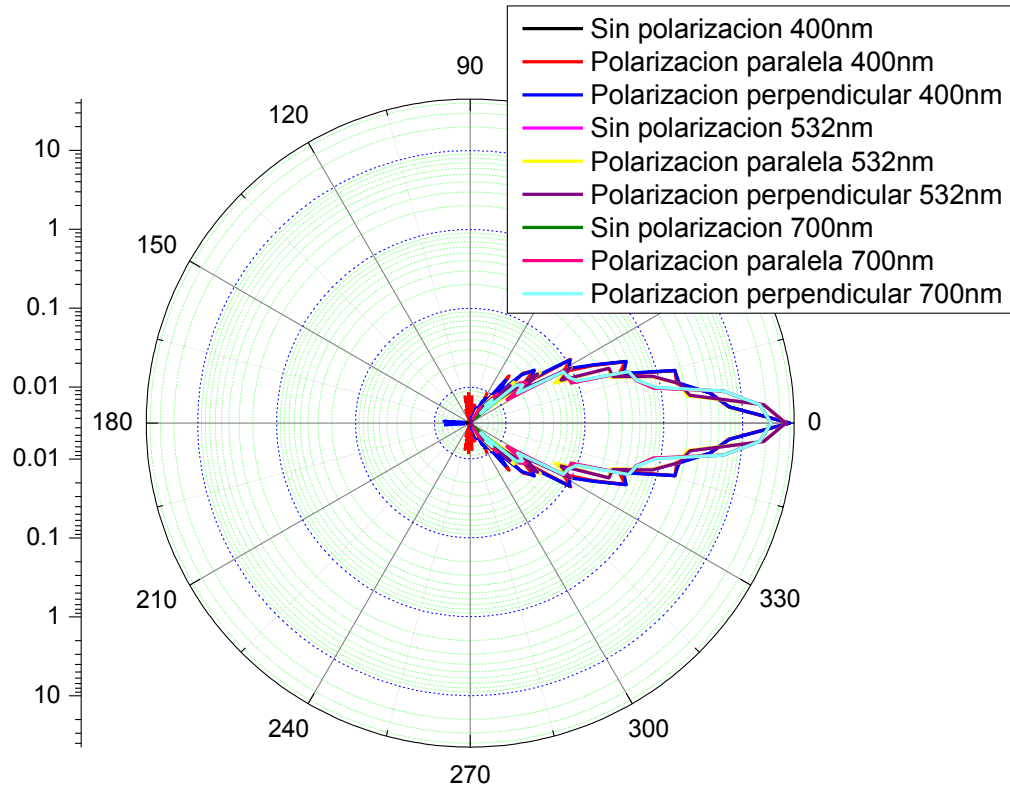


Fig. 3.1. Distribución angular del esparcimiento de luz láser de nanopartículas de sílica de  $3\mu\text{m}$ .  
 [Datos obtenidos en el laboratorio del CIO]

Debido a que no existe solución analítica al problema de dispersión de Mie para geometrías diferentes a la esférica, es necesario realizar cálculos. Por la complejidad que estos presentan no se introduce el desarrollo y la explicación de las ecuaciones correspondientes de la teoría de Mie, sin embargo el lector interesado puede consultar las referencias correspondientes al tema [7].

### 3.5. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

A continuación se describen las técnicas experimentales que se usaron en este trabajo para realizar la caracterización óptica y morfológica de las nanopartículas analizadas. Enfocándonos principalmente en las técnicas de esparcimiento de luz SLS.

### 3.5.1 DISPERSIÓN DINÁMICA DE LUZ LÁSER (DLS)

Dispersión dinámica de luz también conocida como espectroscopia de correlación fotónica, es una técnica que se puede utilizar para determinar la distribución de tamaño de partículas en suspensión (partículas orgánicas e inorgánicas) que van desde unos cuantos nanómetros hasta unas cuantas micras. Cuando la luz interacciona con las partículas; la luz se dispersa inelásticamente (Raman) como elásticamente (dispersión de Rayleigh y Mie) en todas direcciones. Si la fuente de luz es un láser, y por lo tanto es monocromática y coherente, entonces se observa una fluctuación dependiente del tiempo en la intensidad de dispersión. Esta fluctuación se debe al hecho de que las partículas en soluciones están experimentando un movimiento Browniano, por lo que la distancia entre los dispersores en la solución está cambiando constantemente con el tiempo. Esta luz dispersada a continuación, se somete a cualquier interferencia constructiva o destructiva por las partículas circundantes, y dentro de esta fluctuación de la intensidad, la información se encuentra sobre la escala de tiempo de movimiento de los dispersores. Entonces, es posible extraer diversos parámetros físicos que intervienen en la dinámica del fenómeno, estos pueden ser cuantificados a través de la función de correlación de primer orden. Sin embargo Experimentalmente es más simple calcular la función de correlación de segundo orden y esta se obtiene partir de la luz esparcida como función del tiempo,

$$g^2(q, t) = \frac{\langle I(t)I(t + \tau) \rangle}{\langle I(t) \rangle^2}, \quad 3.4$$

donde  $g^2$  es la función de correlación de segundo orden correspondiente a un vector de propagación específico,  $q$ , el tiempo de retraso  $\tau$  e  $I$  es la intensidad de la luz esparcida a un tiempo  $t$ . A tiempos cortos de retraso ( $\tau$ ) la correlación es muy cercana a uno, pues la partícula se ha desplazado una distancia muy pequeña, mientras que a tiempos de retraso largos ( $\tau$ ) la correlación decae en

forma exponencial hasta llegar a ser cercano a cero, esto implica que la partícula se ha desplazado una gran distancia. Esta caída exponencial esta relacionada con el movimiento de las partículas presentes y en especial con el coeficiente de difusión. La ecuación de Siegert relaciona la función de correlación de segundo orden con la de primer orden a través de la siguiente ecuación,

$$g^2(q,t) = 1 + \beta [g^1(q,t)]^2. \quad 3.5$$

Si la muestra es mono dispersa, entonces el comportamiento es exponencial y adquiere la siguiente forma,

$$g^1(q,t) = \exp(-\Gamma t), \quad 3.6$$

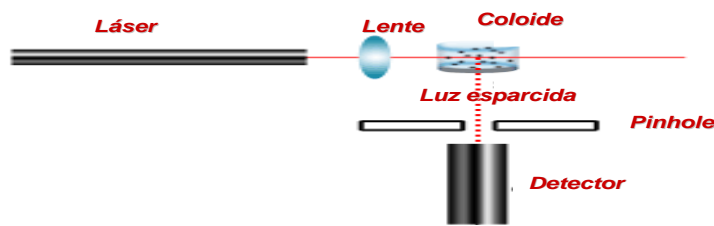


Fig. 3.2. Sistema experimental de esparcimiento dinámico de luz láser para medir distribución de nano-partículas. [11]

donde  $\Gamma$ , es la razón de decaimiento, y tiene la siguiente relación,  $\Gamma = q^2 D$  con D el coeficiente de difusión y donde de q y D mantienen las siguientes relaciones,

$$D = \frac{kT}{6\pi\eta R}, \quad 3.7$$

$$q = \frac{4\pi\eta_0}{\lambda} \sin(\theta) \quad 3.8$$

con  $k$ ,  $T$ ,  $\eta$  y  $R$ , constante de Boltzman, Temperatura, viscosidad del medio dispersante y radio de las partículas del medio dispersante,  $\lambda$  representa la longitud de onda de la radiación incidente,  $n_0$ , es el índice de refracción del medio dispersante y  $\theta$  ángulo de detección con respecto a la radiación incidente.[8]

### 3.5.2 ESPARCIMIENTO MULTI-ANGULO DE LUZ LASER (SLS)

La técnica de esparcimiento multi-ángulo de luz láser, permite obtener el comportamiento de la distribución angular del esparcimiento. Su base teórica la hemos definido en el segundo capítulo, para el caso de partículas mucho menores que la longitud de la radiación incidente, la distribución angular esta descrita por la ley de esparcimiento de Rayleigh y esta es inversamente proporcional a la cuarta potencia de la longitud de onda de la radiación incidente. Mientras que para partículas con diámetro mucho mayor que la longitud de onda de la radiación incidente, la distribución angular del esparcimiento viene dada por la ley Mie. En este caso la ley de Mie predice que para partículas grandes el esparcimiento hacia adelante es dominante y entre más grandes son las partículas el efecto de la longitud de onda comienza a ser cada vez menos significativo. Es decir que partículas mucho mayores que la longitud de onda dispersan prácticamente en la misma proporción todas las longitudes de onda visibles, de hecho esta es la razón de por que las nubes se observa de un color blanco en el cielo.

### 3.5.3 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN UV-VIS

La espectroscopia óptica de absorción Uv-Vis se basa principalmente en lo que se conoce como la ley de Beer-Lambert. Esta ley se puede explicar de la siguiente manera. Si suponemos que la radiación de intensidad,  $I$ , atraviesa la solución con moléculas, el número de colisiones entre radiación y materia es proporcional al producto  $N \times l$ , entonces la disminución en intensidad contenidos en una celda de espesor  $l$ , es:



$$dI = -Ikc dl,$$

3.9

Por lo que si integramos la ecuación obtenemos el cambio total de la intensidad de la luz transmitida a través de la celda el cual viene dado por la ecuación

$$\frac{I}{I_0} = \exp(-kcl) \text{ o bien se puede escribir como } I = I_0 \exp(-kcl) \text{ que es la}$$

ecuación de la ley de Beer-Lambert, donde  $\beta = kcl$  se conoce como la absorbancia y es adimensional,  $k$  es la constante de proporcionalidad llamada coeficiente de extinción molar y  $c$  es la concentración de moléculas o partículas presentes. El signo negativo es introducido debido a que la intensidad de radiación disminuye cuando  $dl$  aumenta [8].

Cuando se grafica la absorbancia de una solución cualquiera como función de la longitud de onda, se obtiene lo que se conoce como un espectro de absorción óptica. Por otra parte, este espectro de absorción óptica ofrece información de las transiciones electrónicas de los niveles de energía cuánticos de la molécula en estudio. En nuestro análisis el pico máximo de absorción nos ofrece información de longitud de onda a la cual interacciona fuertemente el plasmón de las nanopartículas metálicas con la radiación incidente.



Fig. 3.3 Componentes que integran el Espectrómetro, Lámpara de luz blanca (izq.), porta muestras (centro) y espectrómetro (der.).

### 3.5.4 MICROSCOPIA DE TRANSMISIÓN ELECTRÓNICA

En 1931, apenas 34 años después del descubrimiento del electrón por J. J. Thomson, Max Knoll y Ernst Ruska inventaron el microscopio de transmisión electrónica. M. von Ardena construyó el primer microscopio electrónico de barrido (SEM por sus siglas en inglés) comercial en 1938, y para 1939 ya se disponía del primer equipo de microscopía de transmisión electrónica (TEM por sus siglas en inglés) comercial construido por Siemens. El límite de resolución de un microscopio está directamente relacionado con la longitud de onda con la que la muestra es iluminada. Conforme la longitud de onda disminuye se pueden obtener resoluciones menores y con esto se pueden observar objetos de menor tamaño. Dado que los electrones exhiben una dualidad onda-partícula, podemos asociar una longitud de onda ( $\lambda$ ) mediante la ecuación de De Broigle,

$$\lambda = \frac{h}{vm}, \quad \mathbf{3.10}$$

donde  $\lambda$  es la longitud de onda,  $h$  es la constante de Planck,  $v$  es la velocidad de su partícula y  $m$  es su masa. Esta ecuación relaciona el momento de un electrón con su longitud de onda, conforme se aumenta el momento del electrón la longitud de onda asociada a éste disminuirá, al igual que el límite de resolución. Es por esto que los microscopios electrónicos utilizan electrones acelerados para observar objetos de orden nanométrico.



Fig. 3.4 En la figura se muestra un microscopio convencional de transmisión electrónica

# Capítulo 4

## 4 DESARROLLO DEL PROYECTO

### 4.1. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS

#### 4.1.1 SÍNTESIS DE NANOESTRELLAS DE ORO

Las nanopartículas metálicas de oro fueron preparadas siguiendo la ruta de síntesis que continuación se describe: primeramente se preparó una solución precursora conocida como semillas la cual consiste en preparar una solución de 10 ml de Cetil trimetil cloruro de amonio (CTAC) a 0.1M, se agregaron 250  $\mu\text{L}$  (0.01M) de tetracloruro aurico III ( $\text{HAuCl}_4$ ) y 600  $\mu\text{L}$  Borohidruro de sodio ( $\text{NaBH}_4$ ) a (0.01M). Finalmente el coloide fue preparado bajo agitación magnética por un par de minutos, posteriormente se dejó reposar por 3 horas. Una muestra de la de la solución precursora fue preparada en una rejillas de cobre recubierto con una película de carbón y Formvar, para su correspondiente análisis mediante TEM. De acuerdo con las imágenes de TEM, las semillas consistía de partículas esféricas de oro con un tamaño medio de  $4 \pm 0.8 \text{ nm}$  y con una concentración típica de  $\approx 7.2 \times 10^{13} \text{ NPs/mL}$ .

Una vez que las semillas de oro estaban listas, las nanoestrellas fueron preparadas de la siguiente manera: Una solución de 10 mL de CTAC (0.1M) fue preparado bajo agitación magnética, sucesivamente fueron agregados 500  $\mu\text{L}$  de  $\text{HAuCl}_4$  (0.01M), 100  $\mu\text{L}$  de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ , 0.01M), 200  $\mu\text{L}$  de ácido clorhídrico (HCl, 1 M), y 100  $\mu\text{L}$  de ácido ascórbico (0.1 M). Finalmente para iniciar el crecimiento de las nanoestrellas se agregó 10  $\mu\text{L}$  de semillas diluidas en una razón de 1:100 en CTAC (0.1M). Se mantuvo la muestra en agitación magnética continua durante 90 minutos, después la solución se dejó reposar durante la noche.

Las nanoestrellas obtenidas fueron analizadas por medio de espectroscopia Vis-NIR. El espectro de extinción fue adquirido usando un espectrómetro con una resolución de  $\pm 0.08\text{nm}$  para UV/Vis y  $\pm 0.30\text{nm}$  para NIR. En la figura 5.1 se muestra el espectro de extinción óptico Vis-NIR de las nanoestrellas realizado a una concentración de  $\approx 6.6 \times 10^9$  NPs/mL; El espectro es representado por una línea continua [9]. El pico máximo del espectro de extinción de las nanoestrellas se localiza a los 765 nm con una absorbancia de 1.8, adicionalmente se observa que para longitudes entre 1200 y 1350nm la absorbancia aun es muy alta, sin embargo no se puede observar un pico bien definido, esto nos hace pensar que las nanoestrellas son muy eficientes esparciendo luz en esta región.

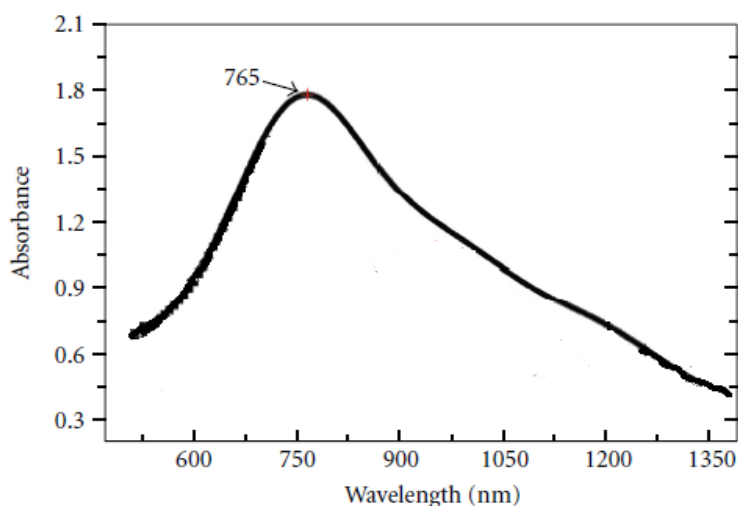


Fig. 4.1. Espectro de Absorción de Nanopartículas metálicas de oro

En la figura 4.2 se muestran una imagen de TEM de las nanoestrellas de oro. Mediante el uso del software ImageJ se analizaron varias imágenes para obtener el tamaño promedio dichas nanopartículas, se encontraron que estas tienen un tamaño en el core de  $78 \pm 13$  nm y un tamaño promedio en sus picos de  $40 \pm 15$ nm.

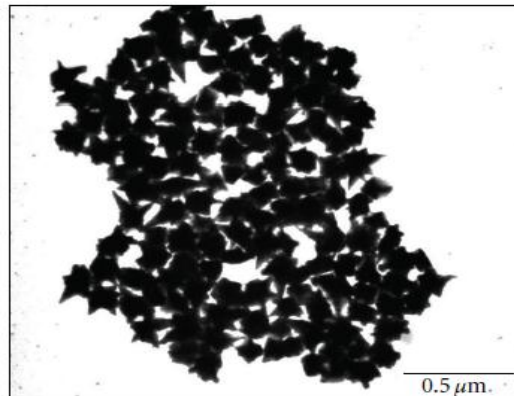


Fig. 4.2. Imagen TEM de nanoestrellas de oro

#### 4.1.2. SÍNTESIS FOTOQUÍMICA DE DECAEDROS DE PLATA

La síntesis de decaedros de plata se llevo acabo de la siguiente forma: 4 ml de agua des-ionizada fueron agregados en un vaso de precipitados de 20 ml, al que se le agregaron 0.285mL de citrato de sodio (0.05M), 0.009mL de polivinilpirrolidona (PVP, 0.05M), 0.114mL de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ , 0.005M) y 0.045mL de Borohidruro de sodio ( $\text{NaBH}_4$ , 0.1M), y se añadió 0.03mL de L-lisina (0.005M), se añadieron secuencialmente bajo agitación magnética para obtener una solución homogénea. Estas soluciones se transfirieron a celdas de plástico de 4 ml. Todas las muestras se mantuvieron en reposo durante 30 min antes de la iluminación bajo radiación de LEDs en el azul a diferentes irradiancias 80, 50 y  $15\text{mW/cm}^2$  durante la síntesis fotoquímica [10].

Los decaedros obtenidos mediante síntesis fotoquímica de igual manera que las nanoestrellas fueron analizadas por medio de espectroscopia UV-Vis. El espectro de extinción fue adquirido usando un espectrómetro con una resolución de  $\pm 0.08\text{nm}$  para UV/Vis. La Figura 4.3. Muestra el espectro de absorbanca UV-Vis tomada durante la síntesis fotoquímica preparada con L-lisina; esta fue irradiada a  $80\text{mW/cm}^2$ .

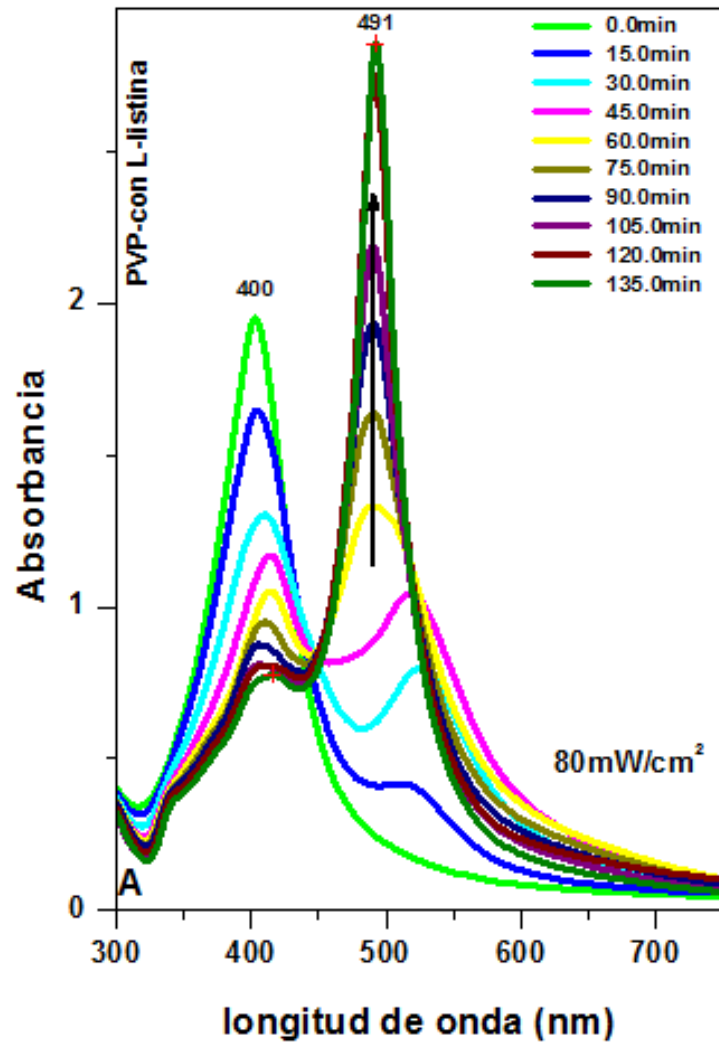


Fig. 4.3. Evolución Espectral de Nanopartículas metálicas de plata irradiado con luz azul

La figura 4.3 muestra la evolución espectral de soluciones precursoras de plata irradiada con luz azul (LED) con una irradiancia de 80mW/cm<sup>2</sup>. Los espectros se midieron cada 15 minutos. La banda del plasmón de las soluciones precursoras se encuentra en 400 nm, la absorbancia de este pico comenzó a disminuir durante varios minutos después de haber iniciado la irradiación, al paso de unos minutos apareció un nuevo pico correspondiente al plasmón longitudinal, 530 nm, este continuó sufriendo un corrimiento hasta posicionarse finalmente en los 491nm. En la figura 4.4 se muestra una imagen de TEM característica de los decaedros de plata.

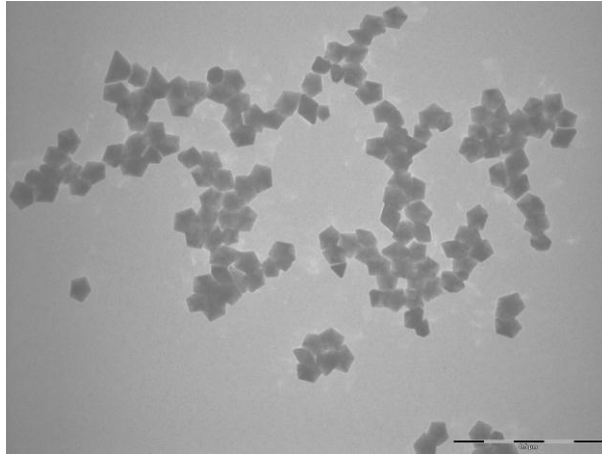


Fig. 4.4. Imagen TEM de nanodecaedros de plata

## 4.2 DISEÑO EXPERIMENTAL

### 4.2.1. SISTEMA EXPERIMENTAL DE ESPARCIMIENTO DE LUZ LASER

Un esquema del sistema desarrollado en este proyecto se muestra en la Fig. 4.5. En el sistema, la fuente láser es modulada mecánicamente a una frecuencia menor o mayor a la de la luz, una vez modulada se utiliza un expansor de haz para tener un spot de la señal bien definida y con una concentración mayor de potencia, la primera lente nos ayuda a mandar la cintura del láser en donde se encuentra la muestra es ahí donde se concentra la mayor potencia de láser, una vez que el haz de luz láser haga contacto con la muestra esta dispersará luz a todas direcciones y es ahí donde nuestro detector recolectará esa información.



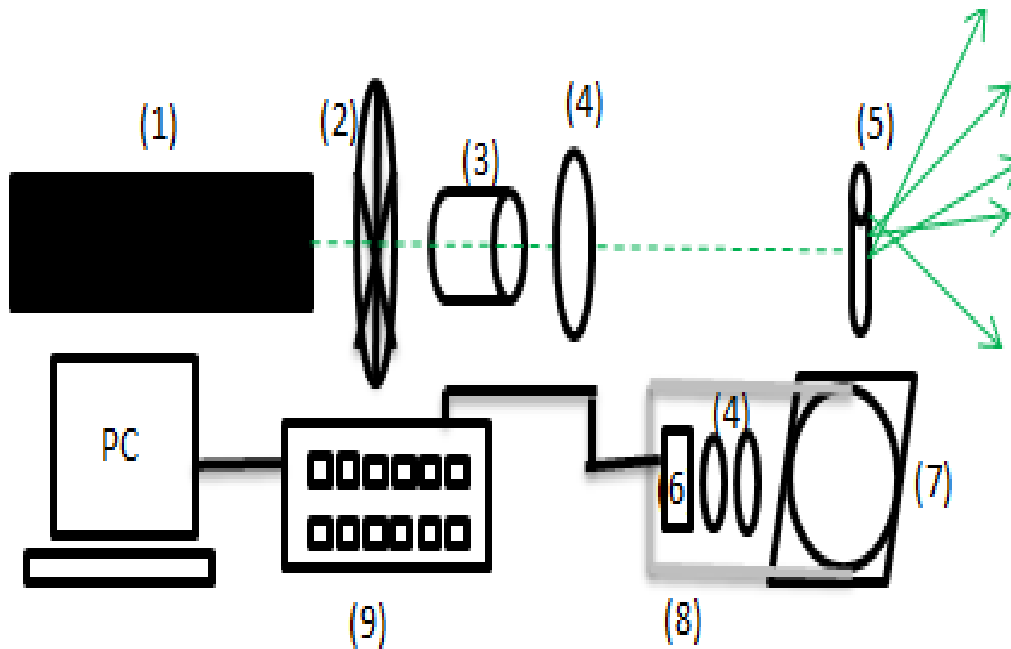


Fig. 4.5. Sistema experimental DLS Y de distribución angular del esparcimiento de luz láser. 1) Diodo láser (532nm), 2) Modulador mecánico, 3) Expansor de haz, 4) Lente, 5) Muestra, 6) Detector, 7) Motor a pasos, 8) Barra acopladora, 9) Lock-in Amplificador.

El motor hace un recorrido menor a 360 grados esto es para la protección del detector, sobre la placa de acoplamiento se montan dos lentes que ayudaran a recolectar el esparcimiento mandándolos a su punto focal y ayudando que la imagen que forman sea donde se coloca el detector. El detector es el encargado de mandar toda la información recolectada al lock-in amplificador y este a su vez a la computadora. Cabe destacar que la comunicación del motor y del lock-in con la computadora se realiza a través del puerto serial. El conjunto de información en cada grado se almacena y posteriormente se procesa usando el software comercial; MATLAB versión 7.2 y Microcal Origin versión 8, donde se analizara el comportamiento de la dispersión óptica.

### 4.3. ADQUISICION DE DATOS

La adquisición de datos se realizó usando el software comercial MATLAB en el cual se desarrolló un programa que se encarga de realizar la comunicación serial con el lock-in amplificador y el motor a pasos.

El programa inicializa los instrumentos en donde se realiza la comunicación serial, asignando el puerto en el que se encuentran conectados, la velocidad de transmisión y la creación de variables para los instrumentos. El motor a pasos es enviado a una posición inicial la cual se llamó "Home" y el lock-in amplificador se manda a un nivel de sensibilidad adecuada para la medición así como la interfaz de salida a RS232.

En la figura 4.6 se presenta el diagrama de flujo del programa que se realizó

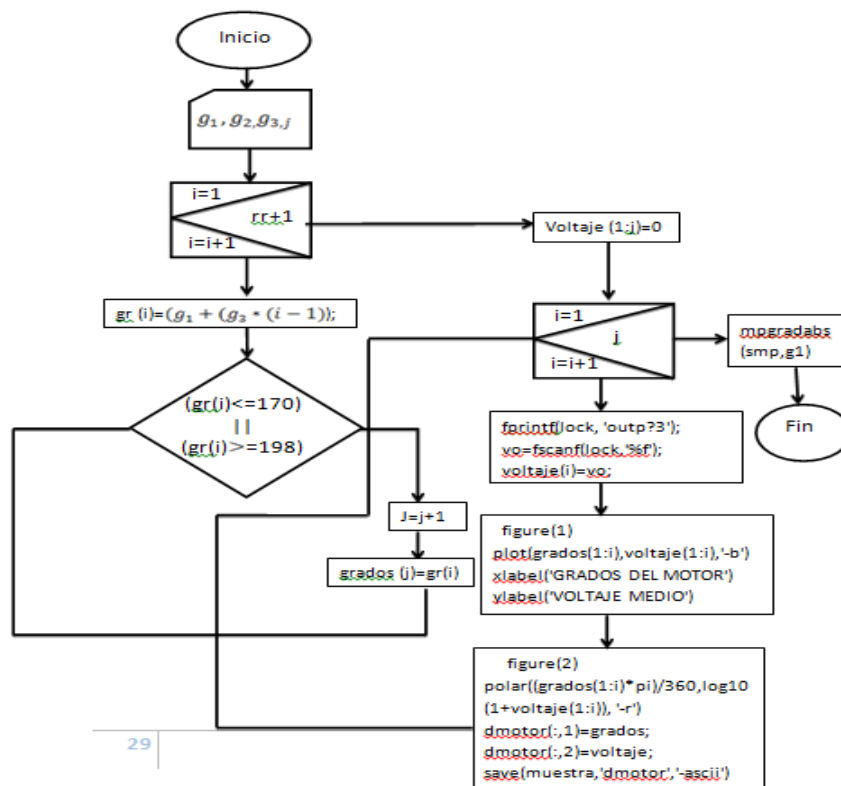


Fig. 4.6. Diagrama de Flujo

Cabe mencionar que en la parte final del programa los datos arrojados por el lock-in amplificador se guardan en una variable para posteriormente procesarlos.

A continuación se presenta el código del programa, se realizó con el software comercial MATLAB, este se desarrolló para la adquisición de datos y control del motor a pasos

```
clc
clear all;
lock=instrfind
delete(lock);
clear lock;
lock = serial('com11',...
    'baudrate',9600,...
    'terminator',13);
fopen(lock)
fprintf(lock, '*IDN?')
fscanf(lock, '%f')
fprintf(lock, 'outx 0');
pause(1.3)
fprintf(lock, 'sens25');

smp=serial('com12', 'BaudRate', 9600);
smp.Timeout=5;
fopen(smp); velocidad=11;
vel=velocidad/((0.000234375)*(10));
[a b c d]=NumABits(floor(vel));
fwrite(smp,[1 42 a b c d ])

g1=17;
mpgradabs(smp,g1)
beep,pause(.1),beep,pause(.1),beep,pause(.1)
fprintf(1,'YA PUEDES ABRIR EL FILTRO \n')

tic
clc
muestra='vasito_agua2_polarizacion_perpendicular.dat'

g1=17;
g2=343
g3=1;

mpgradabs(smp,g1)
clear voltaje grados dmotor

rr=(g2-g1)/g3;
clear grados gr
j=0;
```

```

for i=1:rr+1;
    gr(i)=g1+(g3*(i-1));
    if (gr(i)<=170)|| (gr(i)>=198)
        j=j+1; grados(j)=gr(i);
    end
end

voltaje(1:j)=0;
for i=1:j
    mpgradabs(smp,grados(i))

        fprintf(lock, 'outp?3');
        vo=fscanf(lock,'%f');
        voltaje(i)=vo;

        figure(1)
        plot(grados(1:i),voltaje(1:i),'-b')
        xlabel('GRADOS DEL MOTOR')
        ylabel('VOLTAJE MEDIO')

        figure(2)
        polar ((grados(1:i)*pi)/360,log10(1+voltaje(1:i)), '-r')
        dmotor(:,1)=grados;
        dmotor(:,2)=voltaje;
        abe(muestra,'dmotor','-ascii')
        clear dmotor
end
toc
mpgradabs(smp,g1)
beep, pause(.1), beep, pause(.1), beep, pause(.1), beep, pause(.1), beep, pause(.1)
), beep, pause(.1)

```

En la figura 4.7 se puede apreciar una captura de pantalla con el programa que se desarrolló en el software comercial MATLAB, para llevar a cabo la adquisición de los datos. En la parte superior de la figura 4.7 se pueden apreciar las gráficas en tiempo real de la muestra que se está analizando la gráfica derecha es en forma polar y la gráfica izquierda es en forma lineal graficando los pasos del motor contra la intensidad del esparcimiento, esto para saber que la adquisición se está llevando de forma correcta.

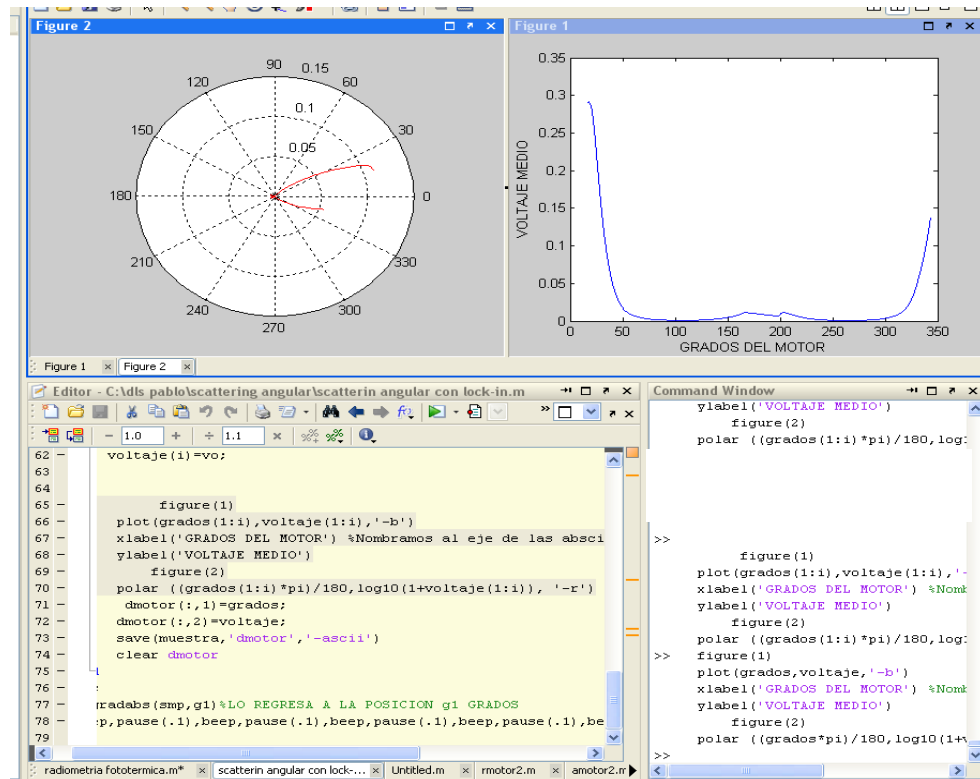


Fig. 4.7. Imagen del programa que se implementó para el control del motor de pasos y el amplificador lock-in, así como la adquisición de datos.

#### 4.4. PROCESAMIENTO DE DATOS

Una vez generado el archivo por medio de MATLAB con los datos arrojados por el detector se llevó a cabo el procesamiento de los datos con el software Microcal Origin 8, el cual se utilizó para realizar las gráficas polares de las distintas muestras que se midieron y comparar los resultados de una manera rápida y sencilla.

En la figura 4.8 se observa una captura de pantalla con el software que se utilizó para procesar los datos.

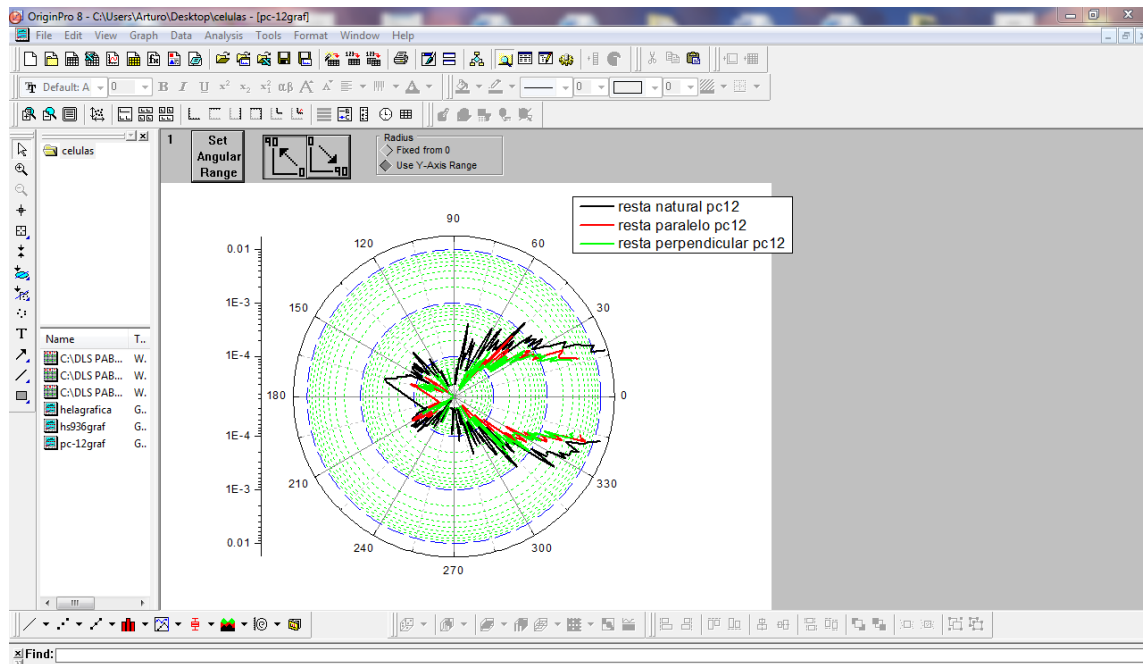


Fig. 4.8. Captura de pantalla de Microcal Origin 8 software utilizado para procesar los datos.

Se optó por utilizar este software para procesar los datos por el fácil manejo del mismo, además de poder graficar los datos de distintas muestras y poder realizar un análisis entre las mismas sin necesidad de procesar una por una.

# Capítulo 5

## 5 RESULTADOS Y CONCLUSIONES

### 5.1. ESPARCIMIENTO DINÁMICO DE LUZ (DLS)

Se analizaron distintas muestras de nanopartículas mediante la técnica de DLS, se usó un software especializado para el análisis de la función de correlación, Standard Operating Procedures Wizard (SOP, Wizard) el cual calcula la distribución del tamaño de partículas y su valor promedio.

A continuación se presentan los resultados obtenidos mediante DLS para una serie de muestras de diversos materiales.

Primeramente se analizó una muestra de nanopartículas esféricas de poliestireno dispersas en agua, estas fueron adquiridas con el Centro Nacional de Petrología (CENAM) de acuerdo con sus características, el diámetro promedio se encuentra alrededor de los  $330 \pm 30\text{nm}$ .

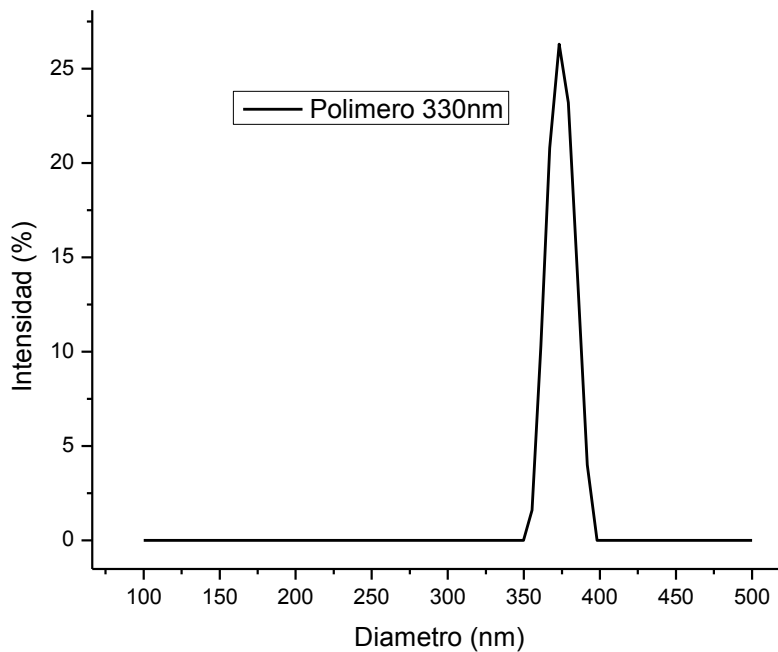


Fig. 5.1. Distribución de nanopartículas esféricas de un polímero

En la figura 5.1 se puede observar, el valor promedio del diámetro de las nanopartículas que nos arroja el software comercial es de 355nm que esta en perfecta concordancia con el valor reportado por el CENAM.

Una segunda prueba se realizo en nanopartículas esféricas de poliestireno de  $555\pm 170$  nm también obtenidas del CENAM.

De manera similar al caso anterior se procedió a estimar el tamaño de las nanopartículas usando el software comercial SOP. Se obtiene la distribución en tamaño dada por la figura 5.2, donde su valor promedio esta centrado en los 630nm.



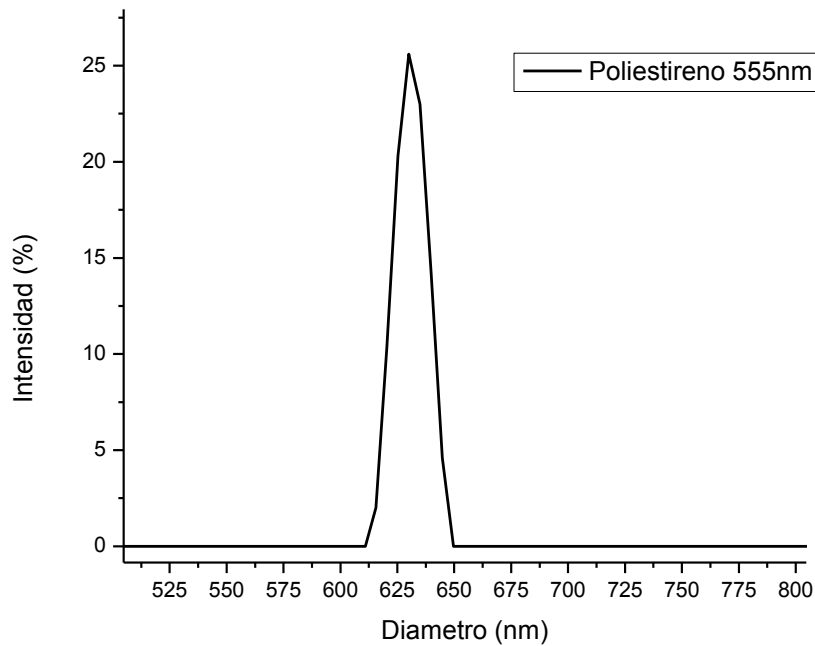


Fig. 5.2. Distribución de nanopartículas esféricas de poliestireno

Una última prueba se llevo acabo en una muestra de nanopartículas de plata en forma de decaedros. En este caso las nanopartículas fueron sintetizadas por reducción química en el laboratorio de espectroscopia médica. La ruta de síntesis se describió previamente y de acuerdo con las imágenes de transmisión electrónica el tamaño promedio es de  $76\pm 8$  nm.

Con el uso del software comercial, se obtiene la distribución en tamaño dada por la figura 5.3

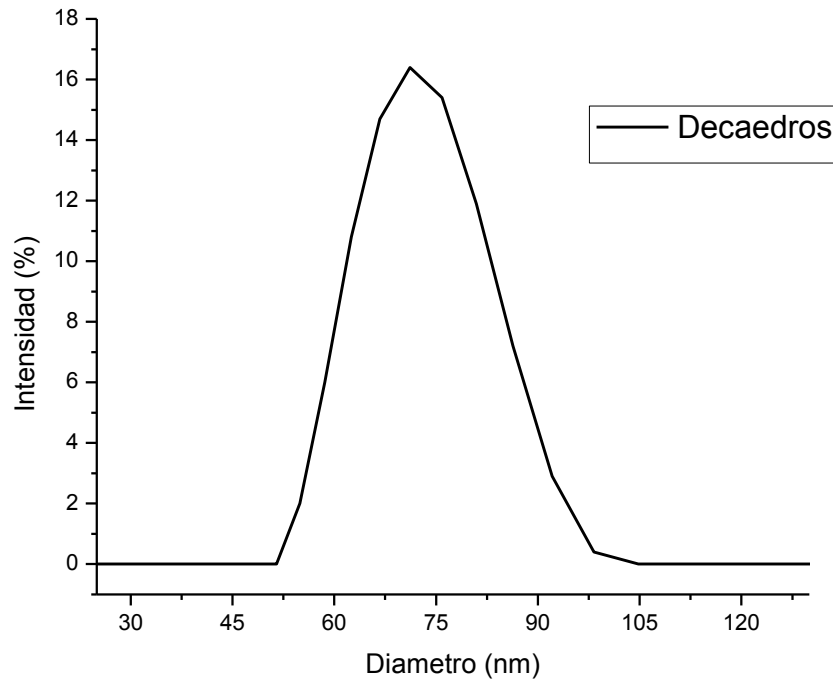


Fig. 5.3. Distribución de nanopartículas de plata con morfología de decaedros

Como se puede observar el valor promedio está centrado en los 71 nm, para este caso el análisis nos dio buenos resultados en comparación con el que ofrecen las imágenes de TEM.

La discrepancia entre los resultados del software comercial y las imágenes de transmisión electrónica para el caso de muestras de poliestireno, creemos que se debe al hecho, de que estas nanopartículas, son menos estables que las nanopartículas de plata. Esto debido a que las nanopartículas de poliestireno, al no poseer un tenso activo tienden a agregarse más rápidamente que las partículas de plata.

## 5.2. DISTRIBUCION MULTI-ANGULO DEL ESPARCIMIENTO DE LUZ LASER

Se realizaron pruebas de la distribución angular de nanopartículas obtenidas por el CENAM y un par de nanopartículas sintetizadas en el laboratorio de espectroscopia medica, esto con la finalidad de comprobar el buen funcionamiento del sistema montado, a continuación se presentan los resultados.

Se inicio el análisis con nanopartículas de polímero de 330nm obtenidas del CENAM, para estas pruebas fue necesario llevar acabo una dilución de 1:100 y de 1:50 de acuerdo a la concentración original que marca el fabricante.

En la figura 5.4 se puede observar una gráfica polar de los resultados experimentales para la dilución de 1:50, donde el eje radial indica la intensidad del esparcimiento, el haz del láser incide en la dirección de 180 a 0 grados sobre la muestra, esta última se encuentra ubicada en el centro del sistema experimental y se mantiene fija. De la curva polar, se puede apreciar el comportamiento de la distribución angular de la luz esparcida para los tres casos analizados: luz natural y luz polarizada. Para el presente estudio se uso un diodo láser ubicado en los 532nm. El esparcimiento ocasionado por la presencia de las nanopartículas es más intenso hacia a delante que a hacia a atrás, esto se debe a que las partículas analizadas son muy cercanas a la longitud de onda de la radiación incidente, si recordamos, la dispersión de Rayleigh es válida para cuando el diámetro de las partículas es mucho menor que la longitud de la radiación incidente y solo en este caso el esparcimiento angular de la luz es muy similar tanto hacia a delante como hacia a atrás.

Además, de la gráfica se puede observar como la intensidad del esparcimiento es muy baja en 90 y 270 grados.

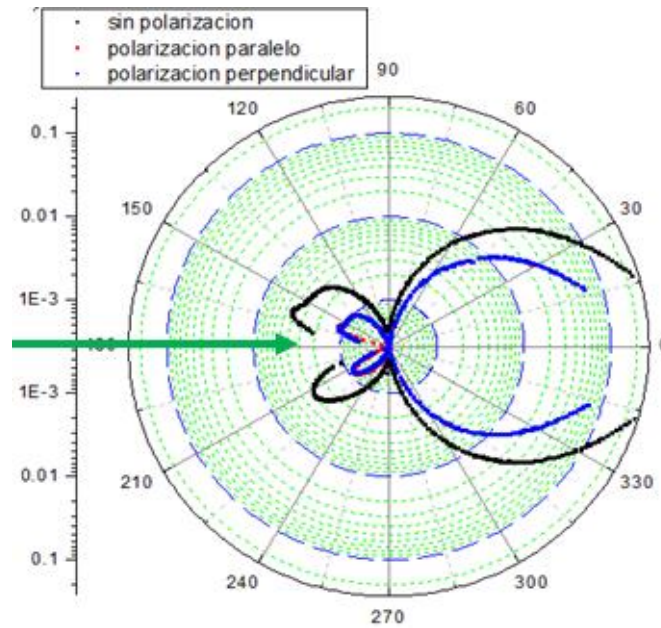


Fig. 5.4. Nanopartículas esféricas de un polímero con diámetro de 330nm

Un segundo caso corresponde a nanopartículas de poliestireno de 555nm, estas nanopartículas también obtenidas del CENAM y al igual que en el caso anterior se diluyeron en una razón de 1:50 y 1:100 para su análisis. En la figura 5.5 se puede apreciar la distribución angular del esparcimiento de luz natural y luz polarizada tanto paralela como perpendicular, para luz láser ubicada en los 532nm.

De manera similar a las nanopartículas del polímero de 330nm, estas nanopartículas muestran que el esparcimiento hacia adelante es muy intenso y de hecho las nanopartículas de 555nm son más eficientes esparciendo luz hacia adelante que las de 330nm. De manera semejante observamos, que el esparcimiento de la luz polarizada y la luz natural es diferente. Y que tanto a 90 y 270° la intensidad decae drásticamente como se espera para el caso de nanopartículas del orden de la longitud de onda.

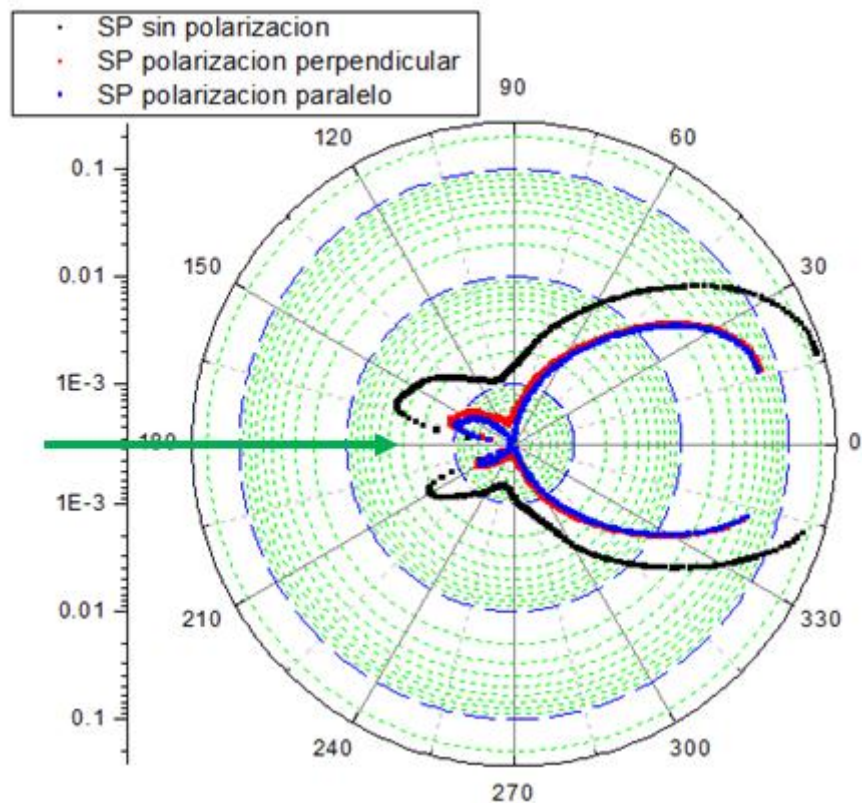


Figura 5.5. Nanopartículas esféricas de poliestireno con diametro de 555nm

Después de haber realizado un par de pruebas con nanopartículas comerciales se procedió a analizar las nanopartículas sintetizadas en el laboratorio, en este caso decaedros de plata y nanoestrellas de oro ambas sintetizadas en el laboratorio de espectroscopia médica.

En la figura 5.6 se presentan los resultados obtenidos para las nanopartículas en forma de decaedros, este fue diluido en una razón de de 1:100 y 1:50, coloide: agua millipore. Observamos como la variación en la concentración si influye en la intensidad debido al aumento de nanopartículas en la muestra analizada, pero en lo que respecta a la distribución angular ambas muestras siguen el mismo orden.

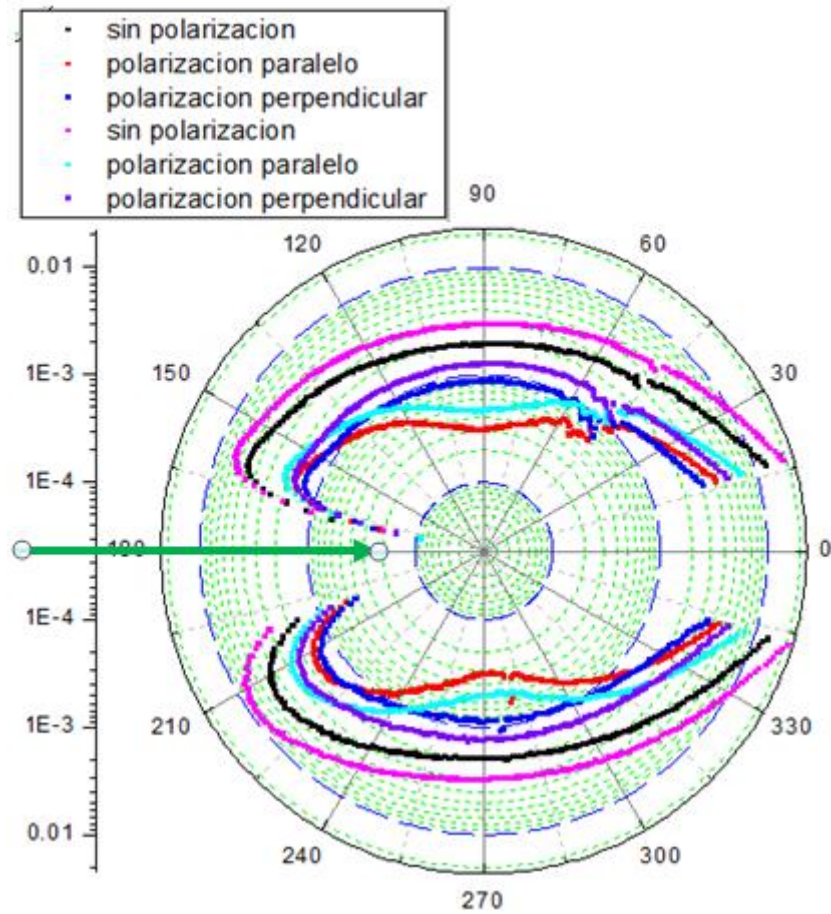


Figura 5.6. Nanopartículas metálicas de oro con morfología de decaedros

Además se logra apreciar una diferencia en el comportamiento entre las polarizaciones en comparación con las nanopartículas de mayor tamaño. De hecho para el caso de los decaedros podemos observar que el comportamiento de la distribución angular es drásticamente diferente con respecto a dos casos anteriores. Primero la distribución hacia adelante y hacia atrás es más simétrica, esto implica que el tamaño de las nanopartículas es mucho menor que la longitud de onda de la radiación incidente, a 90 y 270 el esparcimiento ya no es menor tanto adelante como atrás y como se mencionó la polarizaciones juegan un papel más importante pues en este caso el plasmon longitudinal y transversal de las nanopartículas puede ser acoplado a las respectivas polarizaciones.

Como último caso se analizaron nanoestrellas de oro, la figura 5.7 muestra la distribución angular del esparcimiento, se puede observar que en este caso la intensidad de esparcimiento hacia a delante es mayor que en el caso de esparcimiento hacia a atrás, pues el tamaño de la partículas es menor pero no mucho menor que la longitud de onda de la radiación incidente, pero lo mas importante, al igual que en el caso de los decaedros el plasmon longitudinal y transversal provoca que se observan cambios muy notorios entre el esparcimiento de polarización paralela y perpendicular, lo cual no ocurre con el caso de las partículas de poliestireno.

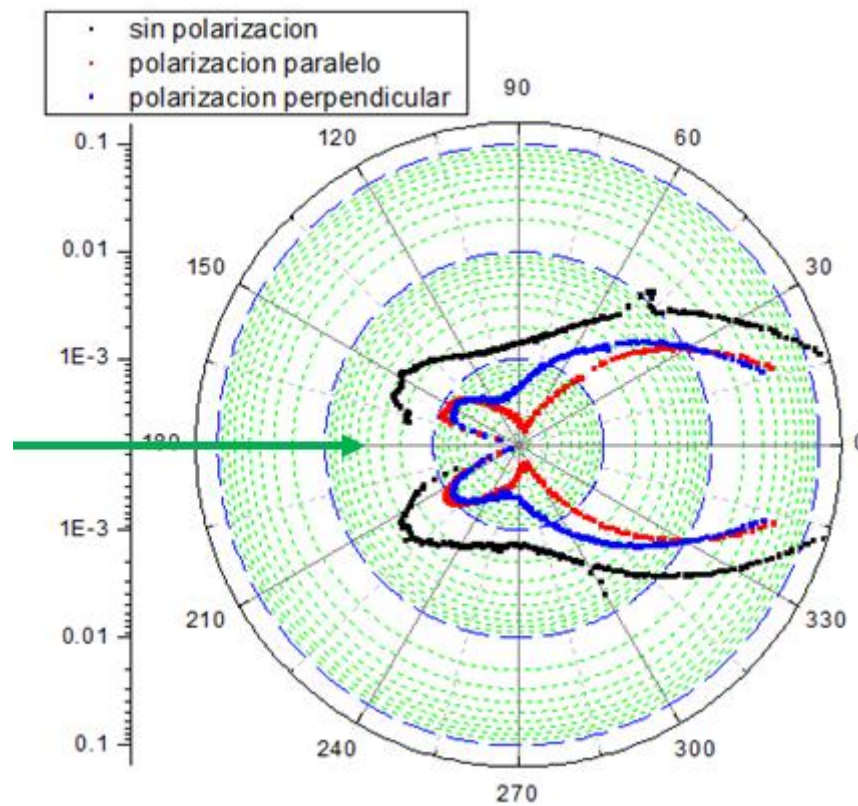


Fig. 5.7. Nanopartículas metálicas de oro con morfología de estrellas con un diametro de 150nm

# Conclusiones

Durante las prácticas profesionales que se realizaron en el centro de investigaciones en óptica, se llevaron a cabo diversas actividades académicas para apoyar el proyecto de investigación básica titulado, “Síntesis y Caracterización de Materiales Nano-Estructurados Usando Radiación Solar Para su Posible Aplicación en Terapia-Fototérmica.” En especial se trabajò en la síntesis de nanopartículas de oro y plata , así como en el diseño y montaje de la técnica de esparcimiento dinámico de luz láser y esparcimiento multi-ángulo de nanopartículas. Los resultados que se muestran en el presente reporte avalan el trabajo realizado en el cual se muestra que se cumplieron los objetivos planteados caracterizar nanopartículas metálicas mediante la técnica de esparcimiento de luz láser. Pero sobre todo y lo más importante fue la experiencia obtenida de haber trabajado en un proyecto de investigación, donde el reto es resolver los problemas que se presenten y para eso lo que se debe usar no es solo la experiencia sino el ingenio ofreciendo soluciones alternativas para resolver el problema en más de una forma.

De acuerdo a los resultados obtenidos la técnica cumple con el principal objetivo, el cual es conocer la morfología de las nanopartículas de una manera más económica en comparación al TEM.

Hemos concluido que la técnica de esparcimiento angular de nanopartículas es una de las más completas para dicho análisis, actualmente el sistema que se encuentra montado cuenta con una eficiencia del 80% por motivos que se hicieron difíciles de corregir al momento como problemas de reflexión de la muestra y lentes y un láser con potencia fija, una vez corrigiendo esos detalles la técnica podría alcanzar una efectividad cercana al 100%



## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Michael B. Cortie, Andrew M. McDonagh, “*Chem. Rev.*”, Synthesis and Optical Properties of Hybrid and Alloy Plasmonic Nanoparticles (111,2011), pp 3713–3735.
2. Naomi J. Halas, Surbhi Lal, Wei-Shun Chang, Stephan Link, and Peter Nordlander, “*Chem. Rev.*”,Plasmons in Strongly Coupled Metallic Nanostructures, (111,2011) pp 3913–3961.
3. Martin G. Blaber, Matthew D. Arnold, and Michael J. Ford. “*J. Phys. Chem. C*”, The Effects of Surface Scattering and Alternatives to Gold and Silver (113, 2009), pp 3041-3045.
4. Reagan McRae, Pritha Bagchi, S. Sumalekshmy, and Christoph J. Fahrni., “*Chem. Rev.*”, In Situ Imaging of Metals in Cells and Tissues, (109, 2009), pp 4780–4827.
5. Katharina Hering, Dana Cialla, Katrin Ackermann, Thomas Dörfer, Robert Möller, Henrik Schneidewind, Roland Mattheis, Wolfgang Fritzsche Petra Rösch, Jürgen Popp., “*Anal Bioanal Chem.*”, a versatile tool in chemical and biochemical diagnostics, (390, 2008) pp 113–124.
6. Paresh Chandra Ray, “*Chem. Rev.*”, Size and Shape Dependent Second Order Nonlinear Optical Properties of Nanomaterials and Their Application in Biological and Chemical Sensing, (110, 2010) pp. 5332–5365
7. Newton Roger G., scattering theory of waves and particles,(2° Edición), springer-Verlag, new york 2002.
8. Ulloa Rojas Raul, filtros (aproximacion y sintesis), (1° Edición), México 2005
9. Ponce de León y., Pichardo-Molina J. L., Alcalá Ochoa N., Luna-Moreno D., “*Journal of Nanomaterials*”, Contrast Enhancement of Optical Coherence

Tomography Images Using Branched Gold Nanoparticles, (2012, 2012), pp 2-3.

10. Cardoso-Ávila P.E. , Pichardo-Molina J.L., Upendra Kumar K., Arenas-Alatorre J.A., “Journal of Experimental Nanoscience”, Temperature and amino acid-assisted size- and morphology-controlled photochemical synthesis of silver decahedral nanoparticles, (,2012), pp 5-6.
11. J. R. Mourant, T. M. Johnson, S. Carpenter, A. Guerra, “Journal of Biomedical Optics”, Polarized angular dependent spectroscopy of epithelial cell nuclei to determine the size scale of scattering structures, (July 2002), pp 380.