

MD-I-4

CONTAMINACIÓN DE LÁTEX MONODISPERSOS CON PARTÍCULAS MUY GRANDES: SU DETERMINACIÓN POR DLS Y TURBIDIMETRÍA

Verónica González, Luis Gugliotta, Jorge Vega y Gregorio Meira*

INTEC (CONICET y Univ. Nac. del Litoral), Güemes 3450, Santa Fe (3000), Argentina

Fax: 0054-342-455-0944. E-mail: gmeira@ceride.gov.ar

Los latex monodispersos tienen importantes usos como estándares de microscopía electrónica (ME) o como materia prima base para producir “kits” de ensayos de inmunodiagnóstico por aglutinación. En la práctica, es casi imposible sintetizar latex monodispersos; observándose en muchos casos contaminación de la población principal por partículas mucho mayores. En este trabajo, se estima la fracción de partículas mayores combinando dos técnicas ópticas: la dispersión de luz dinámica (DLS) y la turbidimetría (T).^{1,2} Se desea analizar un látex de poliestireno (PS) sintetizado para ser utilizado como base de un test de aglutinación.

Hallemos primero en forma teórica las condiciones de medición más apropiadas para determinar contaminantes de altos diámetros. En DLS, se procura determinar el ángulo de observación de la luz dispersada θ . En T, se desea establecer la longitud de onda λ óptima. A tales efectos, se calculan las ampliaciones de las señales cuando se analizan dos partículas con diámetros D_1 y D_2 ($D_2 > D_1$). Indicaremos con r_I y r_τ a las ampliaciones en DLS y T, respectivamente. Dichas ampliaciones pueden estimarse mediante la teoría de Mie, resultando:

$$r_I(\theta) = \frac{C_{I,D_2}(\theta)}{C_{I,D_1}(\theta)} \quad (1.a); \quad r_\tau(\lambda) = \frac{C_{\tau,D_2}(\lambda)}{C_{\tau,D_1}(\lambda)} = \frac{D_2^2 Q_{ext}(D_2, \lambda)}{D_1^2 Q_{ext}(D_1, \lambda)} \quad (1.b)$$

donde $C_{I,D_j}(\theta)$ es la fracción de intensidad de luz dispersada por una partícula de diámetro D_j al ángulo de medición θ ; $C_{\tau,D_j}(\lambda)$ es la atenuación producida por una partícula de diámetro D_j a la longitud de onda λ ; y Q_{ext} es el coeficiente de extinción de luz de las partículas. Así p. ej., $r_I = 100$ indica que una partícula de diámetro D_2 dispersa igual cantidad de luz que 100 partículas de diámetro D_1 . Se buscan las condiciones de medición que maximicen r_I y r_τ , para distintas combinaciones de diámetros. Se estudiaron las siguientes 3 mezclas bimodales (con igual número de partículas de cada clase): I) $D_1 = 100$ nm y $D_2 = 300$ nm; II) $D_1 = 300$ nm y $D_2 = 900$ nm; y III) $D_1 = 400$ nm y $D_2 = 1200$ nm. Los resultados de simulación para DLS se muestran en la columna izquierda de la Fig. 1. Los resultados para T se muestran en la columna derecha de la Fig. 1. En DLS, las mayores sensibilidades a partículas grandes ocurren a ángulos pequeños para la mezcla I; a ángulos grandes para la mezcla II; y a ángulos intermedios para la mezcla III. En T, en todos los casos es preferible utilizar la mayor λ posible. Las mayores sensibilidades a las partículas grandes generan a su vez los siguientes cambios en las mediciones: a) en DLS, se modifican las funciones de autocorrelación y los diámetros medios estimados a partir de aquellas, \overline{D}_{DLS} ; y b) en T, se modifican los espectros de turbidez y los correspondientes diámetros medios \overline{D}_τ .

Consideremos ahora el trabajo experimental. Se analizó un látex de PS de 340 nm que fue sintetizado en nuestro laboratorio. Una observación previa por ME permitió detectar una pequeña fracción de partículas con diámetros cercanos a los 900 nm. Las mediciones por DLS se efectuaron

en un fotómetro Brookhaven BI-9000 AT, con fuente de luz láser de He-Ne (632.8 nm) polarizada verticalmente. El correspondiente \overline{D}_{DLS} se calculó utilizando el método de los cumulantes cuadráticos (Fig 2a). Los espectros de turbidez se obtuvieron en un espectrofotómetro UV-vis Perkin Elmer Lambda 20, y a partir de aquellos se calcularon los diámetros medios \overline{D}_τ (Fig. 2b).

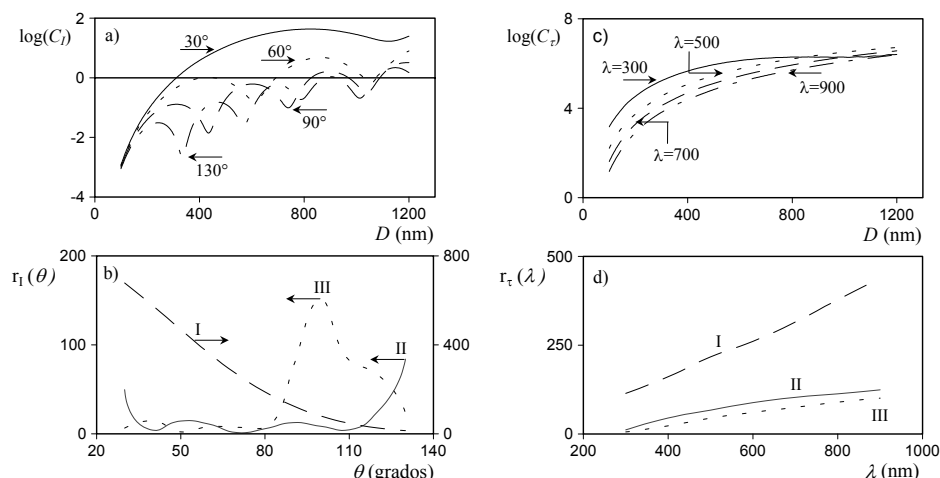


Figura 1. Fracciones de Intensidad y Relaciones de Amplificación para DLS (izq.) y T (der.).

La contaminación del látex se estimó compatibilizando las mediciones con las simulaciones de las mismas asumiendo una dada distribución de tamaños de partícula (DTP). Para simular las mediciones, se asumió una DTP bimodal con: i) una fracción principal en número f_1 desconocida de partículas de diámetro $D_1 = 340$ nm (conocido por SEM); y ii) una fracción de impurezas $f_2 = (1-f_1)$ de partículas de diámetro D_2 desconocido. Se ajustaron D_2 y f_2 para minimizar los errores cuadráticos medios entre los diámetros promedio (\overline{D}_{DLS} y \overline{D}_τ) medidos y los simulados.³

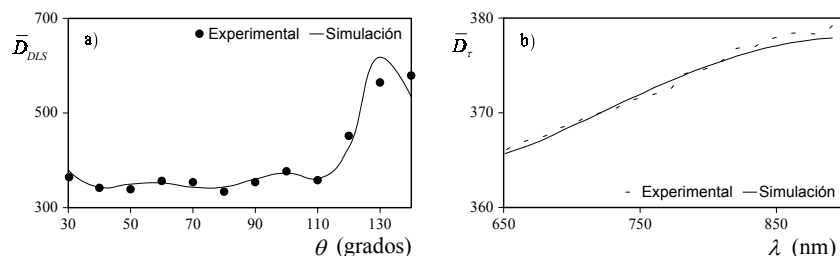


Figura 2. Diámetros Medios del Látex de PS por DLS a distintos ángulos (a) y por T a distintas long. de onda (b). Se comparan los diámetros promedio medidos con los simulados.

Tal como era de prever por los resultados de la Fig. 1 para la mezcla II, los mayores apartamientos ocurren: a) en \overline{D}_{DLS} , a ángulos elevados (110°-140°); y b) en \overline{D}_τ , a altas λ . Sobre la base de la información conjunta de DLS y T, el resultado de la minimización produjo: $f_2 = 0.6\%$ y $D_2 = 870$ nm. Estos resultados están de acuerdo con las observaciones de ME. En definitiva, se ha demostrado que la combinación de mediciones de DLS y T permite detectar y cuantificar pequeñas cantidades de partículas “fuera de especificación” en látex “cuasi-monodispersos”.

1. Lloset, M.A., Gugliotta, L.M., Meira, G.R., Rubber Chemistry and Technology, 69 (1996) 697.
2. Gugliotta, L.M., Vega, J.R., Meira, G.R., Journal of Colloid and Interface Science, 228 (2000) 14.
3. González, V.D.G., Gugliotta, L.M., Vega, J.R., Meira, G.R., Actas del I ARCHIPOL, Mar del Plata, Argentina, 10-11 dic. 2001, pág. 245.