

## **Determinación de tamaños de nano partículas en polímeros mediante técnicas de dispersión de luz y rediseño de equipo usando fotodiodos**

**Ayrton Patiño**, UTN Facultad regional Paraná, [ayrton\\_np@hotmail.com](mailto:ayrton_np@hotmail.com)

**Colignon Martín**, UTN Facultad regional Paraná, [colignonmartin@gmail.com](mailto:colignonmartin@gmail.com)

**Roldán Gonzalo**, UTN Facultad regional Paraná, [gonza1992@hotmail.com](mailto:gonza1992@hotmail.com)

**Triano J M**, UTN Facultad regional Paraná, [jmtriano@bioingenieria.edu.ar](mailto:jmtriano@bioingenieria.edu.ar)

### **Resumen**

El objetivo principal del proyecto es lograr diseñar, realizar pruebas y posteriormente proceder a la fabricación, si resulta posible, de un equipo que, utilizando las técnicas de dispersión de luz, logre medir la distribución de tamaños de partículas de una muestra. Más precisamente se desean utilizar para este proceso los métodos de SLS (Static Light Scattering) y de DLS (Dinamic Light Scattering).

El motivo del desarrollo del equipo es realizar mediciones que sean compatibles con un medidor existente muy robusto (casi obsoleto) que emplea un tubo fotomultiplicador para la detección de luz. Si los resultados de las mismas son aceptables se pretende reemplazarlo por tecnología de semiconductores, con el fin de reducir su tamaño sin perder precisión y confiabilidad.

El instrumento propuesto analizará muestras de látex para el departamento de polímeros del INTEC, en tareas de investigación, desarrollo y servicio a terceros.

El diseño del equipo depende fuertemente del sensor óptico utilizado para el análisis de las muestras y de la longitud de onda del láser empleado. Al momento de la redacción del presente informe el equipo aún se encuentra en etapa de desarrollo. Sin embargo ya se han seleccionado los materiales adecuados para el diseño final y las pruebas realizadas resultan satisfactorias. Como aporte novedoso a esta investigación se pudo determinar la utilización de nuevas tecnologías para la detección y conteo de fotones, con dispositivos optoelectronicos, de menor tamaño y mayor confiabilidad que el convencional tubo fotomultiplicador.

**Palabras Clave:** Nano partículas, Técnicas SLS y DLS, fotodiodos, tubo fotomultiplicador.

# 1-Introducción

El presente trabajo consistió en el análisis de un equipo que se encuentra en el Laboratorio de polímeros del CONICET, más precisamente un **Brookhaven Instruments Inc.**, el cual se utiliza para la determinación de tamaños de nano partículas en polímeros, empleando las técnicas de DLS (Dispersión de luz dinámica) y SLS (Dispersión de luz estática). [1]

Al relevar el equipo mencionado se constató que poseía un láser de He-Ne (Helio Neón) con una longitud de onda de 632.8 nm, un porta muestras con control de temperatura, un sistema de filtrado óptico para la corrección del índice de refracción, un tubo fotomultiplicador (analógico), un goniómetro para una precisa medición del ángulo en que se dispone el sensor respecto de la muestra y finalmente una computadora para realizar el análisis de la señal de salida del fotomultiplicador.

El sistema que conforma el equipo es analógico y demasiado voluminoso, por lo que se requiere un cambio de tecnología, ya que el mismo empieza a mostrar signos de vejez y fatiga en el movimiento de sus componentes y a la hora de realizar los cálculos algunas placas electrónicas fallan generando tiempos de procesamiento excesivos. Siendo que se conocen en la actualidad equipos digitales que obtienen buenos resultados y son de un tamaño considerablemente menor. Se intentara en el presente trabajo emplear otros medios para poder reproducir las mediciones con igual o mejor grado de exactitud pero con un equipo de menor tamaño y si los resultados del presente trabajo son aceptables posteriormente proceder a reemplazarlo.

# 2. Materiales y Métodos

Como materiales a utilizar era necesario poder reemplazar el tubo fotomultiplicador y el láser del equipo (piezas más voluminosas) por un fotodiodo y un emisor de luz láser del tipo semiconductor. La principal labor se centró en la búsqueda de un nuevo emisor láser que fuera de menor tamaño, pero similares prestaciones que el presente en el equipo a emular y la sustitución del fotomultiplicador analógico por algún sensor más compacto y digital en lo posible.

Para la sustitución del láser He-Ne se decidió utilizar la tecnología de diodos láser. Este tipo de láseres se puede encontrar en diversas aplicaciones, desde utilería hasta usos medicinales. Luego de analizar sus costos, tamaños y tensiones de alimentación disponibles en el mercado se optó por comprar el láser HLM1230 por su tamaño (3.5 cm de largo), por su longitud de onda (635/645 nm), por su bajo costo y por poseer una lente incorporada que permite colimar el haz y hacer foco sobre la muestra sin importar a la distancia a la que se encuentre (ver imagen 1). [2]

SPECIFICATIONS		
INPUT VOLTAGE	3.5 - 4.5	v dc
OPERATING CURRENT	< 25	mA
WAVELENGTH	645-655	nm
OPTICAL POWER	< 5	mW
TTL BLANKING	NO	kHz
BEAM DIAM.	0.75 +/- 0.05	mm
DIVERGENCE	>0,5	mRad
WARM UP TIME	<1.0	sec
Operating Temperature	-10 - +50	deg C
POLARITY	RED +ve	BLACK -ve

**FEATURES**

BUILT IN APC DRIVER

LENS ADJUSTABLE BY HAND  
NO TOOLS NEEDED

CHROME PLATED BRASS HEATSINK CASE

LEAD LENGTH 120mm

Imagen 1: Características del láser empleado.

Por otra parte, los sensores optoelectronicos que pueden sustituir a un fotomultiplicador con ciertas consideraciones y que servirían para esta aplicación son: fotodiodos, fotodiodos de avalancha (APD) y los fotomultiplicadores de silicio (SiPM). Dado que, como base, la aplicación requiere medir la intensidad de luz dispersada por la muestra de polimeros en un determinado ángulo, primero se decidió probar con fotodiodos ya que son los más sencillos de conseguir y los de menor costo. Luego de investigar y analizar las curvas de las hojas de datos de variados fotodiodos, se optó por utilizar un diodo BPW43 ya que tiene una respuesta aceptable para la longitud de onda del láser adquirido. (Imagen 2) [3]

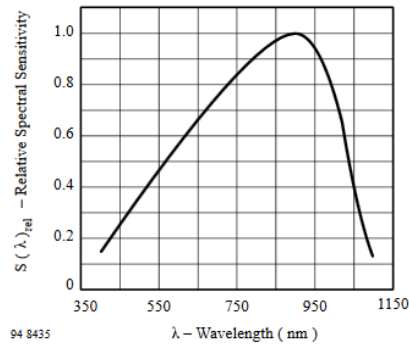


Imagen 2: Sensibilidad vs. Longitud de onda del fotodiodo BPW43.

Con el sensor mencionado se procedió a realizar diversas pruebas. En primer lugar, se hizo una medición para relevar la curva de sensibilidad del mismo respecto del ángulo de incidencia. Esta medición es de suma importancia dado que cuanto menor sea el ángulo de apertura de captación, mejor será la detección del haz dispersado por la muestra y menor será la rigurosidad del filtrado previo para evitar la entrada de luz desde los laterales. (Imagen 3) [3]

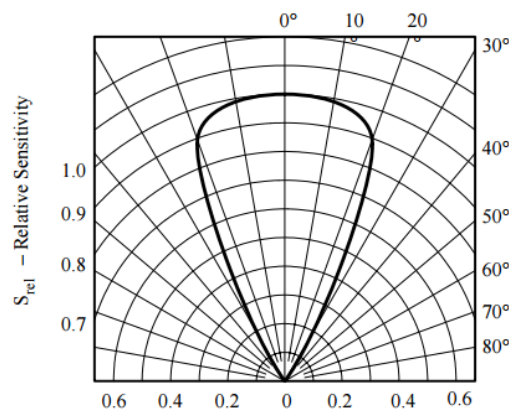


Imagen 3: Sensibilidad vs. Ángulo de incidencia del fotodiodo BPW43.

El método utilizado para determinar el ángulo de incidencia fue dejar fijo el sensor y, utilizando una hoja graduada, variar el ángulo de incidencia del haz de luz modificando la posición del láser. La medición de la intensidad se obtuvo mediante un multímetro en la escala de tensión y la conexión directa al fotodiodo. Dicha tensión es proporcional a la intensidad de luz incidente (ver imagen 4).

Dado que la estimación de tamaños de nanopartículas se puede realizar mediante dos métodos (SLS y DLS), se realizaron las pruebas estáticas, ya que son más sencillas. Esta técnica consiste en colocar la muestra a analizar, enfocar el diodo laser en ella y con el fotodiodo tomar la intensidad de la luz dispersada, para luego procesar esta información y determinar el tamaño de las partículas dentro de la muestra. Se procedió a construir una maqueta (set-up) para fijar los componentes del ensayo, evitar movimientos y poder

comprobar el comportamiento del fotodiodo frente a las variaciones angulares.

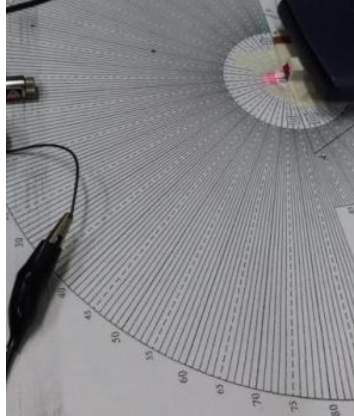


Imagen 4: Pruebas de sensibilidad. (Fuente propia)

La finalidad de este set-up era simular el funcionamiento del sistema mecánico del dispositivo a reemplazar, en el cual la fuente de luz láser y la muestra quedan fijas mientras que el fotodiodo (sensor) varía su posición angular de manera controlada. Esta forma de medición es propia de la técnica DLS (Dispersión de luz dinámica), donde se puede mover la fuente emisora de luz (láser) en ángulos controlados y medir la luz reflejada por la muestra. (ver imagen 5).

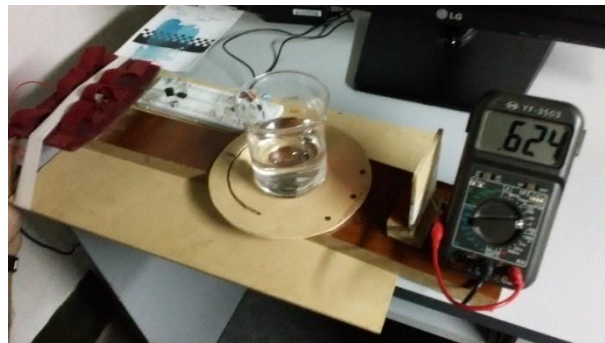


Imagen 5: Prototipo N°1. (Fuente propia)

Luego de varias pruebas con este set-up, se concluyó que el método para medir la magnitud de la intensidad no era el apropiado ya que la señal obtenida desde el fotodiodo era muy débil e inestable, por lo que era necesario implementar un circuito de filtrado y amplificación. Se decidió mejorar la técnica DLS (Dinamic Light Scattering), para lo cual se realizó otro prototipo que nos permitió modificar el ángulo del sensor con mayor facilidad y prever un receptáculo para colocar un tubo de ensayo con la muestra a analizar.

Con este nuevo prototipo, (ver Imagen 6), se logró una mayor aislación de la luz de ambiente no deseada. Dado que la señal obtenida era muy baja, se implementó un amplificador electrónico para mejorar la respuesta del fotodiodo de manera de mejorar la relación señal/ruido y convertir correctamente la señal de corriente a tensión para obtener información con menor ruido, más estable y con mayores posibilidades de ser procesada posteriormente.

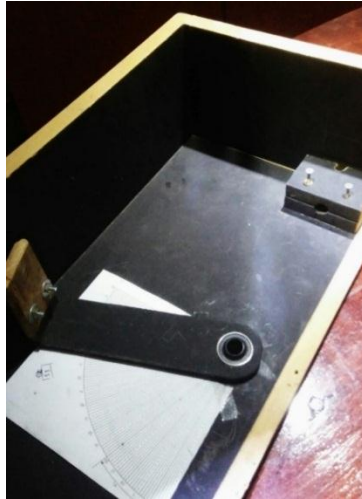


Imagen 6: Prototipo N°2. Setup para Dinamic Light Scattering (fuente propia)

El circuito del amplificador empleado es el mostrado en la siguiente imagen 7:

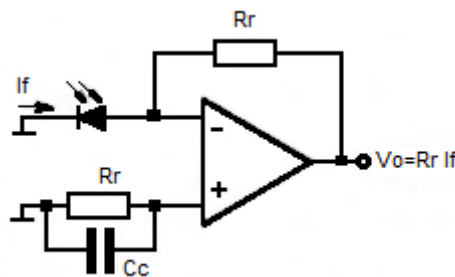


Imagen 7: Circuito amplificador para convertir corriente del fotodiodo en tensión.

Con este circuito (ver Imagen 7), se logró el cometido de mejorar magnitud de la señal, pero al variar el ángulo del láser no se apreciaba una diferencia significativa en la magnitud medida.

Dado estos resultados se concluyó que no sería de gran utilidad el fotodiodo (BPW43) ya que era necesaria una respuesta de mayor sensibilidad para cada ángulo de variación. Debido a esto, se procedió a la investigación de un nuevo dispositivo electrónico para sustituir el fotodiodo.

En esta instancia, y dada la poca respuesta obtenida a los cambios de incidencia del haz de luz, se comenzó a pensar en la posibilidad de utilizar otro método, dejando de lado la idea de medir intensidad de luz de manera directa e introduciéndonos en la idea de comenzar a contar fotones para realizar una medición indirecta. Esta nueva técnica, además de ser la que nos proporcionó los mejores resultados fue un desafío de investigación en el presente proyecto.

## 2.1 Método para contar fotones

Luego de una investigación acerca de los mejores componentes electrónicos disponibles para esta labor, se decidió que la mejor opción sería usar un fotodiodo de avalancha, debido a que este se opera ligeramente por encima del voltaje umbral de ruptura. Por lo tanto, un solo par electrón-agujero (generado por la absorción de un fotón o por una fluctuación térmica) puede desencadenar una fuerte avalancha, detectando así los fotones incidentes. Para esto es necesario utilizar el modo Geiger.

Según explica THORLAB [4], este modo de detección se puede describir en 3 etapas (Imagen 8). En principio se debe polarizar el Fotodiodo APD (Avalanche Photo-Diode), por encima

del voltaje de ruptura (punto A en la Imagen 8) donde el APD permanecerá en un estado de equilibrio hasta que llegue un fotón y genere una avalancha (Punto B en la Imagen 8). Esta avalancha se apaga mediante un circuito de apagado (más conocido como Quenching Circuit) activo o pasivo (Punto C en la Imagen 8), que reduce el voltaje de polarización por debajo del voltaje de ruptura  $V_{BR}$ .

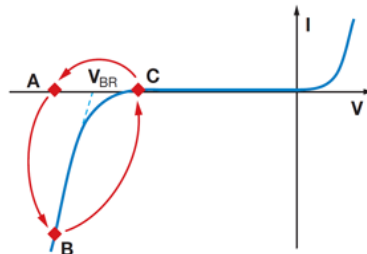


Imagen 8: Fotodiodo APD (Avalanche Photo-Diode) en modo Geiger.

Con su uso, no solo se obtiene una notable reducción del tamaño final del equipo, sino que también se supera su eficiencia para detectar fotones y su nivel de señal/ruido a lo largo del espectro de la luz recibida.

Si bien estos detectores son un reemplazo directo de los tubos fotomultiplicadores, no todos son aptos para el tipo de uso que le vamos a dar (técnicas SLS y DLS). Existen fotodiodos dedicados exclusivamente a esta área, llamados Single Photon Avalanche Diode - SPAD con Geiger Mode, en los cuales, el efecto de un solo fotón puede disparar una avalancha de hasta  $10^8$  electrones. [9]

El aspecto que más resalta de este tipo de detectores es su modo de operación tanto lineal como Geiger. En el modo Geiger se puede alcanzar la máxima sensibilidad a fotones individuales, haciéndolo ideal para el uso de la técnica SLS y DLS.

Con respecto al ruido, es similar a los otros APDs (Avalanche Photo Diodes) (Imagen 9).

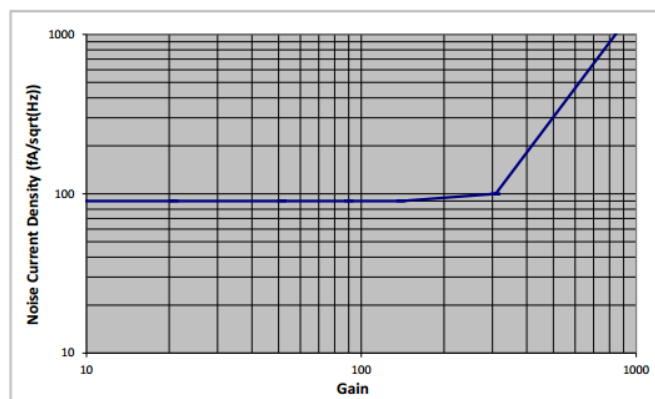


Imagen 9: Diodo SAP500 de Laser Components. Respuesta Ruido vs. Ganancia.

La corriente presente en la ventana del detector para condiciones de ausencia de luz es relativamente pequeña y depende de la ganancia lograda según la configuración. Conociendo este valor, el mismo puede ser eliminado fácilmente al momento de procesar la señal. Finalmente se pudo observar que el pico de ganancia y eficiencia obtenida con este detector se encuentra cercano a la longitud de onda del láser que se utilizó (ver imagen 10).

El datasheet “Silicon Geiger Mode Avalanche Photodiode” [4] indica que este detector configurado para funcionar en modo Geiger, basa su funcionamiento en el fenómeno de la ionización por impacto. Este fenómeno se produce cuando un electrón, generado por la absorción de un fotón con la suficiente energía cinética, puede dar parte de su energía a otro electrón de forma que éste pase de la banda de valencia a la banda de conducción. El campo

eléctrico en el detector es tan grande que un solo fotón inyectado puede generar una avalancha de electrones.

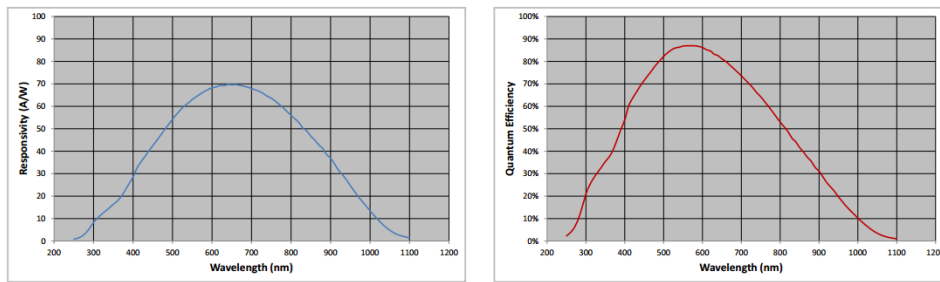


Imagen 10: Sensibilidad y Eficiencia del diodo SAP500 vs. Longitud de onda.

La corriente provocada por esta avalancha de electrones es autosustentable y, por lo tanto, se requiere de un circuito extra que sea capaz de reducir el campo eléctrico del dispositivo, de manera que cese la generación de electrones; luego debe reestablecer al detector a sus condiciones de trabajo. Este circuito se llama “quenching circuit”.

Las funciones de dicho circuito son:

1. Detectar que se produjo una avalancha.
2. Generar un impulso de salida síncrono que se relaciona directamente con el fotón incidente.
3. Detener la avalancha producida.
4. Reestablecer el fotodiodo a su estado inicial.

Este circuito puede ser activo o pasivo (ver imagen 11).

Finalmente, cabe destacar que, al ser un detector de gran precisión, su salida se ve afectada por su tensión de alimentación y la temperatura del ambiente en el que opera. Por lo tanto, si queremos tener una medida representativa de la señal de entrada, el bloque de detección del “medidor de nanopartículas” debe estar alimentado por una fuente sumamente constante y en un ambiente con temperatura controlada.

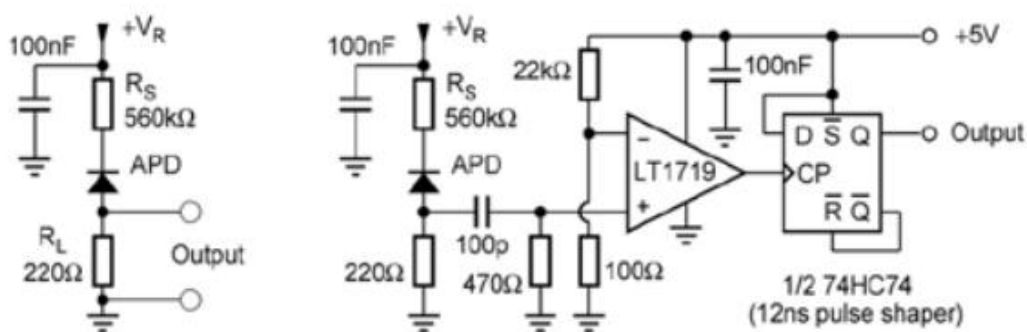


Imagen 11: Diagrama del Quenching circuit pasivo y activo.

En paralelo a la investigación de los sensores SAP, del grupo de trabajo comienza a investigar sobre otra alternativa de características similares, los fotodiodos de silicio o SiPM.

Estos dispositivos consisten en una distribución de microceldas de fotodiodos de avalancha trabajando en modo Geiger.

Durante dicha investigación se establece un contacto con la University College of Cork (universidad de Cork, Irlanda) donde funciona un laboratorio dedicado a los APDs. Desde dicha universidad nos ponen en contacto con la empresa SensL y su fundador, Carl Jackson, dedicada a la fabricación de diversos dispositivos para la detección y procesamiento de la luz, dentro de los cuales se encuentran los SiPMs, el cual nos envió placas de pruebas (ver imagen 12 y 13), las cuales constan de un sensor del tipo mencionado.

En este punto se decide continuar concretamente el diseño del equipo con estas placas ya que en la investigación previa se pudo determinar que eran las más apropiadas para la aplicación.



Imagen 12: Placas recibidas para conteo de fotones. MicroFC-SMA-10035 y MicroFC-SMA-30035.

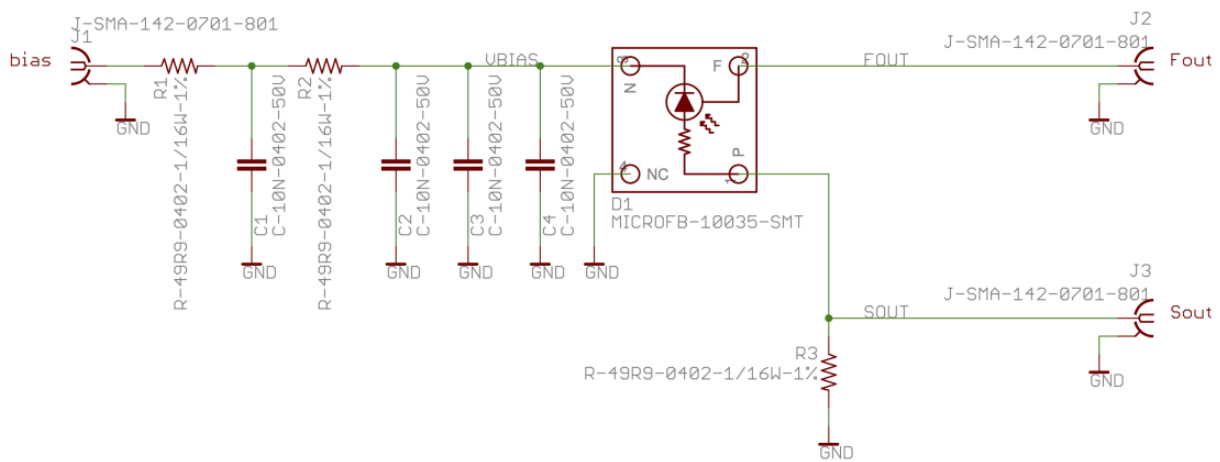


Imagen 13: Circuito Esquemático de la placa MicroFC-SMA-100XX.

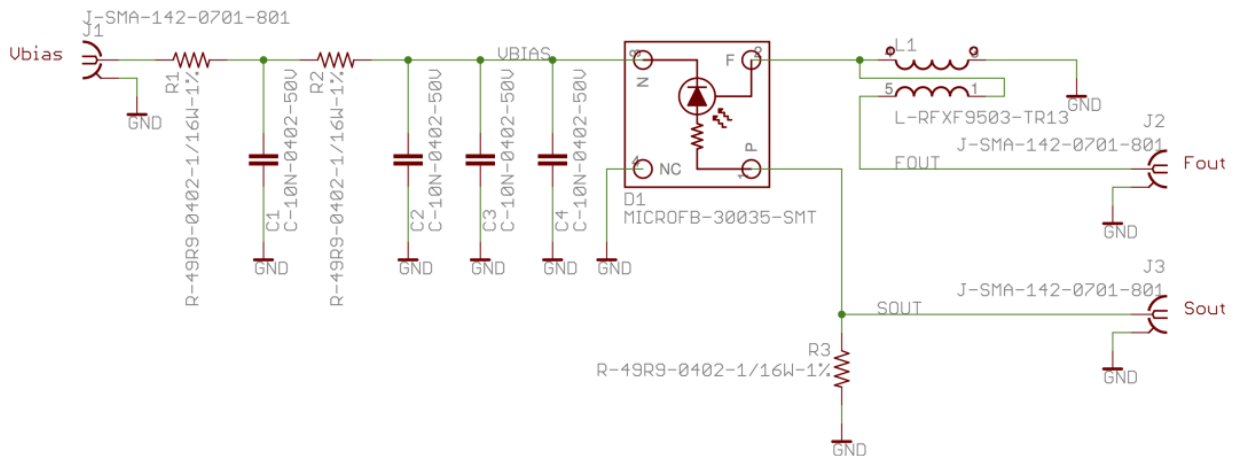


Imagen 14: Circuito Esquemático de la placa MicroFC-SMA-300XX.

La diferencia esencial entre ambas placas radica en el tamaño del sensor: la MicroFC-SMA-100XX consta de un sensor de  $1 \text{ mm}^2$  mientras que la MicroFC-SMA-300XX tiene un sensor de  $3 \text{ mm}^2$ . El sensor de estas placas es un arreglo de micro celdas de SiPMs, teniendo un total de 504 y 4774 micro celdas respectivamente (ver imagen 15). Estas placas vienen equipadas con conectores del tipo SMA. Se conecta directamente la alimentación (al conector Vbias) a una fuente de tensión de 27 V. (tensión recomendada por el fabricante) y a un osciloscopio de  $50 \Omega$  las salidas Fout y Sout. La diferencia entre estas es el tiempo de recuperación de la celda



debido a la excitación por un fotón.

Las primeras pruebas con estos sensores se realizaron en el laboratorio de holografía, utilizando un láser de He-Ne rojo. Se alimentó el sensor con una tensión de 24,5 [V] y se observaron ambas salidas en un osciloscopio.

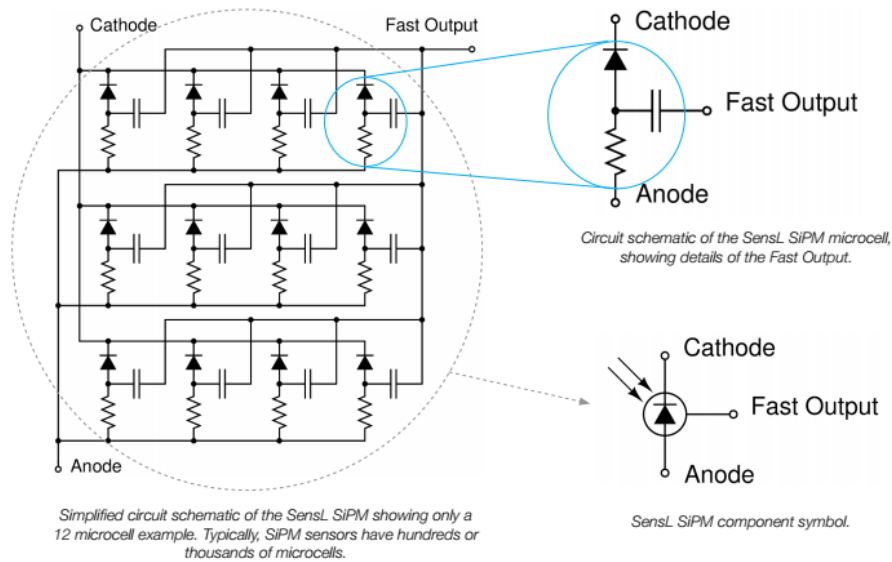


Imagen 15: Arreglo de micro SiPM que conforman el sensor de la placa MicroFC-SMA-xxxxx.

Se ensayó haciendo incidir el haz del láser sobre el sensor de forma indirecta, para lo cual se colocó un vaso con agua y un poco de leche en polvo para simular la lectura sobre una muestra, y el sensor se dispuso a 90° respecto del mismo.

En estas primeras pruebas se pudo notar que el sensor mostraba en sus salidas una tensión proporcional a la intensidad del láser y que variaba de manera instantánea cuando el haz era desviado por alguna partícula.

Luego de observar el correcto funcionamiento del sensor, se decidió probar la máxima frecuencia de respuesta frente a un escalón de luz.

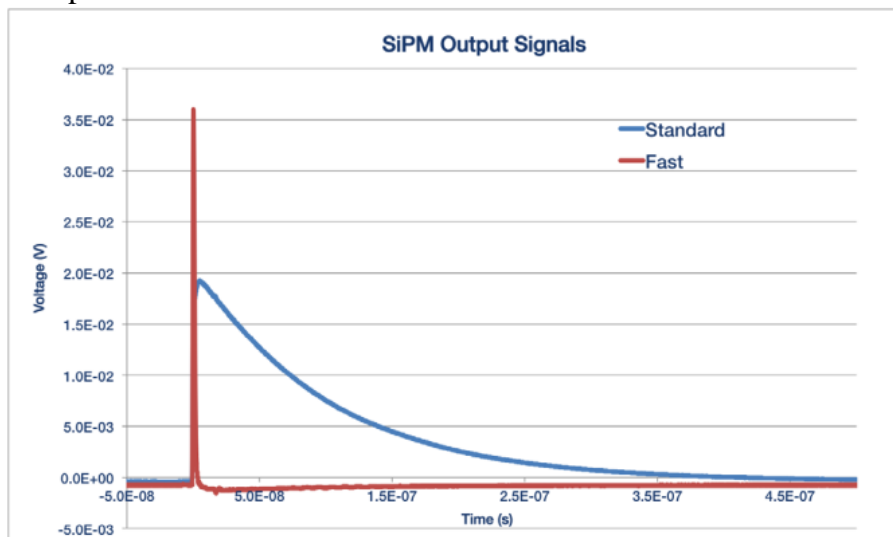


Imagen 16: Tiempos de recuperación de los sensores por cada salida (Fout y Sout).

El objetivo de esta prueba fue determinar la máxima velocidad de detección de fotones, es decir conocer prácticamente los tiempos de subida y bajada de cada salida. En la hoja de datos se otorga esta información (ver imagen 16) pero se ensayaron para constatar dichos tiempos.

Para esto se utilizó un láser del tipo semiconductor, el cual cuenta con una fuente de alimentación dedicada y desde donde, por medio de una señal externa, se le puede variar la intensidad o se lo puede modular con una señal analógica o cuadrada de 0 - 5 [V] (2 [MHz] máx.)



Imagen 17: Láser Coherent-StingRay con su respectiva fuente.

Las salidas (Fout y Sout) se conectaron directamente a un osciloscopio digital y se extrajo la información de las curvas a través de un pentdrive.

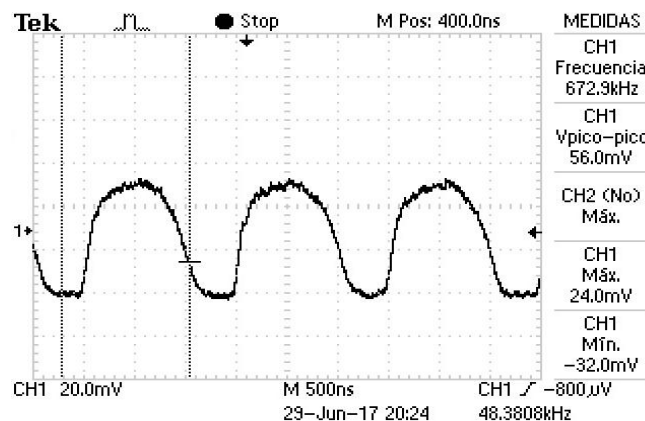


Imagen 18: Medición del Osciloscopio en la Salida standard

Como se puede apreciar en la imagen extraída directamente desde el osciloscopio, la frecuencia máxima de respuesta para la salida Standard solo llega a los 670 kHz aproximadamente antes de empezar a deformarse. En cuanto a los tiempos de subida (rise time) y de bajada (fall time) de la señal, tanto en la salida fast como en la estándar, el tiempo de subida es menor que el de bajada. Por otra parte, se puede expresar que la señal obtenida de la salida Fast Output es la más ruidosa.

Este láser solo se utilizó para dichas pruebas, luego de las mismas se continuó con el uso del HLM1230.

Finalizadas las pruebas iniciales con simulaciones de Laboratorio y habiendo seleccionado los materiales a utilizar, se estableció realizar las pruebas directamente sobre los polímeros que se utilizan en el Laboratorio de polímeros del INTEC. Se obtuvieron probetas con muestras de polímero conteniendo partículas de diferentes diámetros, correctamente rotulados. Estas muestras son las utilizadas para la calibración de los equipos que se encargan de la determinación del tamaño de partículas en polímeros.

### 2.1.1 Diseño del equipo

En esta sección detallaremos los elementos a utilizar para el diseño del equipo.

Para el reemplazo directo del láser compacto se utilizó un diodo láser. El modelo de este es el HLM1230. Este dispositivo cuenta en su interior con un modulador, el cual hace pulsante el

haz. Por este motivo dicho circuito fue removido y la tensión de entrada es ahora aplicada directamente al diodo laser en cuestión.

Por otra parte el fotomultiplicador analógico será reemplazado por las placas de SensL, es decir por un fotomultiplicador de silicio.

## 2.2 Técnica de preparación de muestras.

Habiendo aclarado los elementos a utilizar, explicaremos ahora las pruebas realizadas y como se prepararon las muestras para dichos ensayos.

La preparación de muestras se realizó de la siguiente manera:

1. Teniendo solamente el sensor prendido, se analiza la tensión obtenida en su salida
2. Colocar 2 ml de agua ultra pura en el tubo de ensayo
3. Analizar en el prototipo V2, la tensión obtenida
4. Con una micro-jeringa tomar una pequeña muestra del polímero a analizar
5. Diluir la muestra en el agua indicada en el punto 2
6. Analizar la tensión obtenida con dicha muestra a  $45^\circ$
7. Colocar 2 ml más de agua ultra pura en el tubo, diluyendo la muestra nuevamente
8. Repetir el inciso 6
9. Si la tensión obtenida, es igual a la mitad de la tensión obtenida anteriormente menos la tensión obtenida para el agua; entonces la muestra preparada es apta para realizar la técnica de SLS. Caso contrario, preparar nuevamente la muestra.
10. Con la muestra correctamente preparada en el prototipo 2, proceder a realizar un barrido de  $0^\circ$  a  $90^\circ$  con paso de  $5^\circ$ . En un pendrive conectado al osciloscopio, se guardaron las muestras de tensión tomadas para cada ángulo.
11. Finalmente, para cada ángulo realizar un promedio de las medidas obtenidas y se obtiene un gráfico de tensión en función del ángulo.
12. Dichos datos eran, en un principio, procesados y analizados por el Dr. Luis Clementi, quien nos indicaba si la medida obtenida se correspondía con el parámetro analizado o debíamos seguir ajustando el equipo para lograr una correcta medición.

En la aplicación “SiPM Experiment Guide” [5] de la empresa SensL, se indica cómo utilizar sus sensores, para la cuenta de fotones. En el mismo se conectan a la salida del sensor, dos amplificadores ZFL-1000LN+ de la empresa Minicircuits, logrando una amplificación final de 40000 veces (ver imagen 19).

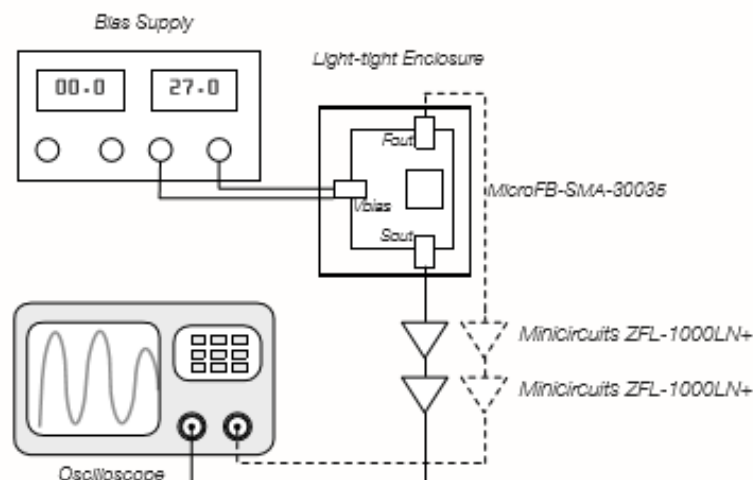


Imagen 19: Setup implementado para contar fotones.

Siguiendo el esquemático de conexión utilizado en el paper para construir un contador de

fotones, se elaboró un amplificador cuyo integrado principal era un mar-7 de Minicircuits, por ser éste, el único componente a nuestro alcance con características de ancho de banda y ganancia similares a las indicadas en bibliografía consultada. Sin embargo, no se lograron obtener los resultados esperados.

Oportunamente, el Ing. L. Maggiolini, a cargo del Laboratorio de Electrónica, nos dona dos amplificadores AD8354, con ancho de banda de 100MHz a 2.7GHz que, al utilizarlos como remplazo de los ZFL-1000LN+ y conectarlos en serie, se pudo alcanzar la amplificación requerida para el conteo de fotones. [6]. En la imagen numero 20 podemos ver una captura de la pantalla donde se observan dos picos de tensión. Estos son dos fotones que han impactado sobre el sensor.

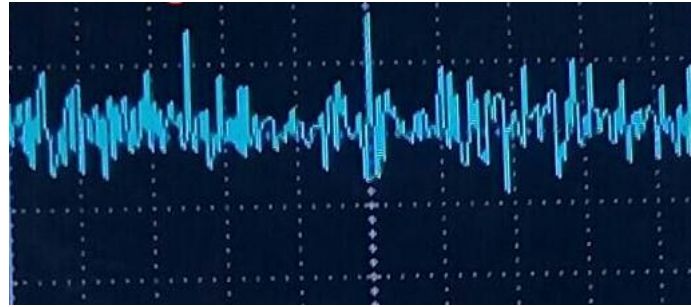


Imagen 20: Visualización de fotones en el Osciloscopio.

Para poder realizar este conteo se tuvo que calibrar el Osciloscopio utilizado. Para el proceso de calibración del osciloscopio, que nos permitió obtener las mediciones correctas, se debió colocar el sensor (fotodiodo) a oscuridad total y temperatura controlada, procediendo a variar el control de Trigger del osciloscopio hasta que su frecuencia de disparo coincidía con los darkcounts indicados en el datasheet del sensor.

Se pudo observar que el sensor resultaba muy sensible a la mínima fuente de luz cercana, tales como brillos de displays, reflejos sobre paredes o incluso sobre las mismas personas de la habitación. Tratando de minimizar el error obtenido por las causas mencionadas, se decidió realizar una tercera versión del prototipo, minimizando al máximo la incidencia de luz externa sobre el sensor (ver imagen 21).

La nueva versión contaba con un gabinete cerrado para la ubicación del sensor y doble pinhole alineado al nivel del láser. Además, contaba con un filtro exclusivo a la longitud de onda de 650 nm.

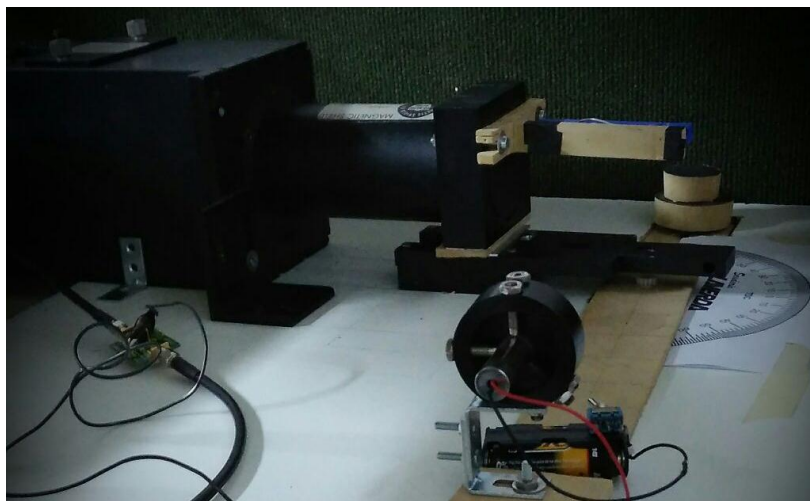


Imagen 21: Gabinete cerrado para la ubicación del sensor y doble pinhole Prototipo N° 3. (Fuente propia)

### 3. Resultados

Con dicho prototipo y los dos amplificadores AD8354 en serie conectados a la salida estándar del sensor, se realizaron muestras sobre partículas de 885 nm y 731 nm, obteniéndose curvas similares a las correspondientes de cada tamaño. Los resultados arrojados por el análisis realizado se pueden observar a continuación:

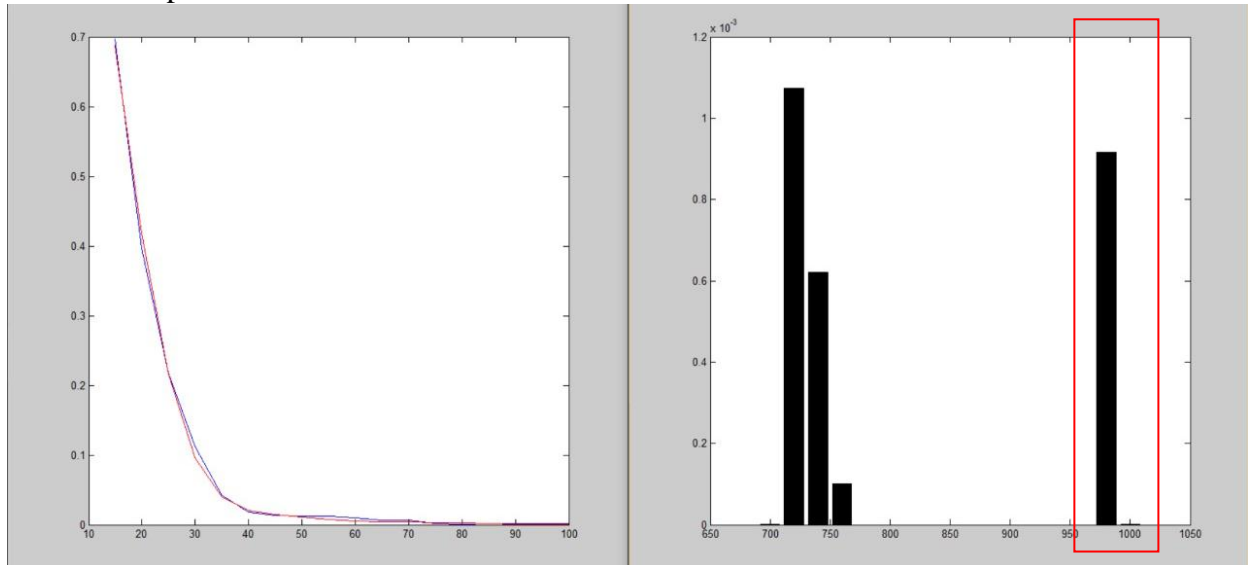


Imagen 22: Análisis muestra 885 nm. (Fuente propia)

En las gráficas anteriores se pueden observar dos representaciones diferentes para cada tamaño analizado. En primer lugar, se muestra una gráfica de tensión vs. ángulo, en donde la curva azul es la correspondiente a la curva parámetro y la roja es la obtenida con el prototipo N°3. En segundo lugar, se puede ver un gráfico de barras con los tamaños de partículas detectados; en la misma se puede observar dentro del recuadrado rojo el resultado obtenido para la muestra analizada por nuestro equipo.

Si bien en ambos casos se puede observar una diferencia de 100 nm. respecto a la muestra original, habría que analizar si este offset obtenido permanece constante para todos los tamaños de partículas a medir.

Se debe tener en cuenta que el prototipo desarrollado se encuentra elaborado con piezas de un cromatógrafo desarmado y otras piezas hechas a mano. Además, la ubicación del ángulo de medida se mide sobre una hoja impresa fijada sobre la base del mismo. Como actividad futura se propone que pueda elaborarse un prototipo con los materiales adecuados, y con las maquinarias necesarias (tales como CNC, impresora 3D), se considera que este error podría disminuirse sin modificar el diseño utilizado.

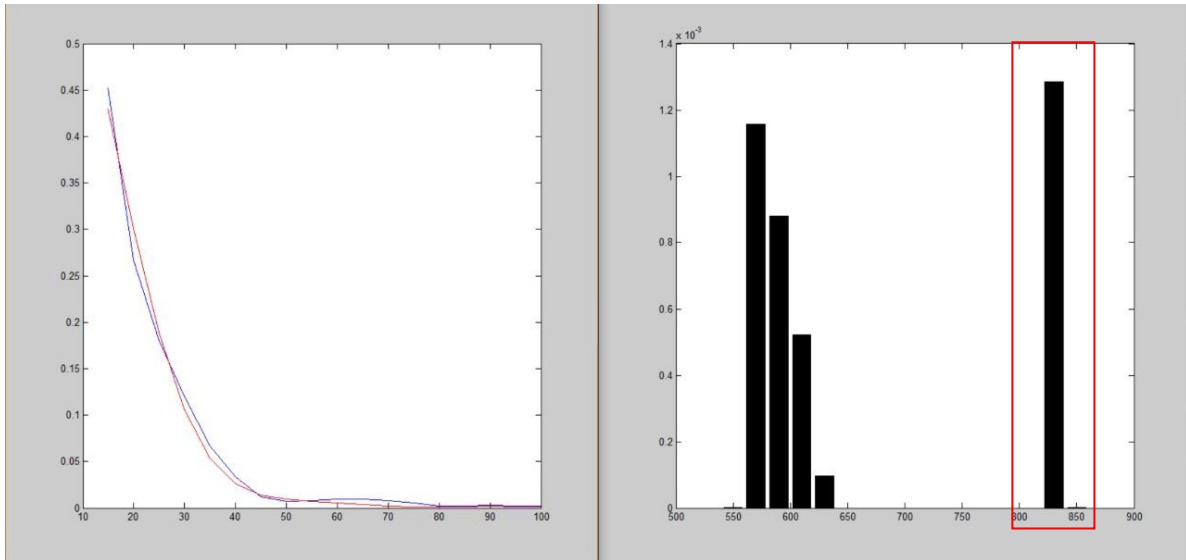


Imagen 23: Análisis muestra 731 nm.(fuente propia)

Estas últimas pruebas realizadas representan un gran paso para el grupo, y nos encaminan en el desarrollo de un equipo de alta precisión para la medición de nanopartículas. Las próximas etapas serían las de realizar estudios sobre la repetitividad de los análisis, y de cumplirse este punto, mejorar la precisión del dispositivo construido.

#### 4-Conclusion

Si bien al momento de realizar este informe aún no se pudieron finalizar todas las pruebas, se logró un gran avance sobre el equipo en cuanto a investigación y pruebas realizadas, obteniendo en las últimas, resultados satisfactorios. Éstos, sientan la base para la continuidad del proyecto, que el equipo de trabajo planea finalizar el año próximo.

Las pruebas se realizaron en el Laboratorio de Holografía de la UTN-FRP, en el cual se logra estar a oscuras por completo, ya que es fundamental para el éxito de esta técnica de medición debido a que se evitan incidencias de luz externas. El resultado de esta medición se puede apreciar en la Imagen 5 con la lectura del voltímetro.

Si bien se podría realizar un análisis más preciso mediante la utilización de equipos acordes a este nivel de sensibilidad, como por ejemplo un osciloscopio con mayor velocidad de muestreo (11) (conteo de fotones), podemos resaltar que las herramientas brindadas por la UTN FRP, tanto físicas (laser, fuentes, etc.), como intelectuales (conocimientos adquiridos a lo largo de la carrera) fueron fundamentales para el desarrollo de esta investigación, que se espera, finalice con un instrumento de alta precisión, realizado por nuestro grupo para ser finalmente instalado en el laboratorio del grupo de polímeros del INTEC-Santa Fe.

#### 5-Bibliografía

[1] Clementi, Luis Alberto. (2011). Caracterización de Partículas Nanométricas por Técnicas de Dispersión de Luz. Estimación de Distribuciones de Tamaños en Látex Poliméricos. Instituto de Desarrollo Tecnológico para la Industria Química (INTEC), dependiente de la Universidad Nacional del Litoral (UNL) y del Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas (CONICET). Disponible en <http://bibliotecavirtual.unl.edu.ar:8080/tesis/bitstream/handle/11185/310/tesis.pdf?sequence=1>

[2] HLM1230 5 mW Red Laser Module. 650 nm. Focusable Acrylic Lens. Disponible en: <http://www.seedstudio.com/document/HLM1230.pdf>

[3] BPW43 Vishay Telefunken Rev. 2, 20- (May-1999) 1 (5) Document Number 81523 Silicon PIN Photodiode. Disponible en: [http://ronja.twibright.com/datasheets/pin/bpw43\\_vishay\\_telefunken.pdf](http://ronja.twibright.com/datasheets/pin/bpw43_vishay_telefunken.pdf)

[4] LASER COMPONENTS (S/D de S/D de S/D). Recuperado el 11 de 10 de 2017 de “Silicon Geiger Mode Avalanche Photodiode”: [https://www.lasercomponents.com/fileadmin/user\\_upload/home/Datasheets/lcd/sap-series.pdf](https://www.lasercomponents.com/fileadmin/user_upload/home/Datasheets/lcd/sap-series.pdf)

[5] SENSE LIGHT (S/D de S/D de S/D). Recuperado el 11 de 10 de 2017 de “SiPM Experiment Guide - Tech Note”: [http://sensl.com/downloads/ds/TN-SiPM\\_SMA\\_Experiment\\_Guide.pdf](http://sensl.com/downloads/ds/TN-SiPM_SMA_Experiment_Guide.pdf)

[6] ANALOG DEVICE. 100 MHz to 2.7 GHz RF Gain Block. 100 MHz to 2.7 GHz RF Gain Block. AD8354. Disponible en: <https://pdf1.alldatasheet.com/datasheet-pdf/view/108888/AD/AD8354.html>

[7] THORLABS (S/D de S/D de S/D). Recuperado el 11 de 10 de 2017 de “Single Photon Counters”: [https://www.thorlabs.com/NewGroupPage9\\_PF.cfm?Guide=10&Category\\_ID=220&ObjectGroup\\_ID=5255](https://www.thorlabs.com/NewGroupPage9_PF.cfm?Guide=10&Category_ID=220&ObjectGroup_ID=5255)

[8] SENSE LIGHT (S/D de S/D de S/D). Recuperado el 11 de 10 de 2017 de “C-Series: Low Noise, Fast, Blue-Sensitive Silicon Photomultipliers”: <http://sensl.com/downloads/ds/UM-MicroC.pdf>

[9] Politécnico de Milano. Dip. Elettronica e Informazione - DEI Single Photon Avalanche Diode Laboratory SPADLab. Recuperado de: <https://pdfs.semanticscholar.org/presentation/3d59/8d2f4856bfd2a3f60bba2f6921ba99b3d894.pdf>