

INTRODUCCIÓN

Los puntos cuánticos (QDs) son muy conocidos por sus emisiones de radiación estrechas, intensas y ajustables por tamaño que abarcan todo el intervalo de color visible, lo que los hace atractivos para la investigación básica y para aplicaciones en diversos campos¹. En la síntesis de QDs CdS, son muchos los factores que afectan la intensidad de fluorescencia, por lo que es necesaria la implementación de un diseño experimental para modelar y optimizar la intensidad de emisión. El objetivo de este trabajo fue optimizar las variables involucradas en la síntesis de QD CdS en función de la intensidad de emisión de las mismas.

RESULTADOS

Síntesis de QDs CdS empleando diseño experimental

Experimental

- Se prepara una solución de CdCl₂ y ácido mercaptopropiónico (AMP), a pH = 11, y se le agrega Na₂S.
- Se deja reaccionar bajo agitación en ausencia de O₂ en un baño termostatzado.

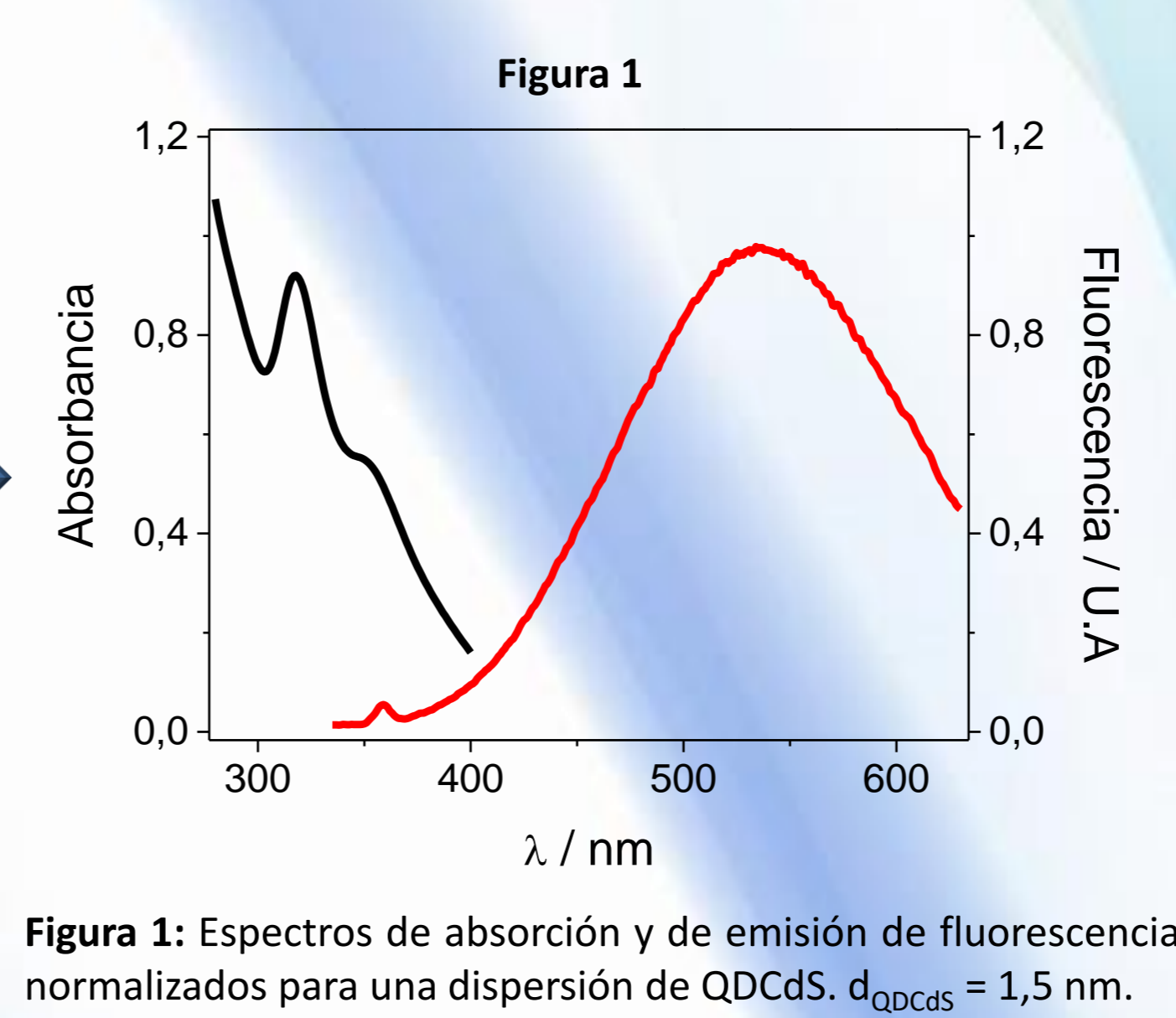
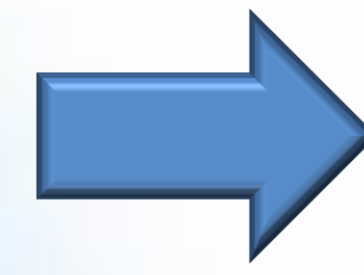


Figura 1: Espectros de absorción y de emisión de fluorescencia normalizados para una dispersión de QDCdS. $d_{QDCdS} = 1,5$ nm.

Selección de variables significativas

Diseño Factorial completo a 2 niveles
Número de experimentos: 32
Número de bloques: 4

Tabla 1. Factores y niveles estudiados.

Variable	Factor	Nivel inferior	Nivel superior
A	CdCl ₂	1,00	10,00
B	Na ₂ S	1,00	10,00
C	AMP	1,00	100,00
D	tiempo	3,00	60,00
E	T	10,00	90,00

T = temperatura

Las variables seleccionadas son: CdCl₂, Na₂S, AMP, Temperatura, existiendo interacciones entre ellas

Figura 2

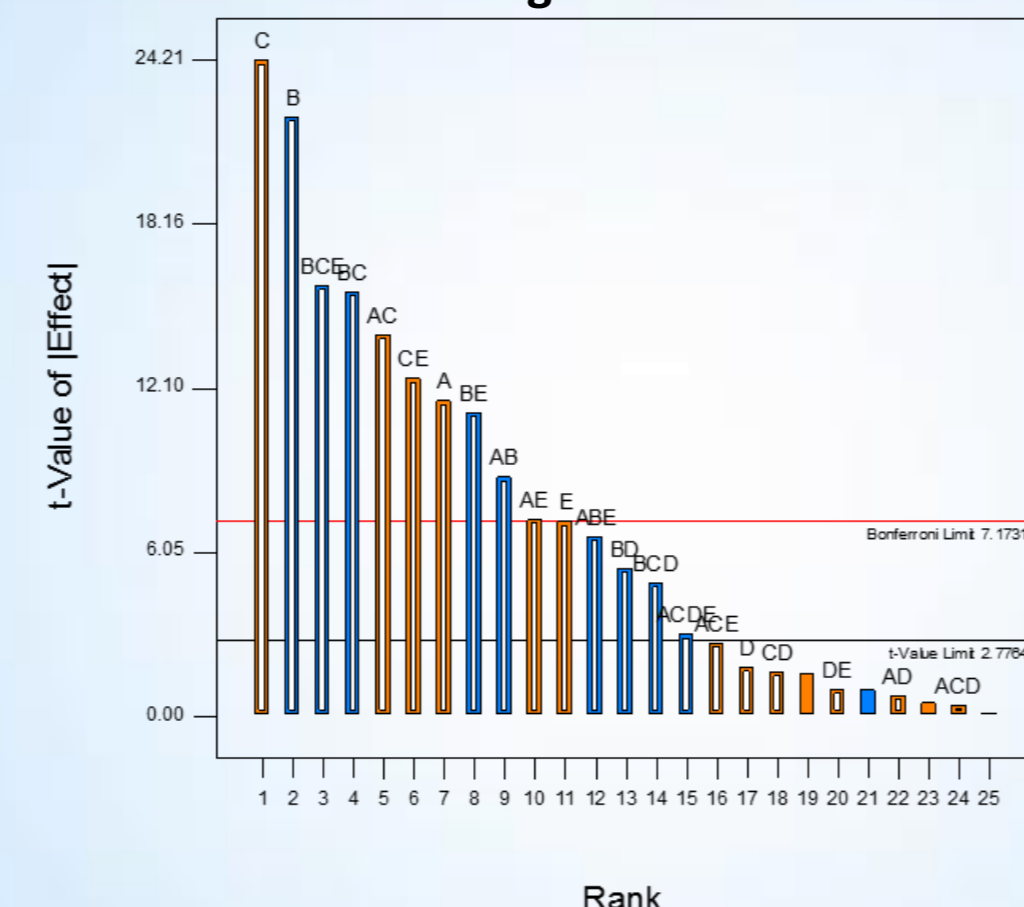


Figura 2: Diagrama de Pareto.

Optimización de variables

Metodología: Superficie de Respuesta
Diseño: Central compuesto
Número de experimentos: 30
Número de bloques: 3

Tabla 2. Niveles estudiados.

Variable	Factor	Tipo	Nivel inferior	Nivel superior
A	CdCl ₂	Numérico	2,50	8,50
B	Na ₂ S	Numérico	2,50	8,50
C	AMP	Numérico	15,00	80,00
D	T	Numérico	20,00	75,00

Tabla 3. Valores de los factores estudiados que describen la región de máxima emisión.

Factor	Intervalo
CdCl ₂	7,96-8,49 mM
Na ₂ S	6,06-8,5 mM
AMP	47,58-71,85 mM
T	20,31-74,12 °C

Figura 3

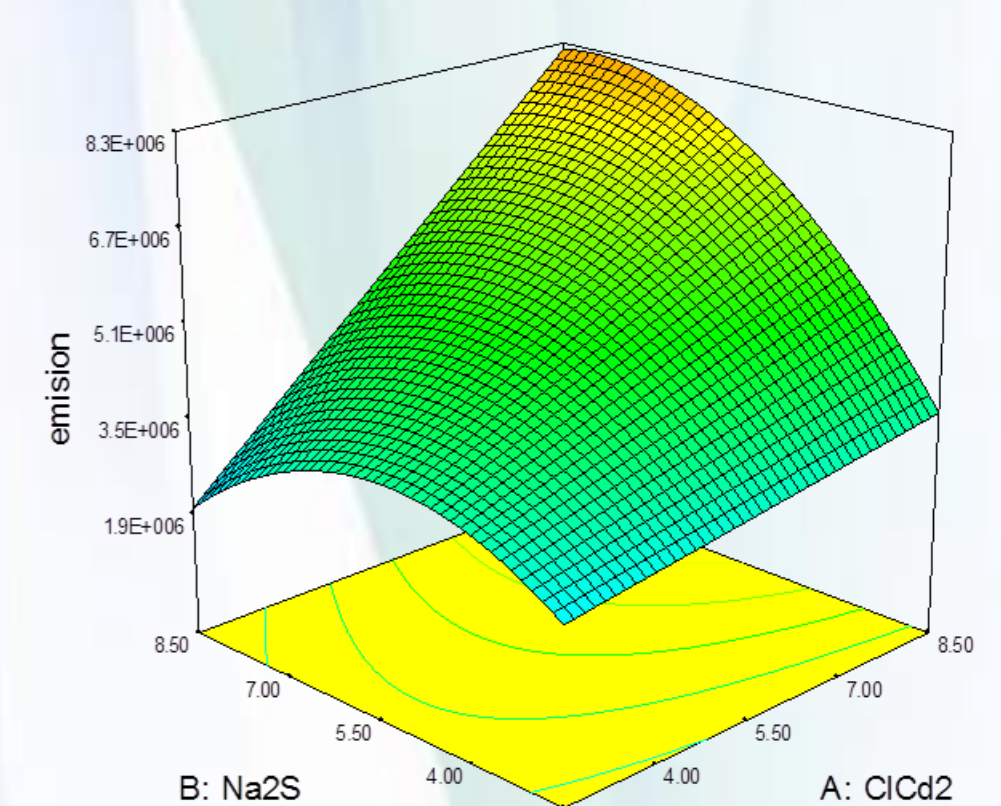


Figura 3: Superficie de respuesta. AMP: 64,97 mM- T:54,94 °C.

Purificación por precipitación selectiva de tamaño y caracterización de los QDs CdS

Precipitación selectiva de tamaño de los QDs CdS en etanol

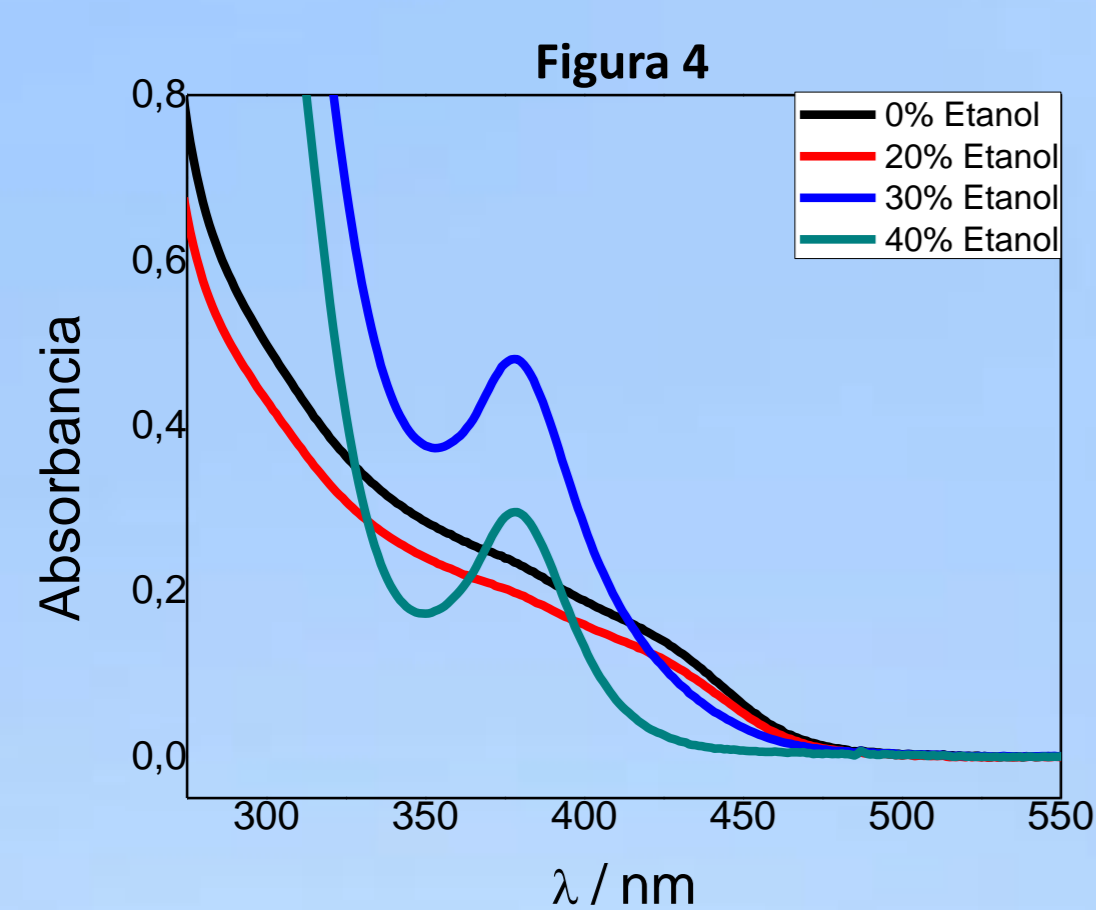


Figura 4: Espectros de absorción para la precipitación de los QDs a diferentes concentraciones de etanol.

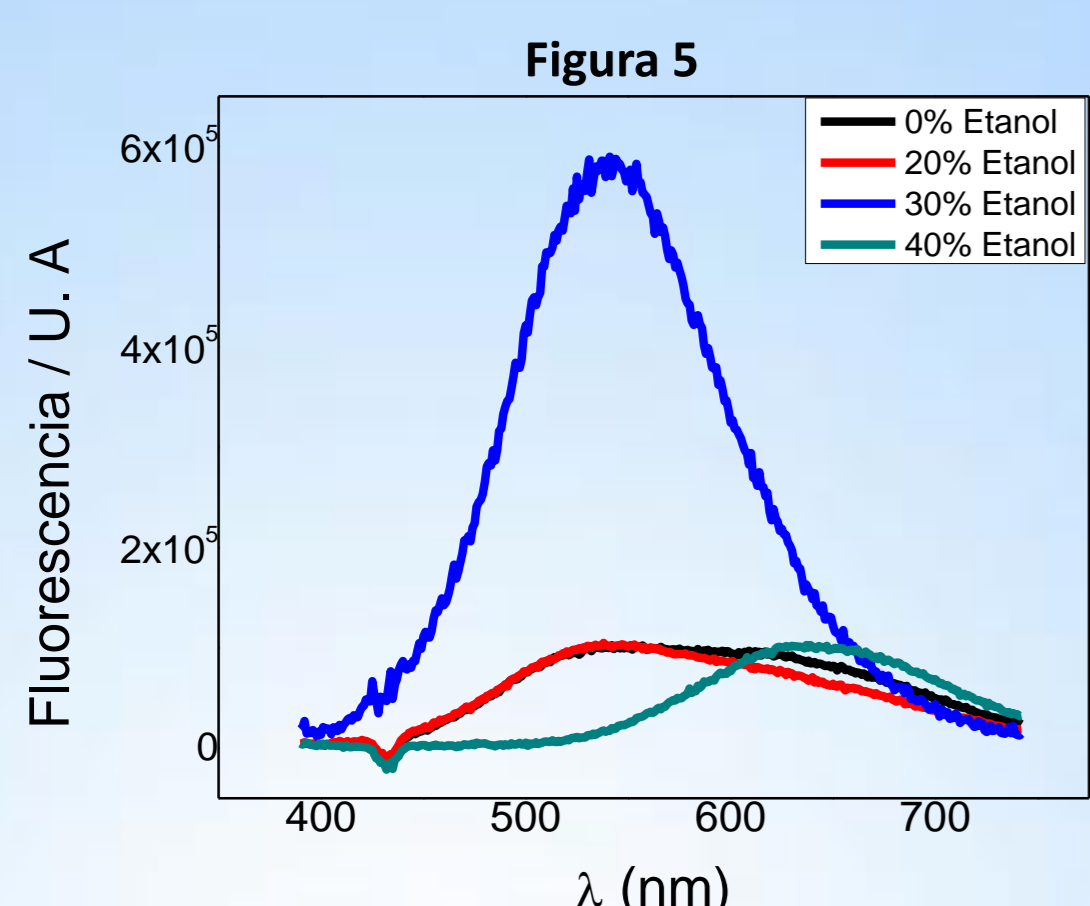


Figura 5: Espectros de emisión para la precipitación de los QDs a diferentes concentraciones de etanol.

Se seleccionó una concentración de 30% etanol para la precipitación.

Caracterización de QDs CdS

DLS y HR-TEM

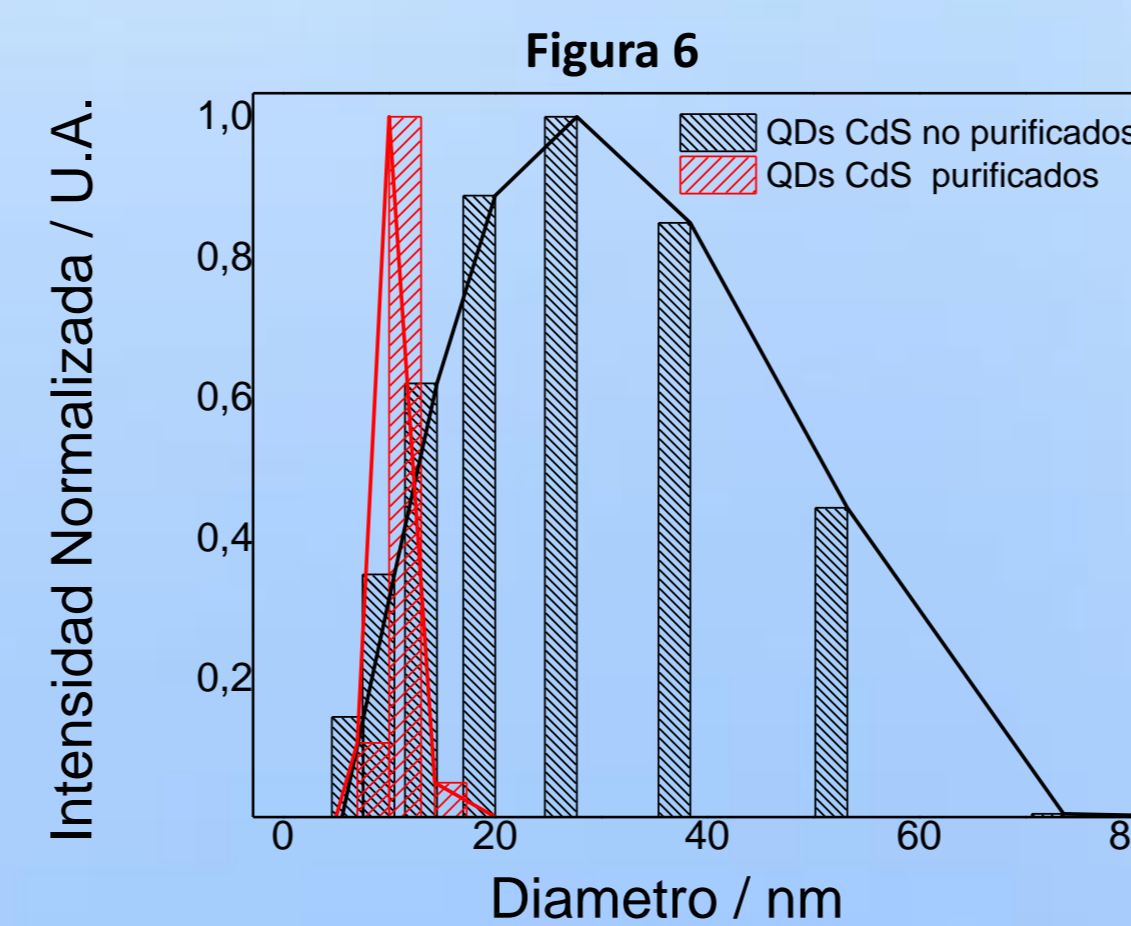


Figura 6: Distribución de tamaño de los NCs CdS medida por DLS para QDs CdS no purificados y purificados con 30% de etanol.

FT-IR

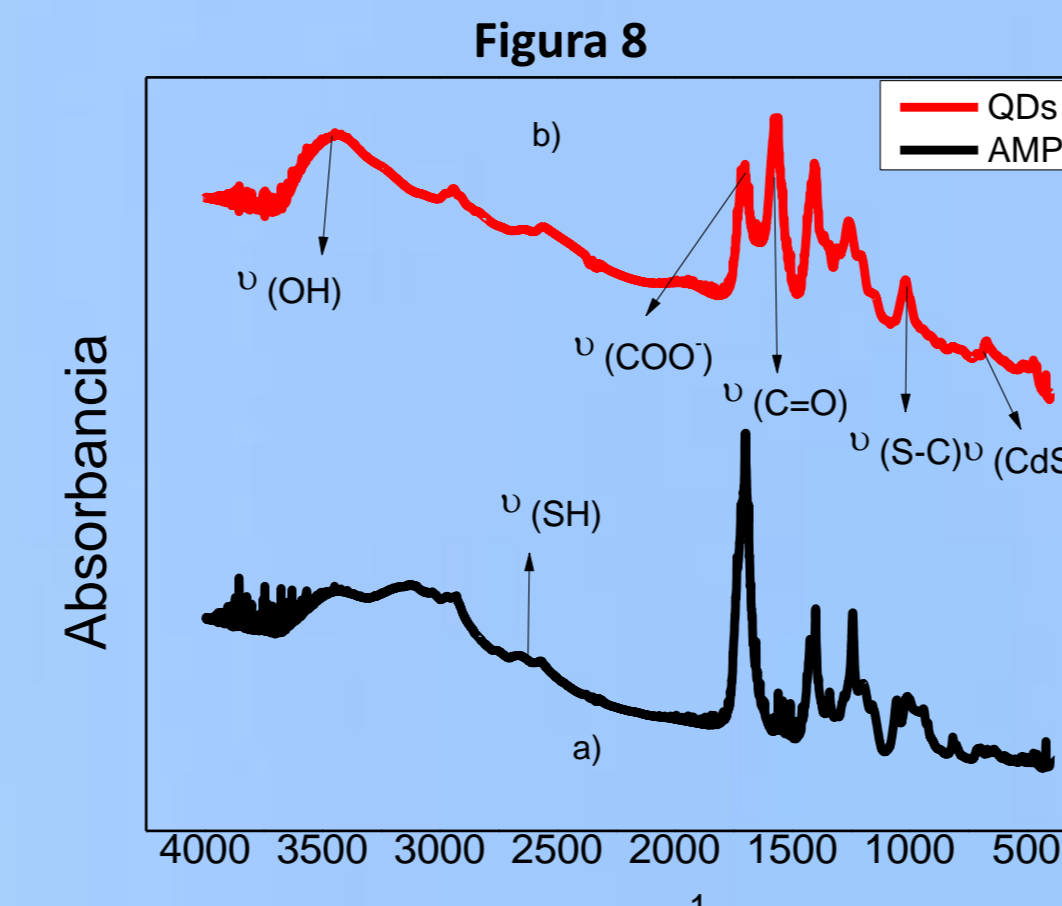


Figura 8: Espectro FT-IR obtenido para los QDs CdS purificados y para el agente de recubrimiento AMP.

Figura 7

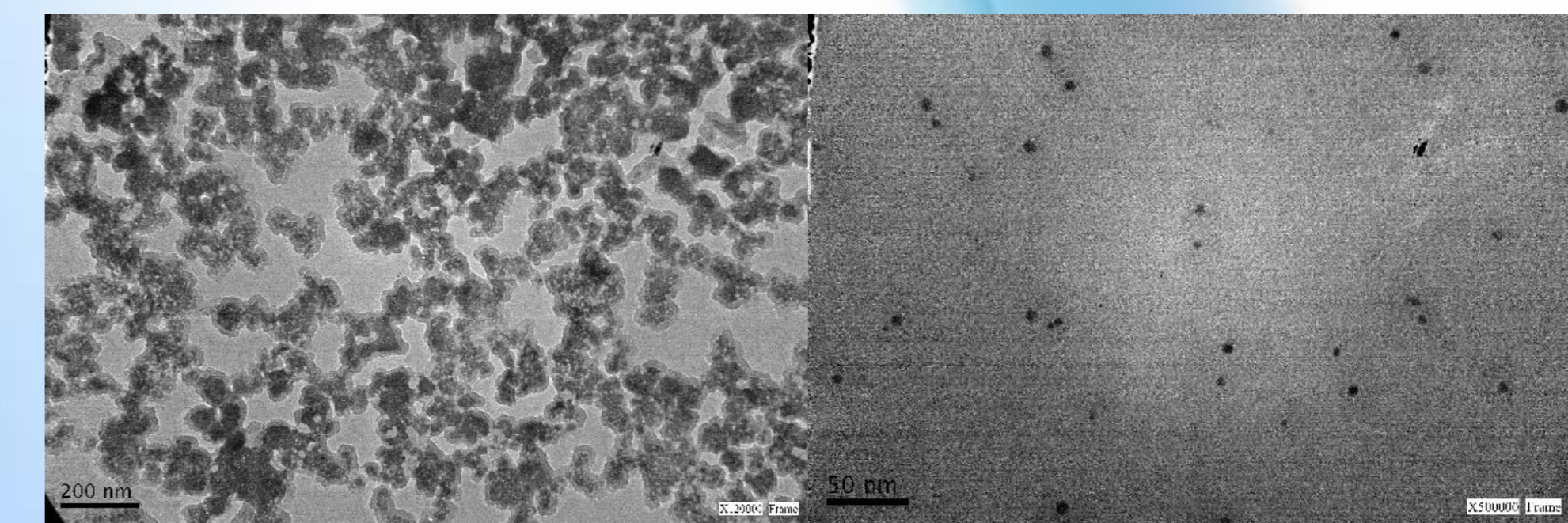


Figura 7: Imágenes TEM para los QDs CdS purificados.

Diámetro de los QDs CdS (determinado HR-TEM): (5,9 ± 0,3) nm.

Tabla 4. Parámetros de los QDs CdS purificados determinados.

Parámetro	Valor
Coefficiente de extinción molar	104197 cm ⁻¹ M ⁻¹
Número de moléculas de CdS por nanocrystal	75
Energía de band gap	2,99 eV
Rendimiento cuántico	0,95%

CONCLUSIONES

Se obtuvieron QDs CdS muy reproducibles utilizando las herramientas quimiométricas y fueron caracterizados exitosamente.

Referencia: Felix, F. S.; Angnes, L. Biosens. Bioelectron. 2018, 102, 470-478.

Agradecimientos: La Ing. Aylén Di Tocco agradece a CONICET por su beca doctoral. Los autores también agradecen a FONCYT, CONICET y a la Secretaría de Ciencia y Técnica de la UNRC por su aporte financiero que permitieron llevar a cabo este trabajo.