

## IMPORTÂNCIA DA TÉCNICA DE DISPERSÃO DE LUZ DINÂMICA PARA A DETERMINAÇÃO DE TAMANHO DE PARTÍCULA

Deisy Teles de Araújo<sup>1</sup>  
Genival Júnior Leoncio Vieira<sup>2</sup>  
Ana Cristina Costa Figueiredo<sup>3</sup>  
Ana Flávia Felix Farias<sup>4</sup>

### INTRODUÇÃO

Existem diferentes métodos para determinar granulometria, podendo citar as técnicas de microscopia, peneiramento, sedimentação, sensoriamento óptico e elétrico, espalhamento de luz a laser (estático ou dinâmico) e medida de área de superfície (KANG *et al.*, 2019). Dentre as técnicas citadas, a presente pesquisa destaca a importância da técnica de Dispersão de luz dinâmica (Dynamic Light Scattering – DLS), que é uma técnica aplicada para determinação de análise de tamanho de partículas a mais de 50 anos (anteriormente, conhecida como “espectroscopia de correlação de fótons” ou “dispersão de luz quase elástica”) e consiste na análise das flutuações de intensidade da luz espalhada em um determinado ângulo (NOMOURA *et al.*, 2013).

A técnica DLS utiliza o método de dispersão de partículas em fase líquida associado com um processo de medida óptica através de difração de laser. Neste método é combinada a relação proporcional entre a difração do laser e a concentração e tamanho de aglomerados. A leitura ocorre através do movimento Browniano das partículas em um dispersante adequado.

Uma vez que as propriedades dos materiais podem ser interferentes em suas aplicações, assim como também na análise de DLS devido as diferentes interações que pode haver com o tipo de dispersante utilizado, o conhecimento sobre da técnica de Dispersão de Luz Dinâmica faz-se necessário para a determinação do tamanho de partícula com maior qualidade e confiabilidade dos resultados. Nesse contexto, diante da crescente aplicação da utilização da técnica DLS para a determinação de tamanho de partículas de diferentes materiais, com ênfase em materiais cerâmicos, o presente trabalho propôs-se realizar um estudo de revisão bibliográfica, como periódicos, teses e dissertações, buscando identificar métodos que vêm sendo utilizados para a determinação de granulometria por DLS que promovam um melhor desempenho e confiabilidade dos resultados.

### METODOLOGIA

De forma geral, o presente trabalho se caracteriza como uma pesquisa bibliográfica que foi realizada a partir de um levantamento de publicações entre o período de 2015 a 2019, utilizando a plataforma online *Science direct* para verificar os trabalhos e pesquisas que foram desenvolvidas utilizando a técnica DLS com a finalidade de determinação de tamanho de

---

<sup>1</sup> Graduanda do Curso de Engenharia Química - UFCG, [deisytelesa@hotmail.com](mailto:deisytelesa@hotmail.com);

<sup>2</sup> Graduando do Curso de Engenharia de Materiais da UAEMA - UFCG, [leonciogenival@gmail.com](mailto:leonciogenival@gmail.com);

<sup>3</sup> Doutora, Professora, Titular da UAEMA - UFCG, [ana.costa@ufcg.edu.br](mailto:ana.costa@ufcg.edu.br);

<sup>4</sup> Doutora, Pesquisadora PNPd/CAPES/PPG-CEMat - UFCG, Orientadora, [anaffr@hotmail.com](mailto:anaffr@hotmail.com).

partícula ou mesmo a otimização da análise. Para isso, utilizou-se as palavras-chaves: *particle size distribution*, DLS (*Dynamic light Scattering*) e *ceramic material*.

## DESENVOLVIMENTO

### Dispersão de Luz dinâmica (Dynamic Lyght Scattering-DLS)

Na técnica de análise por DLS, as partículas dispersas em um fluido têm suas posições relativas, pois mudam o tempo todo em solução devido ao movimento browniano e quando uma partícula é iluminada por uma fonte de luz, como um LASER, ela irá espalhar luz em todas as direções devido a esse movimento. Portanto, essa análise fornece informações sobre o movimento das partículas, movimento este que é a causa das flutuações da intensidade (NOMOURA *et al.*, 2013).

O(s) coeficiente (s) de difusão de nanopartículas é então calculado ajustando a função de auto correlação e usado para determinar o diâmetro hidrodinâmico (ou raio) das partículas através da equação de Stokes Einstein. A análise assume que o objeto medido é de forma esférica (CAPUTO *et al.*, 2019).

A intensidade da luz espalhada pelas partículas depende do tamanho das mesmas e, portanto, as maiores se dispersam intensamente em menores ângulos e partículas menores se espalham com menor intensidade em ângulos mais amplos (BHATTACHARJEE, 2016). Se as moléculas/partículas mudarem suas posições relativas por uma distância da ordem de metade do comprimento de onda da fonte de luz a intensidade vai mudar significativamente (GENDAL, 2019). A detecção da frequência da luz é captada por detectores que estarão posicionados em dois ângulos, 90° ou 173° (para os equipamentos mais modernos).

### Importância da determinação do tamanho de partícula por meio da técnica DLS

A técnica de dispersão de luz dinâmica é amplamente utilizada para estabelecer, por exemplo, o tamanho de proteínas, de ácidos nucleicos, de micelles, e de hidratos de carbono, e outros. Ainda pode igualmente medir as partículas em tamanho menores de um nanômetro. Além disso, a técnica DLS pode ser usada também para calcular o peso molecular das partículas e para identificar os tipos diferentes da molécula presentes na mesma solução (FIELDS, 2018).

O conhecimento do tamanho de partículas é um parâmetro importante para a indústria e diversas aplicações devido à relação existente entre o tamanho de partícula e as propriedades dos materiais. Por exemplo, nas indústrias de tintas e pigmentos, a granulometria tem influência nas propriedades de aparência, incluindo brilho e força tintorial (DRESSLER *et al.*, 2016); o tamanho de partícula do cacau em pó usado no chocolate afeta a cor e o sabor (GONÇALVES; LANNES, 2010), já na indústria de cimento o tamanho das partículas influencia a taxa de hidratação e força (CASTRO *et al.*, 2011). Nos materiais cerâmicos, verifica-se que o tamanho das partículas afeta fortemente a microestrutura e força, uma vez que, com a diminuição do tamanho das partículas, a porosidade aparente diminui gradualmente, levando a um aumento na resistência à compressão (ALI *et al.*, 2017).

Um exemplo a ser citado é o estudo feito por Marín *et al.* (2018) que utilizando a técnica DLS para análise de granulometria de diferentes tipos de sílica reportou a importância da técnica na determinação do tamanho de partícula, pois a sílica ocorre em um estado agregado com tamanhos de partículas primárias na ordem de grandeza em nanômetros ou em estado aglomerado de tamanho micrométrico. Por isso Marín e seus colaboradores reportam a relevância de considerar a distribuição de tamanho para uma dada via de exposição, por exemplo, a inalação de partículas no trato respiratório humano, os aglomerados maiores

podem ser depositados na região nasofaríngea, os pequenos aglomerados podem ser parcialmente depositados na região traqueobrônquica, e materiais pequenos de grandeza nanométrica podem penetrar na região alveolar do pulmão.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Utilizando a plataforma online Science direct para verificar os trabalhos, como *reviews* e artigos periódicos, que vem sendo desenvolvidos entre os anos de 2015 e 2019, foram encontrados 290.488 unidades de trabalhos quando utilizado na busca palavra-chave distribuição de tamanho de partícula (*particle size distribution*), um indicativo da necessidade de mensurar tamanhos ou aglomerados de partículas, sinalizando assim, a magnitude e importância da abordagem em diversas áreas de pesquisas científicas, sejam na química, nas engenharias, em ambiental ou até mesmo na área de saúde.

Ao seguir a pesquisa buscando realizar um refinamento, adicionando como palavra-chave a sigla *DLS*, a quantidade de trabalhos encontrados caem para 15.897, uma redução de 94,57 %, Esses valores indicam que embora exista uma vasta necessidade e métodos de determinação granulometria como já citado, microscopia, peneiramento, sedimentação, sensoriamento óptico e elétrico, dentre outras (KANG *et al.*, 2019), a utilização da técnica de dispersão de luz dinâmica (DLS) para esta finalidade ainda vem crescendo ao logo dos anos, pois a quantificação de artigos encontrado quando realizada a pesquisa delimitando os anos foram encontrados: 2374 und de trabalhos em 2015, 2802 und em 2016, 3344 und em 2017, 3722 und em 2018 e 3627 und em 2019. Percebe-se que há uma evolução ao longo dos anos na quantidade de trabalhos que são produzidos, indicando o interesse da técnica DLS aplicada ao conhecimento da distribuição do tamanho de partícula de diferentes materiais e áreas de pesquisa.

Ao estreitar ainda mais a pesquisa, tentando direcionar para a área de materiais cerâmicos, adicionando ao refinamento a palavra-chave *ceramic material*, o resultado encontrado foi de 661 und de trabalhos, uma redução de 95,84 % em relação a quantidade trabalhos encontrados quando o refinamento foi realizado com DLS. Dos 661 und de trabalhos produzidos, por ano foram encontrados: 86 und em 2015, 125 und em 2016, 137 und em 2017, 152 und em 2018 e 161 und em 2019. Havendo também, portanto, uma evolução ao longo dos anos referente ao uso da técnica de DLS para caracterizar materiais cerâmicos em diferentes áreas de estudo.

Dentre os 161 artigos publicados em 2019, a plataforma de pesquisa utilizada disponibilizou, apenas 12 trabalhos, ou seja, apenas 7,45 % dos trabalhos publicadas possuíam acesso livre, e ainda em meio a esses, existiam dois estudos que classificam DLS como Fonte de luz de Diamante (Sui *et al.*, e Nommeots-Nomm *et al.*), ou seja, não tem relação com o presente trabalho e por esta razão trabalhamos com apenas 9 periódicos (2 und - J. Eur. Ceram. Soc., 2 und – Materials & Design, 1 und - Ceram. Int., 1 und - Sci. Total Environ., 1 und - J. Mater. Res. and Technol., 1 und - Heliyon, 1 und - Chem. Eng. Sci: X) e 1 und - *review* do Heliyon, que são disponíveis a sociedade.

É importante destacar também que dos trabalhos de 2019, selecionas aqui, Zehlike *et al.*, Mussato *et al.*, Bumataria *et al.*, e Balabanov *et al.*, descrevem a utilização técnica DLS com a finalidade de determinar o tamanho de partícula de materiais cerâmicos em estudo sem nenhuma modificação de metodologia para o funcionamento da técnica. No entanto, embora não tenha sido reportado nessas pesquisas destacadas aqui, modificações que promovam a otimização de um método detalhado do funcionamento da técnica de DSL, alguns estudos, tais como, Rosa *et al.*, Simsek *et al.*, Song, *et al.*, Talimian e Galusek, que utilizaram a técnica

DLS para realizar a medida de distribuição de tamanho de partículas, associada a metodologias de medida de potencial zeta, mudanças de pH de soluções, variação de concentração do dispersante e propriedades reológicas, para melhor avaliar a estabilidade coloidal, dispersão, suspensões ou desaglomeração de partículas através de interações eletrostáticas com o propósito de promover a melhor formação de diferentes materiais cerâmicos, a exemplo de compósitos ou matérias híbridos.

## CONSIDERAÇÕES FINAIS

Através do levantamento bibliográfico foi possível concluir que há uma evolução ao longo dos anos na quantidade de trabalhos desenvolvidos que utilizam a técnica DLS aplicada para a determinação de tamanho de partícula de diferentes materiais dentre os quais os materiais cerâmicos, evidenciando assim uma maior acessibilidade à técnica. No entanto a otimização ou estudos mais detalhados sobre o funcionamento da técnica ainda é um desafio e portanto, necessário o desenvolvimento de pesquisas com foco no aprimoramento da técnica, de modo a auxiliar na promoção de um melhor desempenho e confiabilidade dos resultados.

**Palavras-chave:** DLS; Granulometria, Material cerâmico.

## REFERÊNCIAS

ALI M. S., ARIFF A. H. M., JAAFAR C. N. A., TAHIR S. M., MAZLAN N., MAORI K. A., NASER H., Factors Affecting the Porosity and Mechanical Properties of Porous Ceramic Composite Materials. **Reference Module in Materials Science and Materials Engineering**, 1-54, 2017.

BALABANOV S. S., FILOFEEV S. V., IVANOV M. G. , KALININA E. G., KUZNETSOV D. K., PERMIN D. A., ROSTOKINA E. Y., Self-propagating high temperature synthesis of  $(\text{Ho}_{1-x}\text{La}_x)_2\text{O}_3$  nanopowders for magneto-optical ceramics. **Heliyon** 5, e01519, 2019.

BHATTACHARJEE S., DLS and zeta potential – What they are and what they are not?, **Journal of Controlled Release** 235, 337–351, 2016.

BUMATARIA, R. K., CHAVDA, N. K., & PANCHAL, H., Current research aspects in mono and hybrid nanofluid based heat pipe technologies. **Heliyon**, 5(5), e01627, 2019.

CAPUTO F., CLOGSTON J., CALZOLAI L., RÖSSLEIN M., PRINA-MELLO A., Measuring particle size distribution of nanoparticle enabled medicinal products, the joint view of EUNCL and NCI-NCL. A step by step approach combining orthogonal measurements with increasing complexity. **Journal of Controlled Release**, 299, 31–43, 2019.

CASTRO A. L., LIBORIO J. B. L., PANDOLFELLI V. C., A influência do tipo de cimento no desempenho de concretos avançados formulados a partir do método de dosagem computacional. **Cerâmica**. 57, 10-21, 2011.

DRESSLER A., PREUSS N. L., COSER E., FERREIRA C. A., Desempenho de tintas base água formuladas com dióxido de titânio com diferentes morfologias na reflexão da radiação

na região do infravermelho, **22º CBECiMat - Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais**, Natal - RN, Brasil, Novembro de 2016.

FIELDS, D., Life Science Applications of Dynamic Light Scattering (DLS), **News-Medical: Life Sciences**. 23 de agosto de 2018. Disponível em: < [https://www.news-medical.net/life-sciences/Life-Science-Applications-of-Dynamic-Light-Scattering-\(DLS\).aspx](https://www.news-medical.net/life-sciences/Life-Science-Applications-of-Dynamic-Light-Scattering-(DLS).aspx)>. Acesso em: 16 de maio de 2019.

GENDAL, L. **Light Scattering a brief introduction**, University of Copenhagen, 2019.

KANG X., XIA Z., CHEN R., LIU P., YANG W., Effects of inorganic cations and organic polymers on the physicochemical properties and microfabrics of kaolinite suspensions. **Applied Clay Science**, 176, 38–48, 2019.

MARÍN R. R. R., BABICK F., LINDNER G. G., WIEMANN M., STINTZ M., Effects of Sample Preparation on Particle Size Distributions of Different Types of Silica in Suspensions. **Nanomaterials**, 8, 454, 2018.

MUSSATTO, A., GROARKE, R., A-HAMEED, A., AHAD, I. U. I., VIJAYARAGHAVAN, R. K., O'NEILL, A., BRABAZON, D. Evaluation via powder metallurgy of nano-reinforced iron powders developed for selective laser melting applications. **Materials & Design**, 182, 108046, 2019.

NOMURA D. A., ENOKI T. A., GOLDMAN C., LAMY M. T., Espalhamento Dinâmico de Luz. Instituto de Física, Universidade de São Paulo, 2013.

NOMMEOTS-NOMM A., LIGORIO C., BODEY A.J, CAI B., JONES J.R., LEE P.D., POOLOGASUNDARAMPILLAI G., Four-dimensional imaging and quantification of viscous flow sintering within a 3D printed bioactive glass scaffold using synchrotron X-ray tomography. **Materials Today Advances**, 2, 100011, 2019.

ROSA, M., GOODEN, P. N., BUTTERWORTH, S., ZIELKE, P., KIEBACH, R., XU, Y., ESPOSITO, V. Zirconia nano-colloids transfer from continuous hydrothermal synthesis to inkjet printing. **Journal of the European Ceramic Society**. 39, 2–8, 2019.

ROSA, M.; ZIELKE, P. KIEBACH, R.; BASSETO, V. C.; LESCH, A.; ESPOSITO, V. Printing of NiO-YSZ nanocomposites: From continuous synthesis to inkjet deposition. **Journal of the European Ceramic Society**. 39, 1279–1286, 2019.

SIMSEK, S.; ALAS, M. O.; GENÇ, R. Evaluation of the physical properties of fluorescent carbon nanodots synthesized using Nerium oleander extracts by microwave-assisted synthesis methods. **Journal of Materials Research and Technology**, 8(3), 2721–2731, 2019

SONG, Y., HE, G., WANG, Y., & CHEN, Y., Tribological behavior of boron nitride nanoplatelet reinforced Ni<sub>3</sub>Al intermetallic matrix composite fabricated by selective laser melting. **Materials & Design**, 107579, 2019.

SUI, T., SALVATI, E., ZHANG, H., NYAZA, K., SENATOV, F. S., SALIMON, A. I., & KORSUNSKY, A. M. Probing the complex thermo-mechanical properties of a 3D-printed polylactide-hydroxyapatite composite using in situ synchrotron X-ray scattering. *Journal of Advanced Research*. **Journal of Advanced Research** 16, 113–122, 2019.

TALIMIAN, A., & GALUSEK, D., Aqueous slip casting of translucent magnesium aluminate spinel: Effects of dispersant concentration and solid loading. **Ceramics International**. 45, 10646–10653, 2019.

ZEHLIKE, L., PETERS, A., ELLERBROCK, R. H., DEGENKOLB, L., & KLITZKE, S., Aggregation of TiO<sub>2</sub> and Ag nanoparticles in soil solution – Effects of primary nanoparticle size and dissolved organic matter characteristics. **Science of The Total Environment**, 688, 288–298, 2019.