



Influencia de la temperatura en la síntesis de nanopartículas de oro con quitosan

Angel Netzahual^a, Orlando Zaca Moran^a, Ada Maria Rios Cortez^a, Baudelia Chavez Aguilar^a, Marlon Rojas Lopez^a, Abdu Orduña Diaz^a y Julio Roberto Reyes Leyva^b

^a Centro de Investigación en Biotecnología Aplicada, IPN Tlaxcala. gelo89_@live.com.mx

^b Centro de Investigación Biomédica de Oriente. julio.reyes@imss.gob.mx

Resumen

En la actualidad los nanomateriales están cobrando importancia debido a sus posibles aplicaciones en diversas áreas que incluyen textil, agricultura, farmacéutica, biomédica etc., entre estas nanoestructuras están las nanopartículas de oro, las cuales poseen propiedades de compatibilidad con organismos y son de bajo nivel tóxico. Se realizó la síntesis de nanopartículas de oro, utilizando al quitosan como agente reductor, en ausencia y presencia de trifosfato de sodio pentabásico, el proceso de síntesis se realizó con cuatro temperaturas diferentes a 70°, 80°, 90° y 100°C. Por lo que el propósito de este trabajo es observar que influencia tiene la variación de temperatura y la aplicación del fosfato en la generación de las nanopartículas. Para la caracterización de las nanopartículas se utilizó espectroscopia Uv-visible y microscopía de transmisión (TEM). Los espectros de Uv-vis indican una mayor intensidad y un corrimiento a menores longitudes de onda a medida que se incrementa la temperatura durante la reacción, dando un indicio de que el tamaño disminuye a mayor temperatura, por microscopía se confirmó el tamaño siendo 20 nm y forma esférica a 70°, la aplicación del fosfato produce dos bandas de absorción del espectro electromagnético.

Introducción

Las nanopartículas metálicas son agregados aislados de átomos de tamaño comprendido 1 y 100 nm rodeados de una capsula protectora o estabilizadora que evita la aglomeración (Friederici, 2013), estas poseen propiedades físicas diferentes al estado *bulk*, entre ellas los plasmones superficiales (Vidal & Moreno, 2008), los cuales en interacción con un haz incidente de la misma frecuencia entran en resonancia, que se traduce en una banda de absorción aproximadamente a 520 nm del espectro electromagnético, esta propiedad es dependiente del tamaño, concentración, geometría, la distancia entre partículas, naturaleza de la capa estabilizadora, carga superficial, índice de refracción del solvente (X.E.G.Dib, Mendez, S.S.Guzman, Luppi, & Yacaman, 2008). Hoy en día se ha manipulado diferentes parámetros como el uso de distintos agentes reductores, como citrato trisódico, tartrato de sodio y borohidruro sódico (Lucioni, 2012), en la denominada síntesis verde se utilizan extractos (Rico-Moctezuma, Vilchis-Nestor, & V. Sánchez-Mendieta, 2010) o productos de origen biológicos como el quitosan (Anuradha, Anand, & Hemanth, 2006) (Bhumkar, Joshi, Sastry, & Pokharkar, 2007) (Malathi, Balakumaran, Kalaichelvan, & Balasubramanian, 2013), este es un polímero que se obtiene de la desacetilación de la quitina mismo que se ha utilizado en la síntesis de nanopartículas (Huerta, Rincón, Valbuenaa, & López, 2012) (Malathi, Balakumaran, Kalaichelvan, & Balasubramanian, 2013), adicionalmente la aplicación de estabilizantes, variación en el tiempo de reacción, agitación y temperatura, determinarán el tamaño y forma de las nanopartículas, ya que en función de ello se busca una aplicación. Por lo que el objetivo de este trabajo es observar la influencia de la temperatura y la aplicación del trifosfato de sodio



pentabásico en las nanopartículas, utilizando al quitosán como agente quelante, para determinar la forma y tamaño se utilizó microscopía TEM.

Sección experimental

Los reactivos trifosfato de sodio pentabásico ($\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$), quitosán peso medio molecular (180000-330000 g/mol) con 75-85 % de desacetilación, ácido cloroáurico ($\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), ácido acético (CH_3COOH), se adquirieron de sigma. Debido a la baja solubilidad del polímero, este se disolvió en ácido acético al 1%, dejando en agitación rotatoria a 30 rpm por 12 hrs, enseguida se adiciono el fosfato a una concentración de 0.5 mM, se dejó homogenizar a 30 rpm durante 3hrs. Una vez teniendo la solución base (con y sin fosfato) se mezcló con el precursor metálico a una razón volumen de 7:3 de oro y disolución respectivamente, la reacción se realizó durante 3 hrs, y agitación de 300 rpm, se realizó a diferentes temperaturas 70° , 80° , 90° y 100°C .

Resultados y discusión

Se obtuvieron soluciones acuosas que presentan una coloración roja insertado en la figura 1, la cual refiere a la formación de nanopartículas de oro (Takeuchi, 2012), la espectroscopia Uv-vis es ampliamente utilizada en la caracterización de las nanopartículas metálicas, esto debido a la resonancia del plasmón superficial (Haiss, Thanh, Aveyard, & Fernig, 2007).

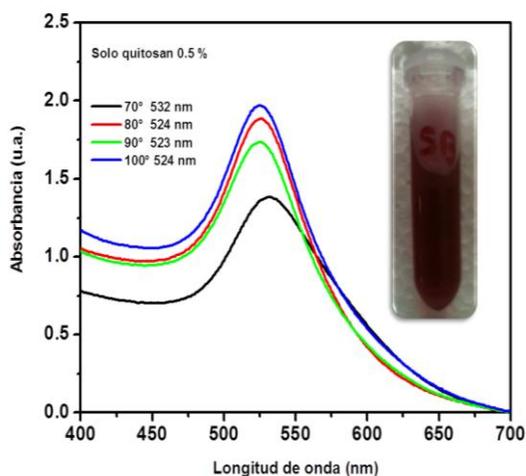


Figura 1. Espectros de absorción de nanopartículas de oro con quitosán

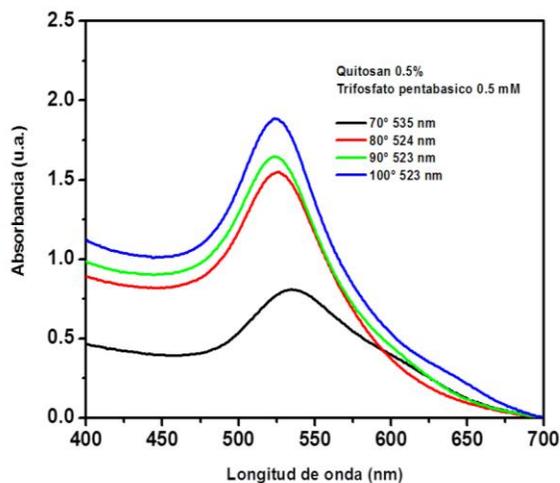


Figura 2. Espectros de absorción de nanopartículas de oro con quitosán y TPP

En los tratamientos (presencia y ausencia del fosfato) se observan un efecto hipsocrómico en el máximo de absorción a medida que se incrementa la temperatura, lo cual implica un menor tamaño en la nanopartícula (Haiss, Thanh, Aveyard, & Fernig, 2007), este corrimiento a longitudes de onda menor, indican que el proceso de nucleación se incrementa y el crecimiento disminuye (Ramires, 2004), la intensidad de absorción aumenta en relación a la temperatura 1.389 unidades arbitrarias (u.a.) - 1.960 u.a. solo con quitosán, y 0.802 u.a. - 1.884 u.a. con la aplicación de fosfatos, en este último se observa una banda de absorción en 600 nm probablemente a la agregación de partículas o bien partículas con forma triangular como lo reporta (yang, 2004). El método más adecuado para determinar el tamaño de nanopartículas es mediante microscopía de transmisión, y de acuerdo a esta técnica el tamaño medio es de 20 nm para ambos tratamientos a temperatura de 70° , tienen



forma esférica mostrado en la figura 3 (a, b). Los resultados del tratamiento de quitosán a 80° son similares a lo reportado por Malathi, Balakumaran, Kalaichelvan, & Balasubramanian, 2013, ya que la posición de la banda de absorción de Uv-visible caen en la misma longitud de onda.

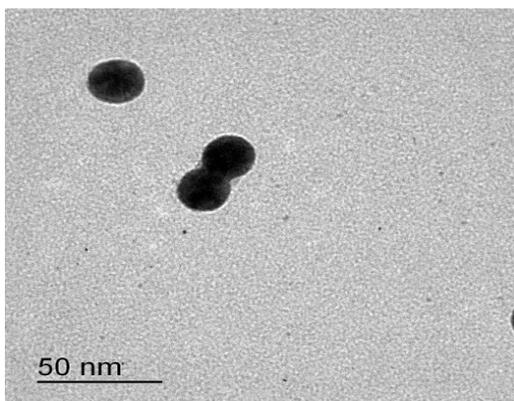


Figura 3a). Micrografía de nanopartículas de oro con quitosán

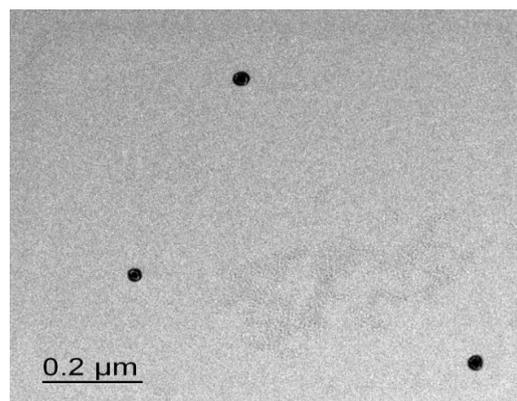


Figura 3b). Micrografía de absorción de nanopartículas de oro con quitosán y TPP

Conclusión

El incremento de temperatura en la síntesis produce un corrimiento a longitudes de onda menor y mayor intensidad de la banda de absorción de las nanopartículas, que da un indicio de una disminución del tamaño de estas mismas. El tamaño de partícula es de 20 nm con forma esférica. La aplicación de fosfatos forma otras bandas de absorción indicando agregación de partículas.

Referencias

1. Anuradha, S., Anand, V. R., & Hemanth, K. (2006). Surface modification of chitosan for selective surface–protein interaction. *Carbohydrate Polymers*, 321–332.
2. Bhumkar, D. R., Joshi, H. M., Sastry, M., & Pokharkar, a. V. (2007). Chitosan Reduced Gold Nanoparticles as Novel Carriers for Transmucosal Delivery of Insulin. *Pharmaceutical Research*, 1415-1426.
3. Friederici, M. M. (2013). Nanopartículas de Au y Pd: Síntesis, funcionalización y aplicaciones catalíticas. *Universitat de Barcelona, Departament de Química Inorgànica*, 1-30.
4. Haiss, W., Thanh, N. T., Aveyard, J., & Fernig, a. D. (2007). Determination of Size and Concentration of Gold Nanoparticles from UV-Vis Spectra. *Analytical Chemistry*, 4215-4221.



5. Huerta, A. C., Rincón, M. C., Valbuena, A. C., & López, y. A. (2012). OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE PAPEL DE QUITOSANO. *Revista Iberoamericana de Polimeros*, 41-51.
6. Lucioni, A. C. (2012). Síntesis de nanopartículas de oro obtenidas por reducción de $H(AuCl_4)$. *Rev Soc Quím Perú*, 79-90.
7. Malathi, S., Balakumaran, M. D., Kalaichelvan, P. T., & Balasubramanian, S. (2013). Green synthesis of gold nanoparticles for controlled delivery. *ADVANCED MATERIALS Letters*, 933-940.
8. Ramírez, J. F. (2004). *Nanopartículas metálicas: síntesis, caracterización y aplicación en celdas de combustible*. Puebla: Benemérita Universidad Autónoma de Puebla.
9. Rico-Moctezuma, A., Vilchis-Nestor, A. R., & V. Sánchez-Mendieta. (2010). Biosíntesis de nanopartículas de oro mediante el extracto de *Opuntia ficus-indica*. *Sociedad Mexicana de Ciencia y Tecnología de Superficies y Materiales*, 94-97.
10. Takeuchi, N. (2012). Capítulo 6. En N. Takeuchi, *Nanociencia y nanotecnología: La construcción de un nuevo mundo átomo por átomo*. México DF: Fondo de Cultura Económica.
11. Vidal, F. J., & Moreno, L. M. (2008). Plasmones Superficiales. *Investigación y Ciencia*, 66-76.
12. X.E.G.Dib, Méndez, U., S.S.Guzmán, Luppi, D., & Yacamán, y. M. (2008). Síntesis y propiedades de nanopartículas monometálicas y bimetálicas oro y plata. *ingenierías*, 73.78.
13. Yang, H. H. (2004). Síntesis de quitosano estabilizado oro nanopartículas en la ausencia/presencia de tripolifosfato. *Biomacromolecules*, 2340-2346.