

Efecto de la temperatura y concentración de glucosa en la síntesis verde de nanopartículas de plata

A. M. Cervantes Tavera^a, A. A. Hernández Santiago^a, H. Flores Méndez^{a*}, M. A. Morales Sánchez^b, R. Agustín Serrano^c, R. García Hernández^d

^a Laboratorio de Química-Biofísica, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Facultad de Ciencias Químicas, Ciudad Universitaria, Col. San Manuel. C.P. 72570, Puebla, México.

^b Laboratorio de Química-Biofísica, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Facultad de Ingeniería Química, Ciudad Universitaria, Col. San Manuel. C.P. 72570, Puebla, México.

^c Centro de Vinculación y Transferencia de Tecnología, Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, Facultad de Ingeniería Química, Ciudad Universitaria, Col. San Manuel. C.P. 72570, Puebla, México.

*Correo electrónico: f200917960@hotmail.com .

Recibido 30 de Julio de 2018, Aceptado 30 de Agosto de 2018

Resumen

Las nanopartículas de plata pueden ser usadas para aplicaciones antifúngicas y también para mejorar la resolución de los espectros Raman. En este artículo es reportada la síntesis de nanopartículas de Ag empleando un buen agente reductor (glucosa). La glucosa es usada debido a que no contamina el medio ambiente. Las nanopartículas fueron caracterizadas por espectroscopia IR (Infrarroja) y UV-Vis (ultravioleta-visible), también para la determinación del tamaño y composición se empleó EDS (análisis elemental por espectroscopia de rayos X de energía dispersiva) y SEM (microscopía electrónica de barrido). Durante la síntesis fue cambiada la temperatura y la relación de glucosa, el resultado es la obtención de nanopartículas de 78.7 nm de diámetro (diámetro promedio).

Palabras clave: agente reductor, antifúngicas, glucosa, relación atómica.

Abstract

The nanoparticles of silver can use for applications agents antifungal and also for improve the resolution of Raman spectra. In this paper is reported the synthesis of Ag-nanoparticles employed a good reductor agent (glucose). The glucose was used because do not contaminate the environment. The nanoparticles were characterized for spectroscopy IR (infrared) and Uv-Vis (ultraviolet-visible light), also for determination of size and composition was used EDS (Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy) and SEM (Scanning Electron Microscopy). During the synthesis was changed the temperature and glucose relation, the result is the obtained nanoparticles have 78.7 nm diameter (diameter average)

Keywords: reducing agent, antifungal, glucose, atomic ratio.

1. Introducción

El uso de las NPs de plata tiene un amplio campo de aplicación por su elevada ductilidad, conductividad eléctrica, conductividad térmica y desodorizante [1,7,8]. Al incrementar su área superficial de

las NPs de plata han mostrado ser más eficaces como biocida comparada con la plata a gran volumen [1,7]. Diversos estudios sobre el tamaño y distribución de las NPs de plata se han llevado a cabo con el objeto de mejorar el proceso de síntesis y sus

aplicaciones realizando algunos cambios en los parámetros, como el método de reducción, agentes protectores o pasivantes, solventes, pH, concentración del precursor y temperatura del proceso de síntesis [2,5,9].

Por otro lado se ha puesto gran atención en este tipo de material debido a que algunos estudios realizados también han demostrado que son muy eficientes para transportar principios activos. Por lo anterior hoy en día la industria farmacéutica las está empleando con este fin. Todas estas aplicaciones están en función de su tamaño y composición. En este trabajo nosotros reportamos la síntesis de nanopartículas de plata mediante una síntesis amigable con el medio ambiente, para esto empleamos como agente reductor glucosa y variamos la temperatura de síntesis, así como la concentración de la glucosa. Al final se analizar los resultados y se definen los parámetros óptimos de síntesis.

2. Parte experimental

2.1 Síntesis de nanopartículas de plata

Como el objetivo de este trabajo es obtener nanopartículas de plata de una forma amigable con el medio ambiente, se realiza la síntesis de la siguiente manera: Primero se realizan soluciones de glucosa comercial disolviendo 10, 30, 60 y 100 g por cada litro de solución, es decir se tienen concentraciones de 1, 3, 6 y 10 % respectivamente (% m/v). De cada solución se toman 3 alícuotas de 50 mL para realizar los experimentos. Acto seguido se calienta una solución de cada concentración a las siguientes temperaturas: 65, 80 y 95 °C (como resultado se obtuvo una serie con diferentes concentraciones calentadas a 65°C, otra a 80 y la última a 95 °C).

Por otro lado, se preparó una solución de 50 mL de nitrato de plata (AgNO_3) con una concentración de 100 Mm (solución precursora de plata). Cuando las soluciones alcanzaron la temperatura deseada, se adiciona gota a gota 10 mL del precursor de plata manteniendo agitación constante. Se continuó el calentamiento por 30 minutos posteriores a la adición de nitrato de plata. Al

final se dejó enfriar a temperatura ambiente (aproximadamente 18 °C). Para recolectar las nanopartículas de plata se adiciona un poco de cloruro de sodio (NaCl) a la solución. Al final las muestras son soportadas sobre silicio para caracterización por EDS Y SEM.

2.2 Instrumentación

Las muestras son caracterizadas utilizando un espectrofotómetro UV-Vis. Cary 60 con lámpara de deuterio. Se realizaron mediciones de absorbancia en un rango de entre 200 y 800 nm a una velocidad de barrido de 1 nm/s. También fueron caracterizadas empleando un espectrofotómetro infrarrojo con transformada de Fourier (FT-IR) Cary 630, las mediciones fueron realizadas en un rango de 400 a 1600 cm^{-1} con repetición de 32 ciclos. Las imágenes de SEM y los análisis de EDS fueron obtenidos utilizando un microscopio electrónico de barrido con microsonda acoplado a un equipo de EDS (JSM 5400LV + NORAN).

3. Resultados y discusión

Al realizar las mediciones de absorbancia con el espectrofotómetro UV-Vis, se tomó solo 0.5 mL de la solución resultante de cada experimento y se adicionan 2.5 mL de agua bidestilada. De los experimentos realizados se observó que los mejores resultados se obtienen empleando una concentración de entre 10 y 6 % de glucosa. También se observa que se puede mejorar los resultados si se emplea una temperatura de entre 80 a 95 °C.

En la figura 1 se muestra el espectro de absorbancia obtenido de la síntesis de nanopartículas de plata obtenido a 80 °C. Cabe mencionar que la señal marcada con * es asociada a la presencia de glucosa en el medio.

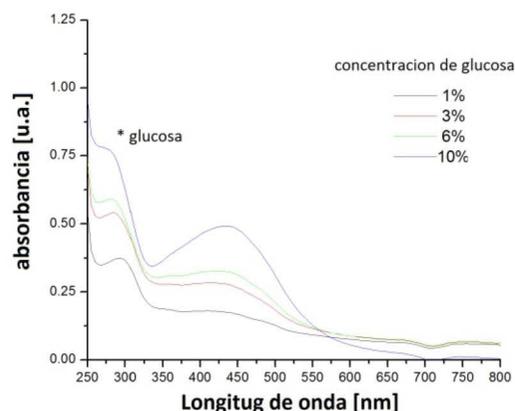


Figura 1. Comparación de los espectros de absorción de las síntesis realizadas a 80 °C y variando la concentración de glucosa como agente reductor.

Para complementar la información, en la figura 2 se muestran los espectros de absorción obtenidos fijando la concentración a 10% (%m/v) de glucosa y variando la temperatura, así como también se puede observar el espectro correspondiente a la solución de glucosa sin reaccionar. Y como se puede observar el mejor resultado se obtiene a 80 °C ya que es donde se observa menor presencia de glucosa y el desplazamiento de la banda de absorción cercano a 420 nm indica la formación de nanopartículas con tamaños aproximado de 20 nm, sin embargo debido a que esta banda de absorción es ancha se esperaría la presencia de partículas más grandes [2-6].

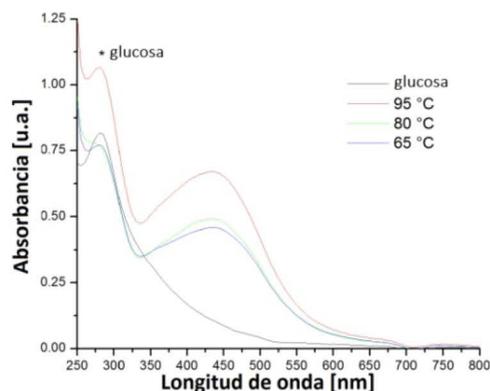


Figura 2. Experimentos a diferentes temperaturas, fijando una concentración de agente reductor (glucosa) al 10%.

Un ejemplo del espectro obtenido por espectrofotometría infrarroja es mostrado en la figura 3, en este espectro se notan las bandas características de las nanopartículas de plata. Las bandas entre 600 y 800 cm^{-1} son características de la resonancia entre partículas de plata [3], las bandas entre 1000 y 1400 cm^{-1} indican que se obtienen nanopartículas geminales [5], lo que también indica la formación de aglomerados. La banda a 1095 cm^{-1} también es asociada a la formación de enlaces tipo éter (provenientes del anillo de la glucosa) [4-5], por otro lado la banda a 1651 cm^{-1} indica la presencia de grupos -OH en la molécula de glucosa [5]. La banda a 1357 cm^{-1} puede ser causada por la apertura del ciclo en la molécula de glucosa y el establecimiento de enlaces de hidrogeno intramoleculares [5].

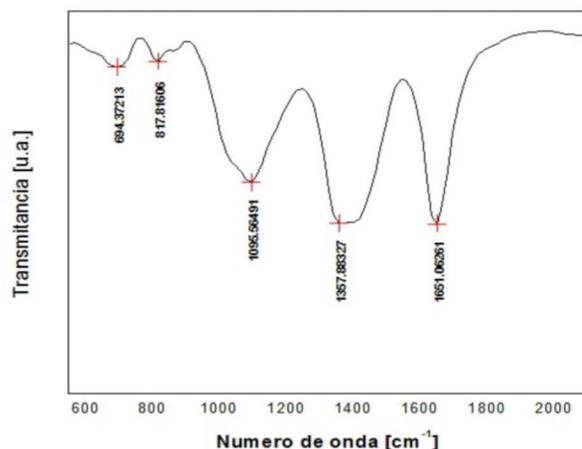


Figura 3. Espectro FTIR de las nanopartículas de plata sintetizadas a 80 °C.

Con el objetivo de corroborar los resultados obtenidos por espectroscopia Infrarroja, se analizaron las muestras por microscopía electrónica de barrido (SEM). Sin embargo, pese a los cambios realizados en los experimentos, no se notó gran diferencia en la forma geométrica de las nanopartículas obtenidas. en la figura 4 se muestra una imagen tomada por SEM en la que se observan aglomerados. Sin embargo, al hacer mediciones más detalladas notamos la presencia de nanopartículas con tamaños en un rango de entre 50 y 80 nm [7,10]. Esto puede observarse más a detalle en la figura 5.

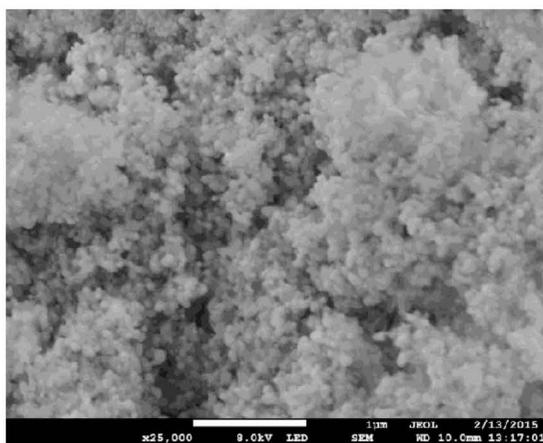


Figura 4. Aglomerados de nanopartículas de Ag (imagen de SEM)

El tamaño de las nanopartículas observadas por SEM corrobora los resultados obtenidos por mediciones UV-Vis, es decir la banda de absorción cercana a 425 nm que indicaba la obtención de nanopartículas con un tamaño cercano a 50 nm [2-6, 10] y debido a que existen partículas más grandes y en mayor cantidad, se explica que en general las bandas sean anchas.

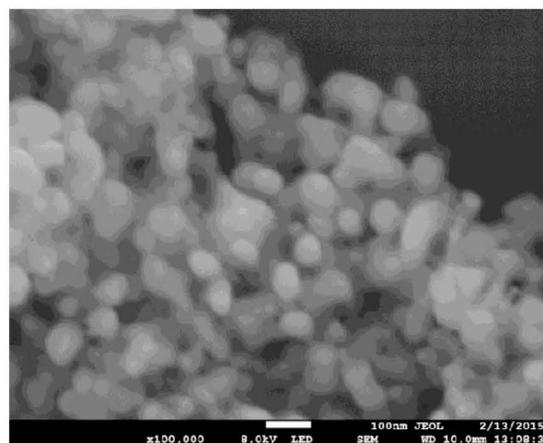


Figura 5. Nanopartículas de Ag (imagen de SEM)

Con el objetivo de presentar un análisis más detallado se procedió a analizar las muestras por EDS, los resultados muestran una relación atómica de 3:1 (Ag:C), si recordamos que la glucosa posee 6 carbonos en su estructura, podría decirse que se obtuvieron no solo partículas de plata geminales, sino hasta de tres partículas por cada cadena molécula de glucosa cuando se realiza la síntesis con gran cantidad de agente reductor y alta temperatura (10% de glucosa y 80 °C), pero cuando se realiza este mismo proceso con menor cantidad de glucosa (6%) y a la misma temperatura, se obtiene una relación atómica de hasta 5:1 (Ag:C). Lo expuesto anteriormente nuevamente justifica la presencia de aglomerados (tal como se observó en las imágenes obtenidas por SEM). Los espectros que muestran las relaciones atómicas son mostrados en las figuras 6 (síntesis con 10% de glucosa) y 7 (síntesis con 6% de glucosa).

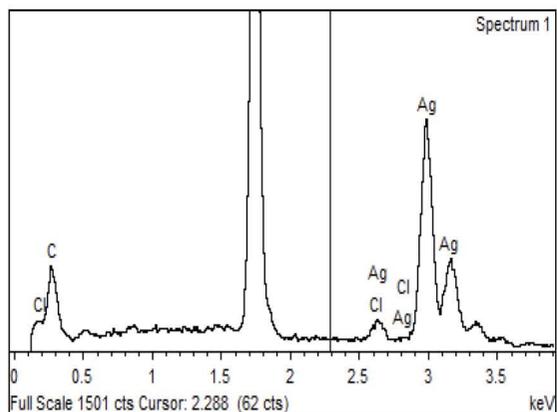


Figura 6. Espectro de EDS que muestra los resultados obtenidos mediante la síntesis empleando 10% glucosa y una temperatura de 80 °C.

Por otro lado hay que recordar que como se indicó al inicio de este artículo la caracterización por EDS se realizó soportando las muestras en silicio, por lo que el pico entre 1.5 y 2 keV es asociado a este material. También hay que recordar que las nanopartículas son recolectadas adicionando NaCl a la mezcla de reacción, por lo que es normal que aparezcan pequeñas señales de cloro en los espectros.

Por otro lado, para determinar el radio promedio de las nanopartículas se analizaron un total de 20 muestras y se obtuvo el diámetro promedio de 78.7 nm, resultado que concuerda con los datos obtenidos de las mediciones por SEM [8-13].

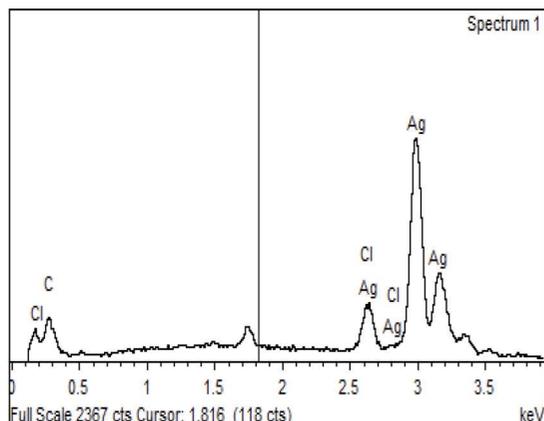


Figura 7. Espectro de EDS que muestra los resultados obtenidos mediante la síntesis empleando 6% glucosa y una temperatura de 80 °C.

4. Conclusiones

Con base en los resultados obtenidos, podemos decir que:

- Se logró obtener nanopartículas con un radio promedio de 78.7 nm por medio de una síntesis que es 100% amigable con el medio ambiente.
- También hay que resaltar que cuando la relación atómica es de 3:1 se nota que aproximadamente el 73% de la muestra examinada es plata.
- Este rendimiento relativo se puede mejorar si se disminuye la cantidad de glucosa obteniendo hasta aproximadamente un 80 % de plata en las muestras (efecto de la concentración del agente reductor).
- No se observó influencia en las nanopartículas aun cambiando la temperatura de síntesis.

5. Agradecimientos

Al Dr. Enrique Quiroga por el apoyo brindado para el análisis de las muestras.

6. Referencias

1. Shahverdi, A. R., Fakhimi, A., Shahverdi, H. R., & Minaian, S. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 2007, 3(2), 168-171.
2. Shin, K. S., Choi, J. Y., Park, C. S., Jang, H. J., & Kim, K. *Catalysis letters*, 2009, 133(1-2), 1-7.
3. Qingbo Zhang, Jianping Xie Jinhua Yang and Jim Yang Lee. *Asc nano*, 2009, 3, 139-148
4. Shankar, S. S., Rai, A., Ahmad, A., & Sastry, M. *Journal of colloid and interface science*, 2004, 275(2), 496-502.
5. ME, R. M., & JL, F. M. *Superficies y Vacío* 25(1) 8-13.
6. Philip, D. *Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 2009, 73(2), 374-381.
7. Avalos, A., Haza, A. I., & Morales, P. (2013). Nanopartículas de plata: Aplicaciones y riesgos tóxicos para la salud humana y el medio ambiente. *Revista Complutense de Ciencias Veterinarias*, 7(2), 1-23.
8. Monge, M. (2014, September). Nanopartículas de plata: métodos de síntesis en disolución y propiedades bactericidas. In *Anales de Química* (Vol. 105, No. 1).
9. E. J. Fernández, J. García-Barrasa, A. Laguna, J. M. López-de-Luzuriaga, M. Monge, C. Torres, *Nanotechnology*, 2008, 19, 185602 (6).
10. Torres Castro, A., González González, V. A., Garza Navarro, M. A., & Gauna González, E. E. (2011). Síntesis de nanocompuestos de plata con almidón. *Ingenierías*, 14(50), 34-41.
11. Morales, J., Morán, J., Quintana, M., & Estrada, W. (2009). Síntesis y caracterización de nanopartículas de plata por la ruta sol-gel a partir de nitrato de plata. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 75(2), 177-184.
12. Arroyo, L. O. *Síntesis Ecológica y caracterización de nanopartículas de Plata* (Doctoral dissertation, Tesis de Maestría. 2007 Pag 30-120).
13. Monge, M. (2014, September). Nanopartículas de plata: métodos de síntesis en disolución y propiedades bactericidas. In *Anales de Química* (Vol. 105, No. 1).