# Síntesis hidrotérmica de nanoestructuras de carbono fluorescentes (NC) a partir de avena en hojuelas

Silvia Juliana Leal Sotelo, Mayra Alejandra Parada López

Trabajo de Grado para Optar al Título de Química

Director

Rafael Cabanzo Hernández

Msc. Física

Co-director

Yuly Andrea Prada

Msc. Química

Universidad Industrial de Santander

Facultad de ciencias

Escuela de química

Bucaramanga

2019

## Dedicatoria

*A la fuerza y energía del universo que me ha permitido estar aquí y ahora para alcanzar este logro.*

*A mi madre que gracias a ella soy quien soy, es mi mayor orgullo y me ha formado con su amor y dedicación.*

*A mi padre que ha querido siempre lo mejor para mí.*

*A mis hermanos por su apoyo incondicional, amor y esfuerzo para guiarme en este camino que es la vida.*

*A mis sobrinos que son mis amores y alegrías.*

*A mis amigos quienes me acompañaron y ayudaron en este proceso, con quienes he compartido un sin número de experiencias y momentos gratos.*

*A mis amigas de lucha y de vida Juliana y Yesica con quienes esto fue posible.*

***Alejandra***

## Dedicatoria

*A Dios por darme la salud, la fuerza y capacidad de emprender y culminar mi carrera como química profesional.*

*A mis padres, Henry y Nieves por siempre creer en mí, apoyarme y no haber desfallecido ante las adversidades. Gracias a ellos por educarme y hacer de mí una mujer de bien.*

*Al amor de mi vida, Omar, por sus consejos, su apoyo incondicional y por ser un hombre ejemplar.*

*A mi hija Isabella por ser mi motivación cada día y alegrar mi vida.*

*A mi hermano David y mi sobrina Daniela por su ayuda en momentos importantes de mí vida.*

*A mis amigas del alma Yesica, Alejandra, Erika, Nathalia, Ximena y Paola por apoyarme y demostrarme su cariño.*

*A mis suegros, cuñados y a toda mi familia por confiar en mí.*

***Juliana***

**Agradecimientos**

*A todos los integrantes del Laboratorio de Espectroscopia Atómica y Molecular (LEAM) por todos sus aportes y enseñanzas.*

*A nuestro director MSc. Rafael Cabanzo por su tiempo, paciencia y dedicación en el desarrollo de este trabajo.*

*Al doctor Enrique Mejía por habernos aceptado en el grupo de investigación y resolver nuestras dudas.*

*A nuestra codirectora MSc. Yuly Prada por enseñarnos y corregirnos con mucha paciencia y mostrarnos lo bello de la ciencia.*

*Y a todos los que aportaron de alguna u otra forma en la realización de este proyecto.*

***¡Gracias totales!***

**Tabla de Contenido**

Introducción....16

1. Marco teórico....17
1.1. Nanoestructuras de carbono....17

1.2. Procesos de funcionalización....19

1.3. Métodos de síntesis de NC....19

1.4. Fuentes de carbono....20

2. Técnicas de caracterización....21
2.1. Dispersión de luz dinámica....21

2.2. Potencial zeta....22

2.3. Espectroscopía ultravioleta visible (UV-Vis)....23

2.4. Espectroscopia de fluorescencia....24

2.5. Rendimiento cuántico....25

2.6. Espectroscopia infrarroja (IR)....26

3. Estado del arte....27

4. Metodología....28
4.1. Reactivos y muestras....28

4.2. Desarrollo experimental....29

4.3. Método de Síntesis....29

4.4. Funcionalización de NC con KH-792....30

4.5. Secado de las NC....31

5. Caracterización .....31
5.1. Dispersión de luz dinámica (DLS) .....31
5.2. Potencia zeta .....31
5.3. Espectroscopia ultravioleta visible (UV-VIS): .....32
5.4. Espectroscopia de fluorescencia: .....33
5.5. Rendimiento cuántico .....33
5.6. Espectroscopia infrarroja (IR) .....34
5.7. Microscopia electrónica de barrido (SEM) .....34

6. Resultados y análisis .....35
6.1. Caracterización fisicoquimica de las NC .....35
6.2. Espectroscopia de Fluorescencia .....38
6.3. Rendimiento cuántico de las NC .....41
6.4. Rendimiento cuántico de las NC-KH792 .....43
6.5. Caracterización fisicoquímica de las NC-KH792 .....45
6.6. Fluorescencia en estado sólido .....47
6.7. Espectroscopia infrarroja (FTIR-ATR) .....49
6.8. Microscopia electrónica de barrido (SEM) .....53

7. Conclusiones .....58
8. Recomendaciones .....59
Referencias bibliográficas .....60
Apéndices .....67

## Lista de Tablas

Tabla 1. Diámetro hidrodinámico, índice de polidispersión y potencial zeta de las NC a 200 °C y 90 minutos. ..... 35

Tabla 2. Rendimiento cuántico de M1 NC y M2 NC ..... 43

Tabla 3. Rendimiento cuántico de las muestras funcionalizadas en diferente proporción KH-792:avena..... 43

Tabla 4. Rendimiento cuántico de M1 NC, M2 NC, M1 NC-KH792 y M2 NC-KH792 ..... 44

Tabla 5. Composición elemental M1 NC..... 54

Tabla 6. Composición elemental M2 . ..... 55

Tabla 7. Composición elemental M1 NC-KH79 ..... 56

Tabla 8. Composición elemental M2 NC-KH792 ..... 57

## Lista de Figuras

Figura 1. Zona interior de iones negativos fuertemente atraidos por iones positivos (capa de Stern) y la capa exterior difusa de iones positivos absorbidos (Victoria & Rosas, 2018).....23

Figura 2. Mecanismo de fluorescencia para las nanoestructuras de carbono (Cheriyedath et al., 2008).....25

Figura 3. Esquema general de la metodología.....29

Figura 4. NC sintetizadas a 200 °C y tiempos de: A)15 min, B) 30 min, C) 60 min, D) 90 min.30

Figura 5. A) Celda para medición de tamaño de partícula. B) Celda para medición de potencial zeta. .....32

Figura 6. Tamaño de particula M1 NC(distribución de intensidad). .....37

Figura 7. Tamaño de particula de M2 NC (distribución de intensidad).....37

Figura 8. Espectros UV-Vis de las muestras M1 NC y M2 NC. .....38

Figura 9. Espectro de emisón muestra M1 NC a diferentes longitudes de onda. .....39

Figura 10. Espectro de emisión muestra M2 NC a diferentes longitudes de onda. .....40

Figura 11. Espectro de excitación muestras M1 NC y M2 NC a 390 nm. .....41

Figura 12. Espectros UV-Vis del patrón y la muestra para el cálculo del rendimiento cuántico. 42

Figura 13**.** Fluorescencia de las muestras al ser irradiadas con un láser azul (450 nm). A) M1 NC. B) M1 NC-KH792. C) M2 NC. D) M2 NC-KH792.....45

Figura 14. Tamaño de particula M1 NC-KH792 (distribución de intensidad).....46

Figura 15. Tamaño de particula M2 NC-KH792 (distribución de intensidad).....47

Figura 16. A) NC en estado sólido. B) NC sólida irradiada con láser azul.....48

Figura 17. Espectro de fluorescencia de M1 NC, M1 NC-KH792, M2 NC y M2 NC-KH792 en estado sólido. .....48

Figura 18. Espectro FTIR-ATR de la avena y las NC. .....50

Figura 19. Espectro FTIR-ATR de M1 NC y M2 NC. .....51

Figura 20. Espectro FTIR-ATR de NC-KH792 y KH-792. .....52

Figura 21. Espectro FTIR-ATR de NC y NC-KH792. .....53

Figura 22. Espectro EDS M1 NC. .....55

Figura 23. Espectro EDS M2 NC. .....56

Figura 24. Espectro EDS M1 NC-KH792. .....57

Figura 25. Espectro EDS M2 NC-KH792. .....58

## Lista de apéndices

Apéndice A. Composición de la avena. .....67

Apéndice B. Resultados de medidas de tamaño por DLS .....68

Apéndice C. Histogramas de la distribución de número y potencial zeta. .....70

Apéndice D. Espectro IR de M2 NC-KH792 .....74

Apéndice E. Gráficas de la intensidad de fluorescencia integrada versus absorbancia para el cálculo del rendimiento cuántico. .....75

Apéndice F. Espectro de fluorescencia del KH-792 .....77

Apéndice G. Micrografías SEM de las NC y NC-KH792 .....78

**Resumen**

**Título:** Síntesis hidrotérmica de nanoestructuras de carbono fluorescentes (NC) a partir de avena en hojuelas[*]

**Autor:** Silvia Juliana Leal Sotelo, Mayra Alejandra Parada López[**]

**Palabras Claves:** Síntesis hidrotérmica; Nanoestructuras de carbono (NC); Avena; Sólidos fluorescentes.

**Descripción:** La síntesis de nanoestructuras de carbono con propiedades fluorescentes se ha convertido en un campo de investigación novedoso con múltiples aplicaciones como marcadores en bioimágenes y biosensores ópticos. En ese sentido, la implementación de nuevos métodos de síntesis eficientes, versátiles y no contaminantes como la síntesis hidrotérmica asistida por microondas ocupa gran interés ya que las NC pueden ser obtenidas a partir de fuentes de carbono naturales como la avena. Bajo estas consideraciones, se realizó la síntesis a partir de una dispersión de avena en hojuelas (50 g/L) previamente triturada usando una ruta de síntesis hidrotérmica a diferentes temperaturas (150, 180, 190 y 200°C) y tiempos de reacción de 15, 30, 60 y 90 minutos. Se usó el agente polimérico, KH-792, en una relación de masa de 1:3, 1:5 Y 1:7 (KH-792:avena) como estabilizante. Las NC fueron caracterizadas empleando espectroscopía de fluorescencia, dispersión de la luz en modo dinámico (DLS), UV-Vis, potencial Zeta, microscopia electrónica de barrido (SEM) y espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR-ATR). Los resultados mostraron que las NC obtenidas a 200°C y 90 minutos de reacción exhibieron mayor intensidad de fluorescencia entre 400-430 nm. Adicionalmente, la fluorescencia observada en las NC-KH792 en relación 1:7 fue significativamente más intensa comparada con la emitida por las NC sin KH-792. El rendimiento cuántico fue 1.5 veces mayor en las NC-KH792. Estos sistemas fueron secados con el fin de evaluar sus propiedades fotoluminiscentes en estado sólido con lo cual se observó un aumento de la intensidad de fluorescencia de 75000 counts con respecto a la intensidad observada en las NC sin KH792 también en estado sólido.

[*] Trabajo de grado

[**] Facultad de ciencias. Escuela de química. Director: Msc. Rafael Cabanzo Hernández

## Abstract

**Título:** Hydrothermal synthesis of fluorescent carbon nanostructures (NC) from flaked oats[*]

**Autor:** Silvia Juliana Leal Sotelo, Mayra Alejandra Parada López[**]

**Keywords:** Hydrothermal synthesis; Carbon Nanostructures (NC); Oats; Fluorescent solids.

**Description:** The synthesis of carbon nanostructures with fluorescent properties has become a novel research field with multiple applications such as markers in bio images and optical biosensors. In that sense, the implementation of new efficient, versatile and non-polluting synthesis methods such as microwave-assisted hydrothermal synthesis is of great interest since NCs can be obtained from natural carbon sources such as oats. Under these considerations, the synthesis was made from a dispersion of oat flakes (50 g / L) previously crushed using a route of hydrothermal synthesis at different temperatures (150, 180, 190 and 200 ° C) and reaction times of 15, 30, 60 and 90 minutes. The polymeric agent, KH-792, was used in a mass ratio of 1: 3, 1: 5 and 1: 7 (KH-792 / oatmeal) as a stabilizer. NCs were characterized using fluorescence spectroscopy, dynamic mode light scattering (DLS), UV-Vis, Zeta potential, scanning electron microscopy (SEM) and Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR-ATR). The results showed that the NC obtained at 200 ° C and 90 minutes of reaction exhibited greater fluorescence intensity between 400-430 nm. Additionally, the fluorescence observed in NC-KH792 in a 1:7 ratio was significantly more intense compared to that emitted by NCs without KH-792. The quantum yield was 1.5 times higher in the NC-KH792. These systems were dried to evaluate their solid-state photoluminescent properties, which showed an increase in fluorescence intensity of 75,000 counts concerning the intensity observed in NCs without KH792 also in the solid-state.


[*] Degree work

[**] Science Faculty. Chemistry School. Director: Msc. Rafael Cabanzo Hernández

# Introducción

La nanotecnología es una de las áreas de investigación con mayor desarrollo e innovación en los últimos 15 años. El diseño y síntesis de nanomateriales híbridos ha permitido la incursión en múltiples disciplinas de la ciencia, como en el desarrollo de dispositivos electrónicos, aplicaciones en nanomedicina, y desarrollo de biosensores. Dentro de los nanomateriales se encuentra un grupo de partículas conocidas como nanoestructuras de carbono (NC) las cuales se destacan por exhibir fotoluminiscencia y fuerte actividad catalítica; dichas propiedades son resultado del tamaño nanométrico en donde la densidad electrónica se confina dando lugar a la aparición de niveles energéticos discretos y cuantizados; que a su vez permiten procesos de emisión radiactiva cuando interactúan con la radiación. Sumado a su alta biocompatibilidad con sistemas vivos, las NC han sido utilizadas como marcadores fluorescentes en la adquisición de bio-imagénes de células cancerígenas, bacterias y otros patógenos, sustituyendo marcadores fluorescentes convencionales como los puntos cuánticos de semiconductores: CdSe, CdTe, GaAs y PbS altamente tóxicos(Molaei, 2019) (Caicedo-Ortiz, Perez-Merchancano, & Santiago-Cortés, 2015).

Uno de los aspectos más interesantes en la fabricación de NC, son las rutas sintéticas las cuales están siendo orientadas hacia metodologías amigables con el medio ambiente, empleando fuentes de carbono naturales y que involucren el uso de solventes no tóxicos (Arumugam & Kim, 2018) (Dou, Duan, Zhao, He, & Tang, 2018). En estado sólido las NC sufren efectos de agregación ocurriendo transferencias de carga y formación de excímeros, siendo un obstáculo para el desarrollo de la mayoría de los luminógenos en la fase condensada (Lucenti et al., 2013) (Wang, Zhang, Wang, Yang, & Liu, 2018).

En este trabajo se presentan los resultados obtenido de la síntesis hidrotérmica empleando como fuente de carbono avena en hojuelas; las cuales fueron estables en el tiempo. Las NC se funcionalizaron empleando el agente polimérico [3-(2-Aminoetil) aminopropil] trimetoxisilano más conocido como KH-792, comúnmente utilizado dada su baja toxicidad. Las nanoestructuras de carbono funcionalizadas con KH-792 (NC-KH792) exhibieron mayor fotoestabilidad con una distribución de tamaño hidrodinámico de 20,5 nm±0.2 para la muestra M1 NC-KH792 (avena marca Don Pancho) y de 51.5±0.6 nm para la muestra M2 NC-KH792 (avena Ekono Éxito). Estas NC mostraron una emisión en el rango de 400-430 nm con una longitud de máxima excitación a 330 nm y un rendimiento cuántico de 2.58% para M1 NC-KH792 y de 2.30% para M2 NC-KH792, lo cual superó el rendimiento cuántico de las NC sin funcionalización (entre 1,47 y 1,70%). Finalmente, las mediciones de la fluorescencia en estado sólido de los sistemas anteriormente mencionados demostraron que se mantienen propiedades fotoluminiscentes ya que la funcionalización evita los fenómenos de apagamiento por agregación en el estado sólido.

# 1. Marco Teórico

## 1.1. Nanoestructuras de carbono

Las nanoestructuras de carbono son materiales producidos de manera que su tamaño o su estructura sea controlada en la escala nanométrica (0.1 – 100 nm) (Volkov, 2015). La existencia de la amplia variedad de estructuras de carbono se debe a la capacidad de combinar o conjugar nanoestructuras de carbono con otros nanomateriales ya que permite la creación de nanoestructuras

híbridas que poseen propiedades mejoradas derivadas de las estructuras originales. Numerosos tipos de nanoestructuras de carbono se han encontrado en la naturaleza en diferentes formas alotrópicas como fullereno, nanotubos de carbono, diamante, grafito, grafeno y nanoconos y experimentalmente como puntos cuánticos (GQDots) de grafeno cero dimensionales (0D), puntos cuánticos de carbono (CQDots), nanotubos de carbono 1D (CNT), óxido de grafeno 2D (GO) y óxido de grafeno reducido (rGO) e hidrogeles de grafeno 3D (GH) (Sripaturad, Alshammari, Thamwattana, McCoy, & Baowan, 2018).

Las NC presentan propiedades eléctricas y de adsorción superiores, así como una gran área superficial, que les permiten ser utilizadas en el desarrollo de supercondensadores ligeros y resistentes (Zhuman, Saepurahman, Anis, & Hashaikeh, 2019). Se ha demostrado que la unión entre nanoestructuras de carbono tiene propiedades fisicoquímicas y electroquímicas notables, que prometen más aplicaciones potenciales, como portadores para la administración de fármacos y los poros para la separación de gases y líquidos (Vicentini et al., 2018).

Recientes estudios han demostrado que las NC de un régimen de tamaño inferior a 10 nm pueden exhibir novedosas propiedades fotoluminiscentes en un amplio rango de emisión, como resultado del confinamiento electrónico en la escala de tamaño nanométrico. Estas nanoestructuras presentan alta biocompatibilidad con sistemas vivos por lo cual son empleadas en aplicaciones biológicas; ya sea en el desarrollo de biosensores ópticos basados en fluorescencia o en marcadores fluorescentes (H. Liu et al., 2018) (Das, Bandyopadhyay, & Pramanik, 2018).

## 1.2. Procesos de funcionalización

Los procesos de funcionalización permiten modificar la superficie de nanoestructuras de forma covalente o por interacciones electrostáticas de atracción entre la NC y un ligando específico. Los ligandos empleados en dichos procesos pueden ser proteínas, secuencias de ADN o agentes poliméricos. Dentro del grupo de polímeros comúnmente usados se encuentran los organosilanos los cuales permiten conjugaciones fuertes, estables, resistentes al agua, así como materiales con transparencia y resistencia a la humedad. Los grupos funcionales de organosilano actúan como donadores de electrones, aumentan la densidad de las nubes electrónicas, promueven la interacción π–π y la recombinación radiativa de agujeros y electrones (Zhang et al., 2014). Particularmente el *[3-(2-Aminoetil) aminopropil] trimetoxisilano* (KH-792) es un agente de acoplamiento versátil, tiene peso molecular de 222.358 g/mol y punto de ebullición de 259 º C (Lide, 2003). El KH-792 es un agente voluminoso que al ser integrado a las NC actúa como un espaciador entre cada NC con lo cual se evita el fenómeno de agregación propio del estado sólido. En este sentido, las NC-KH792 mantienen sus propiedades luminiscentes (Zheng et al., 2017).

## 1.3. Métodos de síntesis de NC

Diversas técnicas químicas han sido empleadas para su síntesis las cuales se dividen en dos grupos: métodos descendentes (top-down) y ascendentes (botton-up). Entre los métodos descendentes se encuentran la síntesis hidrotermal, por solvatación, electroquímica, asistido por microondas, nanolitografía, ultrasonido, síntesis asistida por rayos gamma, activación inicial por nucleación heterogénea, ablación láser, entre otros y tienen como propósito partir el material

original (macro) hasta reducirlo a partículas de tamaño nanométrico (Hu et al., 2010) (Calabro, Yang, & Kim, 2018) (Calabro et al., 2018). Los métodos ascendentes comprenden todos los métodos que involucran síntesis orgánica. La síntesis para obtener las NC más utilizada hasta el momento es la que involucra tratamientos hidrotermales, ha sido catalogada como un método limpio en la obtención de nanoestructuras debido a que no genera subproductos químicos como aquellos realizados en síntesis química y se demostró que es efectiva para convertir moléculas orgánicas en nanoestructuras de carbono fluorescentes. En este método de síntesis la carbonización ha sido probablemente la encargada de la formación de las nanopartículas de carbono con el efecto de pasivación que proporciona la especie orgánica utilizada (Bhunia, Saha, Maity, Ray, & Jana, 2013)(Ramezani, Qorbanpour, & Rahbar, 2018). El calentamiento por microondas es efectivo ya que la irradiación por microondas proporciona un calentamiento interno energéticamente eficiente mediante el acoplamiento directo de la energía de microondas con dipolos e iones presentes en la mezcla de reacción, esta interacción directa da como resultado velocidades de calentamiento rápidas no reproducibles con calentamiento convencional (Z. Yang et al., 2013). En la síntesis hidrotérmica el agua a altas temperaturas y presión se disocia en iones $H_3O^+$ y $OH^-$ permitiendo reacciones de ácido-base. Además, el agua a estas condiciones se comporta como agente reductor liberando oxígeno, provocando variaciones en los estados de oxidación del precursor.

## 1.4. Fuentes de carbono

Desde el descubrimiento de las NC en la realización de nanotubos de carbono, la reducción de costos en su elaboración ha encaminado la búsqueda de metodologías ecológicas haciendo uso de sustancias naturales de amplio uso o desecho como carbohidratos y biomasa: glucosa, sacarosa,

fructosa, jugo de naranja, zumos de frutas y verduras, polvos de fresa, cáscara de sandía, avena, brócoli, plantas como la Eichhornia crassipes cuya composición principal comprende almidón, celulosa y proteína, tomates, cáscaras de maní ,cáscara de cítricos, bioresiduos, celulosa y yema de huevo (Q. Yang et al., 2018) (Sahu, Behera, Maiti, & Mohapatra, 2012) (W. Liu et al., 2017) (Ma, Dong, Sun, & Chen, 2017) (Chatzimitakos et al., 2017) (Pramanik, Biswas, & Kumbhakar, 2018) (da Silva Souza, Caminhas, de Mesquita, & Pereira, 2018) (Zhao et al., 2017).

La avena es un precursor que al macerarse y dispersarse en agua proporciona un tamaño de partícula y homogeneidad adecuada para la síntesis eficiente de NC y con bajo costo (Yu et al., 2015). Es un grano de cereal muy utilizado como alimento para animales y para el consumo humano, con un contenido interesante de fibras solubles, carbohidratos, alto contenido de proteína, fracción lipídica bien compuesta y fosforo, elemento que como dopante en nanopartículas de carbono ha demostrado que aumenta los rendimientos cuánticos de nanoestructuras (apéndice A) (Chandra et al., 2016).

## 2. Técnicas de Caracterización

### 2.1. Dispersión de luz dinámica

La dispersión de luz en modo dinámico (DLS) es una técnica óptica no invasiva empleada para la determinación de la distribución de tamaños de partículas en suspensión en la escala submicrométrica y nanométrica. Está técnica se basa en la dispersión que sufre un haz de luz láser al atravesar un sistema de partículas suspendidas en un líquido a causa del movimiento Browniano

de éstas; en este sentido, la magnitud de la dispersión está correlacionado con el tamaño de la partícula. Si las partículas se mueven rápidamente (partículas pequeñas) se aceleran las fluctuaciones de la luz incidente (Pimentel & Martín-martínez, 2014).

## 2.2. Potencial zeta

Es una medida que indica la diferencia de potencial entre el medio de dispersión y la capa estacionaria de fluido donde se encuentra la partícula dispersada (figura 1), con la cual se muestra la estabilidad de las partículas por medio de la magnitud de la repulsión o atracción electrostática (o de carga) entre ellas. La partícula y su entorno producen un potencial eléctrico en la solución, lo que se conoce como el modelo de la doble capa, el cual permite visualizar el entorno iónico en la proximidad del coloide cargado. Es posible entender este modelo como una secuencia de etapas que ocurren alrededor del coloide si los iones que neutralizan sus cargas son repentinamente extraídos. El potencial zeta indica el potencial que se requiere para romper la capa de iones alrededor de la partícula y desestabilizarla. Su medida está relacionada con la estabilidad de la dispersión en una muestra y se realiza por medio de una técnica llamada micro electroforesis; la máxima estabilización se alcanza cuando el potencial zeta supera los -30 mV y +30 mV en estos sistemas. La muestra se deposita en una celda electroforética junto con dos electrodos dentro de la cámara que son conectados a una fuente de poder, generándose un campo eléctrico que cruza la celda y hace migrar las partículas a diferentes posiciones y velocidades de acuerdo con su potencial (Malvern Panalytical, 2018).

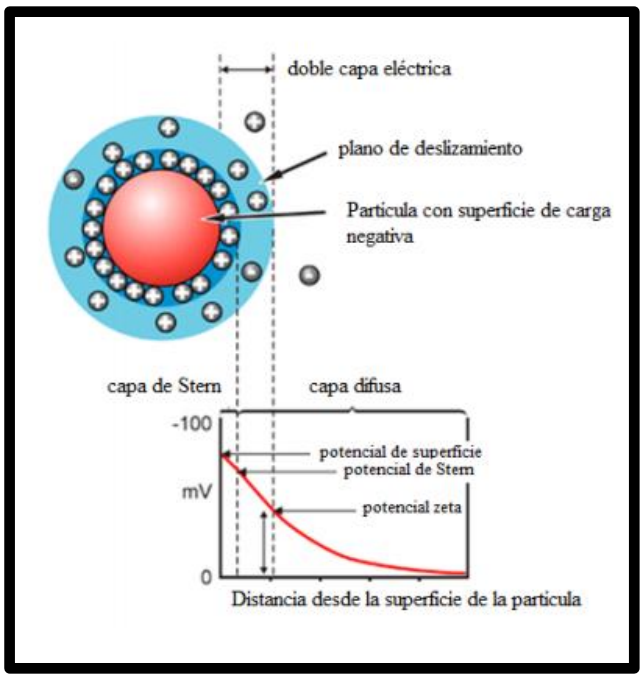


*Figura 1.* Zona interior de iones negativos fuertemente atraidos por iones positivos (capa de Stern) y la capa exterior difusa de iones positivos absorbidos (Victoria & Rosas, 2018).

## 2.3. Espectroscopía ultravioleta visible (UV-Vis)

La espectroscopia UV-Vis se basa en el análisis de la cantidad de radiación electromagnética (rango de longitudes de onda del ultravioleta y visible en el espectro electromagnético) que puede absorber o transmitir una muestra en función de la cantidad de sustancia presente (Owen, 1996). Las transiciones electrónicas en las moléculas se pueden clasificar según los orbitales moleculares participantes. A partir de las cuatro posibles transiciones ($n\rightarrow\pi^*$, $\pi\rightarrow\pi^*$, $n\rightarrow\sigma^*$, $\sigma\rightarrow\sigma^*$), solo se pueden obtener dos con luz del espectro UV-Vis para algunas moléculas $n\rightarrow\pi^*$, $\pi\rightarrow\pi^*$. Las transiciones $n\rightarrow\sigma^*$, $\sigma\rightarrow\sigma^*$ no están enérgicamente dentro del rango de espectroscopía UV–Vis y requieren energías más altas. Las estructuras moleculares responsables de la interacción con la radiación electromagnética se denominan cromóforos (Biology, 2010).

## 2.4. Espectroscopia de fluorescencia

El fenómeno de la fluorescencia implica la emisión radiativa desde un estado excitado de igual multiplicidad que el estado inferior de la transición. Generalmente en las moléculas orgánicas, esta transición se produce desde el estado excitado singlete de menor energía, $S_1$, hasta el estado fundamental $S_0$, por lo que se habla de una transición $S_1 \rightarrow S_0$ (figura 2). Debido a que no se produce un cambio en la multiplicidad del estado, la transición $S_1 \rightarrow S_0$ está permitida por el espín y se produce de manera rápida en el rango de los picosegundos a los nanosegundos.

La espectroscopia de fluorescencia es una técnica analítica altamente sensible en la cual ciertas moléculas son excitadas con una fuente de luz de longitud de onda específica, esas moléculas emitirán luz de una energía más baja y una mayor longitud de onda(Albani, 2008). En las NC el origen de la fluorescencia es la combinación de los mecanismos intrínsecos como el confinamiento y forma; y de los mecanismos extrínsecos como las trampas emisivas formadas por los grupos funcionales presentes en la superficie, que en el caso de las NC se atribuye a los emisores individuales de carbonos $sp^3$ que conforman principalmente su estructura (Cheriyedath et al., 2008).

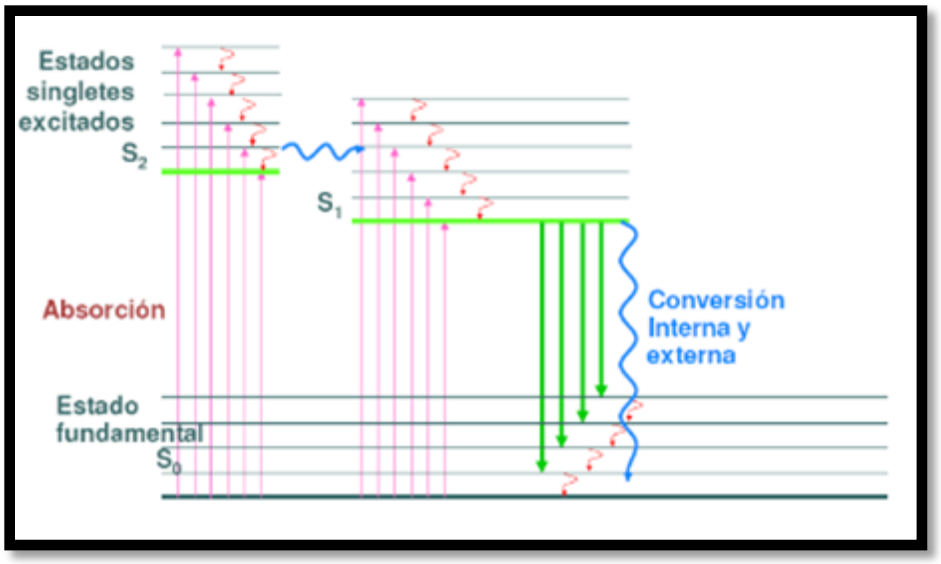


*Figura 2.* Mecanismo de fluorescencia para las nanoestructuras de carbono (Cheriyedath et al., 2008).

## 2.5. Rendimiento cuántico

El rendimiento cuántico de la fluorescencia ($Q_f$) es la medida directa de la eficiencia de conversión de los fotones absorbidos en fotones emitidos por la muestra, proporcionando una aproximación de la eficiencia del fluoróforo como material fotoluminiscente y se calcula de la siguiente manera:

$$Q_f = Q_R \frac{m}{m_R} \frac{n^2}{n^2{}_R} * 100 \qquad (1)$$

Donde $Q_f$ es el rendimiento cuántico de la muestra desconocida, $Q_R$ el rendimiento cuántico de la referencia, m y $m_R$ son la pendiente de la gráfica de intensidad de fluorescencia integrada vs la absorbancia de la muestra desconocida y la referencia, $n^2$ y $n^2{}_R$ son los índices de refracción del solvente para las dos muestras(Allen, 2010).

## 2.6. Espectroscopia infrarroja (IR)

Es una técnica que estudia la interacción entre la radiación infrarroja y la materia, en donde la energía de la radiación es absorbida por una molécula que se encuentra vibrando en su estado basal, generando un cambio en la intensidad de vibración. Para que la vibración sea activa, debe producirse un cambio en el momento dipolar de la molécula (momento dipolar no nulo). La región más utilizada es la del infrarrojo medio comprendida entre 600 a 4000 $cm^{-1}$. El espectro IR está compuesto por bandas que representan los estados excitados producidos al realizar un barrido en todo el intervalo de longitudes de onda en el IR medio, detectando de esta forma el tipo de enlaces y grupos funcionales presentes en muestras tanto orgánicas como inorgánicas. La mayoría de estas muestras presentan absorción y el espectro es generado principalmente por el alargamiento vibracional y flexión dentro de la molécula (Mondragón Cortez, 2015)(Cheriyedath et al., 2008).

## 2.7. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Esta técnica proporciona información morfológica, topográfica y composicional de las muestras produciendo imágenes de alta resolución (aprox. 30 nm) dadas por las interacciones electrón-materia. Para obtener una imagen por medio de SEM, se realiza un barrido sobre la superficie de la muestra sólida, enfocando con un haz de electrones muy fino. Se recibe una señal por encima de la superficie y es almacenada por una computadora la cual la convierte en imagen. En este proceso se obtienen varios tipos de señales desde la superficie, incluyendo electrones retrodispersados, secundarios y Auger; fotones debidos a la fluorescencia de rayos X y otros

fotones de diversas energías. En los instrumentos SEM, los electrones retrodispersados y secundarios detectados se usan para construir la imagen. También se puede realizar un análisis micro elemental que utiliza espectroscopia de rayos X de energía dispersa (EDS). Esta analiza los rayos X generados como producto de la interacción del haz de electrones de un microscopio electrónico de barrido con el material a analizar. Se emplea un detector de silicio y litio de estado sólido que capta los rayos X para luego ser enviados a un amplificador y convertidores de señal que envían los datos a un sistema de cómputo el cual presenta la información como espectros de intensidad versus energía de emisión. Para las muestras no conductoras es necesario recubrir la superficie de la muestra con una película metálica fina (~10 nm) generada por evaporación por bombardeo o por evaporación al vacío.(Cheriyedath et al., 2008)

## 3. Estado del arte

El descubrimiento de las nanoestructuras fluorescentes se remonta a principios de los años ochenta por Louis Brus y fueron nombrados así por Mark Reed en 1988. A su vez, el grupo liderado por Alex Ekimov observó espectros ópticos muy curiosos en muestras de vidrio en sulfuro de Cadmio (CdS) y seleniuro de cadmio (CdSe), ambos materiales semiconductores (Y.-P. Sun et al., 2008). Debido al calentamiento de las muestras, algunas pequeñas partículas de estos semiconductores se precipitaron en el vidrio, causando un comportamiento óptico anómalo debido al confinamiento cuántico de los electrones en estos cristales (Caicedo-Ortiz et al., 2015). Las NC se descubrieron por primera vez en 2004 durante la purificación de nanotubos de carbono de pared simple mediante electroforesis (Xu et al., 2004). Tanto para nanotubos de carbono de pared simple como de pared múltiple, la pasivación de defectos superficiales con la funcionalización química

dio como resultado una fluorescencia brillante y coloridas emisiones en varias longitudes de onda desde ultravioleta hasta casi IR cercano; y posteriormente, mediante ablación con láser, a partir de polvo de grafito y cemento en 2006 (Y. P. Sun et al., 2006).

Las primeras NC fluorescentes fueron sintetizadas a partir de metales pesados semiconductores. Debido a que estos son altamente tóxicos, su aplicación biotecnológica resultó limitada. Con el paso del tiempo se han desarrollado nanoestructuras de oro, grafeno, sulfuro de plata y otros materiales que presentan una menor toxicidad (Biomédicas, 2017). Las NC presentan propiedades ópticas y fisicoquímicas destacadas, mayor solubilidad, inercia química, fácil modificación y mejor resistencia al fotoblanqueo por lo que se han convertido gradualmente en una estrella en ascenso al exhibir mejores propiedades biológicas. Para mejorar las propiedades fotoluminiscentes de las NC se ha estudiado la funcionalización de la superficie con polímeros, se ha investigado una larga lista de moléculas y especies, como PEG de diferentes pesos moleculares, ácido mercaptosuccínico, etilendiamina, polietilenimina (PEI) y oleilamina, entre otras. Probablemente no sea coincidencia que la mayoría de estos agentes de pasivación de superficie son moléculas con restos amino, ya que muestran un resultado particularmente efectivo en la pasivación para emisiones de fluorescencia más brillantes (Luo et al., 2014) (Baker & Baker, 2010) (Li, Kang, Liu, & Lee, 2012) (Shen, Zhu, Yang, & Li, 2012).

# 4. Metodología

## 4.1. Reactivos y muestras

Las muestras de avena comercial fueron Don Pancho y Ekono Éxito. El polímero [3-(2-Aminoetil) aminopropil] trimetoxisilano (KH-792) fue adquirido de Sigma-Aldrich y el sulfato de Quinina ($C_{20}H_{24}N_2O_2$) fue suministrado por el LEAM.

## 4.2. Desarrollo experimental

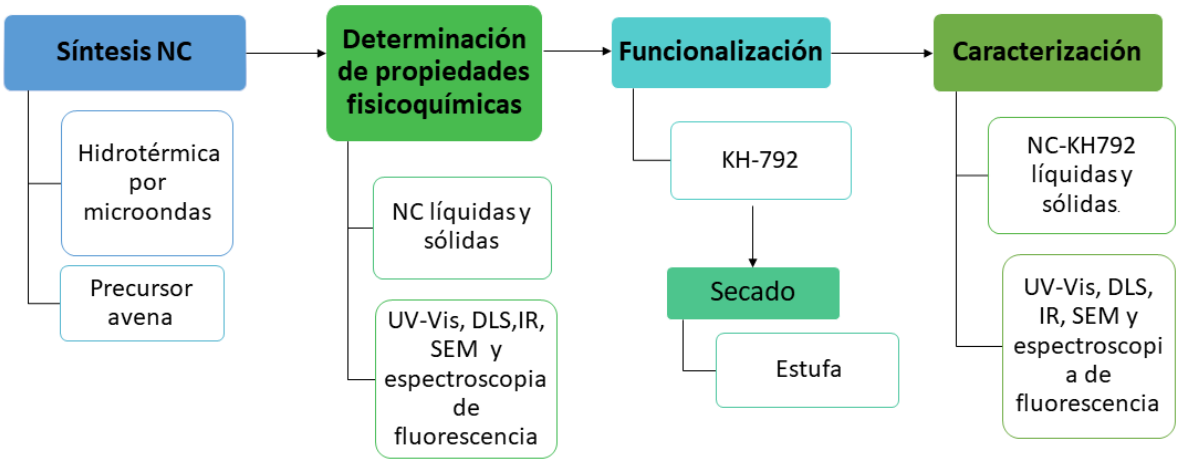


*Figura 3.* Esquema general de la metodología.

## 4.3. Método de Síntesis

Para la síntesis de las NC se usó como precursor de Carbono dos tipos de avenas comerciales (Don Pancho y Ekono). Cada muestra fue sonicada en un ultrasonido Sonics Vibra-Cel modelo VCX 750 durante 30 minutos en modo pulsado (1 segundo), 60 % de amplitud y temperatura ambiente.

El equipo utilizado para la síntesis hidrotérmica fue el Microwave Digestion System: Multiwave GO perteneciente al LEAM de la Universidad Industrial de Santander sede Guatiguará. Se escogieron como parámetros más influyentes: tiempo de reacción y temperatura de acuerdo con la literatura. Se probaron tiempos de 15, 30, 60 y 90 minutos y temperaturas de 150, 180, 190 y 200° C (Arumugam & Kim, 2018) (Yu et al., 2015). Concluida la síntesis, las NC obtenidas de color caramelo (figura 4) fueron sonicadas bajo las mismas condiciones iniciales. Posteriormente, se centrifugaron en un centrifuga HERMLE Labortechnik GmbH Ref 311.00 V02 durante 30 minutos a 15000 rpm y temperatura de 4°C. Finalmente, se filtraron los sobrenadantes con filtros de membrana de 100 nm que contenían las NC formadas.

*Figura 4.* NC sintetizadas a 200 °C y tiempos de: A)15 min, B) 30 min, C) 60 min, D) 90 min.

### 4.4. Funcionalización de NC con KH-792

La funcionalización de las NC se realizó adicionando el agente polimérico (KH-792) en el medio de la reacción, con el fin de estabilizar los sistemas nanoestructurados y mejorar sus

propiedades fotoluminiscentes al momento de su formación. Se probaron diferentes relaciones másicas (1:3; 1:5; 1:7) entre el polímero y la avena, para observar el efecto de esta variable respecto al rendimiento de fluorescencia como se recomienda en estudios previos (Zheng et al., 2017).

### 4.5. Secado de las NC

Se depositaron unas gotas de las NC obtenidas en un *slide* de vidro y se secaron en estufa a 60 °C durante 4 horas.

## 5. Caracterización

### 5.1. Dispersión de luz dinámica (DLS)

Se determinó el tamaño hidrodinámico de las NC empleando la técnica de dispersión de la luz en modo dinámico, haciendo uso del equipo Zetasiser ZS90(Malvern) adscrito al Laboratorio de Espectroscopía de Parque Tecnológico Guatiguará. Para la medición se depositó 1.0 mL de las NC en una celda de polipropileno (figura 5 A), la muestra fue irradiada con un láser de 635 nm en un ángulo de 90°, a 19° C, 100 *scans* por triplicado con tiempo de relajación de 5 minutos entre medición, índice de refracción del dispersante 1.333 y los datos fueron procesados en el software Zetasizer 7.11.

### 5.2. Potencia zeta

Se realizaron medidas de potencial zeta para las NC en el equipo Zetasiser *ZS90* (Malvern) adscrito al Laboratorio de Espectroscopía de Parque Tecnológico Guatiguará. Se utilizó una celda electroforética (figura 5 B) depositando aproximadamente 0.5 mL de muestra, la muestra fue irradiada con un láser de 635 nm en un ángulo de 90°, a 19° C, 100 scans por triplicado con tiempo de relajación de 5 minutos entre medición, índice de refracción del dispersante ($\eta_{H2O}$ 1.333) y los datos se procesaron en el software *Zetasizer 7.11*.

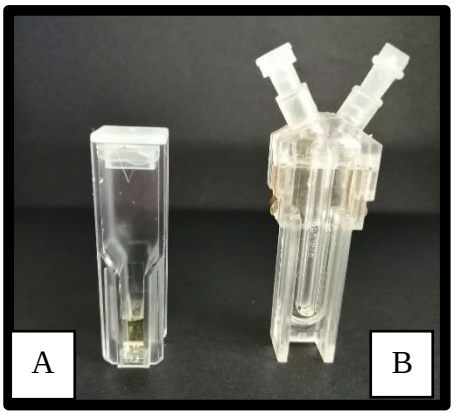


*Figura 5.* A) Celda para medición de tamaño de partícula. B) Celda para medición de potencial zeta.

## 5.3. Espectroscopia ultravioleta visible (UV-VIS):

Las NC se analizaron por UV-Vis en un espectrofotómetro SHIMADZU Modelo UV-600 que utiliza una lámpara de deuterio, cuenta con un ancho de banda espectral de 0.1 nm, un sistema monocromador sencillo y doble haz, empleando una celda de cuarzo en un rango de 200-600 nm, el cual está adscrito al LEAM de la Universidad Industrial de Santander sede Guatiguará. Este

análisis se realizó para conocer la longitud máxima de absorción de las NC y las transiciones características de los sistemas nanométricos.

### 5.4. Espectroscopia de fluorescencia:

Se tomaron espectros de emisión (340-600 nm) y excitación (250-360 nm) de las NC empleando un espectrofluorímetro *Photon Technology International* Modelo PTI3211equipado con una lámpara de xenón de 75W de potencia. Las mediciones se realizaron en una proporción de 2µL en 3 mL de agua tipo 1. Los espectros se adquirieron con un tiempo de integración de 1 segundo y resolución de 1.0 nm. Se fijó el ancho de rendija de excitación en 1,25 mm y ancho de rendija de emisión 1 mm. Los datos fueron tratados en el software *FeliX32 Spectroscopy* adscrito al grupo de investigación LEAM de la universidad industrial de Santander sede Guatiguará.

Finalmente, se calculó el rendimiento cuántico relativo de las NC usando como referencia el sulfato de quinina. Se analizaron las propiedades fotoluminiscentes de las NC determinando la longitud de onda de máxima emisión del sistema nanométrico realizando un barrido entre 300-330 nm y también la excitación de acuerdo con la longitud de onda de máxima emisión.

### 5.5. Rendimiento cuántico

Este trabajo se basó en el método de medida relativa donde se usa una solución de referencia que emita en el mismo rango del espectro de la muestra y comparar las emisiones en longitudes de onda con igual absorbancia. En este caso se usó el patrón de referencia sulfato de quinina (SQ) que en ácido perclórico 0,105 M tiene un rendimiento cuántico $Ø_{Ref} = 0,54$. El patrón de SQ fue

medido por espectroscopia UV-Vis en el rango de absorción de 200 – 500 nm para determinar la longitud de onda de corte con el espectro UV-Vis de la muestra de NC con la cual se excitan las muestras para este cálculo.

Se prepararon 5 soluciones de sulfato de quinina y de la muestra de tal manera que su absorbancia se registrara entre 0,02 a 0,04. Para cada solución se tomó el espectro de fluorescencia con longitud de onda de excitación de 315 nm en el rango de emisión de 340 – 600 nm, al cual se le resto el espectro del agua para calcular el área bajo la curva de cada solución. Se grafico la intensidad de fluorescencia integrada versus la absorbancia para las muestras y el patrón y de este modo se obtuvo la pendiente. A partir de las pendientes, los índices de refracción y el rendimiento cuántico del SQ, se calculó el rendimiento cuántico de las muestras de NC usando la ecuación 1.

## 5.6. Espectroscopia infrarroja (IR)

Los espectros de las muestras se realizaron en un espectrómetro infrarrojo Nicolet iS50 FT-IR de Thermo Scientific en modo ATR, en los rangos espectrales: MIR: 4000 - 400 $cm^{-1}$ a una temperatura de 293 k y con humedad del 55%. Equipo adscrito al laboratorio de espectroscopia LE de la universidad industrial de Santander sede Guatiguará. Para mejorar la relación señal/ruido los espectros se realizaron con 64 *scans*.

## 5.7. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Las muestras fueron caracterizadas en el Microscopio Electrónico de Barrido FEG (Field Emission Gun) QUANTA FEG 650.Laboratorio de Microscopia de Parque Tecnológico

Guatiguará. Las NC sólidas se depositaron sobre discos metálicos con cinta adhesiva de carbón y recubiertas con oro, las imágenes se adquirieron a alto vacío, voltaje de aceleración 15kV, detector para imágenes: Electrones secundarios (SE): Everhart Thornley detector ETD y Electrones retrodispersados (BSE): Back scattered electrón detector (BSED) tipo SSD. Para Análisis Químico: voltaje de aceleración 15Kv, detector EDAX APOLO X resolución de 126.1 eV (en. Mn Kα) para realizar análisis EDS (Energy-Dispersive Spectroscopy). Software EDX Genesis e información semicuantitativa de los elementos químicos.

# 6. Resultados y análisis

## 6.1. Caracterización fisicoquimica de las NC

Se realizaron 16 ensayos de la síntesis hidrotérmica de NC para cada avena (M1 NC: avena Don Pancho y M2 NC: avena Ekono) y se caracterizaron inicialmente por la técnica de DLS con la finalidad de seleccionar las 2 muestras con mejor tamaño de partícula y baja polidispersión. Los resultados de tamaño y PDI para cada ensayo se encuentran en el apéndice B.

Se escogieron las muestras de la prueba P16 bajo las condiciones de temperatura y tiempo de síntesis de 200 °C y 90 minutos por presentar los menores diámetros hidrodinámicos de cada muestra, resultados presentados en la tabla 1.

Tabla 1

*Diámetro hidrodinámico, índice de polidispersión y potencial zeta de las NC a 200 °C y 90 minutos*

| Muestra | Tamaño promedio (nm) | Índice de polidispersión (PDI) | Potencial zeta (mV) |
|---|---|---|---|
| **M1 NC** | 32,54 | 0,243 | -5,76 |
| **M2 NC** | 77,16 | 0,137 | 4,30 |

A partir de estas medidas, M1 NC presenta un diámetro hidrodinámico alrededor de 5,005 nm, distribución que representa el 62% de la población de NC (figura 6). Los resultados de la distribución de número (apéndice C) corroboran que la distribución mayoritaria de diámetros hidrodinámicos pequeños representa el 99.9%. La población restante de las NC se encuentra alrededor del 37% con tamaño hidrodinámico promedio de 83,54 nm, distribución que ocasiona la polidispersión de la muestra. Estos resultados se deben posiblemente a que la ruptura de las interacciones covalentes de la muestra no se da en su totalidad, además son sistemas nanoestructurados de fácil agregación con el tiempo; lo cual se confirma con la medida de potencial zeta (-5,76 mV), magnitud de carga electrostática que expresa una poca estabilidad de la suspensión.

El análisis de DLS para M2 NC arrojó un tamaño promedio de 89,72 nm, distribución que representa el 100% del tamaño de las NC (figura 7). Además, el potencial zeta para esta muestra fue de 4,30 mV. Estos resultados infieren que en el proceso de síntesis no se logró la adecuada ruptura de los enlaces covalentes y se evidencia la baja estabilidad de la muestra asociada a diámetros hidrodinámicos grandes que ocasionan fenómenos de agregación.

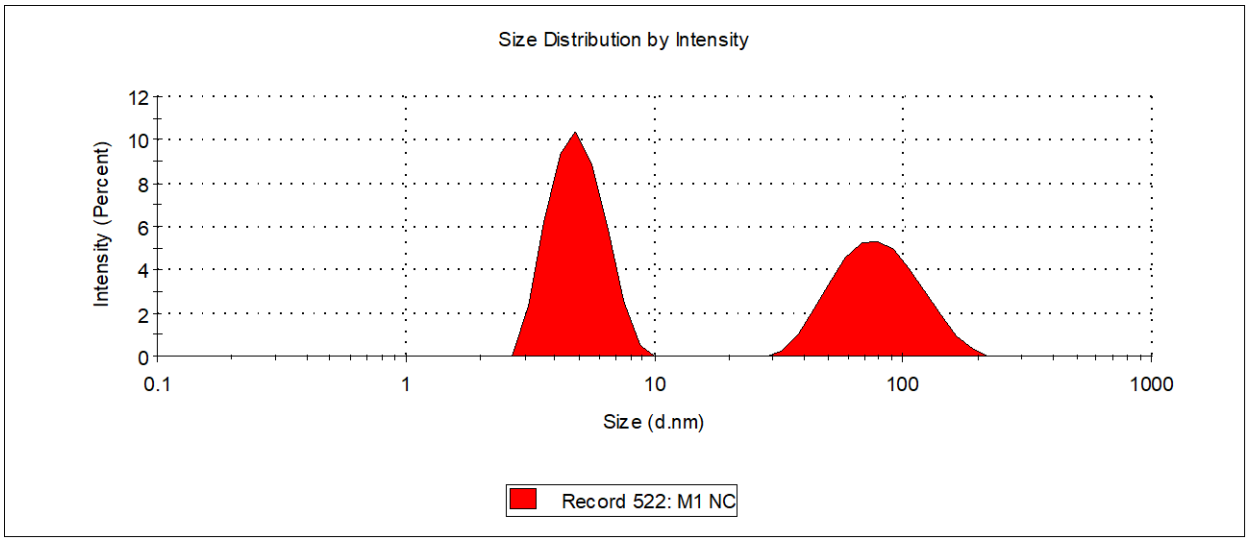


*Figura 6.* Tamaño de particula M1 NC(distribución de intensidad).

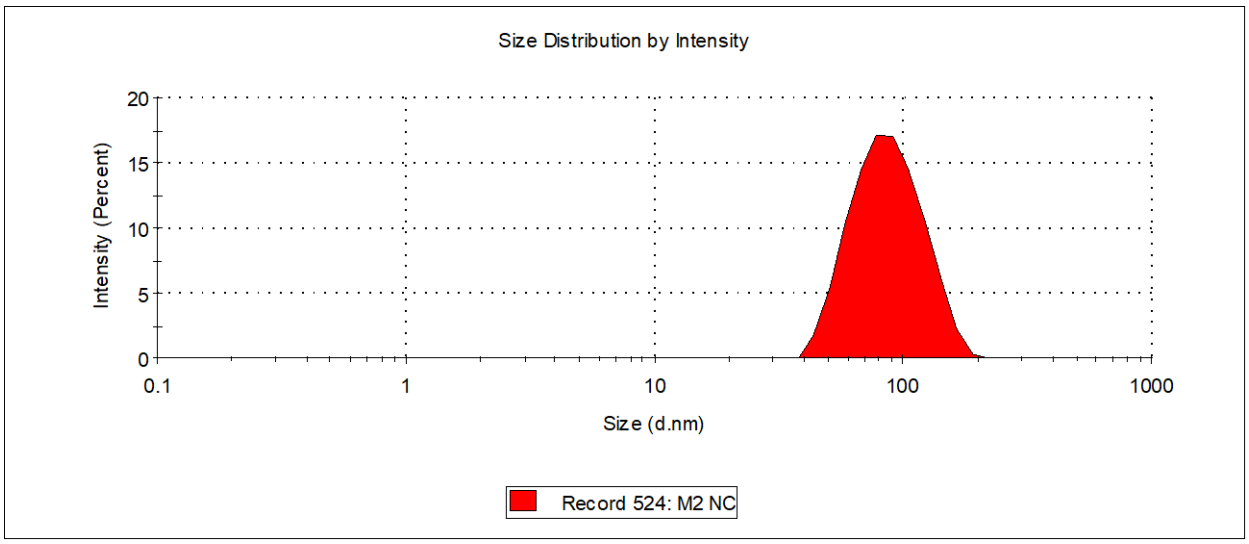


*Figura 7.* Tamaño de particula de M2 NC (distribución de intensidad).

Se caracterizaron estos sistemas mediante UV-Vis donde se observaron transiciones energéticas similares para las dos muestras (figura 8). Se evidencia una banda de hombro alrededor de los 227

nm correspondiente a las transiciones π-π* de dienos C=C característicos de las NC. Además, la $\lambda_{max}$ de absorción en 284 nm corresponde a transiciones n-π* atribuidas a enlaces C=O característicos por la presencia de oxígeno en este tipo de estructuras.

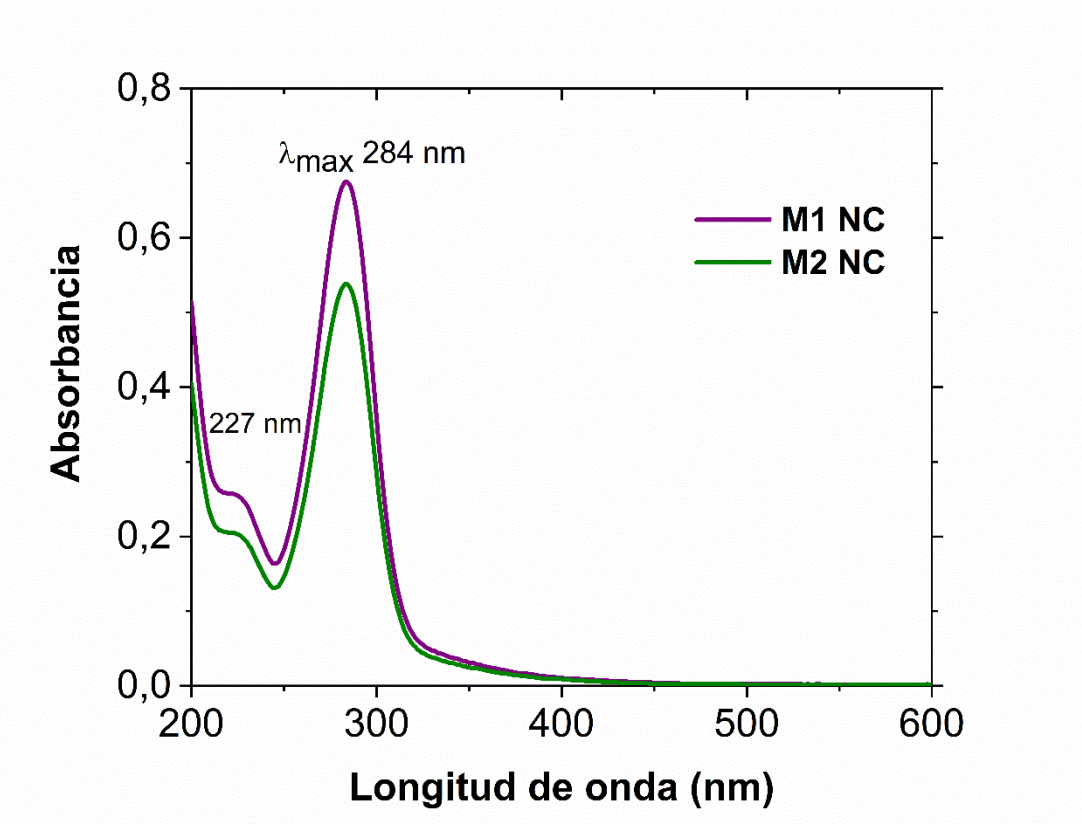


*Figura 8.* Espectros UV-Vis de las muestras M1 NC y M2 NC.

## 6.2. Espectroscopia de Fluorescencia

Se caracterizaron las muestras por espectroscopia de fluorescencia y se obtuvieron espectros de emisión realizando un barrido a longitudes de onda de 300-330 nm y el espectro de excitación a 390 nm. En el caso de M1 NC (figura 9) se observa similitud en las longitudes de onda de emisión

generando su máximo alrededor de 420 nm, por lo cual se puede deducir que la fluorescencia de estas NC es independiente de la longitud de onda de excitación, confirmando la formación de NC de tamaño uniforme, mientras que para M2 NC (figura 10) sí se presenta una variación en los máximos de emisión que va de 388 a 412 nm, indicando polidispersión en la muestra. Con lo anterior se evidencia que las M1 NC exhiben mejores propiedades fotoluminiscentes.

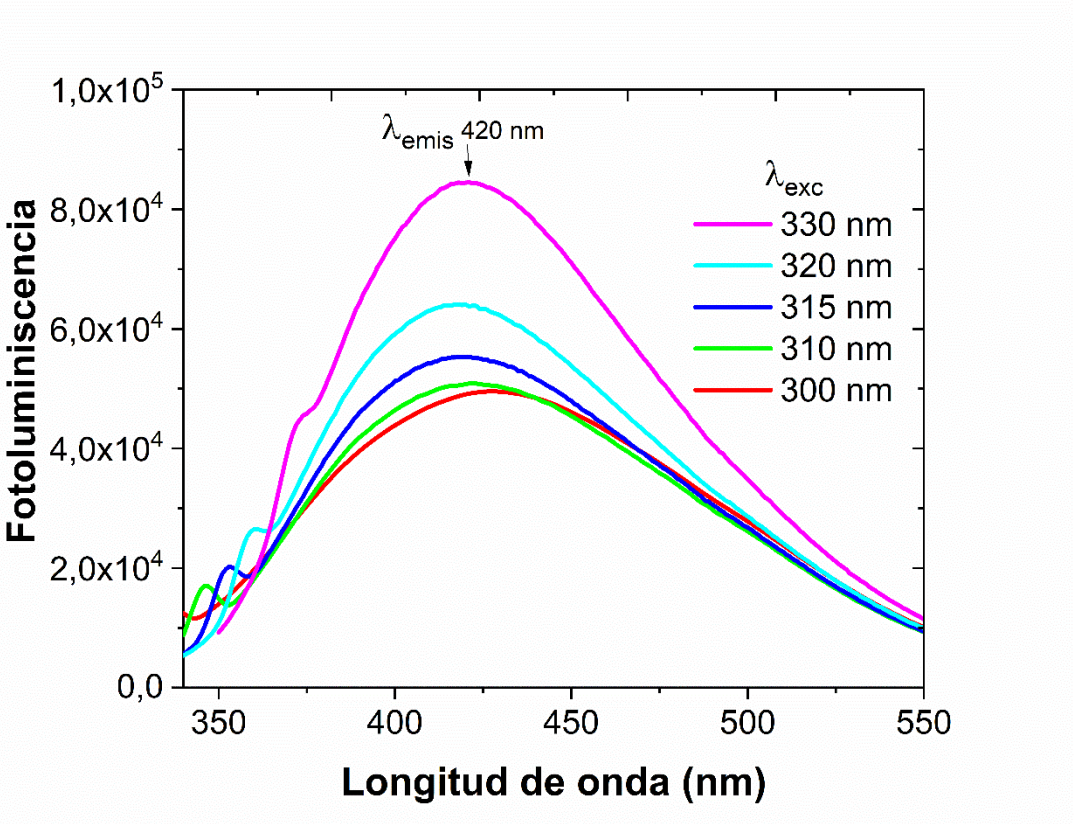


*Figura 9.* Espectro de emisón muestra M1 NC a diferentes longitudes de onda.

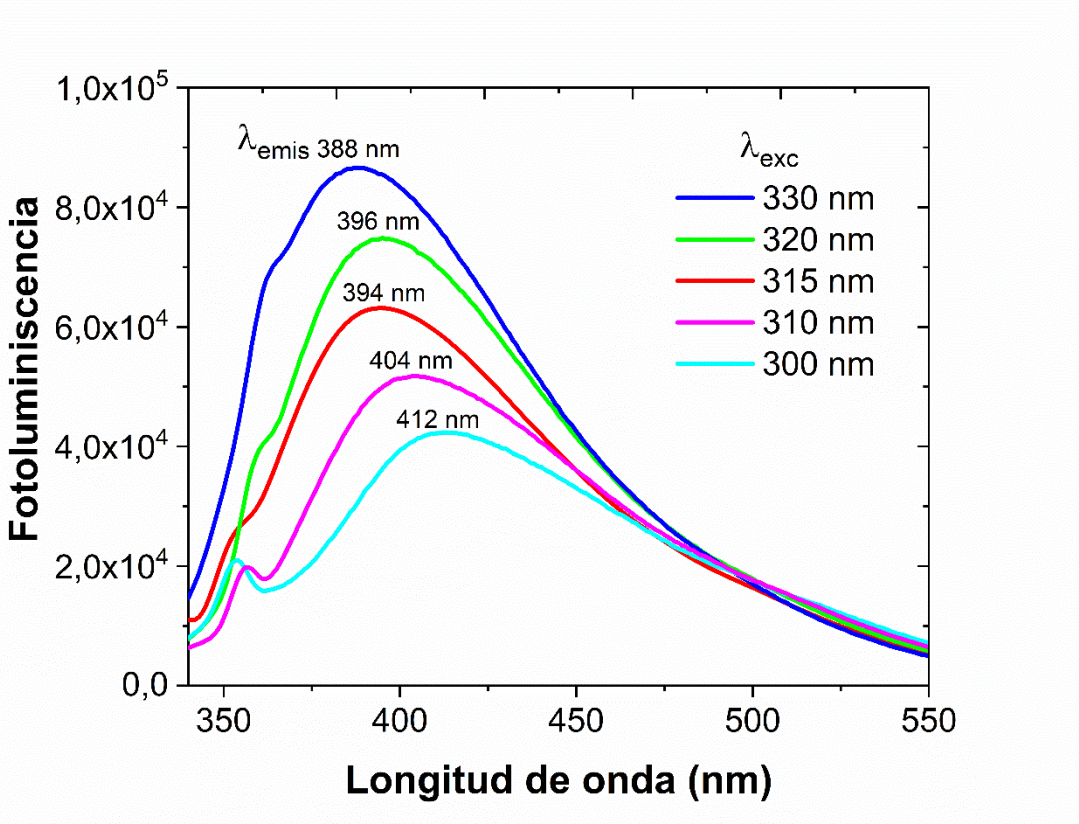


*Figura 10.* Espectro de emisión muestra M2 NC a diferentes longitudes de onda.

En el espectro de excitación (figura 11) se observan dos bandas, lo cual se atribuye a la existencia de dos tamaños de poblaciones de NC. A longitudes de onda de 265 nm absorben las NC con tamaños hidrodinámicos grandes, mientras que a 330 nm absorben las NC de tamaños pequeños, siendo esta la longitud de onda de máxima excitación debido a que estos diámetros hidrodinámicos se encuentran en una mayor proporción de las NC.

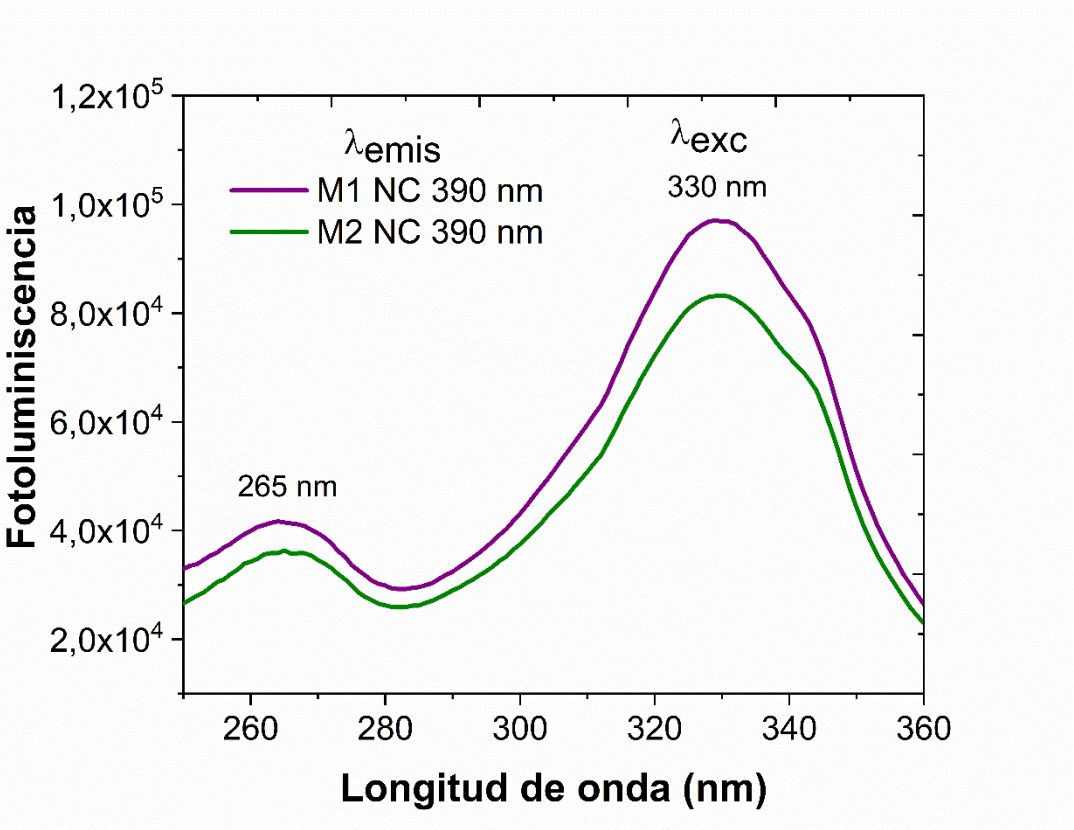


*Figura 11.* Espectro de excitación muestras M1 NC y M2 NC a 390 nm.

### 6.3. Rendimiento cuántico de las NC

Se midió un espectro de absorción de las NC entre 200–500 nm para superponerlo con el espectro de absorción del patrón (SQ), de esta manera se determinó la longitud de onda de corte correspondiente a 315 nm donde se obtiene la menor pendiente entre las curvas (figura 14).

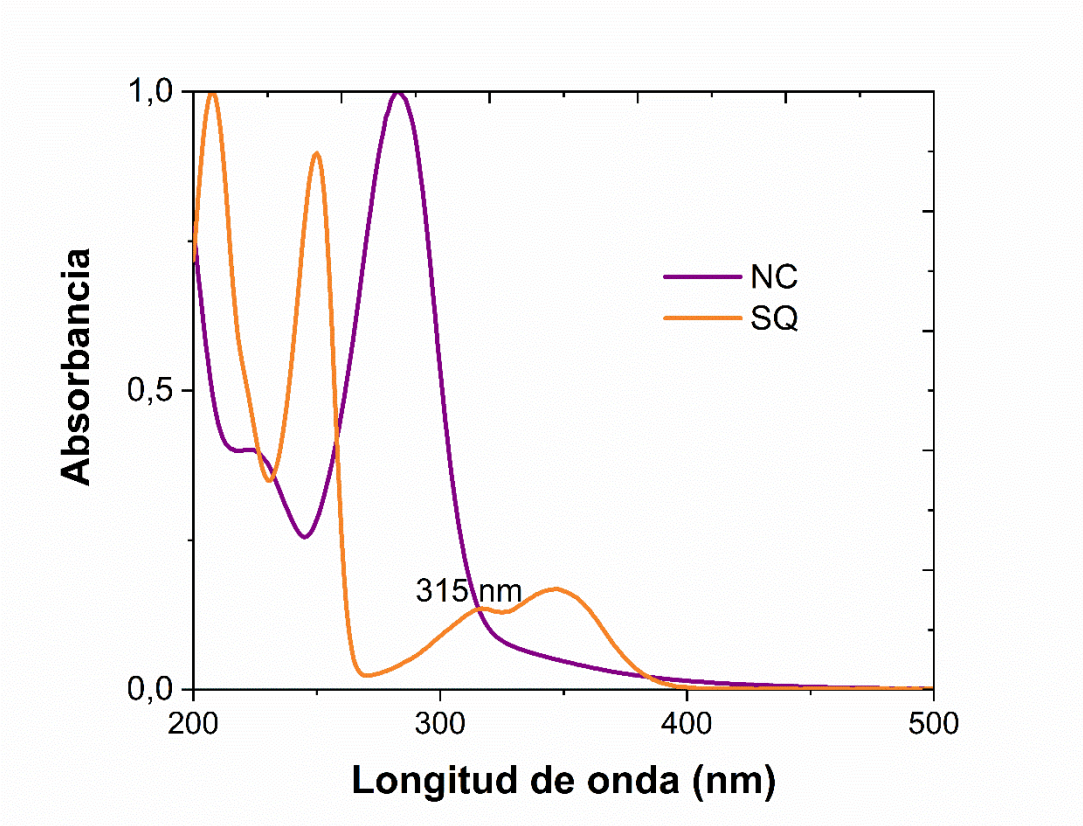


*Figura 12.* Espectros UV-Vis del patrón y la muestra para el cálculo del rendimiento cuántico.

Se construyeron graficas de emisión de fluorescencia integrada vs absorbancia a partir de las 5 soluciones preparadas de las NC y el SQ (absorbancia entre 0,02 y 0,04), para finalmente determinar la pendiente de cada recta por un ajuste de regresión lineal que se observa en el apéndice E.

De acuerdo con la ecuación 1 se calcula el rendimiento cuántico de las muestras. Para M1 NC el rendimiento se calcula de la siguiente forma:

$$Q_f = 0{,}54 * \frac{8{,}36\ x10^7}{2{,}65\ x\ 10^9} * \frac{1}{1} * 100 = 1{,}70\%$$

Tabla 2

*Rendimiento cuántico de M1 NC y M2 NC*

| Muestra | % Rendimiento |
|---|---|
| **M1 NC** | 1,70 |
| **M2 NC** | 1,47 |

Los resultados de la tabla 2, muestran un rendimiento cuántico mayor para M1 NC, deduciendo que en esta muestra se obtienen NC con mejores propiedades fotoluminiscentes, lo cual también se confirma con los análisis anteriormente realizados.

## 6.4. Rendimiento cuántico de las NC-KH792

A partir de los resultados obtenidos se funcionalizaron las NC con el agente estabilizante KH-792 adicionándolo al momento de la dispersión de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente, en relaciones másicas de 1:3, 1:5 y 1:7 (KH-792:avena) con el objetivo de mejorar sus propiedades ópticas.

Tabla 3

*Rendimiento cuántico de las muestras funcionalizadas en diferente proporción KH-792:avena*

| Muestra M1 NC | % Rendimiento |
|---|---|
| NC-KH792 1:3 | 2,27 |
| NC-KH792 1:5 | 2,19 |
| NC-KH792 1:7 | 2,58 |

| Muestra M2 NC | % Rendimiento |
|---|---|
| NC-KH792 1:3 | 2,23 |
| NC-KH792 1:5 | 2,23 |
| NC-KH792 1:7 | 2,30 |

Tabla 4

*Rendimiento cuántico de M1 NC, M2 NC, M1* NC-KH792 y *M2* NC-KH792

| Muestra | % Rendimiento NC | % Rendimiento NC-KH792 1:7 |
|---|---|---|
| M1 | 1,70 | 2,58 |
| M2 | 1,47 | 2,30 |

De acuerdo con los resultados de rendimiento cuántico obtenidos de la funcionalización (tabla 3), la relación másica 1:7 (KH-792:avena) presentó un porcentaje de rendimiento cuántico mayor ($Q_{f\,\mathrm{M1\ NC-KH792}} = 2{,}58\%$), siendo esta la relación adecuada para espaciar las NC por mecanismos de impedimento estérico y aumento de las fuerzas de repulsión electrostáticas de las nanopartículas que estabilizan la solución, confiriéndoles propiedades fotoluminiscentes mejoradas (figura 15). En estudios reportados en la literatura con ácido cítrico como fuente de carbono y funcionalizado con el KH-792 se reportó un rendimiento cuántico del 23,8 % para la relación másica de 1:7 a 180 ºC, que comparado con los realizados en este trabajo presentan mayor fotoluminiscencia, lo cual puede estar asociado en gran parte a que en esta investigación el precursor de carbono es una macromolécula como la avena, dificultando en cierta medida la adecuada formación de las NC. Además, hay una parte de estos sistemas que se relajan por medio

de efectos no radiativos como calor y la fácil agregación que sufren estos sistemas(Zheng et al., 2017).

Los resultados de las NC y las NC-KH792 se comparan en la tabla 4. Cabe mencionar que el agente estabilizante KH-792, no presenta propiedades fotoluminiscentes como se muestra en el espectro de fluorescencia (apéndice F).

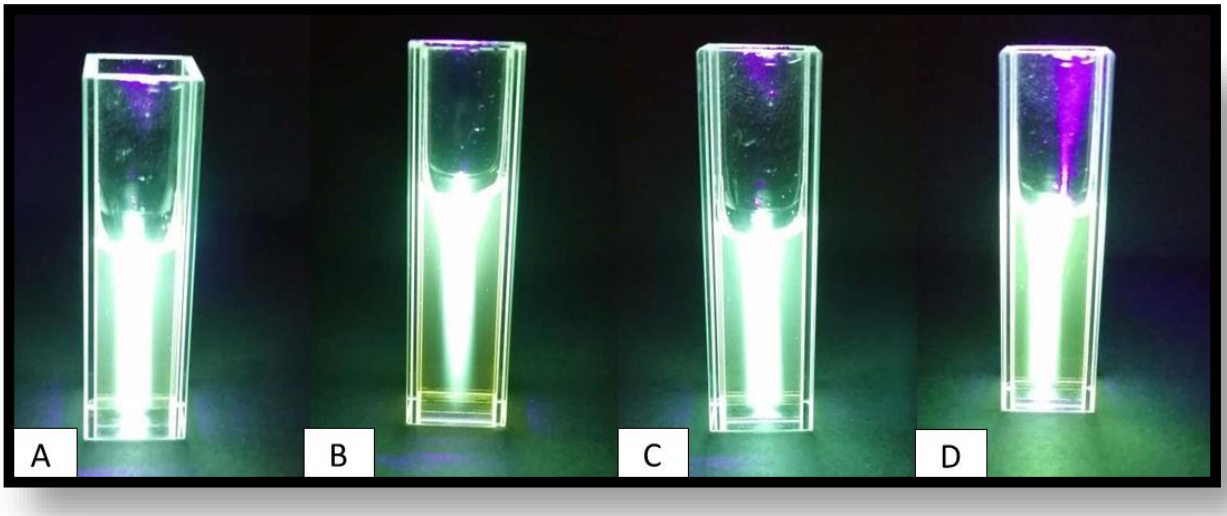


*Figura 13.* Fluorescencia de las muestras al ser irradiadas con un láser azul (450 nm). A) M1 NC. B) M1 NC-KH792. C) M2 NC. D) M2 NC-KH792.

## 6.5. Caracterización fisicoquímica de las NC-KH792

Al caracterizar estas muestras se observa que M1 NC-KH792 presenta un tamaño promedio de 20,53 nm y un PDI de 0,247. La primera distribución de partículas alrededor de 7,313 nm representa el 68% de la población correspondiente a diametros hidrodinámicos pequeños (figura 12), lo cual se reafirma con el histograma de número (apéndice C) exhibiendo una distribucion de

tamaños del 99%. A su vez se observa una segunda distribución de tamaños superiores a 500 nm correspondientes al 31%, ocasionado probablemente por la adición del KH.792. En este caso las M1 NC-KH792 presentaron un potencial zeta de 14,2 mV demostrando el aumento de la estabilidad y la disminución del tamaño de las NC comparadas con las M1 NC sin funcionalizar.

En el caso de M2 NC-KH792 se presenta un tamaño promedio de 51,48 nm y un PDI de 0,537. En el histograma de la figura 13 se observan 2 distribuciones de tamaños de 6,404 nm (37%) y 332,5 nm (62%), estos tamaños grandes generan baja estabilidad y polidispersión en la muestra corroborando la medida de potencial zeta (4,90 mV).

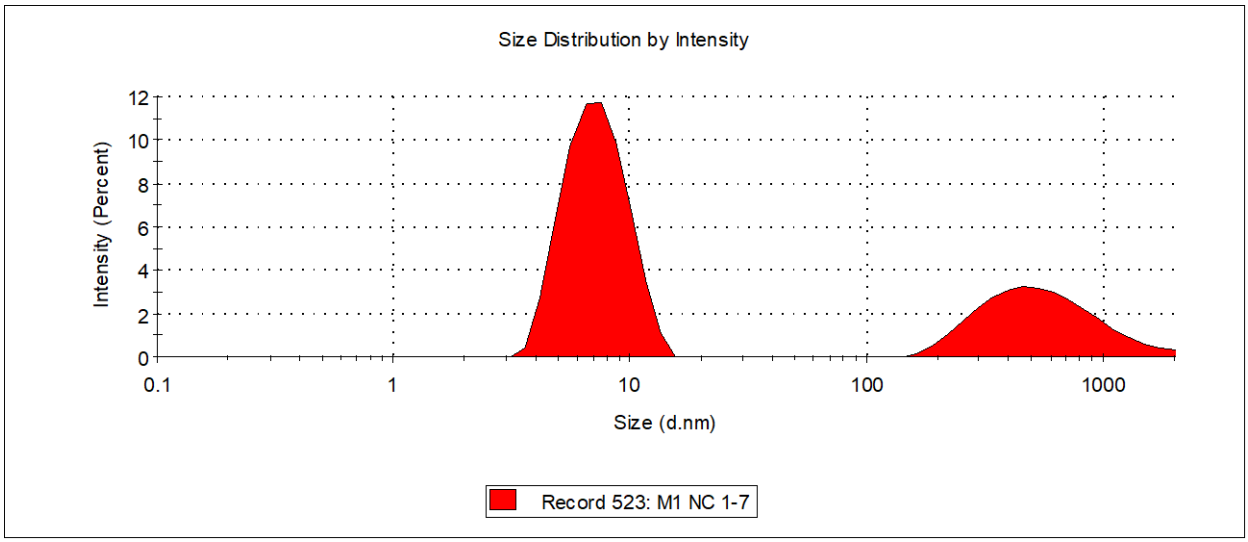


*Figura 14.* Tamaño de particula M1 NC-KH792 (distribución de intensidad).

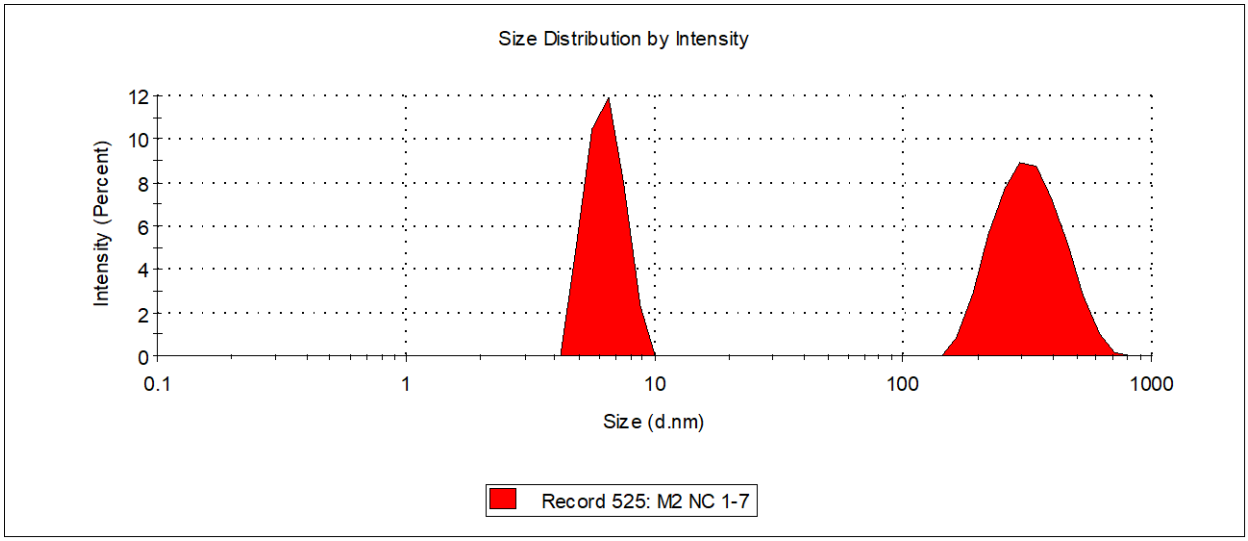


*Figura 15.* Tamaño de particula M2 NC-KH792 (distribución de intensidad).

## 6.6. Fluorescencia en estado sólido

Luego de secar las muestras en la estufa se obtuvo un polvo de color caramelo como se observa en la figura 16 A) y B). Al irradiar sobre el polvo de NC con un láser azul la muestra fluórese en una tonalidad rosa, comprobando que ocurre un desplazamiento batocrómico del máximo de emisión en sólido comparado con la fluorescencia en líquido.

De acuerdo con los espectros de fluorescencia, las NC sólidas aumentan su fotoluminiscencia (aprox. 350000 *counts*) con respecto a la fluorescencia de las NC líquidas (aprox. 80000 *counts*). Por otro lado, las NC-KH792 sólidas sobrepasan la fluorescencia de las NC sólidas sin funcionalizar con un aumento de aproximadamente 75000 *counts*, confirmando la estabililidad de las NC en estado sólido (figura 17).

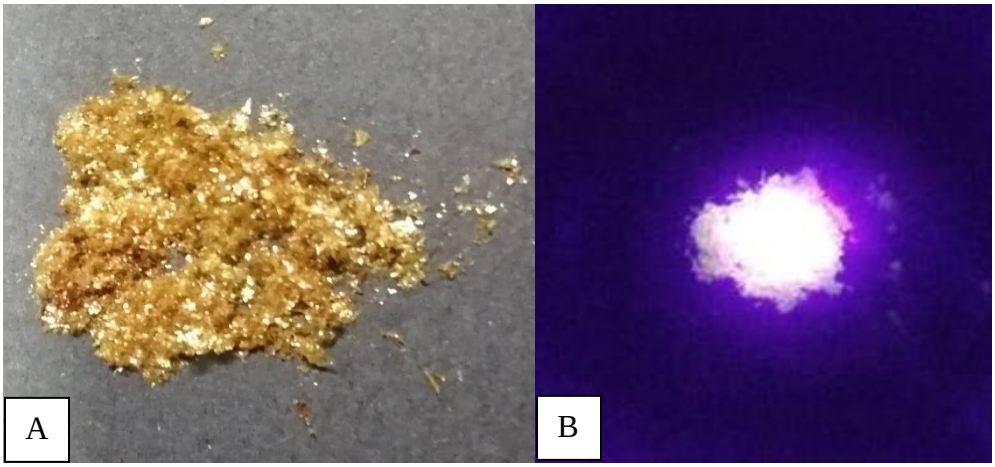


*Figura 16.* A) NC en estado sólido. B) NC sólida irradiada con láser azul.

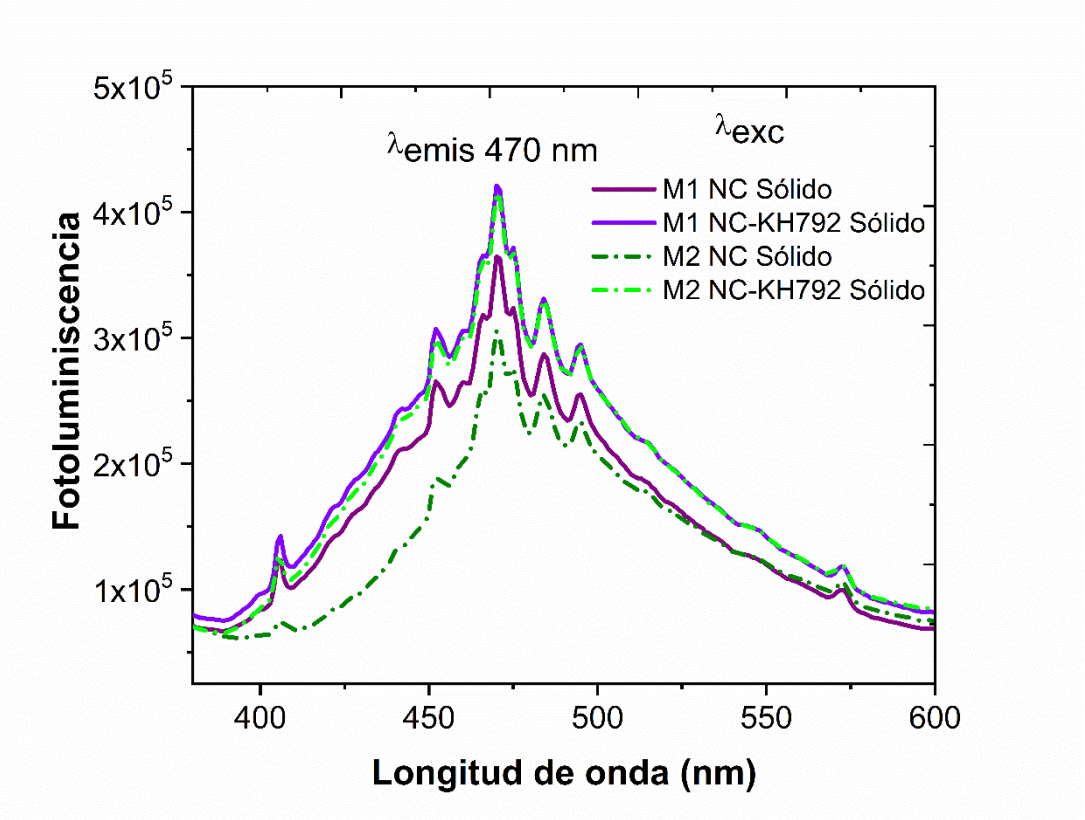


*Figura 17.* Espectro de fluorescencia de M1 NC, M1 NC-KH792, M2 NC y M2 NC-KH792 en estado sólido.

## 6.7. Espectroscopia infrarroja (FTIR-ATR)

En el espectro de la figura 18 se comparan los grupos funcionales presentes en el precursor (avena) y las NC sintetizadas siendo evidente la disminución del carácter alifático y un aumento en las vibraciones del enlace C=C debido a la formación de las NC.

Se observa una banda de absorción en 3290 $cm^{-1}$ debido al estiramiento vibracional del enlace O-H de los ácidos carboxílicos. En 2921 y 2852 $cm^{-1}$ se encuentra la tensión de enlaces $CH_2$ y $CH_3$ respectivamente. En 1744 $cm^{-1}$ se presenta el enlace C=O del grupo carboxilo para la avena, en el caso de las NC esta banda puede estar solapada por la banda intensa de 1643 $cm^{-1}$ de la tensión de enlaces C=C debido a la formación de NC. En 1525 $cm^{-1}$ se presenta el tijereteo del C-H y en 1397 $cm^{-1}$ la flexión simétrica del $CH_3$. Las bandas entre 1162 y 1011 $cm^{-1}$ son características del estiramiento C-O en la estructura C-O-C y C-O-H del anillo glucosídico del almidón.

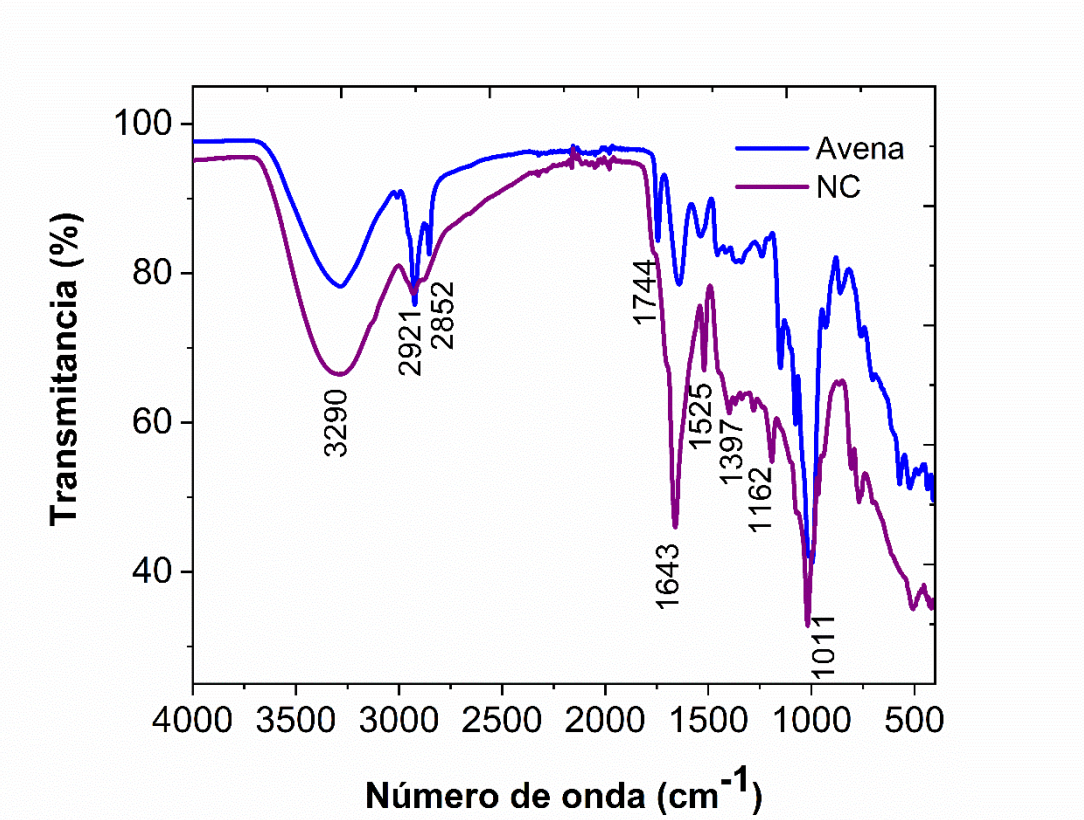


*Figura 18.* Espectro FTIR-ATR de la avena y las NC.

En los espectros IR de las de las NC de las muestras M1 NC y M2 NC (figura 19) se evidencia señales similares al estar compuestas de grupos funcionales característicos de este tipo de materiales como los ya explicados para las NC (figura 19).

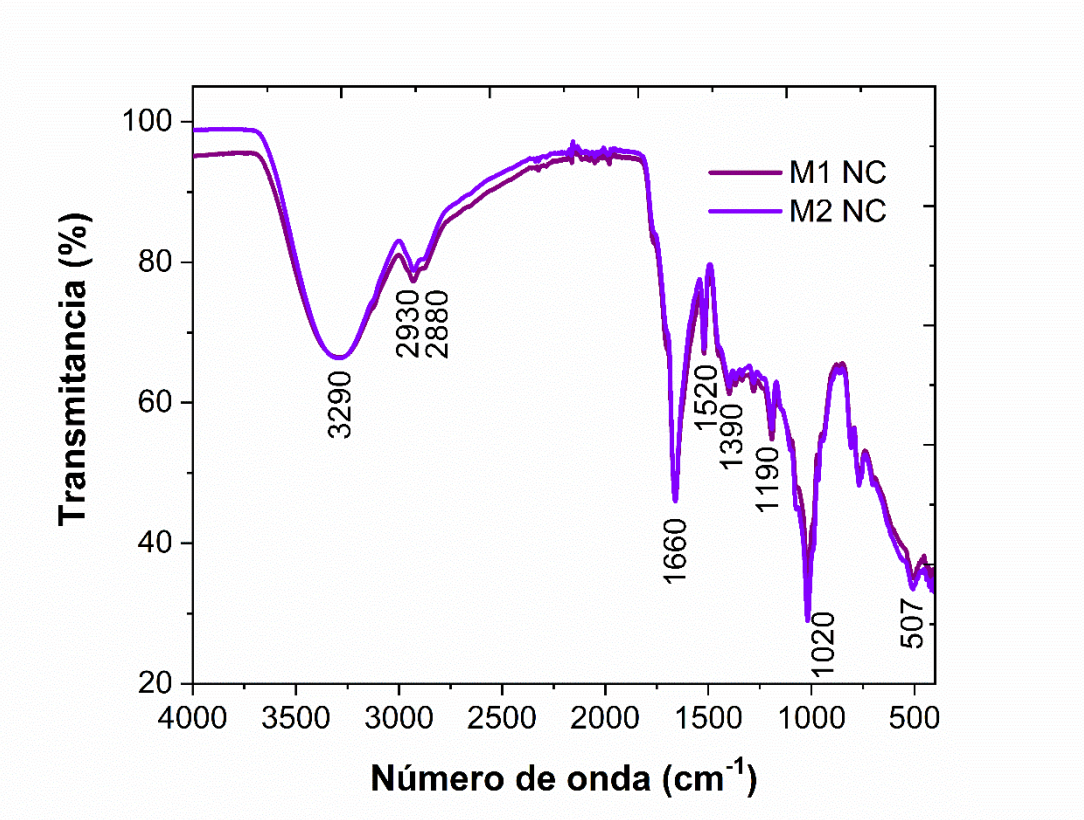


*Figura 19.* Espectro FTIR-ATR de M1 NC y M2 NC.

En la figura 20 se comparan los espectros IR de las NC-KH792 y el KH-792. En el IR del KH-792 se presentan las bandas características de las aminas alrededor de los 3370 y 3289 $cm^{-1}$ correspondientes a la tensión del enlace N-H, bandas que se encuentran probablemente solapadas con la banda ancha de los OH (3297 $cm^{-1}$) en el caso de las NC-KH792. En 1591 y 1457 $cm^{-1}$ (espectro del KH-792) se observa la flexión del N-H. En 2926 y 2834 $cm^{-1}$ se encuentran las bandas vibracionales del $CH_2$ y $CH_3$ respectivamente y entre 1200 y 1000 $cm^{-1}$ las del estiramiento C-O presentes en las dos muestras. Entre 809 y 776 $cm^{-1}$ se observan bandas originadas por la vibración de estiramiento Si-O del KH-792.

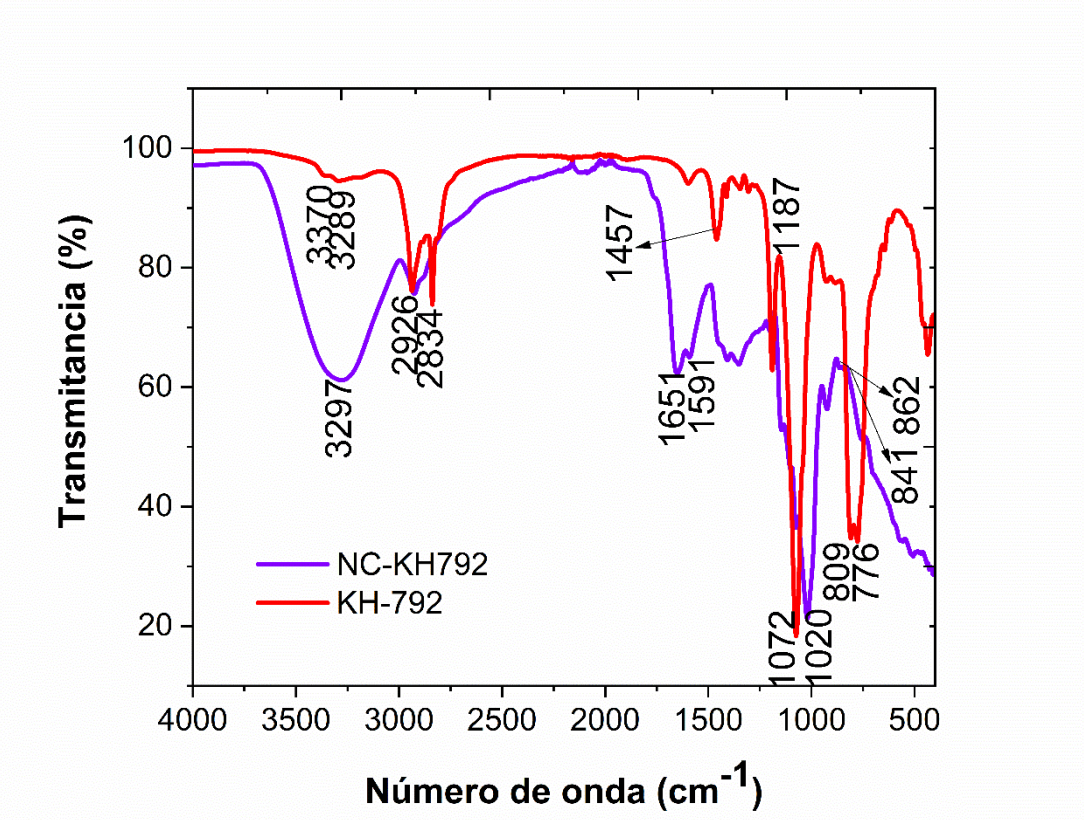


*Figura 20.* Espectro FTIR-ATR de NC-KH792 y KH-792.

En estos espectros (figura 21) se observan los mismos grupos funcionales con variaciones de intensidad en algunas de sus bandas.

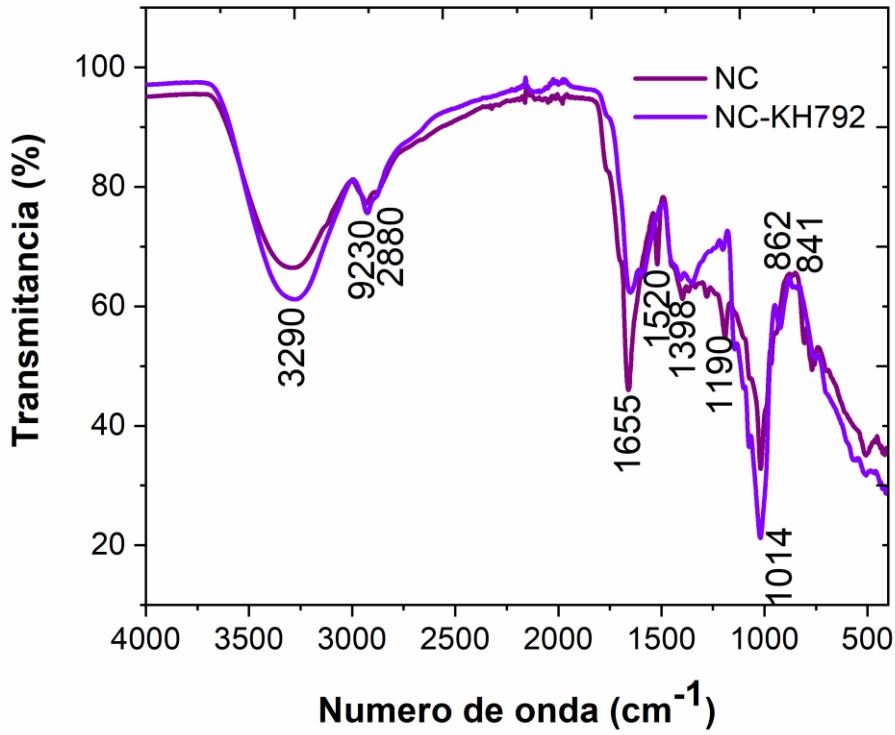


*Figura 21.* Espectro FTIR-ATR de NC y NC-KH792.

Mediante el análisis por espectroscopia infrarroja fue posible determinar las bandas características de los sistemas nanoestructurados y demostrar las interacciones vibracionales procedentes de la funcionalización.

## 6.8. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Los resultados obtenidos por SEM sobre la información morfológica y topográfica no fueron lo suficientemente claros para describir su tamaño y forma nanométrica, debido en gran parte a que la matriz usada se trata de una macromolécula con gran contenido de proteínas, azúcares,

carbohidratos, fibra, entre otros; generando una capa gruesa y difícil de atravesar en estado sólido. Las micrografías obtenidas por este análisis se encuentran en el apéndice G.

Por otro lado, fue posible realizar un estudio semicuantitativo de la composición de las muestras (análisis EDS), encontrando diferentes elementos en los que se destaca el carbono, el oxígeno (característicos de este material) y el oro con el que se recubrieron las muestras para este tipo de caracterización (tabla 7, figura 22 y tabla 8, figura 23). En el caso de las NC-KH792 hay presencia del elemento Silicio debido al agente estabilizante agregado en la funcionalización. (tabla 9, figura 24 y tabla 10, figura 25).

Tabla 5

*Composición elemental M1 NC*

| ***Element*** | ***Wt %*** | ***At %*** |
|---|---|---|
| **C** | 49.49 | 66.91 |
| **O** | 26.46 | 29.90 |
| **Mg** | 00.39 | 00.26 |
| **P** | 01.69 | 00.89 |
| **Au** | 17.56 | 01.45 |
| **K** | 01.42 | 00.59 |
| **Matrix** | Corrección | ZAF |

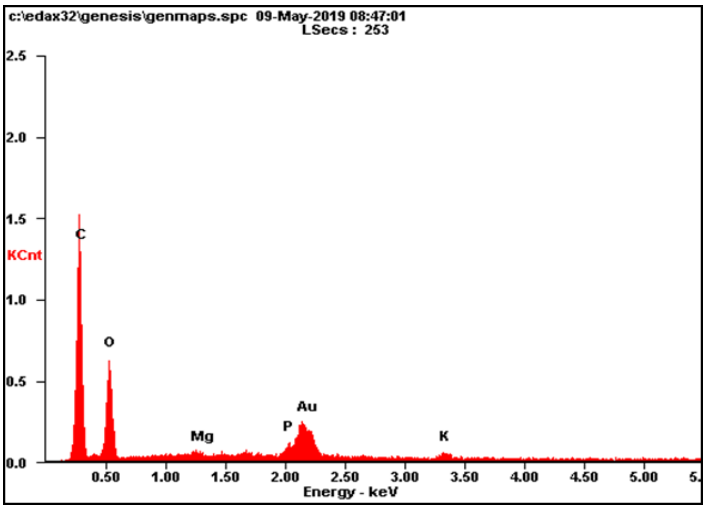


*Figura 22.* Espectro EDS M1 NC.

Tabla 6

*Composición elemental M2 NC*

| ***Element*** | ***Wt%*** | ***At%*** |
|---|---|---|
| ***C*** | 48.55 | 61.19 |
| ***O*** | 33.71 | 31.89 |
| ***Mg*** | 00.62 | 00.38 |
| ***P*** | 01.45 | 00.71 |
| ***Au*** | 10.14 | 00.78 |
| ***K*** | 01.18 | 00.46 |
| ***Matrix*** | Corrección | ZAF |

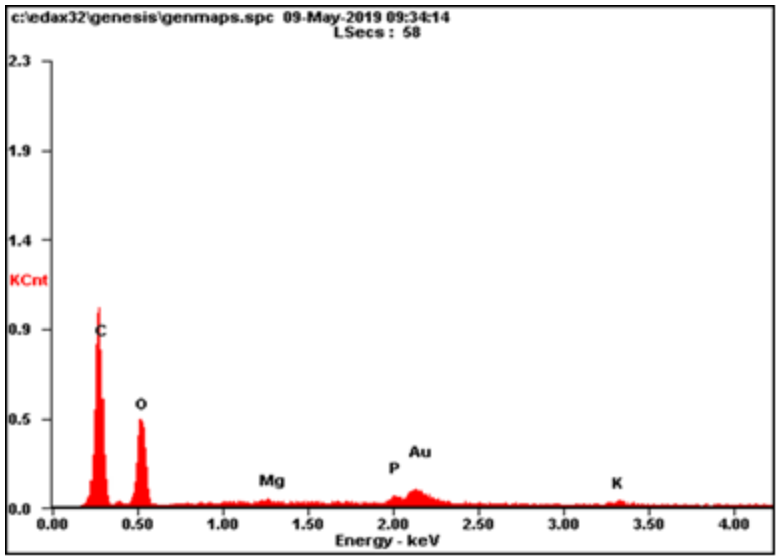


*Figura 23.* Espectro EDS M2 NC.

Tabla 7

*Composición elemental M1 NC-KH792*

| ***Element*** | ***Wt%*** | ***At%*** |
|---|---|---|
| ***C*** | 48.24 | 58.77 |
| ***N*** | 04.43 | 04.63 |
| ***O*** | 35.11 | 32.11 |
| ***Si*** | 05.92 | 03.08 |
| ***P*** | 01.32 | 00.62 |
| ***Au*** | 03.65 | 00.27 |
| ***Cl*** | 00.34 | 00.14 |
| ***K*** | 00.99 | 00.37 |
| ***Matrix*** | Correction | ZAF |

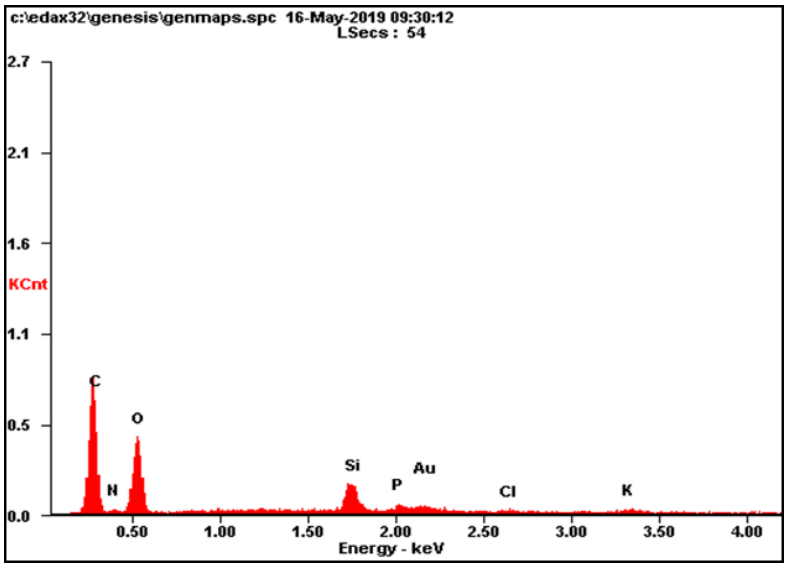


*Figura 24.* Espectro EDS M1 NC-KH792.

Tabla 8

*Composición elemental M2* NC-KH792

| ***Element*** | ***Wt%*** | ***At%*** |
|---|---|---|
| ***C*** | 55.12 | 65.90 |
| ***O*** | 33.48 | 30.05 |
| ***Si*** | 07.34 | 03.76 |
| ***Au*** | 04.05 | 00.30 |
| ***Matrix*** | Correction | ZAF |

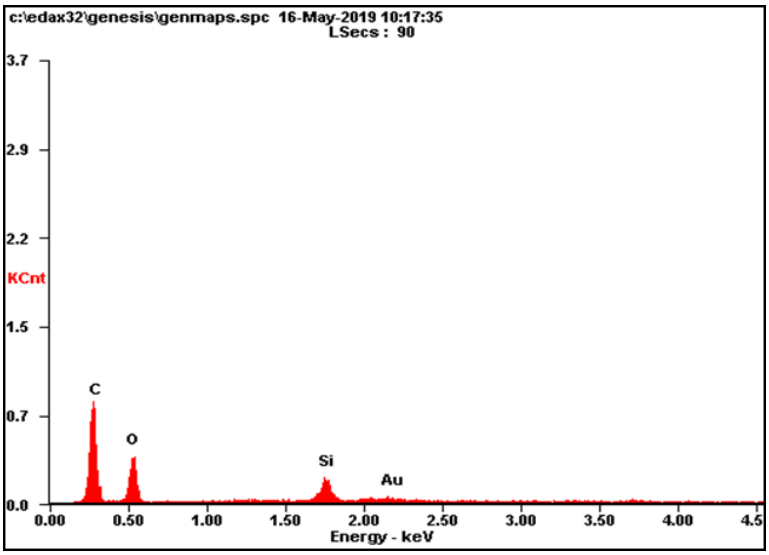


*Figura 25.* Espectro EDS M2 NC-KH792.

## 7. Conclusiones

El método hidrotermal asistido por microondas es un método efectivo para sintetizar nanoestructuras de carbono fluorescentes (NC) de manera limpia, fácil y eficiente a partir de fuentes de carbono natural como la avena con una distribución de tamaño alrededor de 10 nm. Se concluye que los parámetros fundamentales para la obtención de nanoestructuras con diámetros hidrodinámicos pequeños que exhiban buenas propiedades fluorescentes son las altas temperaturas y mayores tiempos de reacción (200 °C y 90 min). Estos parámetros fueron los escogidos por presentar mejores resultados en las técnicas de caracterización realizadas (DLS, potencial zeta, espectroscopia de fluorescencia y UV-Vis)

El rendimiento cuántico obtenido de las NC funcionalizadas en estado líquido fue de 2,58 para M1 NC-KH792 y 2,30 para M2 NC-KH792 y estos aumentan considerablemente comparados con las NC sin funcionalización que fue de 1,70 para M1 NC y 1,47 para M2 NC, lo cual concluye que

al adicionar el agente estabilizante KH-792 sí se logra estabilizar las NC por métodos estéricos y de repulsión de cargas.

Al llevar los sistemas a estado sólido hay una gran estabilización de las nanopartículas exhibiendo mejores propiedades fotoluminiscentes, con lo cual se logra disminuir los efectos de agregación que presentan este tipo de sistemas.

De acuerdo con los resultados de los rendimientos cuánticos y las distintas caracterizaciones se evidencian mejores resultados en la formación de nanoestructuras para las muestras M1 NC y M1 NC-KH792 en cuanto a estabilidad, tamaño y propiedades fotoluminiscentes.

Cabe resaltar que esta metodología de síntesis de nanoestructuras de carbono es bastante novedosa y el uso de precursores verdes permite su posible aplicación en sistemas biológicos.

## 8. Recomendaciones

Se recomienda elegir fuentes de carbono que posean matrices pequeñas, para garantizar una mejor síntesis de NC y la obtención de mayores rendimientos cuánticos.

Evaluar la posibilidad de aumentar la temperatura de reacción haciendo uso de equipos con dicha capacidad (mufla) y que tengan aditamentos especiales para evitar la destrucción de las muestras.

Caracterizar las NC por medio de XPS (espectroscopía fotoelectrónica de rayos X) y TEM (microscopia electrónica de transmisión) para obtener información semicuantitativa y de la estructura electrónica de los elementos que la componen.

Aunque las NC se obtienen mediante una síntesis limpia, es importante realizar un estudio de citoxicidad para ser aplicadas como biomarcadores en sistemas biológicos.

## Referencias bibliográficas

Albani, J. R. (2008). *Principles and Applications of Fluorescence Spectroscopy*. Wiley.

Allen, M. W. (2010). Measurement of Fluorescence Quantum Yields. *Thermo Scientific*, 1–4. Retrieved from papers2://publication/uuid/6F004B65-D91A-4E9C-8BE0-EB6BE5CE52F4%5Cnfile:///Users/fingolfn/Dropbox/Papers2/Articles/2010/Michael W Allen/2010 Michael W Allen.pdf

Arumugam, N., & Kim, J. (2018). Synthesis of carbon quantum dots from Broccoli and their ability to detect silver ions. *Materials Letters*, *219*, 37–40. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2018.02.043

Baker, S. N., & Baker, G. A. (2010). Luminescent carbon nanodots: Emergent nanolights. *Angewandte Chemie - International Edition*, *49*(38), 6726–6744. https://doi.org/10.1002/anie.200906623

Bhunia, S. K., Saha, A., Maity, A. R., Ray, S. C., & Jana, N. R. (2013). Carbon nanoparticle-based fluorescent bioimaging probes. *Scientific Reports*, *3*. https://doi.org/10.1038/srep01473

Biology, M. (2010). *I Spectrophotometric techniques*.

Biomédicas, A. (2017). *Síntesis de puntos cuánticos por un ruta biomimética dirigidos a aplicaciones biomédicas*. (October).

Caicedo-Ortiz, H. E., Perez-Merchancano, S. T., & Santiago-Cortés, E. (2015). Modelando un punto cuántico: Una aproximación pedagógica. *Revista Mexicana de Fisica E*, *61*(1), 35–40.

Calabro, R. L., Yang, D. S., & Kim, D. Y. (2018). Liquid-phase laser ablation synthesis of graphene quantum dots from carbon nano-onions: Comparison with chemical oxidation. *Journal of Colloid and Interface Science*, *527*, 132–140. https://doi.org/10.1016/j.jcis.2018.04.113

Chandra, S., Laha, D., Pramanik, A., Ray Chowdhuri, A., Karmakar, P., & Sahu, S. K. (2016). Synthesis of highly fluorescent nitrogen and phosphorus doped carbon dots for the detection of $Fe^{3+}$ ions in cancer cells. *Luminescence, 31*(1), 81–87. https://doi.org/10.1002/bio.2927

Chatzimitakos, T., Kasouni, A., Sygellou, L., Avgeropoulos, A., Troganis, A., & Stalikas, C. (2017). Two of a kind but different: Luminescent carbon quantum dots from Citrus peels for iron and tartrazine sensing and cell imaging. *Talanta*, *175*(July), 305–312. https://doi.org/10.1016/j.talanta.2017.07.053

Cheriyedath, B. S., Sc, M., Skoog, D. A., Holler, J. F., Crouch, S. R., & Gonzalez, C. (2008). Principios de análisis instrumental. In *Principios de Análisis Instrumental*. https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004

da Silva Souza, D. R., Caminhas, L. D., de Mesquita, J. P., & Pereira, F. V. (2018). Luminescent carbon dots obtained from cellulose. *Materials Chemistry and Physics*, *203*, 148–155. https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2017.10.001

Das, R., Bandyopadhyay, R., & Pramanik, P. (2018). Carbon quantum dots from natural resource: A review. *Materials Today Chemistry*, *8*, 96–109. https://doi.org/10.1016/j.mtchem.2018.03.003

Dou, D., Duan, J., Zhao, Y., He, B., & Tang, Q. (2018). Cubic carbon quantum dots for light-harvesters in mesoscopic solar cells. *Electrochimica Acta*, *275*, 275–280. https://doi.org/10.1016/j.electacta.2018.04.124

Hu, B., Wang, K., Wu, L., Yu, S. H., Antonietti, M., & Titirici, M. M. (2010). Engineering carbon materials from the hydrothermal carbonization process of biomass. *Advanced Materials*, *22*(7), 813–828. https://doi.org/10.1002/adma.200902812

Li, H., Kang, Z., Liu, Y., & Lee, S. T. (2012). Carbon nanodots: Synthesis, properties and

applications. *Journal of Materials Chemistry*, *22*(46), 24230–24253. https://doi.org/10.1039/c2jm34690g

Lide, D. R. (2003). CRC Handbook of Chemistry and Physics. In *eBook*. https://doi.org/978-1466571143

Liu, H., Li, Z., Sun, Y., Geng, X., Hu, Y., Meng, H., … Qu, L. (2018). Synthesis of Luminescent Carbon Dots with Ultrahigh Quantum Yield and Inherent Folate Receptor-Positive Cancer Cell Targetability. *Scientific Reports*, *8*(1), 1–8. https://doi.org/10.1038/s41598-018-19373-3

Liu, W., Li, C., Sun, X., Pan, W., Yu, G., & Wang, J. (2017). Highly crystalline carbon dots from fresh tomato: UV emission and quantum confinement. *Nanotechnology*, *28*(48), 0–18. https://doi.org/10.1088/1361-6528/aa900b

Lucenti, E., Botta, C., Cariati, E., Righetto, S., Scarpellini, M., Tordin, E., & Ugo, R. (2013). New organic-inorganic hybrid materials based on perylene diimide-polyhedral oligomeric silsesquioxane dyes with reduced quenching of the emission in the solid state. *Dyes and Pigments*, *96*(3), 748–755. https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2012.11.015

Luo, P. G., Yang, F., Yang, S.-T., Sonkar, S. K., Yang, L., Broglie, J. J., … Sun, Y.-P. (2014). Carbon-based quantum dots for fluorescence imaging of cells and tissues. *RSC Advances*, *4*(21), 10791. https://doi.org/10.1039/c3ra47683a

Ma, X., Dong, Y., Sun, H., & Chen, N. (2017). Highly fluorescent carbon dots from peanut shells as potential probes for copper ion: The optimization and analysis of the synthetic process. *Materials Today Chemistry*, *5*, 1–10. https://doi.org/10.1016/j.mtchem.2017.04.004

Malvern Panalytical. (2018). *Zeta potential Theory by Malvern instruments. Zetasizer Nano Series Manual*. Retrieved from https://www.malvernpanalytical.com/es/support/upgrade-service

Molaei, M. J. (2019). Carbon quantum dots and their biomedical and therapeutic applications: A

review. *RSC Advances*, *9*(12), 6460–6481. https://doi.org/10.1039/c8ra08088g

Mondragón Cortez, P. (2015). Espectroscopia de infrarrojo para todos ...y 51 espectros de alimentos consumidos en México. In *Neural Regeneration Research*. Retrieved from https://ciatej.mx/files/divulgacion/divulgacion_5a43b7c09fdc1.pdf

Owen, T. (1996). Principles and applications of UV-visible spectroscopy. *Fundamentals of UV-Visible Spectroscopy*, 18. Retrieved from http://web.uni-plovdiv.bg/plamenpenchev/mag/books/spectroscopy/PRIMER.PDF

Pimentel, R. C., & Martín-martínez, E. S. (2014). Dispersión de luz dinámica en la determinación de tamaño de nanopartículas poliméricas. *Lat. Am. J. Phys. Educ.*, *8*, 1–5. https://doi.org/10.1016/j.estger.2014.09.005

Pramanik, A., Biswas, S., & Kumbhakar, P. (2018). Solvatochromism in highly luminescent environmental friendly carbon quantum dots for sensing applications: Conversion of bio-waste into bio-asset. *Spectrochimica Acta - Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, *191*, 498–512. https://doi.org/10.1016/j.saa.2017.10.054

Ramezani, Z., Qorbanpour, M., & Rahbar, N. (2018). Green synthesis of carbon quantum dots using quince fruit (Cydonia oblonga) powder as carbon precursor: Application in cell imaging and As3+determination. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *549*(April), 58–66. https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2018.04.006

Sahu, S., Behera, B., Maiti, T. K., & Mohapatra, S. (2012). Simple one-step synthesis of highly luminescent carbon dots from orange juice: Application as excellent bio-imaging agents. *Chemical Communications*, *48*(70), 8835–8837. https://doi.org/10.1039/c2cc33796g

Shen, J., Zhu, Y., Yang, X., & Li, C. (2012). Graphene quantum dots: Emergent nanolights for bioimaging, sensors, catalysis and photovoltaic devices. *Chemical Communications*, *48*(31),

3686–3699. https://doi.org/10.1039/c2cc00110a

Sripaturad, P., Alshammari, N. A., Thamwattana, N., McCoy, J. A., & Baowan, D. (2018). Willmore energy for joining of carbon nanostructures. *Philosophical Magazine*, *6435*, 1–14. https://doi.org/10.1080/14786435.2018.1442029

Sun, Y.-P., Wang, X., Lu, F., Cao, L., Meziani, M. J., Luo, P. G., … Veca, L. M. (2008). Doped Carbon Nanoparticles as a New Platform for Highly Photoluminescent Dots. *The Journal of Physical Chemistry. C, Nanomaterials and Interfaces*, *112*(47), 18295–18298. https://doi.org/10.1021/jp8076485

Sun, Y. P., Zhou, B., Lin, Y., Wang, W., Fernando, K. A. S., Pathak, P., … Xie, S. Y. (2006). Quantum-sized carbon dots for bright and colorful photoluminescence. *Journal of the American Chemical Society*, *128*(24), 7756–7757. https://doi.org/10.1021/ja062677d

Vicentini, N., Gatti, T., Salerno, M., Suemi, Y., Gomez, H., Bellon, M., … Menna, E. (2018). Effect of different functionalized carbon nanostructures as fillers on the physical properties of biocompatible poly(l-lactic acid) composites. *Materials Chemistry and Physics*. https://doi.org/S0254058418303043

Victoria, C., & Rosas, G. (2018). *" Efecto de la microencapsulación y dureza de un alimento en la digestión controlada de emulsiones agua/aceite de soya mediante análisis in vitro."*

Volkov, Y. (2015). Quantum dots in nanomedicine: Recent trends, advances and unresolved issues. *Biochemical and Biophysical Research Communications*, *468*(3), 419–427. https://doi.org/10.1016/j.bbrc.2015.07.039

Wang, J., Zhang, F., Wang, Y., Yang, Y., & Liu, X. (2018). Efficient resistance against solid-state quenching of carbon dots towards white light emitting diodes by physical embedding into silica. *Carbon*, *126*, 426–436. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2017.10.041

Xu, X., Ray, R., Gu, Y., Ploehn, H. J., Gearheart, L., Raker, K., & Scrivens, W. A. (2004). Electrophoretic analysis and purification of fluorescent sing-walled carbon nanotube fragments. *J. Am. Chem. Soc.*, *126*, 12736–12737. https://doi.org/10.1021/ja050082h

Yang, Q., Duan, J., Yang, W., Li, X., Mo, J., Yang, P., & Tang, Q. (2018). Nitrogen-doped carbon quantum dots from biomass via simple one-pot method and exploration of their application. *Applied Surface Science, 434*, 1079–1085. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.11.040

Yang, Z., Li, Z., Xu, M., Ma, Y., Zhang, J., Su, Y., … Zhang, L. (2013). Controllable synthesis of fluorescent carbon dots and their detection application as nanoprobes. *Nano-Micro Letters*, *5*(4), 247–259. https://doi.org/10.5101/nml.v5i4.p247-259

Yu, C., Xuan, T., Chen, Y., Zhao, Z., Sun, Z., & Li, H. (2015). A facile, green synthesis of highly fluorescent carbon nanoparticles from oatmeal for cell imaging. *Journal of Materials Chemistry C, 3*(37), 9514–9518. https://doi.org/10.1039/c5tc02057c

Zhang, W. F., Jin, L. M., Yu, S. F., Zhu, H., Pan, S. S., Zhao, Y. H., & Yang, H. Y. (2014). Wide-bandwidth lasing from C-dot/epoxy nanocomposite Fabry-Perot cavities with ultralow threshold. *Journal of Materials Chemistry C*, *2*(8), 1525–1531. https://doi.org/10.1039/c3tc32154a

Zhao, Y., Zhang, Y., Liu, X., Kong, H., Wang, Y., Qin, G., … Qu, H. (2017). Novel carbon quantum dots from egg yolk oil and their haemostatic effects. *Scientific Reports*, *7*(1), 1–8. https://doi.org/10.1038/s41598-017-04073-1

Zheng, J., Wang, Y., Zhang, F., Yang, Y., Liu, X., Guo, K., … Xu, B. (2017). Microwave-assisted hydrothermal synthesis of solid-state carbon dots with intensive emission for white light-emitting devices. *J. Mater. Chem. C*, *5*(32), 8105–8111. https://doi.org/10.1039/C7TC01701D

Zhuman, B., Saepurahman, Anis, S. F., & Hashaikeh, R. (2019). Obtaining high crystalline ball milled H-Y zeolite particles with carbon nanostructures as a damping material. *Microporous and Mesoporous Materials*, *273*(May 2018), 19–25. https://doi.org/10.1016/j.micromeso.2018.06.041

# Apéndices

Apéndice A. Composición de la avena.

Tabla 1

*Composición de avena por cada 100 g de cereal*

| | |
|---|---|
| **Proteínas** | 16,9 g |
| **Lípidos** | 6,9 g |
| **Carbohidratos** | 66 g |
| **Fibra** | 10,6 g |
| **Calcio** | 54 mg |
| **Fósforo** | 523 mg |
| **Magnesio** | 117 mg |
| **Potasio** | 429 mg |
| **B-glucano** | 4,4 g |
| **Ácidos grasos saturados** | 1,22 g |
| **Ácidos monoinsaturados** | 2,18 g |
| **Ácidos grasos poliinsaturados** | 2,54 g |

Apéndice B. Resultados de medidas de tamaño por DLS

Tabla 2

*Resultados de tamaños hidrodinámicos DLS a 150 y 180 °C*

| Temperatura de síntesis (°C) | Tiempo de reacción (min) | Prueba | Tipo de avena | Tamaño promedio (nm) | Índice de polidispersión (PDI) |
|---|---|---|---|---|---|
| 150 | 15 | P1 | M1 | 192,6 | 0,287 |
| | | | M2 | 257,0 | 0,243 |
| | 30 | P2 | M1 | 318,4 | 0,324 |
| | | | M2 | 307,3 | 0,258 |
| | 60 | P3 | M1 | 85,57 | 0,489 |
| | | | M2 | 233,0 | 0,509 |
| | 90 | P4 | M1 | 276,5 | 0,523 |
| | | | M2 | 253,1 | 0,927 |
| 180 | 15 | P5 | M1 | 267,6 | 0,764 |
| | | | M2 | 140,6 | 0,469 |
| | 30 | P6 | M1 | 312,7 | 0,366 |
| | | | M2 | 253,1 | 1,000 |
| | 60 | P7 | M1 | 418,0 | 0,332 |
| | | | M2 | 198,2 | 0,341 |
| | 90 | P8 | M1 | 320,7 | 0,247 |
| | | | M2 | 313,2 | 0,202 |

Tabla 3

*Resultados de tamaños hidrodinámicos DLS a 190 y 200 ºC*

| Temperatura de síntesis (°C) | Tiempo de reacción (min) | Prueba | Tipo de avena | Tamaño promedio (nm) | Índice de polidispersión (PDI) |
|---|---|---|---|---|---|
| 190 | 15 | P9 | M1 | 192,1 | 0,693 |
| | | | M2 | 98,47 | 0,268 |
| | 30 | P10 | M1 | 118,7 | 0,528 |
| | | | M2 | 281,0 | 0,715 |
| | 60 | P11 | M1 | 196,9 | 0,178 |
| | | | M2 | 117,6 | 0,419 |
| | 90 | P12 | M1 | 100,7 | 0,775 |
| | | | M2 | 191,2 | 0,311 |
| 200 | 15 | P13 | M1 | 129,3 | 0,217 |
| | | | M2 | 317,0 | 0,236 |
| | 30 | P14 | M1 | 124,1 | 0,823 |
| | | | M2 | 206,6 | 0,309 |
| | 60 | P15 | M1 | 302,5 | 0,612 |
| | | | M2 | 329,8 | 0,527 |
| | **90** | **P16** | **M1** | **32,54** | **0,243** |
| | | | **M2** | **77,16** | **0,137** |

Apéndice C. Histogramas de la distribución de número y potencial zeta.

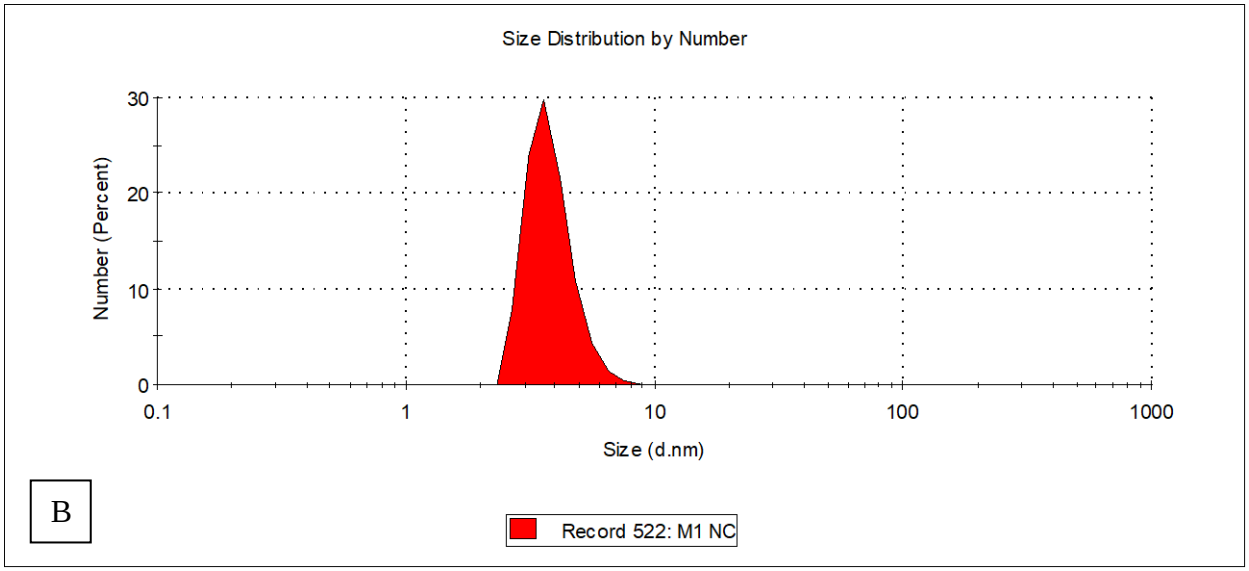


*Figura 1.* Tamaño de partícula M1 NC (distribución de número)

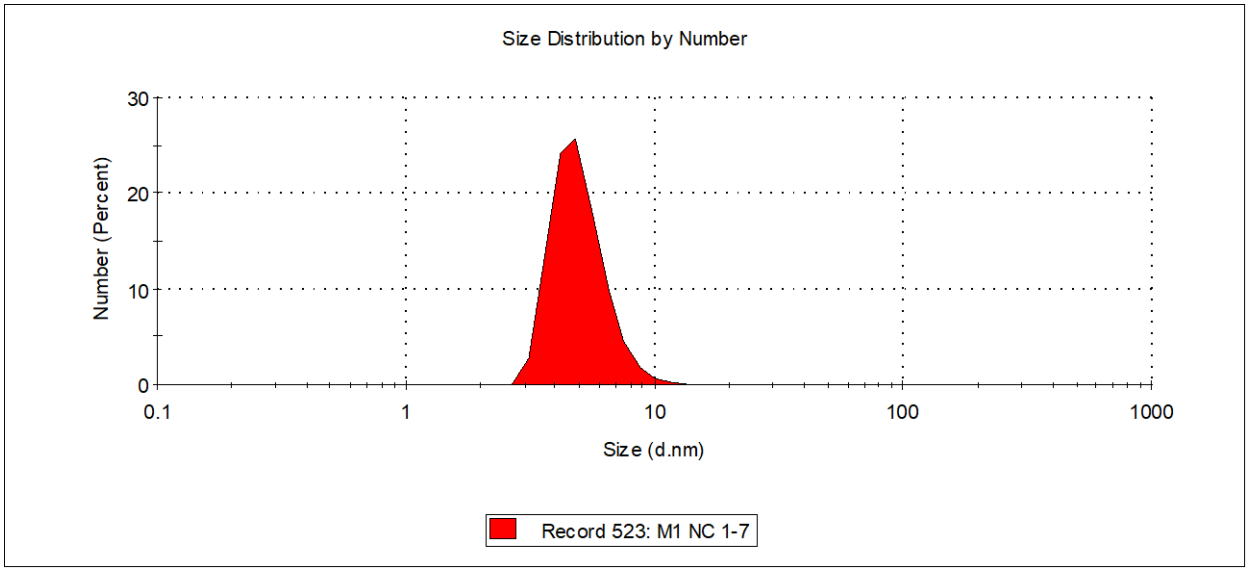


*Figura 2.* Tamaño de partícula M1 NC-KH792 (distribucion de número).

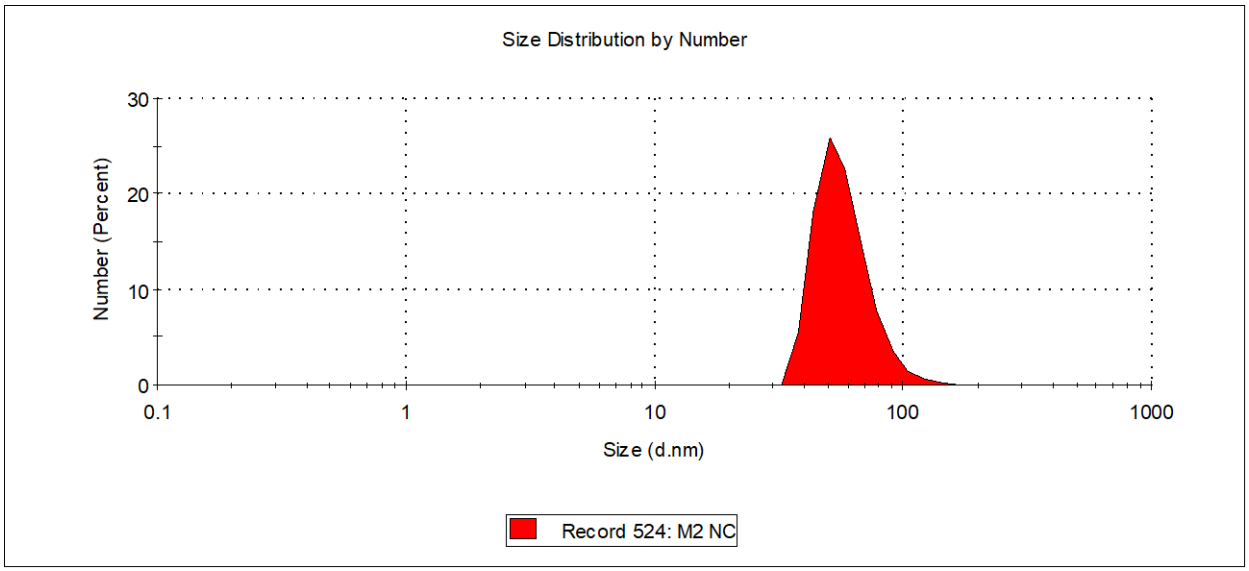


*Figura 3.* Tamaño de partícula de M2 NC (distribución de número)

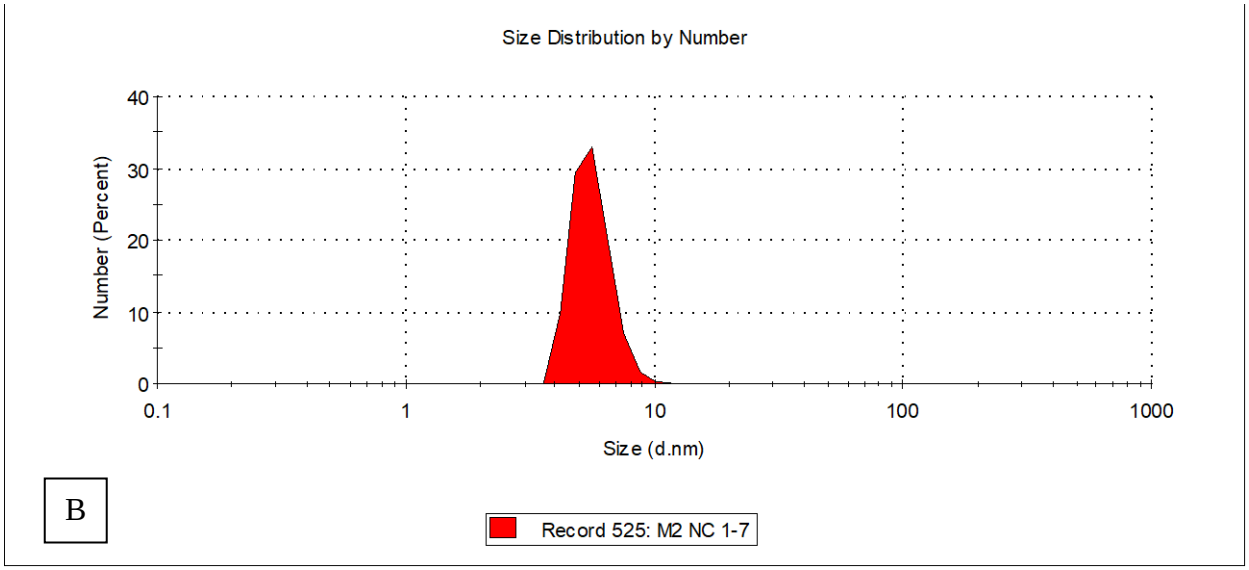


*Figura 4.* Tamaño de partícula  M2 NC-KH792 (distribución de número)

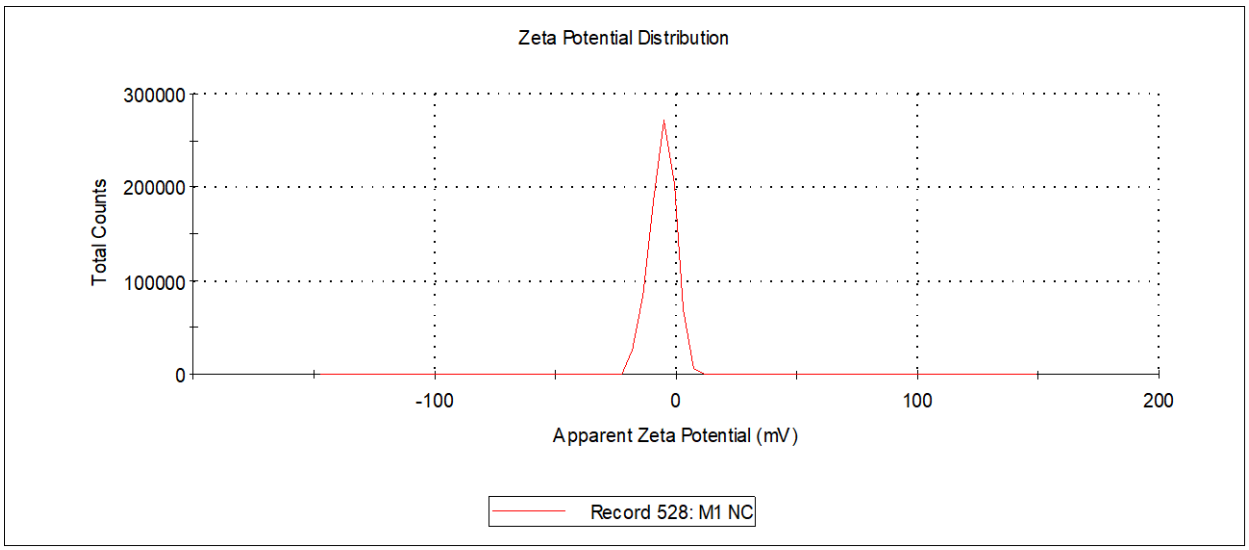


*Figura 5.* Potencial zeta de M1 NC.

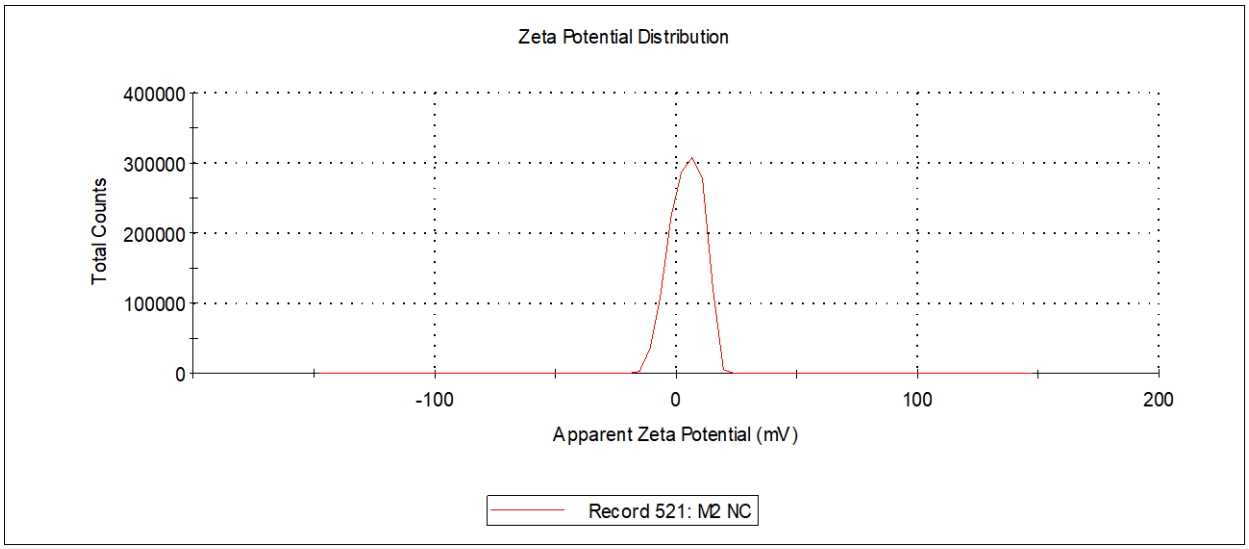


*Figura 6.* Potencial zeta de M2 NC.

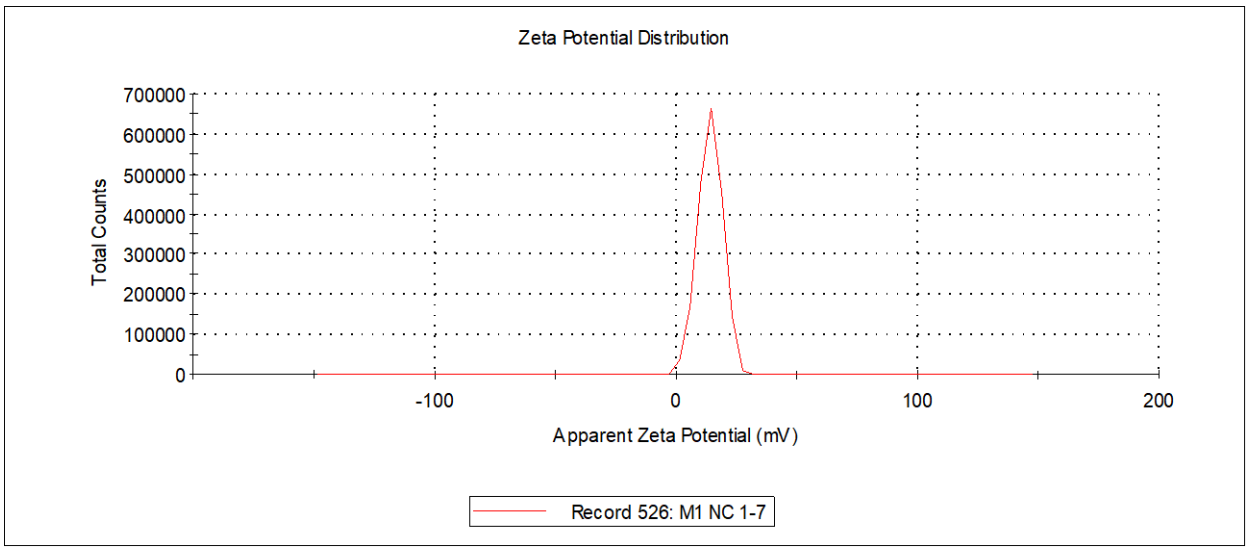


*Figura 7.* Potencial zeta de M1 NC-KH792 1:7.

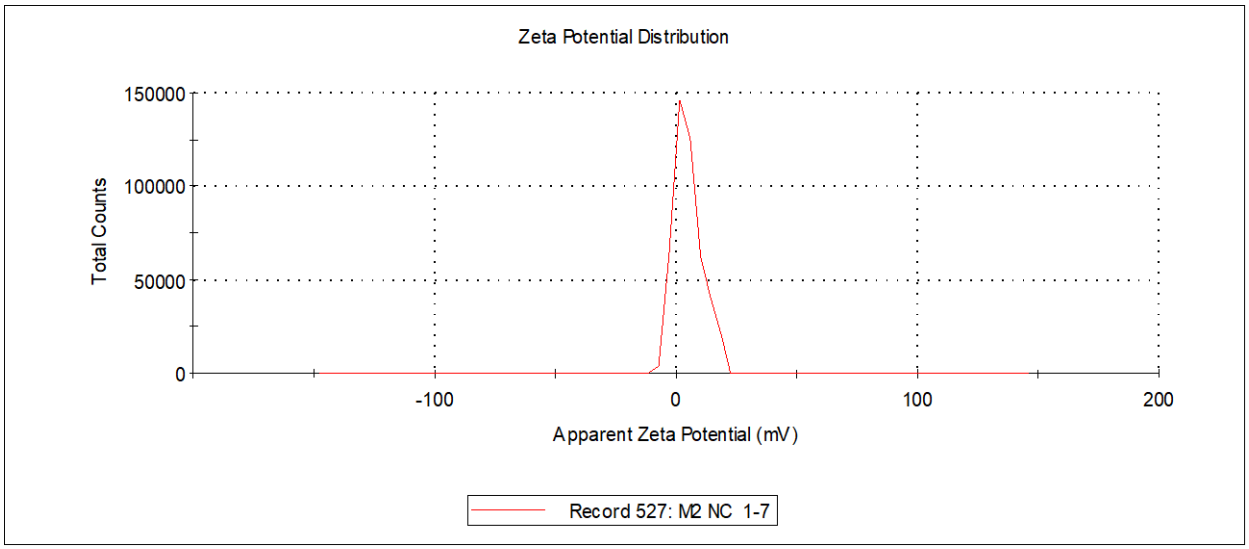


*Figura 8.* Potencial zeta de M2 NC-KH792 1:7.

Apéndice D. Espectro IR de M2 NC-KH792

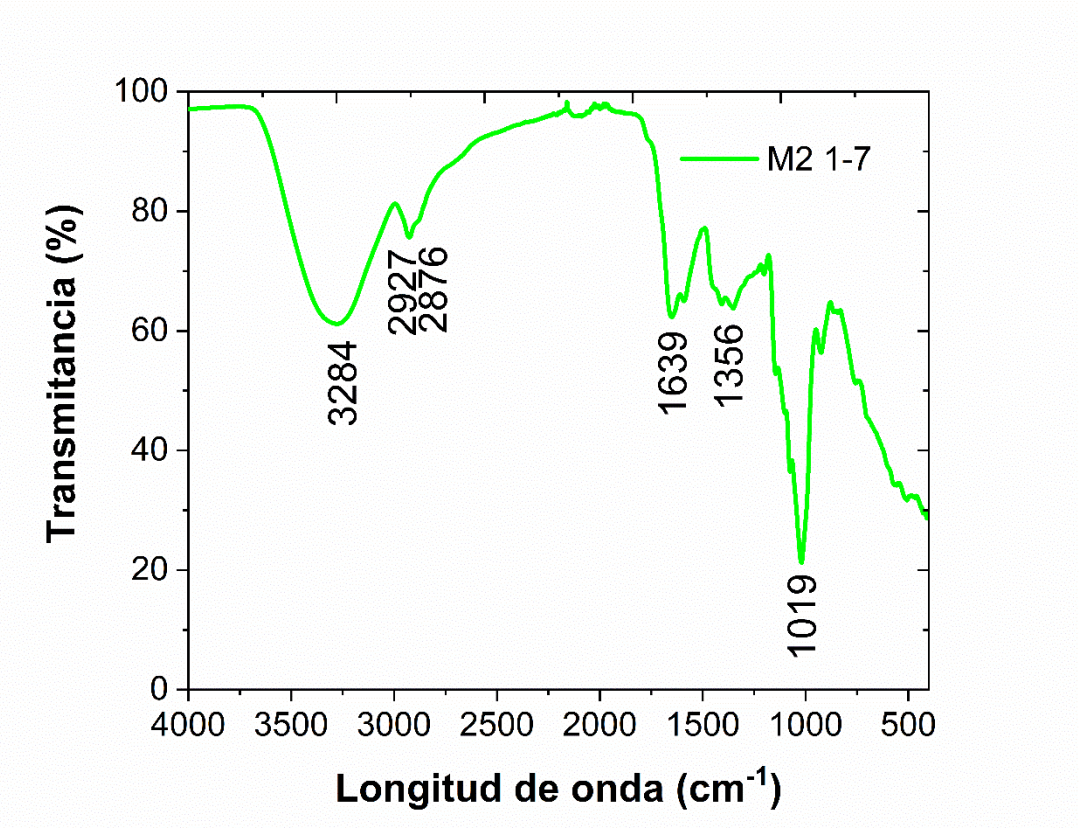


*Figura 9.* Espectro IR de M2 NC-KH792.

Apéndice E. Gráficas de la intensidad de fluorescencia integrada versus absorbancia para el cálculo del rendimiento cuántico.

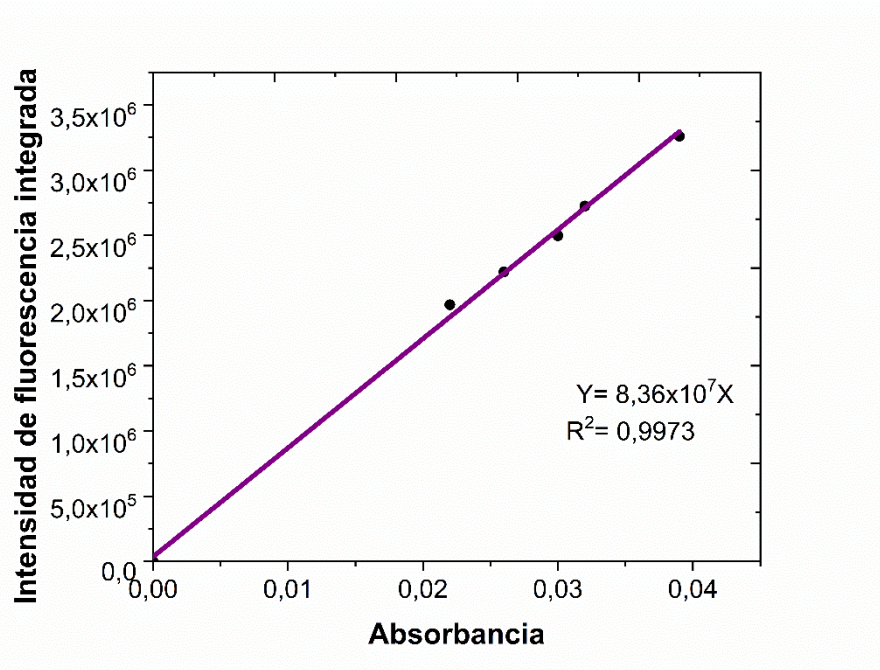


*Figura 10.* M1 NC

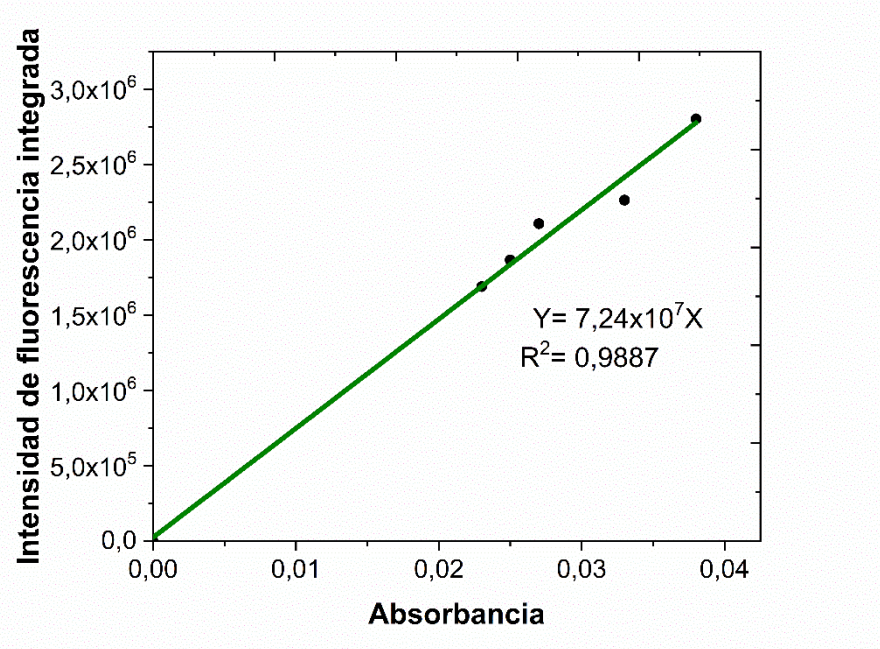


*Figura 11.* M2 NC

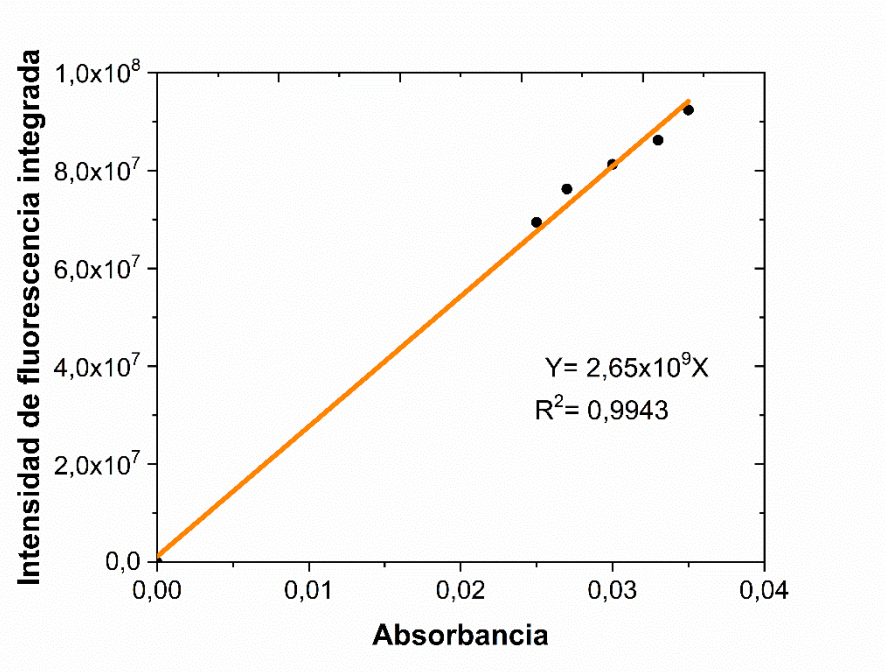


*Figura 12.* SQ patrón de referencia.

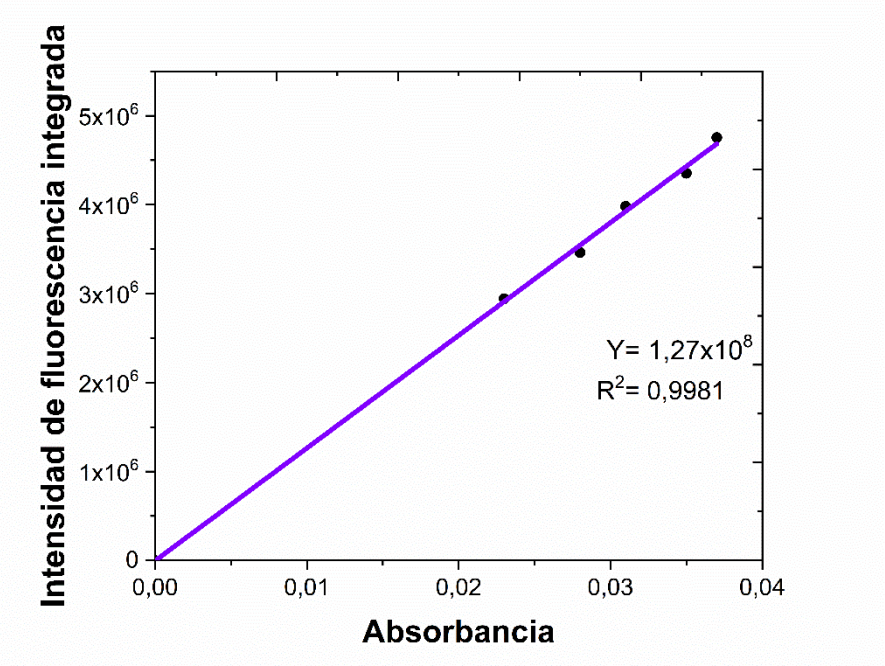

*Figura 13.* M1 NC-KH792

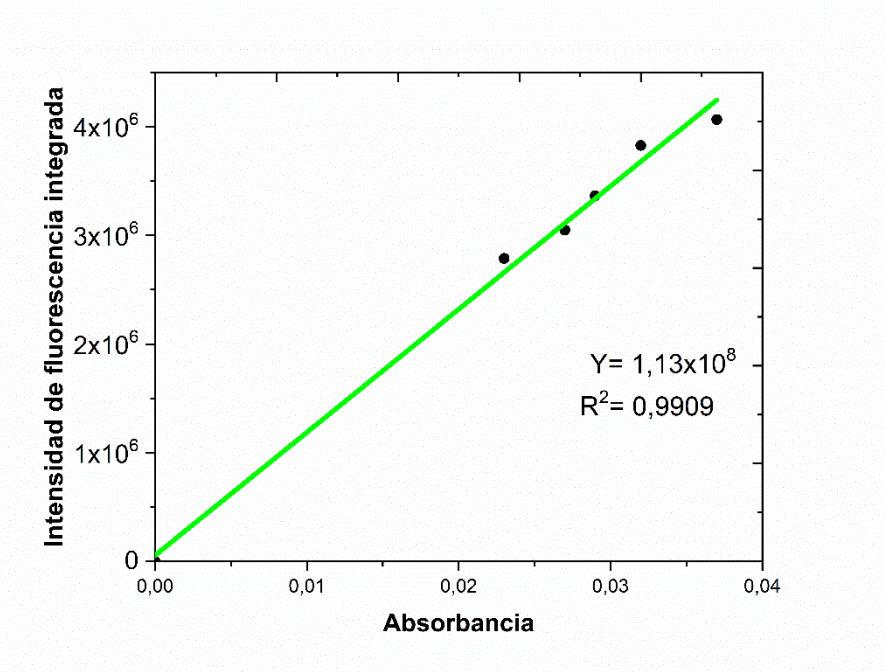


*Figura 14.* M2 NC-KH792

Apéndice F. Espectro de fluorescencia del KH-792

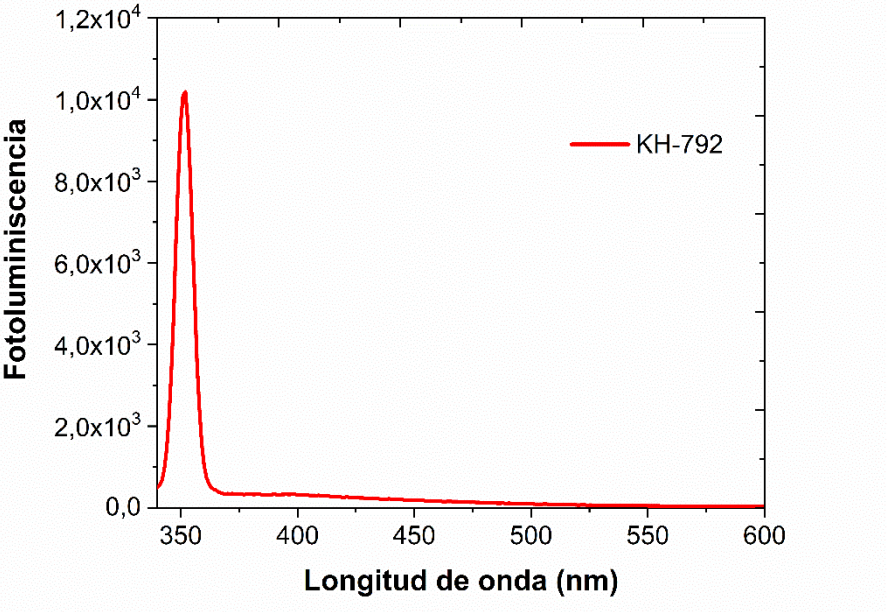


*Figura 15.* Espectro de emisión del KH-792

Apéndice G. Micrografías SEM de las NC y NC-KH792

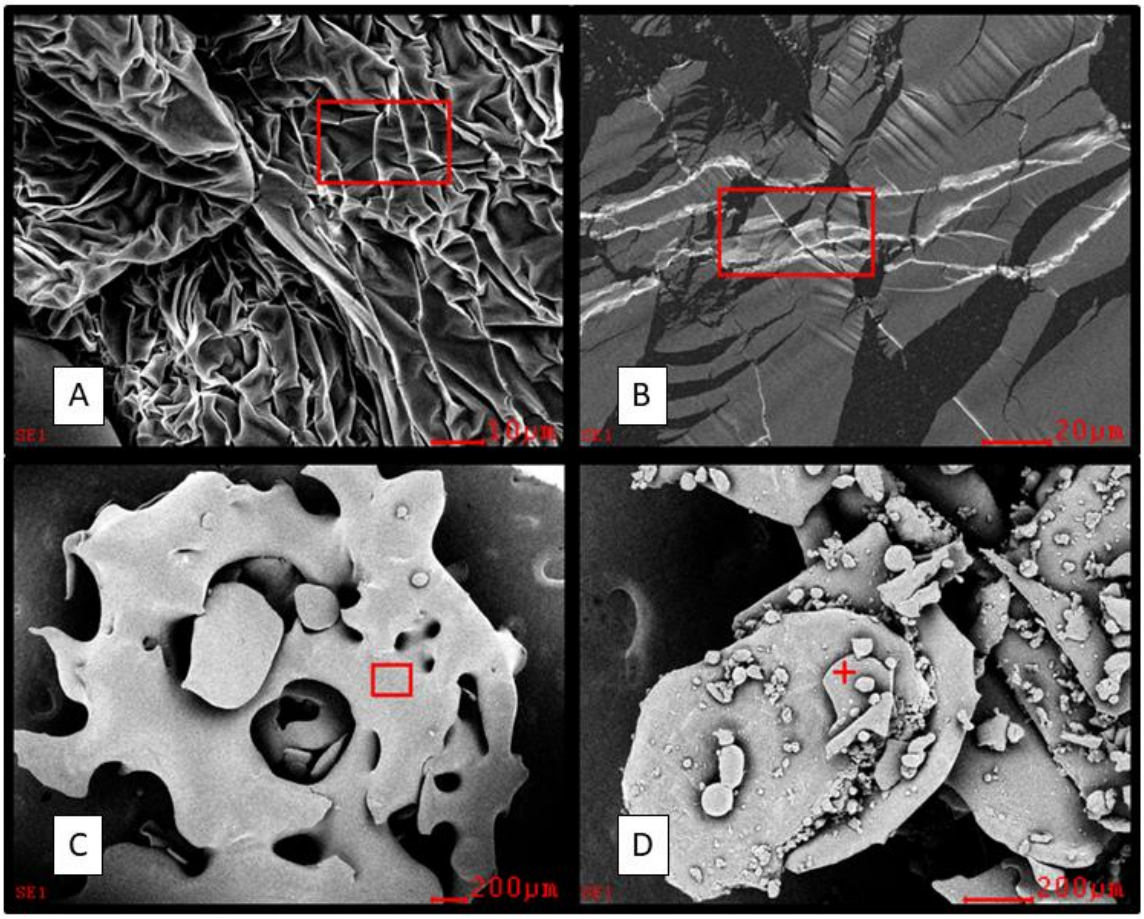


*Figura 16. A)* M1 NC. B) M2 NC. C) M1 NC-KH792. D) M2 NC-KH792