

**OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE NANOBASTONES DE  
ORO MEDIANTE SÍNTESIS FOTOQUÍMICA**

**GERSON RAFAEL CONDE RODRÍGUEZ**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2016**

**OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE NANOBASTONES DE  
ORO MEDIANTE SÍNTESIS FOTOQUÍMICA**

**GERSON RAFAEL CONDE RODRÍGUEZ**

Trabajo de grado realizado en la Universidad Federal de Minas Gerais presentado  
como requisito para obtener el título de:  
Ingeniero Químico

Directores:

**PhD. GILLES HENRI GAUTHIER**

**PhD. LUIZ ORLANDO LADEIRA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISCOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2016**

## **AGRADECIMIENTOS**

Primero que todo quiero darle gracias a Dios por darme la vida, la salud, el bienestar y la capacidad para llevar a cabo mi investigación y toda mi carrera, ya que nada en mi vida sería posible de no ser por él.

A mis padres Drigelio Conde y Alicia Rodríguez, por darme la oportunidad de vivir esta experiencia con su total apoyo y comprensión, ya que en mi corazón sé que todo lo que soy en la vida es gracias a lo que ellos me enseñaron.

A toda mi familia, en especial a mis hermanas Mayerly y Laura Conde por su gran apoyo en cada paso de mi vida, y a mi tía María Eugenia Rodríguez quien siempre ha estado presente para ayudarme y aconsejarme.

A Laura Isabel Rincón por su amor incondicional, su paciencia y su total apoyo en los buenos y malos momentos.

Al profesor Gilles Gauthier, por los conocimientos compartidos, por toda la confianza que depositó en mí y por darme la grandiosa oportunidad de realizar este intercambio académico.

Al profesor Luiz Orlando Ladeira por permitirme trabajar junto a él en su laboratorio y enseñarme todo lo necesario para tener éxito en mi investigación.

A todo el equipo del laboratorio de nanomateriales, Erick, Lúdia, Raquel, Anna, Vania, Matheus, Jorge, Claudilene, Paula, Libia y Danielle, por recibirme en su grupo y hacerme sentir en casa durante toda mi estadía.

A mis amigas Carolina Madolet, María Paula Martínez, Stefany Angarita, Andrea Trujillo, Alejandra Torres, Suzan Ariza, Daniela Díaz, Laura Jimena Becerra y Johana Rueda, por brindarme su valiosa amistad durante todo este tiempo y compartir tantos buenos momentos conmigo.

A mi alma máter, la Universidad Industrial de Santander y todos sus docentes y trabajadores, por la excelente educación durante todos estos años y por los conocimientos que me brindaron para formarme como un profesional integral.

## CONTENIDO

	<b>pág.</b>
INTRODUCCIÓN	16
1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	22
1.1 MATERIALES Y REACTIVOS	22
1.1.1 Materiales	22
1.1.2 Reactivos	23
1.2 SÍNTESIS DE NANOBASTONES DE ORO	24
1.2.1 Variación de pH	25
1.2.2 Variación de la concentración de iones de oro	25
1.2.3 Variación del tiempo de irradiación	26
1.2.4 Variación de la concentración de nitrato de plata	27
1.3 CARACTERIZACIÓN DE LOS NANOBASTONES DE ORO	27
1.3.1 Espectrofotometría en la región ultravioleta visible	27
1.3.2 Microscopia electrónica de transmisión	28
2. RESULTADOS Y ANÁLISIS	29
2.1 SÍNTESIS DE NANOBASTONES DE ORO	29
2.2 EFECTO DE LA VARIACIÓN DEL pH	31
2.3 EFECTO DE LA VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE IONES DE ORO	34
2.4 EFECTO DE LA VARIACIÓN DEL TIEMPO DE IRRADIACIÓN	38
2.5 EFECTO DE LA VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE NITRATO DE PLATA	40

3. CONCLUSIONES	45
4. RECOMENDACIONES	46
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	47
BIBLIOGRAFÍA	54
ANEXOS	58

## LISTADO DE FIGURAS

	<b>pág.</b>
Figura 1. Espectro de absorción y fenómeno de resonancia plasmónica superficial en las nanopartículas de oro	19
Figura 2. Metodología de la investigación	22
Figura 3. Síntesis fotoquímica de nanobastones de oro	24
Figura 4. Espectro de absorción de la suspensión coloidal de nanobastones de oro	29
Figura 5. Espectro de absorción para el estudio de la variación del pH	32
Figura 6. Suspensiones e imágenes de MET para las muestras correspondientes al efecto de la variación del pH	34
Figura 7. Espectro de absorción de las suspensiones para el estudio de la variación de la concentración de iones de oro	35
Figura 8. suspensiones e imágenes de MET de las muestras Oro-1 a Oro-5	37
Figura 9. Comportamiento de los parámetros de análisis en el estudio de la variación del tiempo de irradiación	38
Figura 10. Espectro de absorción de las suspensiones para el estudio de la variación de la concentración de nitrato de plata	41

Figura 11. Relación entre la posición de la banda longitudinal y la concentración de nitrato de plata	42
Figura 12. Suspensiones e imágenes de MET de las muestras Plata-1 a Plata-6	44
Figura 13. Lámpara empleada para generar radiación UV	59
Figura 14. Tubo de cuarzo empleado como contenedor de la solución a irradiar	59
Figura 15. Lámina de oro	60
Figura 16. Sistema para la disolución de la lámina de oro	61
Figura 17. Sistema después de la disolución de la lámina de oro	62
Figura 18. Adición de ácido clorhídrico a la solución de oro	63
Figura 19. Ácido tetracloroaurico etiquetado y almacenado	63
Figura 20. Solución 120 mM de CTAB	64
Figura 21. Solución 1,5 mM de ácido tetracloroaurico	64
Figura 22. Solución producida al mezclar el CTAB y el ácido tetracloroaurico	65
Figura 23. Reducción del oro mediante adición de ácido ascórbico	65

Figura 24. Solución dentro del tubo de cuarzo antes de la irradiación	66
Figura 25. Suspensión dentro del tubo de cuarzo después de la irradiación	66
Figura 26. Mecanismo de crecimiento de los nanobastones de oro	68
Figura 27. Ancho a media altura para nanobastones de oro	72

## LISTADO DE TABLAS

	<b>pág.</b>
Tabla 1. Reactivos empleados en la síntesis de nanobastones de oro	23
Tabla 2. Volumen de dilución añadido a la solución para ajustar el pH	26
Tabla 3. Variación de la concentración de ácido cloroáurico	26
Tabla 4. Variación de la concentración de nitrato de plata	27
Tabla 5. Parámetros calculados para el espectro de absorción de los nanobastones de oro	30
Tabla 6. Parámetros de los espectros de absorción para las muestras empleadas en el estudio del efecto del pH	73
Tabla 7. Parámetros de los espectros de absorción para las muestras empleadas en el estudio del efecto de la concentración de iones de oro	74
Tabla 8. Parámetros de los espectros de absorción para las muestras empleadas en el estudio del efecto del tiempo de irradiación	75
Tabla 9. Parámetros de los espectros de absorción para las muestras empleadas en el estudio del efecto de la concentración de nitrato de plata	76
Tabla 10. Relación entre la posición de la banda longitudinal y la concentración de nitrato de plata	76

## LISTADO DE ANEXOS

	<b>pág.</b>
Anexo A. Materiales empleados en la síntesis fotoquímica	59
Anexo B. Producción del ácido tetracloroaurico	60
Anexo C. Proceso de síntesis fotoquímica	64
Anexo D. Mecanismo de crecimiento de los nanobastones de oro obtenidos mediante síntesis fotoquímica	67
Anexo E. Relación de absorbancias longitudinal-transversal y ancho a media altura	71
Anexo F. Resultados variación de pH	73
Anexo G. Resultados variación concentración de iones de oro	74
Anexo H. Resultados variación del tiempo de irradiación	75
Anexo I. Resultados variación de la concentración de nitrato de plata	76

## RESUMEN

**TÍTULO:** OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE OBTENCIÓN DE NANOBASTONES DE ORO MEDIANTE SÍNTESIS FOTOQUÍMICA\*

**AUTOR:** GERSON RAFAEL CONDE RODRÍGUEZ\*\*

**PALABRAS CLAVES:** NANOBASTONES DE ORO, RESONANCIA PLASMÓNICA, SÍNTESIS FOTOQUÍMICA, pH, ÁCIDO CLOROÁURICO, TIEMPO DE IRRADIACIÓN, NITRATO DE PLATA.

**DESCRIPCIÓN:** Los nanobastones de oro son nanopartículas utilizadas en diferentes aplicaciones ópticas, biológicas y catalíticas, debido al aumento en la absorción de radiación en la región visible e infrarrojo del espectro electromagnético. Dicho aumento se debe al movimiento de los electrones en la superficie del nanomaterial, fenómeno conocido como resonancia plasmónica. Una de las formas de obtención de los nanobastones de oro es la síntesis fotoquímica, la cual emplea la luz ultravioleta para la reducción de los iones de oro, formando las nanopartículas. Este proceso de síntesis es altamente sensible a las diferentes variables que están involucradas, por lo cual es necesario determinar los parámetros adecuados para la obtención eficiente de nanobastones de oro.

En el presente estudio se evalúa el efecto individual que presentan 4 variables sobre la síntesis fotoquímica: el pH, la concentración de precursor de oro, el tiempo de irradiación con luz UV y la concentración de nitrato de plata. La caracterización de las suspensiones obtenidas se realiza mediante espectrofotometría en la región ultravioleta visible y microscopía electrónica de transmisión.

Como resultado se muestra la dependencia de la geometría de las nanopartículas en relación al pH y a la concentración de oro, la reducción de la calidad de la síntesis cuando se excede el tiempo de irradiación UV y la dependencia lineal del máximo de absorción de las suspensiones con la concentración de nitrato de plata.

---

\* Proyecto de grado

\*\* Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Directores: PhD. Gilles Henri Gauthier, PhD. Luiz Orlando Ladeira.

## ABSTRACT

**TITLE:** OPTIMIZATION OF THE OBTAINING PROCESS OF GOLD NANORODS BY PHOTOCHEMICAL SYNTHESIS\*

**AUTHOR:** GERSON RAFAEL CONDE RODRÍGUEZ\*\*

**KEYWORDS:** GOLD NANORODS, PLASMON RESONANCE, PHOTOCHEMICAL SYNTHESIS, pH, CHLOROAUIC ACID, IRRADIATION TIME, SILVER NITRATE.

**DESCRIPTION:** Gold nanorods are nanoparticles used in different optical, biological and catalytic applications, due to the increased absorption of radiation in the visible and infrared region of the electromagnetic spectrum. This increase is due to the movement of electrons on the surface of the nanomaterial, a phenomenon known as plasmon resonance. One way to produce gold nanorods is the photochemical synthesis, which uses ultraviolet light to reduce gold ions, forming the nanoparticles. This synthesis process is highly sensitive to the different variables involved, so it is necessary to determine the appropriate parameters for efficient production of gold nanorods.

This study evaluates the individual effect of four variables on the photochemical synthesis: the pH, the concentration of gold precursor, the irradiation time with UV light and the concentration of silver nitrate. The obtained suspensions were characterized by spectrophotometry in the ultraviolet and visible region and transmission electron microscopy.

The results show the dependence on pH and gold concentration of the geometry of the nanoparticles, the reduction in the quality of the synthesis when the UV irradiation time is exceeded and the linear dependence of the absorption maximum of the suspensions on the concentration of silver nitrate.

---

\* Bachelor Thesis

\*\* Physicochemical Engineering Faculty. Chemical Engineering School. Directors: PhD. Gilles Henri Gauthier, PhD. Luiz Orlando Ladeira.

## INTRODUCCIÓN

La nanotecnología se define como el diseño, síntesis, caracterización y aplicación de materiales a escala atómica o molecular, o de forma más rigurosa, aquellos materiales que posean al menos una de sus dimensiones entre 1 y 100 nm [1-2]. El interés en la nanotecnología se debe a la magnificación de las propiedades catalíticas, eléctricas, electromagnéticas y ópticas que presentan los materiales en escala nanométrica en relación a sus equivalentes macroscópicos [3-4].

Estas propiedades son únicas para cada material, y aparecen debido al confinamiento a un espacio nanométrico de los electrones que se encuentran en la superficie de las partículas [5-6]. Así, para conseguir un gran aumento en dichas propiedades es necesario contar con un número elevado de electrones moviéndose libremente en la superficie del nanomaterial, razón por la cual los elementos más apropiados para la síntesis en nanotecnología son los metales, capaces de generar una alta densidad electrónica superficial [7-8].

En las nanopartículas metálicas, el fenómeno que describe el comportamiento de los electrones libres se conoce como Resonancia Plasmónica Superficial, y consiste en la oscilación colectiva de los electrones que se encuentran en la superficie de un nanomaterial, cuya frecuencia de oscilación se encuentra en resonancia con frecuencias correspondientes al espectro electromagnético visible [9-12]. Este fenómeno de resonancia depende principalmente de la forma, el tamaño y la composición de la nanopartícula, así como del medio en que se encuentra [13-14]. Por esta razón, para aprovechar las ventajas que posee el fenómeno de resonancia plasmónica, se sintetizan nanomateriales con diferentes geometrías basadas en

elementos metálicos, tales como el cobalto (Co), el cinc (Zn), el níquel (Ni), el platino (Pt), el cobre (Cu), la plata (Ag) y el oro (Au) [3, 5, 15].

Entre los diferentes metales disponibles para la síntesis, el oro se ha destacado por presentar características altamente deseadas para diversas aplicaciones como son: la presencia del fenómeno de resonancia plasmónica superficial en frecuencias cercanas a la región infrarroja del espectro electromagnético [7, 16], la elevada bioestabilidad y biocompatibilidad requeridas para aplicaciones biológicas [17-18] y la capacidad de formar estructuras nanométricas de carácter isotrópico (como las nanoesferas) o anisotrópico (como los nanobastones), entre otras [19-20].

Gracias a estas características, las nanopartículas de oro han sido utilizadas en un amplio rango de aplicaciones, entre las cuales se encuentran: la nanocatálisis, que fue pionera en el uso del oro como nanomaterial [19, 21]; las aplicaciones ópticas como el aumento de señal en la microscopias Raman [19, 22] y por fluorescencia [23-24]; las aplicaciones biológicas como la detección especializada de membranas celulares [19, 25] y la transfección de ADN [26]; y las aplicaciones biomédicas como el transporte de fármacos [19, 27] y la terapia contra el cáncer por hipertermia localizada [7, 17, 19].

Un tipo de nanopartícula de oro, bien sea nanoesfera o nanobastón, es de utilidad para una aplicación específica si la frecuencia a la cual presenta el fenómeno de resonancia plasmónica se adecúa a los requerimientos de dicha aplicación [28]. Cabe resaltar que generalmente dicha frecuencia ( $\nu$ ) se expresa como una longitud de onda ( $\lambda$ ) teniendo en cuenta la velocidad de la luz en el vacío ( $C$ ), de acuerdo a la ecuación [29]:

$$\lambda = \frac{c}{\nu}$$

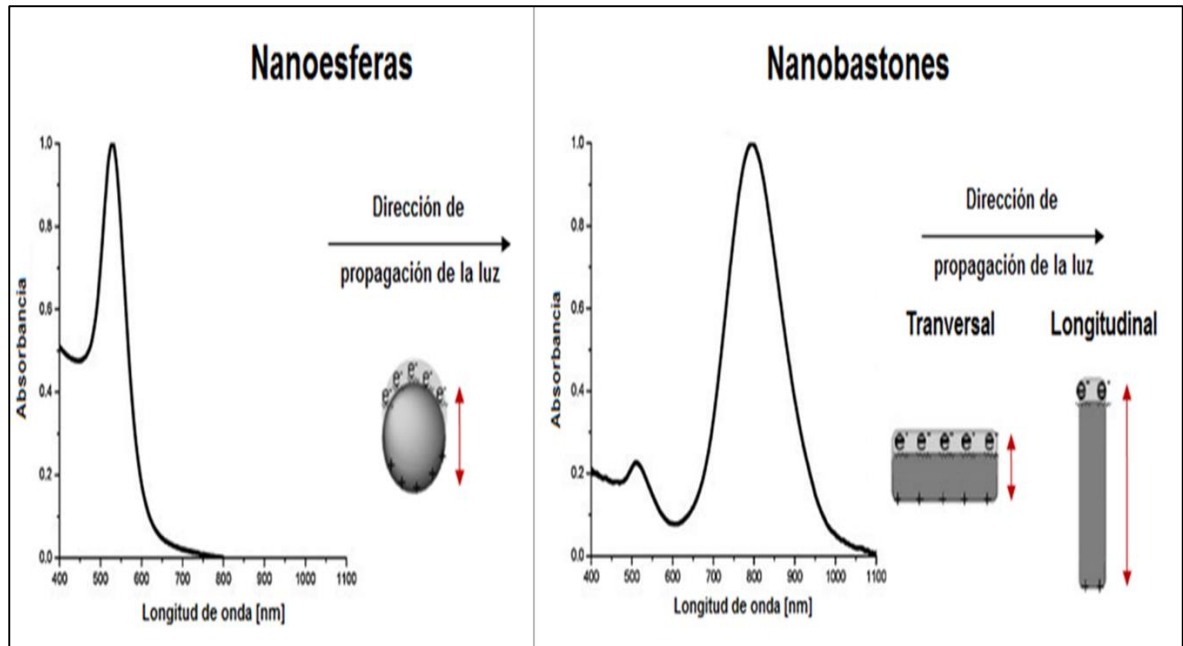
Así, cuando es posible trabajar con una nanopartícula que tenga resonancia plasmónica en una longitud de onda entre 500 y 550 nm, se prefieren las nanoesferas de oro cuyo proceso de síntesis es relativamente simple [3, 30]. Este rango de longitudes de onda se encuentra en relación al diámetro de la nanoesfera, permitiendo conocer el tamaño aproximado de las partículas [31].

Por el contrario, si se necesita que la longitud de onda de la resonancia plasmónica se encuentre cercana a la región del infrarrojo (entre 700 y 1000 nm), se emplean nanobastones de oro a pesar de que su proceso de síntesis sea un poco más complejo comparado con las esferas [32-33]. En los nanobastones, la posición de la banda longitudinal se encuentra directamente relacionada a la longitud de las nanopartículas, por lo cual es posible realizar una estimación inicial del tamaño de los bastones con la ubicación de la banda longitudinal, la cual puede ser confirmada mediante otras técnicas de caracterización [33-34].

En la Figura 1 se muestra el espectro de absorción característico de los dos tipos de nanopartículas, la dirección de propagación de la luz y el movimiento que ésta causa en los electrones que se encuentran en resonancia plasmónica.

Debido a que los nanobastones de oro presentan mayores beneficios en relación a las nanoesferas, durante los últimos años se han llevado a cabo grandes esfuerzos para definir y mejorar los procesos de síntesis de nanopartículas con dicha geometría [35-36].

Figura 1. Espectro de absorción y fenómeno de resonancia plasmónica superficial en las nanopartículas de oro.



Fuente: Tomado y adaptado de referencia [5].

Inicialmente, la síntesis de nanobastones de oro se realizaba mediante el método de templado, el cual consistía en la deposición electroquímica de átomos de oro en los poros nanométricos de membranas de alúmina o policarbonato [28, 35]. Sin embargo, el rendimiento de este método de síntesis era relativamente bajo, por lo cual se comenzaron a emplear métodos más eficientes para la síntesis de nanobastones de oro [3, 28].

Uno de los nuevos métodos desarrollados fue la síntesis electroquímica, la cual empleaba dos electrodos, uno de oro que actuaba como ánodo y uno de platino que actuaba como cátodo, sumergidos en una solución electrolítica de surfactantes [37-38]. Aunque el rendimiento aumentó al utilizar este método, la gran cantidad de

variables involucradas en un proceso electroquímico representó una gran dificultad para determinar el mecanismo de síntesis, lo cual llevó a la aparición de un nuevo método conocido como síntesis por semillas [38-39].

La síntesis de nanobastones de oro por el método de semillas consiste en la preparación de una solución de nanoesferas con tamaño muy reducido (entre 3 y 5 nm) que actúan como núcleos cuando son adicionadas a una solución de crecimiento, la cual contiene ácido tetracloroaurico como precursor de oro y una mezcla de surfactantes que promueven el crecimiento de los nanobastones en una dirección específica [26, 39-40]. La eficiencia de este método es muy cercana al 100% y los resultados obtenidos son altamente reproducibles, por lo cual es considerado uno de los mejores métodos para la síntesis de nanobastones de oro y ha sido estudiado y optimizado durante varios años [23, 26]. Sin embargo, la mayor dificultad que presenta es el tiempo de crecimiento, entre 18 y 36 horas, debido a que se vuelve inviable emplearlo para la producción de nanopartículas en una escala mayor [9, 17].

Para superar el obstáculo que representaba el tiempo de producción de las nanopartículas se desarrolló un nuevo método conocido como síntesis fotoquímica, que realiza los procesos de nucleación y crecimiento en un solo paso mediante la producción de radicales libres a través de radiación ultravioleta (UV), los cuales se encargan de reducir los átomos de oro para formar los nanobastones [41-42]. Una de las ventajas que presenta esta metodología es la reducción del tiempo de síntesis, el cual varía entre 30 y 90 minutos, aumentando las posibilidades de producir las nanopartículas a una escala mayor que a nivel de laboratorio [38, 43].

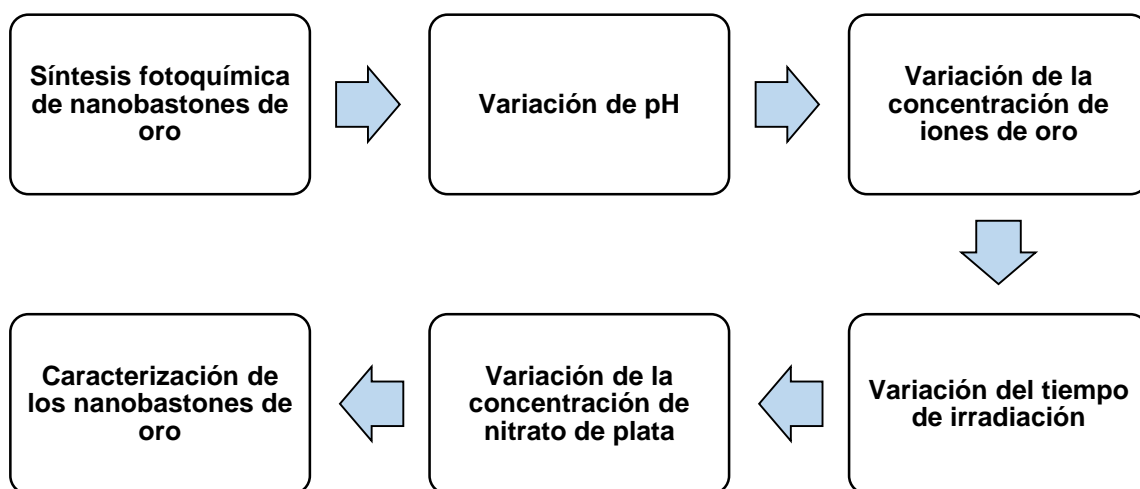
Sin embargo, el proceso de síntesis fotoquímica es muy sensible a las diferentes variables que están involucradas como lo son: concentración de iones oro, concentración de surfactante, pH, presencia de aditivos como acetona y ciclohexano, presencia de nitrato de plata, temperatura y tiempo de irradiación, entre otras [35, 41, 43]. Por esta razón, se hace necesario determinar el efecto que tiene cada una de estas variables sobre la producción de los nanobastones de oro para conseguir una metodología de síntesis fotoquímica altamente eficiente y reproducible [3, 28].

Con base en esta necesidad, el presente trabajo se realiza para optimizar el efecto individual que tienen las siguientes 4 variables sobre la síntesis fotoquímica de nanobastones de oro: el pH, la concentración de iones de oro, el tiempo de irradiación y la concentración de nitrato de plata, y de esta forma conseguir un mayor control sobre el proceso de obtención de las nanopartículas.

## 1. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología empleada durante esta investigación se muestra en la Figura 2.

Figura 2. Metodología de la investigación.



### 1.1 MATERIALES Y REACTIVOS

**1.1.1. Materiales** El primer material es una lámpara empleada para generar radiación ultravioleta (UV), la cual produce luz con longitud de onda de 256 nm e intensidad de 15 W/cm<sup>2</sup>, y sus dimensiones son 91,4 cm de largo y 24,8 mm de diámetro. Por su parte, el segundo material es un tubo de cuarzo empleado como contenedor de la solución a irradiar y sus dimensiones son 80 cm de largo, 12,1 mm de diámetro externo y 8,1 mm de diámetro interno. Las fotos de los dos materiales se muestran en el Anexo A. Todos los demás instrumentos de laboratorio empleados durante la síntesis fueron de vidrio, cerámica o plástico para evitar la

reducción del oro a causa de la presencia de electrones libres en los instrumentos metálicos. Por último, cabe resaltar que todos los materiales de vidrio fueron previamente sometidos a baño de agua regia (3 partes de ácido clorhídrico por cada parte de ácido nítrico) durante 2 horas, lavados con agua destilada y secados en horno para garantizar la calidad y reproducibilidad de los resultados obtenidos [19].

**1.1.2 Reactivos** La Tabla 1 muestra el listado de reactivos empleados durante el desarrollo de esta investigación. El ácido tetracloroaurico trihidratado, más conocido como ácido cloroáurico, fue producido en el laboratorio a partir de oro de alta pureza siguiendo el procedimiento mostrado en el Anexo B. Por su parte, los reactivos de origen comercial fueron usados con grado analítico de pureza. Por último, todas las soluciones fueron preparadas con agua desionizada milli-Q (Resistividad 18,2 MΩ).

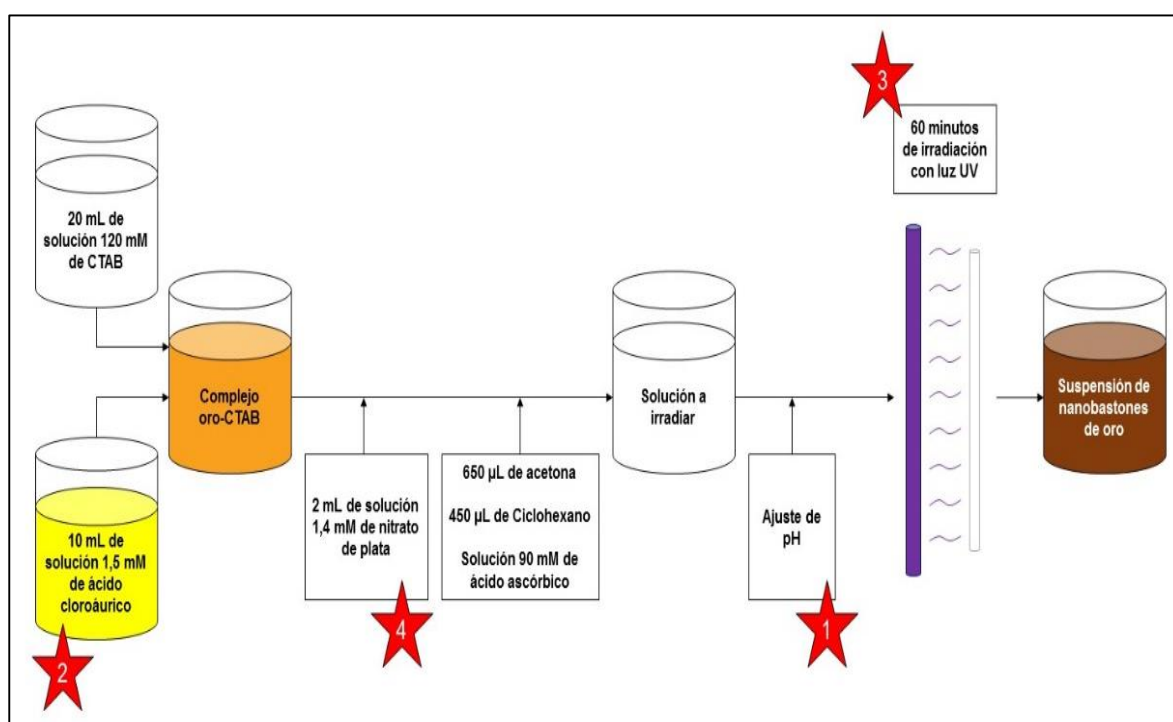
Tabla 1. Reactivos empleados en la síntesis de nanobastones de oro.

Reactivo	Fórmula Molecular	Origen
Ácido tetracloroaurico trihidratado	$\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	Laboratorio
Bromuro de hexadeciltrimetilamonio (CTAB)	$\text{C}_{19}\text{H}_{24}\text{BrN}$	Sigma Aldrich ®
Nitrato de plata	$\text{AgNO}_3$	Sigma Aldrich ®
Ácido ascórbico	$\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$	Sigma Aldrich ®
Acetona	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$	Comercial
Ciclohexano	$\text{C}_6\text{H}_{12}$	Comercial
Ácido clorhídrico	$\text{HCl}$	Comercial
Hidróxido de amonio	$\text{NH}_4\text{OH}$	Comercial

## 1.2 SÍNTESIS DE NANOBASTONES DE ORO

El procedimiento para la síntesis fotoquímica de nanobastones de oro se muestra en la Figura 3 y se incluyen fotos en el Anexo C [44].

Figura 3. Síntesis fotoquímica de nanobastones de oro.



Inicialmente, se preparan 20 mL de una solución 120 mM de CTAB en agua desionizada y sobre ésta se añaden 10 mL de solución 1,5 mM de ácido cloroáurico, agitando magnéticamente hasta obtener una solución de color naranja intenso.

Cuando la solución presenta la coloración deseada, se adicionan 2 mL de una solución 1,4 mM de nitrato de plata, 650  $\mu$ L de acetona y 450  $\mu$ L de ciclohexano. Sobre esta mezcla se añade, gota a gota y bajo agitación, una solución 90 mM de ácido ascórbico hasta que la solución cambie de color naranja intenso hacia transparente (aproximadamente 170  $\mu$ L).

Una vez que el color haya cambiado en su totalidad, se coloca la solución dentro del tubo de cuarzo y se irradia con luz UV durante 1 hora. Después de la irradiación, se extrae la suspensión del tubo de cuarzo y se centrifuga 3 veces a 10.000 RPM durante 15 minutos, recolectando el precipitado concentrado en nanopartículas y dispersando en agua desionizada.

**1.2.1 Variación de pH** Para determinar el efecto que tiene el pH sobre la síntesis fotoquímica de los nanobastones de oro, se prepara la solución inicial (la cual tiene un pH aproximado de 5) y se añaden, justo antes de irradiar la muestra, cantidades de ácido clorhídrico diluido (5% wt) o hidróxido de amonio diluido (3% wt) para alcanzar valores de pH de 3, 7 y 9, de acuerdo a la Tabla 2.

**1.2.2 Variación de la concentración de iones de oro** Teniendo en cuenta el resultado más óptimo para el pH, se determina el efecto de la cantidad de oro presente en la solución mediante la variación de la concentración de ácido cloroáurico de acuerdo a la Tabla 3.

Tabla 2. Volumen de dilución añadido a la solución para ajustar el pH.

Identificación	pH	Volumen de ácido clorhídrico (5% wt)	Volumen de hidróxido de amonio (3% wt)
		µL	µL
Muestra 1	3	200	0
Muestra 2	5	0	0
Muestra 3	7	0	20
Muestra 4	9	0	100

**1.2.3 Variación del tiempo de irradiación** Tras determinar la concentración óptima de ácido cloroáurico, se establece el mejor tiempo de irradiación preparando la síntesis fotoquímica y tomando una muestra a cada 5 minutos hasta completar 1 hora, momento en el cual la suspensión es retirada del tubo de cuarzo.

Tabla 3. Variación de la concentración de ácido cloroáurico.

Nombre de la muestra	Concentración de ácido cloroáurico [mM]
Oro-1	1,5
Oro-2	3,0
Oro-3	4,5
Oro-4	6,0
Oro-5	7,5

**1.2.4 Variación de la concentración de nitrato de plata** Finalmente, con base en los resultados anteriores, se determina el efecto que tiene la presencia del nitrato de plata en la síntesis fotoquímica mediante la variación de su concentración de acuerdo a la Tabla 4.

Tabla 4. Variación de la concentración de nitrato de plata.

<b>Nombre de la muestra</b>	<b>Concentración de nitrato de plata [mM]</b>
Plata-1	0
Plata-2	1,4
Plata-3	2,3
Plata-4	3,2
Plata-5	4,1
Plata-6	5,0

### **1.3 CARACTERIZACIÓN DE LOS NANOBASTONES DE ORO**

La caracterización de las nanopartículas de oro se realiza mediante dos técnicas: la primera es la espectrofotometría en la región ultravioleta visible, que permite ubicar las bandas de absorción correspondientes a los fenómenos de resonancia plasmónica superficial, y la segunda técnica es la microscopía electrónica de transmisión (MET) que permite determinar la morfología de las nanopartículas.

**1.3.1 Espectrofotometría en la región ultravioleta visible** Las mediciones de absorción óptica son llevadas a cabo en un Espectrofotómetro Rayleigh VIS 723-G

realizando un barrido de longitudes de onda entre 330 y 1000 nm con paso de 1 nm, en cubetas de cuarzo con camino óptico de 1 cm y empleando agua desionizada como muestra de referencia. Los valores de absorbancia de las soluciones se obtuvieron con precisión de 4 cifras decimales.

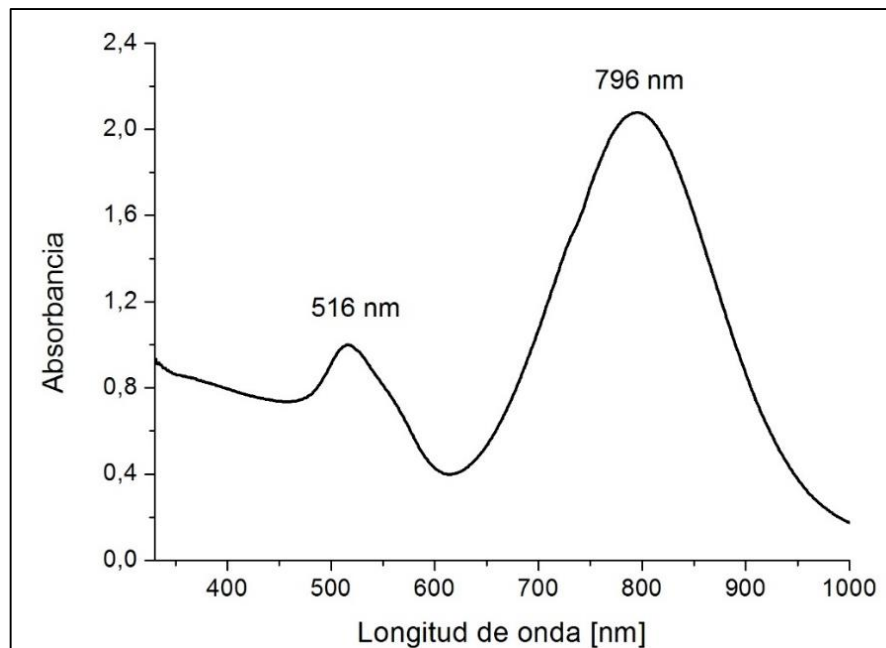
**1.3.2 Microscopia electrónica de transmisión (MET)** Las imágenes de microscopia son obtenidas empleando un Microscopio Electrónico de Transmisión Tecnai G2-20 – SuperTwin FEI, con tensión ajustada de 200 kV, que se encuentra ubicado en el centro de microscopia de la Universidad Federal de Minas Gerais (UFMG). Las muestras son preparadas colocando 10  $\mu$ L de cada solución sobre una rejilla de carbono con recubrimiento de cobre.

## 2. RESULTADOS Y ANÁLISIS

### 2.1 SÍNTESIS DE NANOBASTONES DE ORO

Para entender el efecto de las diferentes variables sobre la síntesis fotoquímica de los nanobastones de oro se hace necesario entender la forma en que dichas nanopartículas se generan y crecen hasta adquirir la forma deseada, la cual se presenta en el Anexo D. La suspensión coloidal de nanobastones de oro obtenidos mediante la síntesis fotoquímica es analizada empleando la técnica de espectrofotometría en la región ultravioleta visible, dando como resultado el espectro de absorción que se muestra en la Figura 4.

Figura 4. Espectro de absorción de la suspensión coloidal de nanobastones de oro.



Como se puede observar en la Figura 4, el espectro de absorción de la suspensión obtenida presenta las dos bandas características de los nanobastones de oro: la banda transversal de baja intensidad centrada en 516 nm y la banda longitudinal de mayor intensidad ubicada en 796 nm, causadas por la presencia de resonancia plasmónica en el eje menor y mayor de las nanopartículas, respectivamente.

Además de la posición de las bandas, el espectro de absorción permite calcular dos parámetros que indican la calidad y homogeneidad de las nanopartículas sintetizadas: la relación longitudinal-transversal (abreviada como relación L/T) y el ancho a media altura [31]. Una explicación más detallada de la forma de calcular cada parámetro se muestra en el Anexo E. Así, en la Tabla 5 se muestran los parámetros obtenidos del espectro de absorción de los nanobastones producidos mediante la síntesis fotoquímica.

Tabla 5. Parámetros calculados para el espectro de absorción de los nanobastones de oro.

<b>Parámetro</b>	<b>Valor</b>
Posición banda transversal	516 nm
Posición banda longitudinal	796 nm
Relación L/T	2,0778
Ancho a media altura	190 nm

Como se puede observar, la relación entre la absorbancia de las bandas longitudinal y transversal es aproximadamente de 2, lo cual representa una eficiencia aceptable en la obtención de nanobastones de oro [28]. Sin embargo, el ancho a media altura presenta un valor relativamente elevado, ya que diferentes autores reportan valores

entre 100 y 150 nm [3, 31, 37]. Así, se puede afirmar que la metodología empleada para la síntesis de nanobastones de oro es aceptable pero se encuentra sujeta a mejoras, lo cual se pretende conseguir mediante la modificación de los valores de las 4 variables que se estudian en el presente trabajo.

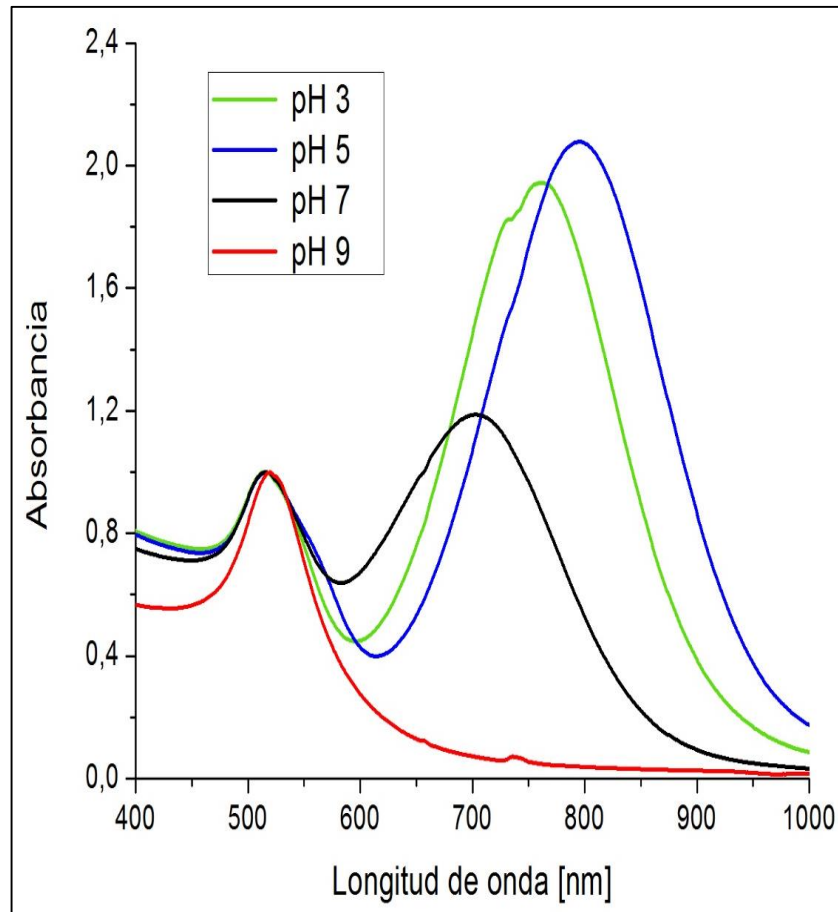
## **2.2 EFECTO DE LA VARIACIÓN DEL pH**

El espectro de absorción normalizado de cada una de las 4 suspensiones coloidales obtenidas en el estudio de la variación del pH se muestra en la Figura 5. La normalización de cada curva se realiza de tal forma que el máximo valor de absorbancia para la banda transversal sea igual a 1. Los parámetros calculados a partir de dichos espectros se muestran en el Anexo F.

Como se puede observar en la Figura 5, la síntesis fotoquímica de nanobastones de oro es altamente sensible al pH de la solución. Así, cuando el pH es ácido (muestras 1 y 2), las partículas presentan en su mayoría forma de nanobastones. Por su parte, la síntesis en pH neutro (muestra 3) presenta nanobastones y nanoesferas, y por último la síntesis en pH básico (muestra 4) presenta únicamente nanoesferas de oro.

Dicha afirmación se basa en la cantidad y forma de las bandas encontradas en los espectros de absorción. La muestra 4 presenta únicamente una banda con máximo en una longitud de onda de 520 nm, valores característicos de nanoesferas de oro. Por su parte, la muestra 3 presenta las dos bandas asociadas a nanobastones de oro, pero la relación L/T es muy cercana a 1 y por tanto esta síntesis tiene mayor tendencia a formar nanoesferas y sólo una pequeña cantidad de nanobastones.

Figura 5. Espectro de absorción para el estudio de la variación del pH.



Este efecto se presenta debido a que el ácido ascórbico libera los electrones e iones  $H^+$  muy rápido cuando se encuentra en pH neutro o básico, lo que implica un proceso de reducción de  $Au^{+1}$  hacia  $Au^0$  demasiado veloz generando más núcleos, es decir, más nanopartículas que no son capaces de crecer anisotrópicamente y terminan formando geometrías diferentes a nanobastones [45].

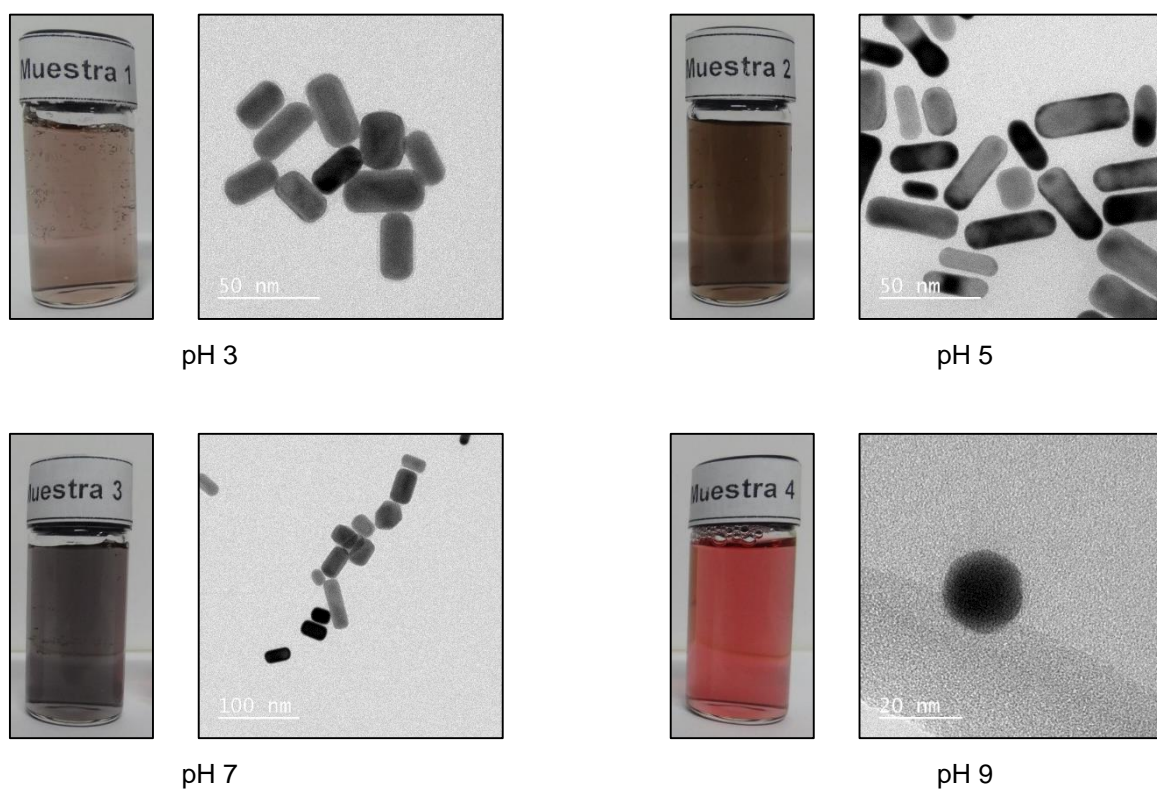
Por su parte, las muestras 1 y 2 presentan las bandas transversal y longitudinal, y una relación L/T cercana a 2, por lo cual es posible afirmar que la síntesis de

nanobastones de oro se ve favorecida por un pH ácido. Es posible que esto suceda debido a la presencia de iones  $H^+$  en la solución, lo que evita que el ácido ascórbico libere rápidamente sus propios iones  $H^+$  junto a sus electrones haciendo lento y progresivo el proceso de reducción del oro, que conlleva a la formación de una cantidad limitada de núcleos capaces de crecer anisotrópicamente hasta formar nanobastones [45].

Las imágenes de microscopía electrónica de transmisión que se muestran en la Figura 6 confirman las anteriores afirmaciones: las muestras 1 y 2 presentan nanopartículas con forma definida de bastones, de mayor relación entre el largo y el diámetro para la muestra 2; la muestra 3 presenta nanobastones y otras geometrías como poliedros, y por último la muestra 4 presenta nanopartículas con forma claramente esférica.

Finalmente, para determinar la mejor opción entre las dos muestras se tiene en cuenta que el ancho a media altura es menor en la muestra 1, mientras que la relación  $L/T$  es mayor para la muestra 2. Sin embargo, la asimetría que se observa para la muestra 1 en la banda longitudinal puede significar una distribución asimétrica en los tamaños de los nanobastones o la presencia de una geometría diferente, tal como nanopartículas con una forma conocida como “hueso de perro” [46]. En cualquiera de los dos casos, la asimetría en la banda longitudinal implica un problema de homogeneidad en la síntesis de nanobastones de oro, por lo cual resulta más adecuado emplear la muestra 2 (con valor de pH 5) como base para determinar el efecto de las siguientes 3 variables.

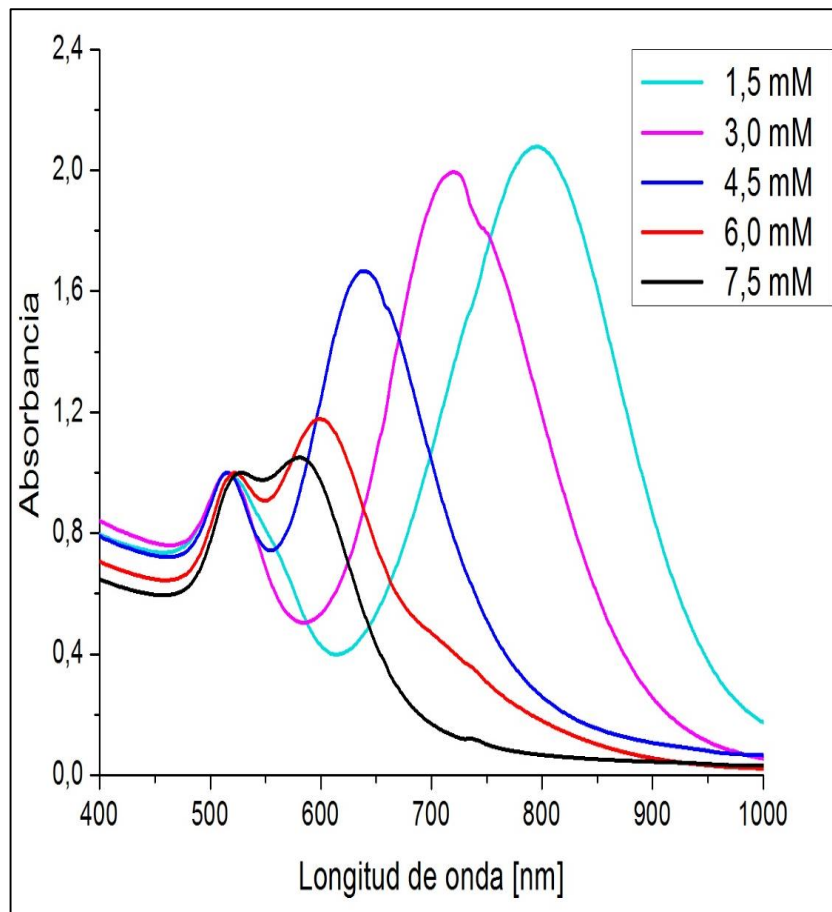
Figura 6. Suspensiones e imágenes de MET para las muestras correspondientes al efecto de la variación del pH.



### 2.3 EFECTO DE LA VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE IONES DE ORO

El espectro de absorción normalizado de cada una de las 5 suspensiones coloidales obtenidas en el estudio de la variación de la concentración de oro se muestra en la Figura 7. La normalización de cada curva se realiza de tal forma que el máximo valor de absorbancia para la banda transversal sea igual a 1. Los parámetros calculados a partir de dichos espectros se muestran en el Anexo G.

Figura 7. Espectro de absorción de las suspensiones para el estudio de la variación de la concentración de iones de oro.



Como se puede observar en la Figura 7, la variación en la concentración del ácido tetracloroaurico tiene gran impacto sobre los resultados de la síntesis, ya que las muestras Oro-1, Oro-2 y Oro-3 presentan espectros característicos de nanobastones, mientras las muestras Oro-4 y Oro-5 presentan espectros más cercanos a nanoesferas con una pequeña banda longitudinal, cuya intensidad es muy baja para representar una formación considerable de nanobastones.

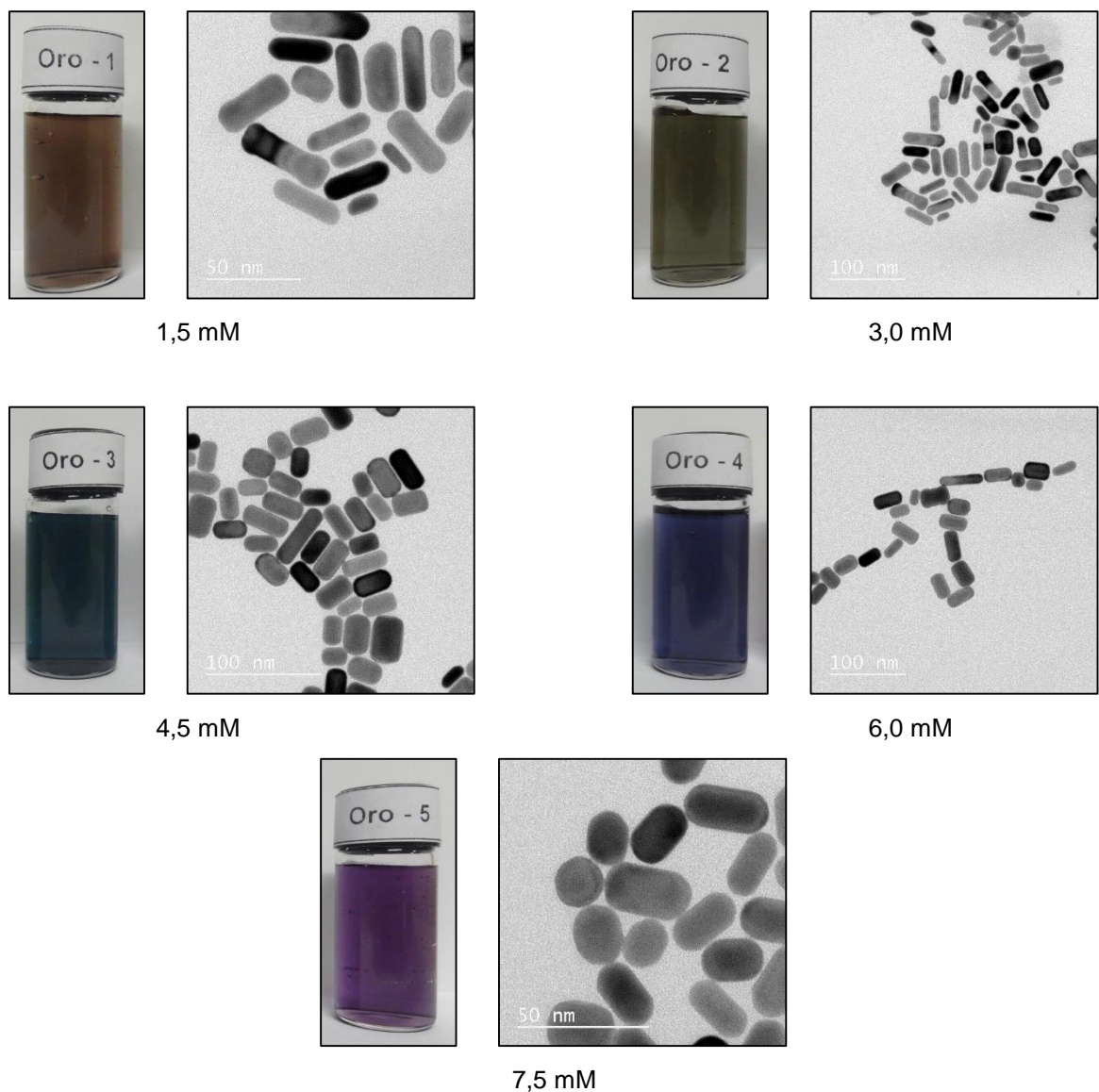
Es posible que este comportamiento se deba al aumento de la proporción entre la cantidad de iones oro con la cantidad de surfactante CTAB e iones de plata [20]. Al aumentar la concentración de oro en la solución aumenta la probabilidad de formar más núcleos dentro de micelas, por lo cual se puede esperar la formación de un gran número de nanopartículas; sin embargo, la concentración de CTAB no es suficiente para alargar dichas micelas, así como la concentración de nitrato de plata no es suficiente para depositarse en los planos cristalográficos de las nanopartículas [31]. Esta falta de reactivos causa una mayor resistencia al crecimiento anisotrópico, por lo cual el crecimiento tiende a formar preferencialmente nanoesferas y solo una pequeña cantidad de nanobastones [31].

Como es posible observar en la Figura 8, el estudio de microscopia muestra que las 3 primeras muestras presentan en su mayoría nanopartículas en forma de bastones, confirmando la capacidad de presentar dos bandas en el espectro de absorción, donde la banda longitudinal es considerablemente mayor que la transversal. Por su parte, las muestras 4 y 5 presentan nanobastones pero también partículas de geometría diferente, como esferas y esferoides, lo cual concuerda con la presencia de dos bandas (la segunda a causa de los nanobastones) cuyas absorbancias máximas son semejantes.

Para realizar la selección de la síntesis más adecuada entre las 3 muestras que formaron nanobastones (Oro-1, Oro-2 y Oro-3) se tiene en cuenta que, en relación a la muestra Oro-1, el aumento en la concentración de oro causa dos efectos: uno negativo, al disminuir el valor de la relación  $L/T$ , y uno positivo al disminuir el ancho a media altura. Al comparar las muestras Oro-2 y Oro-3, se observa que la primera presenta una mayor relación  $L/T$ , mientras la segunda tiene un mejor valor de ancho a media altura.

Ante las ventajas y desventajas de ambas muestras, se decide realizar la selección en base a los requerimientos generales de las posibles aplicaciones, por lo cual se escoge la muestra Oro-3 como la síntesis más adecuada, ya que tiene menor valor en el ancho a media altura y presenta mayor simetría en su banda longitudinal.

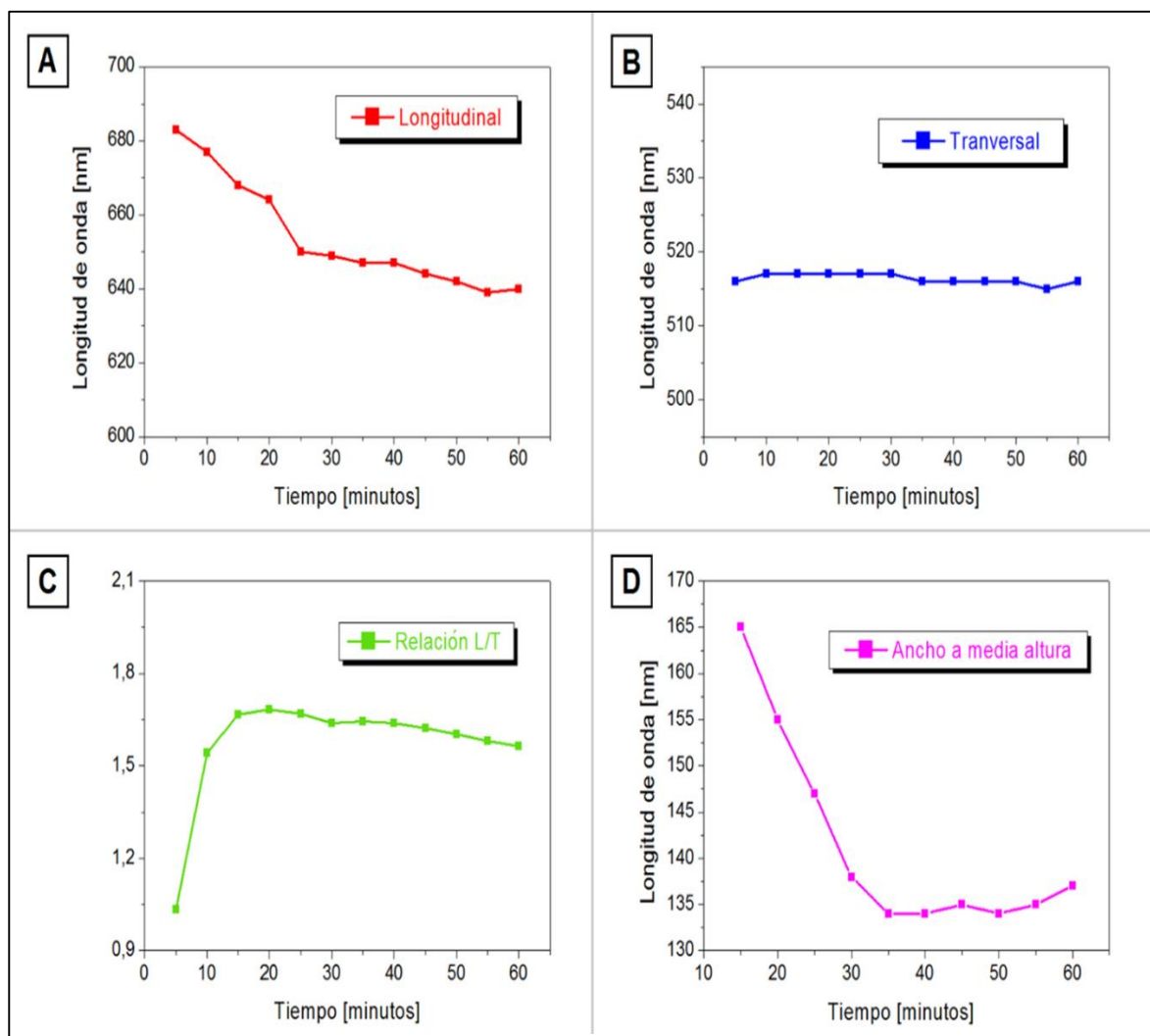
Figura 8. Suspensiones e imágenes de MET de las muestras Oro-1 a Oro-5.



## 2.4 EFECTO DE LA VARIACIÓN DEL TIEMPO DE IRRADIACIÓN

El espectro de absorción de cada una de las 12 muestras (desde 5 hasta 60 minutos con espacio de 5 minutos entre ellas) fue medido y analizado para obtener la posición de las bandas transversal y longitudinal, la relación L/T y el ancho a media altura, los cuales se listan en el Anexo H y se representan en la Figura 9.

Figura 9. Comportamiento de los parámetros de análisis en el estudio de la variación del tiempo de irradiación.



Como se puede ver en las gráficas A y B de la Figura 9, la posición de la banda longitudinal disminuye progresivamente hasta estabilizarse con cerca de 25 minutos de irradiación, el cual parece ser el tiempo mínimo necesario para la estabilización de la síntesis, mientras la posición de la banda transversal se mantiene prácticamente constante alrededor de 517 nm.

Ya en la gráfica C es posible observar que la relación de absorbancias L/T inicialmente es muy cercana a 1, lo cual muestra la presencia de los primeros núcleos que funcionan como base para el crecimiento de los nanobastones. A medida que avanza el tiempo, la relación L/T aumenta hasta alcanzar su máximo en 20 minutos, momento a partir del cual empieza a disminuir lentamente. Por su parte, en la gráfica D se muestra que el ancho a media altura es muy sensible al tiempo de irradiación, ya que durante los primeros minutos la suspensión presenta nanobastones en un amplio rango de tamaño, el cual llega a su mínimo a los 35 minutos de irradiación.

La disminución de la calidad de los nanobastones de oro al ser expuestos a un mayor tiempo de irradiación puede deberse a que la punta de los nanobastones tiene una menor estabilidad en comparación al cuerpo de la nanopartícula en presencia de los radicales libres [38]. Por esta razón, los nanobastones de mayor longitud tienden a desprender átomos de oro de sus extremos variando ligeramente la posición de la banda longitudinal asociada al largo de la nanopartícula [43].

Así, con base en el resultado de los 4 parámetros analizados se determina que el tiempo óptimo para la síntesis fotoquímica de nanobastones de oro es de 35 minutos, ya que con este tiempo de irradiación las bandas presentan el menor ancho a media altura (por tanto menor rango de tamaños para los nanobastones) con una

relación L/T cercana al valor máximo conseguido, mientras que la posición de las bandas se encuentra estable.

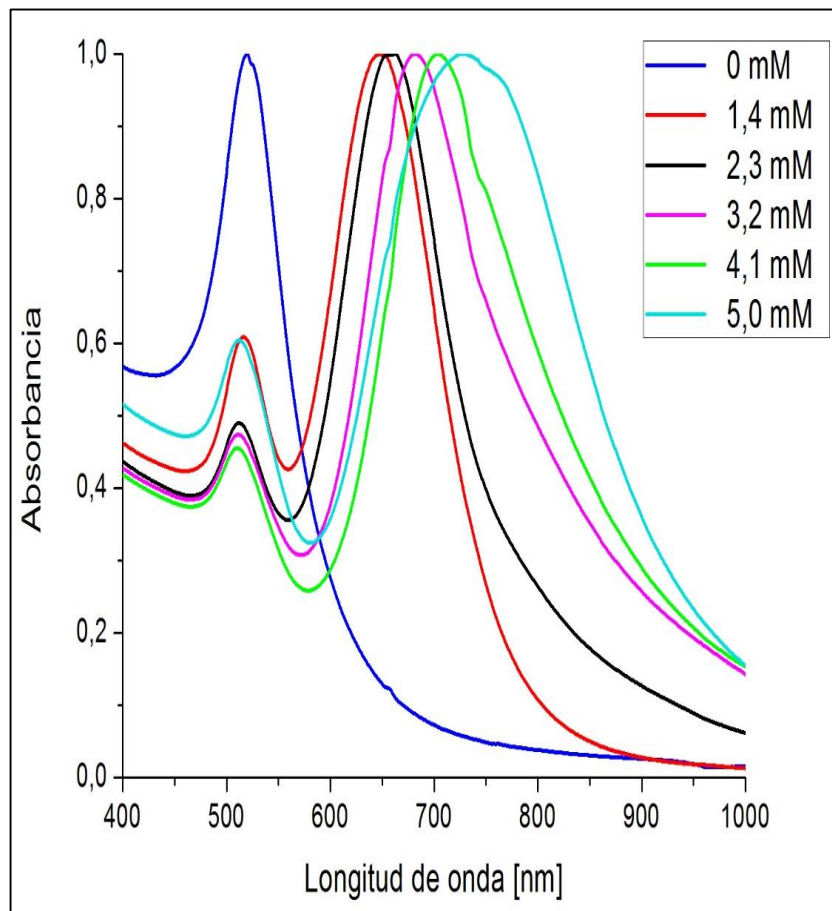
## **2.5 EFECTO DE LA VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE NITRATO DE PLATA**

El espectro de absorción normalizado de cada una de las 6 suspensiones coloidales obtenidas en el estudio de la variación de la concentración de nitrato de plata se muestra en la Figura 10. La normalización de cada curva se realiza de tal forma que el máximo valor de absorbancia para la banda longitudinal sea igual a 1. Los parámetros calculados a partir de dichos espectros se muestran en el Anexo I.

A partir de la gráfica se pueden identificar dos comportamientos de gran interés: el primero es la formación de nanopartículas exclusivamente esféricas en ausencia del nitrato de plata (muestra Plata-1), confirmando la necesidad de dicho reactivo en la formación de nanobastones de oro; el segundo es la relación directamente proporcional entre la concentración de nitrato de plata y la posición de la banda longitudinal (muestras Plata-2 a Plata-6).

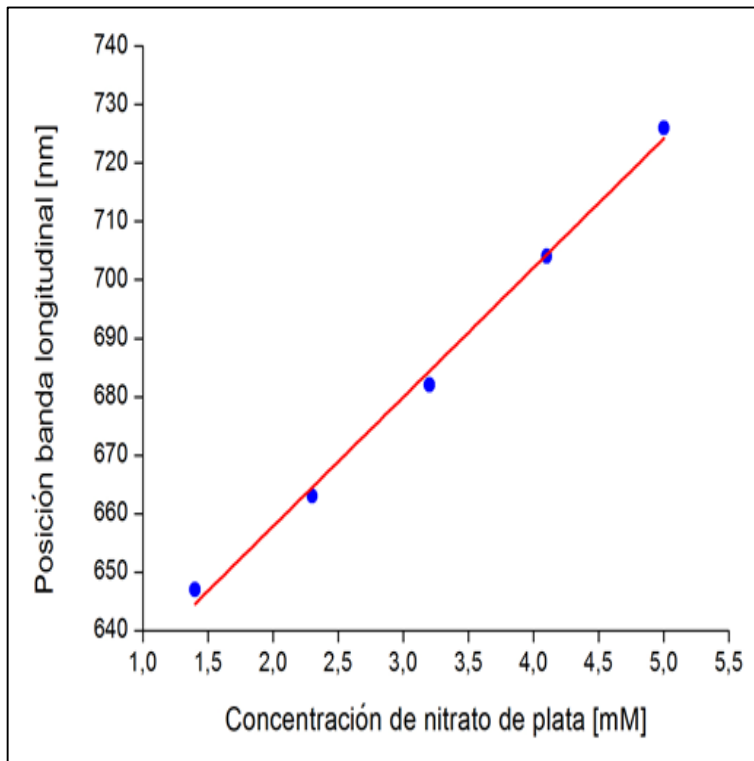
El primero de estos resultados es de esperar debido a que, como se menciona anteriormente, los átomos de plata promueven el crecimiento anisotrópico. Así, en ausencia de este reactivo el proceso de crecimiento favorece la formación única de nanoesferas de oro.

Figura 10. Espectro de absorción de las suspensiones para el estudio de la variación de la concentración de nitrato de plata.



Por su parte, el segundo comportamiento es de gran relevancia debido a que parece existir una relación directa entre la concentración de nitrato de plata empleada durante la síntesis y la posición de la banda longitudinal. Para comprobar esta hipótesis se presenta la Figura 11, que muestra la relación entre las dos variables cuyos valores se listan en el Anexo I.

Figura 11. Relación entre la posición de la banda longitudinal y la concentración de nitrato de plata.



Como es posible observar, la relación entre las dos variables es muy parecida a un comportamiento lineal. Al trazar una línea de ajuste mediante el método de mínimos cuadrados se obtiene un coeficiente de determinación  $R^2$  de valor 0,9943, muy cercano a 1. Esto indica que los valores experimentales se ajustan a una línea recta, cuya ecuación es:

$$\lambda_{max} = 22,1111 * C_{Ag} + 613,4444$$

Donde  $\lambda_{\max}$  representa la posición de la banda longitudinal en nm y  $C_{Ag}$  representa la concentración de nitrato de plata en unidades de mM. Así, dentro del rango de concentraciones empleado en este estudio, es posible predecir con alta precisión la longitud de onda a la cual los nanobastones de oro sintetizados presentarán la banda longitudinal de resonancia plasmónica.

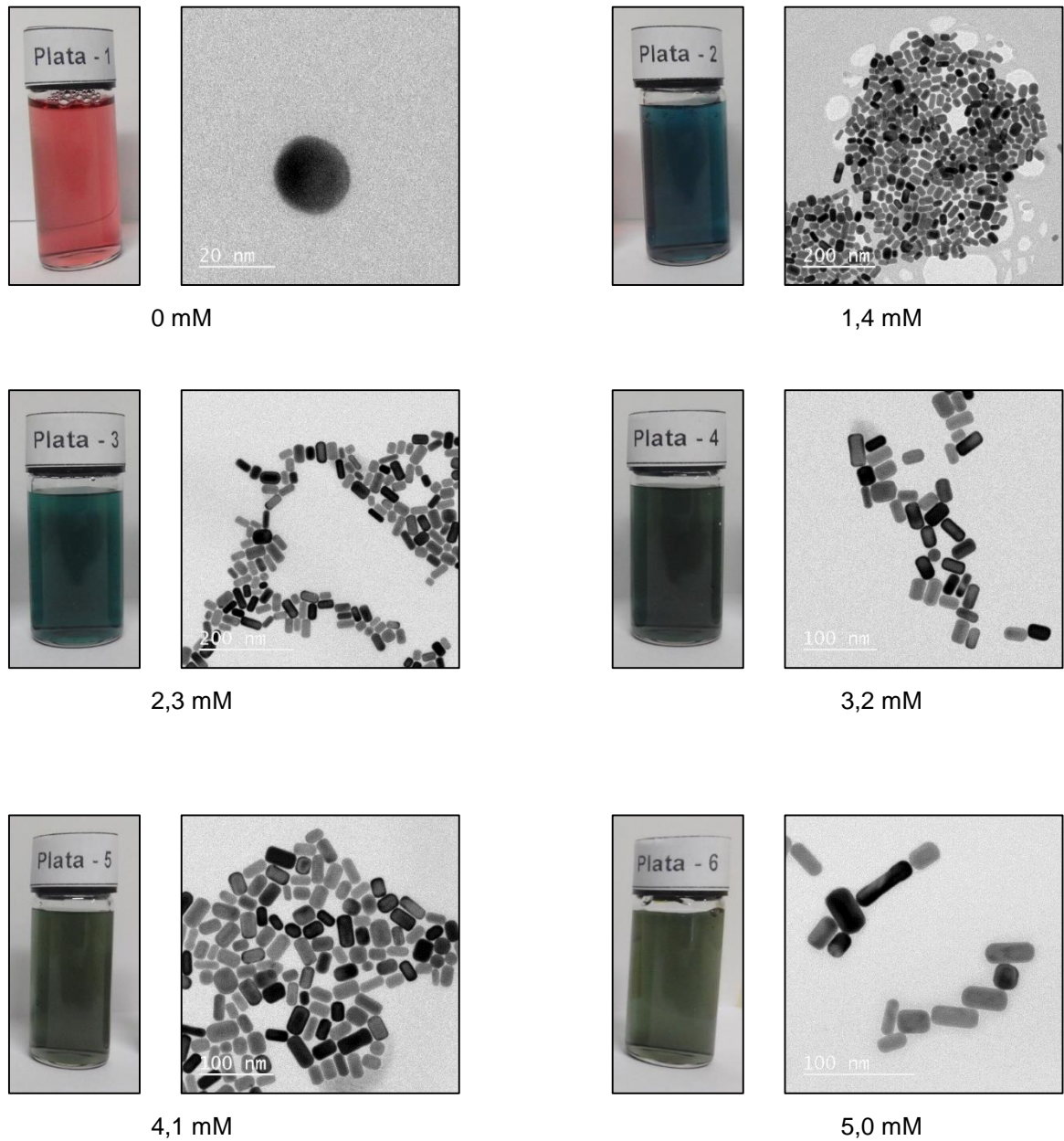
Este comportamiento lineal se puede explicar mediante un proceso denominado deposición de bajo potencial. En el caso de los nanobastones de oro, dicho proceso consiste en la deposición preferencial de los átomos de plata sobre algunos de los planos cristalográficos específicos de la nanopartícula en crecimiento [47]. Dado que la deposición se realiza de forma más rápida sobre los planos laterales de la nanopartícula, los extremos tienen mayor capacidad de recibir átomos de oro favoreciendo el crecimiento en dicha dirección [17].

Debido a este proceso, cuando la concentración de nitrato de plata aumenta, existe una mayor cantidad de átomos de plata capaces de depositarse en los planos cristalográficos de la nanopartícula, la cual alcanza un mayor tamaño y por tanto el valor de longitud de onda donde se encuentra la banda longitudinal aumenta [43]. De forma opuesta, si la concentración de nitrato de plata disminuye, la capacidad de deposición también lo hace restringiendo el crecimiento de la nanopartícula, lo cual se refleja en un menor valor de longitud de onda para la banda longitudinal [48].

Finalmente, en la Figura 12 se puede observar que las nanopartículas de la solución Plata-1 presentan una forma esférica claramente definida, mientras aquellas de las siguientes soluciones presentan nanobastones de diferentes tamaños, donde el largo de las nanopartículas parece aumentar proporcionalmente con la

concentración de nitrato de plata, confirmando cualitativamente la relación lineal anteriormente descrita.

Figura 12. Suspensiones e imágenes de MET de las muestras Plata-1 a Plata-6.



### 3. CONCLUSIONES

- La adición de ácido clorhídrico o hidróxido de amonio para modificar el pH de la solución irradiada perjudica la formación de nanobastones de oro al favorecer el crecimiento de partículas de geometrías diferentes.
- El aumento parcial en la concentración de ácido cloroáurico afecta positivamente la síntesis de nanobastones de oro al disminuir el ancho de media altura de la banda longitudinal, pero también presenta un efecto negativo al reducir la relación de absorbancias entre las bandas longitudinal y transversal.
- Cuando la síntesis fotoquímica se irradia durante 35 minutos con luz UV los nanobastones presentan un espectro de absorción con menor ancho de media altura y una relación de absorbancias relativamente mayor.
- La concentración de nitrato de plata presenta una relación lineal con el valor de longitud de onda donde se encuentra la banda longitudinal del espectro de absorción, con un coeficiente de determinación muy cercano a 1.
- Los resultados de microscopia electrónica de transmisión muestran claramente la formación de nanopartículas de oro, cuya geometría se encuentra en concordancia con los resultados de la espectrofotometría en la región ultravioleta visible.

#### 4. RECOMENDACIONES

- Determinar el efecto de las demás variables involucradas en la síntesis fotoquímica como son el CTAB, la acetona, el ciclohexano, el ácido ascórbico y la dosis de irradiación con luz UV, y realizar un estudio factorial que permita determinar el efecto de la modificación simultánea de las diferentes variables.
- Retirar el oxígeno disuelto en la solución, sustituyéndolo con un gas inerte, para evitar la interacción entre dicho elemento y la radiación UV.
- Cuantificar la cantidad de oro presente en la solución final para determinar la eficiencia del reactivo precursor en la formación de nanopartículas.
- Realizar un estudio de microscopía electrónica de transmisión más detallado que permita establecer la distribución de tamaños de cada muestra, para relacionarla cuantitativamente con la posición de la banda longitudinal y el ancho a media altura.
- Realizar la funcionalización de los nanobastones de oro para definir su capacidad de ser empleado en los diversos campos de acción, con especial énfasis en aplicaciones biológicas.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] McAllister, C., Ramachandran, R., Y Ruetsch, S. (2007). Impact of Nanotechnology on Hair Attributes. *Langmuir*, 3(1), 1–7.
- [2] Chen, J., Wiley, B. J., Y Xia, Y. (2007). One-dimensional nanostructures of metals: Large-scale synthesis and some potential applications. *Langmuir*, 23(9), 4120–4129.
- [3] Miranda, O. R., Y Ahmadi, T. S. (2005). Effects of intensity and energy of CW UV light on the growth of gold nanorods. *The Journal of Physical Chemistry. B*, 109(33), 15724–15734.
- [4] Nik, B., Y Sayed, a El. (2003). Preparation and Growth Mechanism of Gold Nanorods (NRs) Using Seed - Mediated Growth Method. *Chemistry of Materials*, 15(16), 1957–1962.
- [5] Huang, X., Neretina, S., Y El-Sayed, M. A. (2009). Gold nanorods: From synthesis and properties to biological and biomedical applications. *Advanced Materials*, 21(48), 4880–4910.
- [6] Takahashi, H., Niidome, Y., Niidome, T., Kaneko, K., Kawasaki, H., Y Yamada, S. (2006). Modification of gold nanorods using phosphatidylcholine to reduce cytotoxicity. *Langmuir*, 22(1), 2–5.
- [7] Huang, X., Jain, P. K., El-Sayed, I. H., Y El-Sayed, M. A. (2008). Plasmonic photothermal therapy (PPTT) using gold nanoparticles. *Lasers in Medical Science*, 23(3), 217–228.

- [8] Lee, A., Ahmed, A., Santos, D. P., Coombs, N., Park, J. II, Gordon, R., Kumacheva, E. (2012). Side-by-Side Assembly of Gold Nanorods Reduces Ensemble- Averaged SERS Intensity. *The Journal of Physical Chemistry. C*, 116(9), 5538–5545.
- [9] Grzelczak, M., Pérez-Juste, J., Mulvaney, P., Y Liz-Marzán, L. M. (2008). Shape Control in Gold Nanoparticle Synthesis. *Chemical Society Review*, 37(9), 1783–1791.
- [10] Kozek, K. a, Kozek, K. M., Wu, W.-C., Mishra, S. R., Y Tracy, J. B. (2013). Large-Scale Synthesis of Gold Nanorods through Continuous Secondary Growth. *Chemistry of Materials: A Publication of the American Chemical Society*, 25(22), 4537–4544.
- [11] Abidi, W., Selvakannan, P. R., Guillet, Y., Lampre, I., Beaunier, P., Pansu, B., Remita, H. (2010). One-pot radiolytic synthesis of gold nanorods and their optical properties. *Journal of Physical Chemistry C*, 114(35), 14794–14803.
- [12] Sönnichsen, C., Franzl, T., Wilk, T., von Plessen, G., Feldmann, J., Wilson, O., Y Mulvaney, P. (2002). Drastic reduction of plasmon damping in gold nanorods. *Physical Review Letters*, 88(7), 7–18.
- [13] Chu, K. C., Chao, C. Y., Chen, Y. F., Wu, Y. C., Y Chen, C. C. (2006). Electrically controlled surface plasmon resonance frequency of gold nanorods. *Applied Physics Letters*, 89(10), 1–4.
- [14] Hee Song, J., Kim, F., Kim, D., Y Yang, P. (2005). Crystal overgrowth on gold nanorods: Tuning the shape, facet, aspect ratio, and composition of the nanorods. *Chemistry - A European Journal*, 11(3), 910–916.

- [15] Miranda, O. R., Dollahon, N. R., Y Ahmadi, T. S. (2006). Critical concentrations and role of ascorbic acid (vitamin C) in the crystallization of gold nanorods within hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB)/tetraoctyl ammonium bromide (TOAB) micelles. *Crystal Growth and Design*, 6(12), 2747–2753.
- [16] Ni, W., Kou, X., Yang, Z., Y Wang, J. (2008). Tailoring longitudinal surface plasmon wavelengths, scattering and absorption cross sections of gold nanorods. *ACS Nano*, 2(4), 677–686.
- [17] Orendorff, C. J., Y Murphy, C. J. (2006). Gold Nanorod Quantitation of metal content in the silver-assisted growth of gold nanorods. *The Journal of Physical Chemistry. B*, 110(9), 3990–3994.
- [18] Vigderman, L., Manna, P., Y Zubarev, E. R. (2012). Quantitative replacement of cetyltrimethylammonium bromide by cationic thiol ligands on the surface of gold nanorods and their extremely large uptake by cancer cells. *Angewandte Chemie - International Edition*, 51(3), 636–641.
- [19] Niidome, T., Yamagata, M., Okamoto, Y., Akiyama, Y., Takahashi, H., Kawano, T., Niidome, Y. (2006). PEG-modified gold nanorods with a stealth character for in vivo applications. *Journal of Controlled Release*, 114(3), 343–347.
- [20] Sau, T. K., Y Murphy, C. J. (2004). Room temperature, high-yield synthesis of multiple shapes of gold nanoparticles in aqueous solution. *Journal of the American Chemical Society*, 126(28), 8648–8649.
- [21] Chen, H., Shao, L., Li, Q., Y Wang, J. (2013). Gold nanorods and their plasmonic properties. *Chem. Soc. Rev.*, 42(7), 2679–2724.

- [22] Ye, X., Jin, L., Caglayan, H., Chen, J., Xing, G., Zheng, C., Murray, C. B. (2012). Improved size-tunable synthesis of monodisperse gold nanorods through the use of aromatic additives. *ACS Nano*, 6(3), 2804–2817.
- [23] Ratto, F., Matteini, P., Rossi, F., Y Pini, R. (2010). Size and shape control in the overgrowth of gold nanorods. *Journal of Nanoparticle Research*, 12(6), 2029–2036.
- [24] Jain, P. K., Lee, K. S., El-Sayed, I. H., Y El-Sayed, M. A. (2006). Calculated absorption and scattering properties of gold nanoparticles of different size, shape, and composition: Applications in biological imaging and biomedicine. *Journal of Physical Chemistry B*, 110(14), 7238–7248.
- [25] Huang, X., El-Sayed, I. H., Qian, W., Y El-Sayed, M. A. (2006). Cancer cell imaging and photothermal therapy in the near-infrared region by using gold nanorods. *Journal of the American Chemical Society*, 128(6), 2115–2120.
- [26] Ward, C. J., Tronndorf, R., Eustes, A. S., Auad, M. L., Y Davis, E. W. (2014). Seed-Mediated Growth of Gold Nanorods: Limits of Length to Diameter Ratio Control. *Journal of Nanomaterials*, 2014, 1–7.
- [27] Hu, M., Chen, J., Li, Z.-Y., Au, L., Hartland, G. V, Li, X., Xia, Y. (2006). Gold nanostructures: engineering their plasmonic properties for biomedical applications. *Chemical Society Reviews*, 35(11), 1084–1094.
- [28] Brioude, A., Jiang, X. C., Y Pileni, M. P. (2005). Optical properties of gold nanorods: DDA simulations supported by experiments. *Journal of Physical Chemistry B*, 109(27), 13138–13142.
- [29] Burns, R. *Fundamentos de química*. México D. C.: Pearson, 2011. 122 p.

- [30]** Marin, M. L., McGilvray, K. L., Y Scaiano, J. C. (2008). Photochemical strategies for the synthesis of gold nanoparticles from Au (III) and Au (I) using photoinduced free radical generation. *Journal of the American Chemical Society*, 130(49), 16572–16584.
- [31]** Scarabelli, L., Sánchez-Iglesias, A., Pérez-Juste, J., Y Liz-Marzán, L. M. (2015). A “Tips and Tricks” Practical Guide to the Synthesis of Gold Nanorods. *The Journal of Physical Chemistry Letters*, 6(21), 4270–4279.
- [32]** Vigderman, L., Y Zubarev, E. R. (2013). High-yield synthesis of gold nanorods with longitudinal SPR peak greater than 1200 nm using hydroquinone as a reducing agent. *Chemistry of Materials*, 25(8), 1450–1457.
- [33]** Haiss, W., Thanh, N. T. K., Aveyard, J., Y Fernig, D. G. (2007). Determination of size and concentration of gold nanoparticles from UV-Vis spectra. *Analytical Chemistry*, 79(11), 4215–4221.
- [34]** Khlebtsov, B. N., Khanadeev, V. A., Ye, J., Y Sukhorukov, G. B. (2014). Overgrowth of gold nanorods by using a binary surfactant mixture. *Langmuir*, 30(6), 1696–1703.
- [35]** Pérez-Juste, J., Pastoriza-Santos, I., Liz-Marzán, L. M., Y Mulvaney, P. (2005). Gold nanorods: Synthesis, characterization and applications. *Coordination Chemistry Reviews*, 249(17), 1870–1901.
- [36]** Grillo, B. (2014). Synthesis and Alignment of Gold Nanorods for Optical Applications. *Igarss 2014*, (1), 1–5.

- [37] Wang, Z. L., Mohamed, M. B., Link, S., Y El-Sayed, M. A. (1999). Crystallographic facets and shapes of gold nanorods of different aspect ratios. *Surface Science*, 440(1-2), 809–814.
- [38] Kim, F., Song, J. H., Y Yang, P. (2002). Photochemical synthesis of gold nanorods. *Journal of the American Chemical Society*, 124(48), 14316–14317.
- [39] Park, W. M., Huh, Y. S., Y Hong, W. H. (2009). Aspect-ratio-controlled synthesis of high-aspect-ratio gold nanorods in high-yield. *Current Applied Physics*, 9(2), 140–143.
- [40] Busbee, B. D., Obare, S. O., Y Murphy, C. J. (2003). An improved synthesis of high-aspect-ratio gold nanorods. *Advanced Materials*, 15(5), 414–416.
- [41] Niidome, Y., Nishioka, K., Kawasaki, H., Y Yamada, S. (2003). Rapid synthesis of gold nanorods by the combination of chemical reduction and photoirradiation processes; morphological changes depending on the growing processes. *Chemical Communications*, 18(3), 2376–2377.
- [42] Nishioka, K., Niidome, Y., Y Yamada, S. (2007). Photochemical Reactions of Ketones to Synthesize Gold Nanorods Photochemical Reactions of Ketones to Synthesize Gold Nanorods. *Langmuir*, 23(20), 10353–10356.
- [43] Placido, T., Comparelli, R., Giannici, F., Davide Cozzoli, P., Capitani, G., Striccoli, M., Lucia Curri, M. (2009). Photochemical synthesis of water-soluble gold nanorods: The role of silver in assisting anisotropic growth. *Chemistry of Materials*, 21(18), 4192–4202.
- [44] Espitia Fajardo, S. A. Síntesis, caracterización, funcionalización y estudio del escalamiento de nanobastones de oro para aplicaciones biomédicas. Trabajo

de grado Ingeniera Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química, 2013. 23 p.

- [45]** Gramlich, G., Zhang, J., Y Nau, W. M. (2002). Increased antioxidant reactivity of vitamin C at low pH in model membranes. *Journal of the American Chemical Society*, 124(38), 11252–11253.
  
- [46]** Chiu, P. H., Huang, C. J., Wang, Y. H., Y Chen, C. H. (2008). Synthesis of Gold Nanodogbones by the Seed Mediated Growth Method with Addition of Vitamin C Solvent. *Advanced Materials Research*, 55-57, 665–668.
  
- [47]** Ahmed, M., Y Narain, R. (2010). Rapid synthesis of gold nanorods using a one-step photochemical strategy. *Langmuir*, 26(23), 18392–18399.
  
- [48]** Gou, L., Y Murphy, C. J. (2005). Fine-tuning the shape of gold nanorods. *Chemistry of Materials*, 17(14), 3668–3672.

## BIBLIOGRAFÍA

ABIDI, Wafa, *et al.* One-pot radiolytic synthesis of gold nanorods and their optical properties. En: Journal of Physical Chemistry C. Agosto, 2010. vol. 114, no. 35, p. 14794–14803.

BRIOUDE, Arnaud; JIAN, Xin Chun y PILENI, Marie Paule. Optical properties of gold nanorods: DDA simulations supported by experiments. En: Journal of Physical Chemistry B. Junio, 2005. vol. 109, no. 27, p. 13138–13142.

BURNS, Ralph. Fundamentos de química. México D. C.: Pearson, 2011. 122 p.

CHEN, Huanjun, *et al.* Gold nanorods and their plasmonic properties. En: Chemical Society Reviews. Noviembre, 2012. vol. 42, no. 7, p. 2679–2724.

CHIU, Pin, *et al.* Synthesis of Gold Nanodogbones by the Seed Mediated Growth Method with Addition of Vitamin C Solvent. En: Advanced Materials Research. Diciembre, 2007. vol. 55, no. 57, p. 665–668.

ESPITIA FAJARDO, Samary Alejandra. Síntesis, caracterización, funcionalización y estudio del escalamiento de nanobastones de oro para aplicaciones biomédicas. Trabajo de grado Ingeniera Química. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química, 2013. 23 p.

GOU, Linfeng y MURPHY, Catherine. Fine-tuning the shape of gold nanorods. En: Chemistry of Materials. Junio, 2005. vol. 17, no. 14, p. 3668–3672.

GRILLO, Bethany. Synthesis and Alignment of Gold Nanorods for Optical Applications. Tesis Magister en Ciencia de Materiales. Illinois: Universidad de Illinois. Facultad de Ingenierías. Departamento de Materiales, 2014. 4 p.

HAISS, Wolfgang, *et al.* Determination of size and concentration of gold nanoparticles from UV-Vis spectra. En: Analytical Chemistry. Abril, 2007. vol. 79, no. 11, p. 4215–4221.

HEE SONG, Jae, *et al.* Crystal overgrowth on gold nanorods: Tuning the shape, facet, aspect ratio, and composition of the nanorods. En: Chemistry - A European Journal. Enero, 2005. vol. 11, no. 3, p. 910–916.

HUANG, Xiaohua, *et al.* Gold nanorods: From synthesis and properties to biological and biomedical applications. En: Advanced Materials. Junio, 2009. vol. 21, no. 48, p. 4880–4910.

JAIN, Prashant, *et al.* Calculated absorption and scattering properties of gold nanoparticles of different size, shape, and composition: Applications in biological imaging and biomedicine. En: Journal of Physical Chemistry B. Marzo, 2006. vol. 110, no. 14, p. 7238–7248.

KIM, Franklin; SONG, Jae Hee y YANG, Peidong. Photochemical synthesis of gold nanorods. En: Journal of the American Chemical Society. Noviembre, 2002. vol. 124, no. 48, p. 14316–14317.

LEE, Anna, *et al.* Side-by-Side Assembly of Gold Nanorods Reduces Ensemble-Averaged SERS Intensity. En: The Journal of Physical Chemistry C. Febrero, 2012. vol. 116, no.9, p. 5538–5545.

MARIN, Luisa; MCGILVRAY, Katherine y SCAIANO, Juan. Photochemical strategies for the synthesis of gold nanoparticles from Au (III) and Au (I) using photoinduced free radical generation. En: Journal of the American Chemical Society. Noviembre, 2008. vol. 130, no. 849, p. 16572–16584.

MCALLISTER, Charles; RAMACHANDRAN, Ravi y RUETSCH, Sigrid. (2007). Impact of Nanotechnology on Hair Attributes. En: Langmuir. Mayo, 2003. vol. 3, no. 1, p. 1–7.

MIRANDA, Oscar; DOLLAHON, Norman y AHMADI, Temer. Critical concentrations and role of ascorbic acid (vitamin C) in the crystallization of gold nanorods within hexadecyltrimethylammonium bromide (CTAB)/tetraoctyl ammonium bromide (TOAB) micelles. En: Crystal Growth and Design. Octubre, 2006. vol. 6, no. 12, p. 2747–2753.

NIIDOME, Yasuro, *et al.* Rapid synthesis of gold nanorods by the combination of chemical reduction and photoirradiation processes; morphological changes depending on the growing processes. En: Chemical Communications. Agosto, 2003. vol. 18, no. 3, p. 2376–2377.

NIKOBAKHT, Babak y SAYED, Mostafa. Preparation and Growth Mechanism of Gold Nanorods (NRs) Using Seed - Mediated Growth Method. En: Chemistry of Materials. Abril, 2003. vol. 15, no. 16, p. 1957–1962.

ORENDORFF, Christopher y MURPHY, Catherine. Gold Nanorod Quantitation of metal content in the silver-assisted growth of gold nanorods. En: The Journal of Physical Chemistry. B. Febreo, 2006. vol. 110, no. 9, p. 3990–3994.

PÉREZ-JUSTE, Jorge, *et al.* Gold nanorods: Synthesis, characterization and applications. En: Coordination Chemistry Reviews. Septiembre, 2005. vol. 249, no. 17, p. 1870–1901.

PLACIDO, Tiziana, *et al.* Photochemical synthesis of water-soluble gold nanorods: The role of silver in assisting anisotropic growth. En: Chemistry of Materials. Agosto, 2009. vol. 21, no. 18, p. 4192–4202.

SCARABELLI, Leonardo, *et al.* A “Tips and Tricks” Practical Guide to the Synthesis of Gold Nanorods. En: The Journal of Physical Chemistry. Noviembre, 2015. vol. 6, no. 21, p. 4270–4279.

VIGDERMAN, Leonid y ZUBAREV, Eugene. High-yield synthesis of gold nanorods with longitudinal SPR peak greater than 1200 nm using hydroquinone as a reducing agent. En: Chemistry of Materials. Enero, 2013. vol. 25, no. 8, p. 1450–1457.

WANG, Zhong Lin, *et al.* Crystallographic facets and shapes of gold nanorods of different aspect ratios. En: Surface Science. Octubre, 1999. vol. 440, no. 1-2, p. 809–814.

WARD, Christopher, *et al.* Seed-Mediated Growth of Gold Nanorods: Limits of Length to Diameter Ratio Control. En: Journal of Nanomaterials. Abril, 2014. Vol. 2014, p. 1–7.

YE, Xingchen, *et al.* Improved size-tunable synthesis of monodisperse gold nanorods through the use of aromatic additives. En: ACS Nano. Febrero, 2012. vol. 6, no. 3, p. 2804–2817.

## **ANEXOS**

## ANEXO A. MATERIALES EMPLEADOS EN LA SÍNTESIS FOTOQUÍMICA

Figura 13. Lámpara empleada para generar radiación UV.



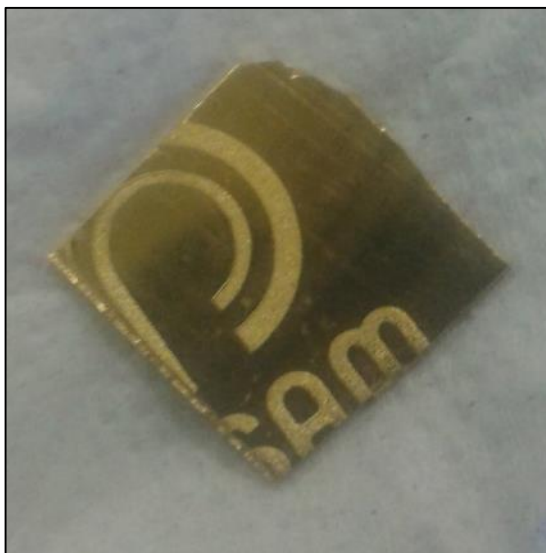
Figura 14. Tubo de cuarzo empleado como contenedor de la solución a irradiar.



## ANEXO B. PRODUCCIÓN DEL ÁCIDO TETRACLOROÁURICO

Para producir el ácido cloroáurico se inicia con una lámina de oro puro de 7,6182 g, la cual se muestra en la Figura 15. La lámina se coloca dentro de un vaso de precipitado donde se adicionan 80 mL de agua regia, la cual consiste en 20 mL de ácido nítrico de concentración 65 % peso y 60 mL de ácido clorhídrico de concentración 37 % peso.

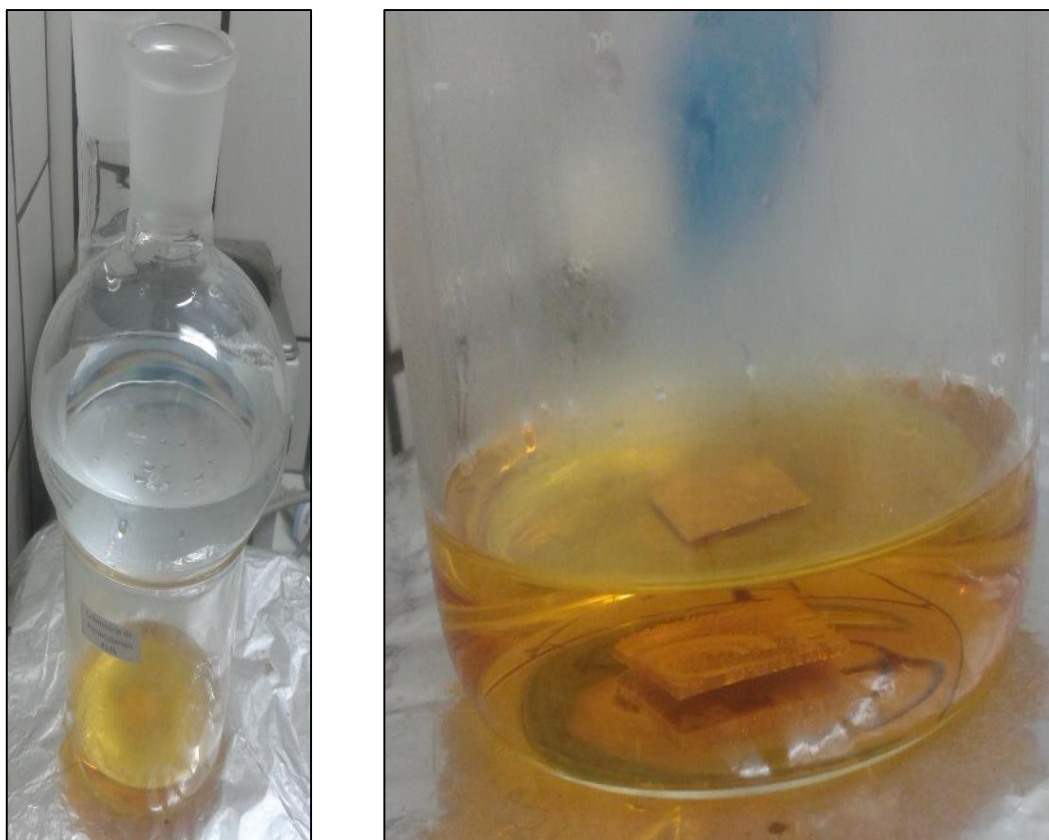
Figura 15. Lámina de oro.



El vaso de precipitado se cubre con un balón de reacción que contiene agua, de tal forma que la solución no se contamine con agentes externos pero que exista una posible salida para los vapores generados por los ácidos, como se muestra en la Figura 16.

Este sistema se deja en reposo durante un día, tiempo en el cual la lámina de oro es disuelta por la combinación de ácidos concentrados. Transcurrido este tiempo, la solución toma una coloración naranja como se observa en la Figura 17.

Figura 16. Sistema para la disolución de la lámina de oro.



En este punto se continúa con el balón de reacción sobre el vaso de precipitado y se calienta la solución hasta 90 °C durante 5 horas para evaporar los ácidos, manteniendo relativamente constante el volumen de líquido debido a que el agua evaporada se condensa y regresa a la solución al entrar en contacto con el balón de reacción. Después de 5 horas bajo estas condiciones se retira el balón de reacción, por lo cual el nivel del líquido comienza a disminuir.

Figura 17. Sistema después de la disolución de la lámina de oro.



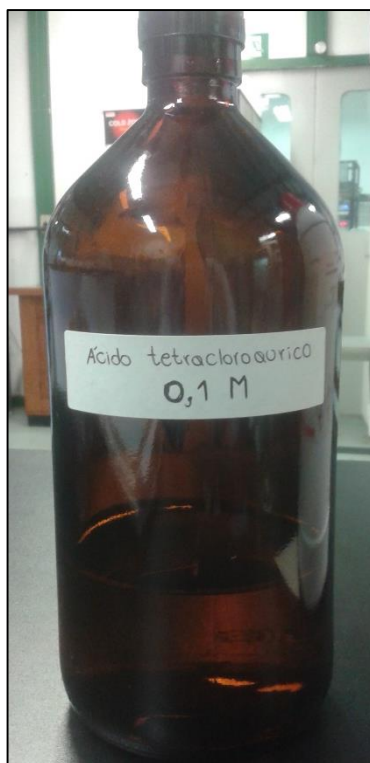
Cuando esta disminución alcanza aproximadamente el 70% del nivel inicial se adicionan 40 mL de ácido clorhídrico (37% peso) para continuar con la reacción, como se muestra en la Figura 18. Este proceso de disminución y adición de ácido clorhídrico se repite 3 veces para garantizar la reacción completa del oro con los átomos de cloro para formar el ácido tetracloroaurico.

Cuando se completan las 3 repeticiones, se adiciona agua a la solución hasta alcanzar un volumen de 386,77 mL, correspondiente a una concentración 0,1 M de ácido tetracloroaurico, el cual se almacena en un frasco de vidrio ámbar para protegerlo de la luz como se muestra en la Figura 19.

Figura 18. Adición de ácido clorhídrico a la solución de oro.



Figura 19. Ácido tetracloroaurico etiquetado y almacenado.



## ANEXO C. PROCESO DE SÍNTESIS FOTOQUÍMICA

Figura 20. Solución 120 mM de CTAB.

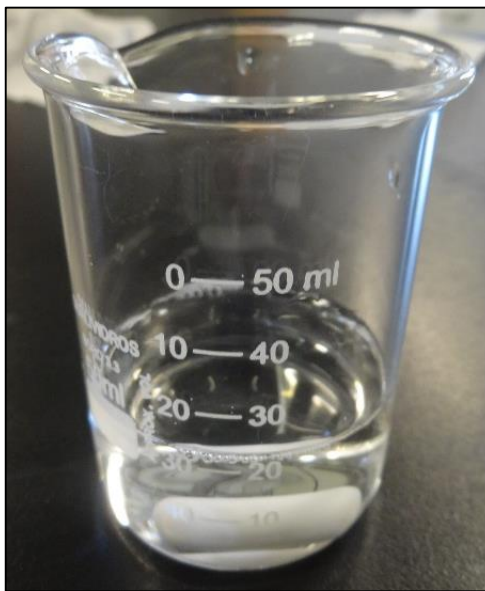


Figura 21. Solución 1,5 mM de ácido tetracloroaurico.

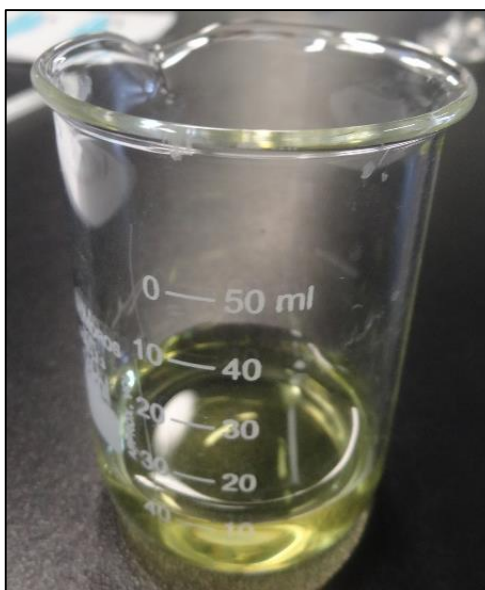


Figura 22. Solución producida al mezclar el CTAB y el ácido tetracloroaurico.

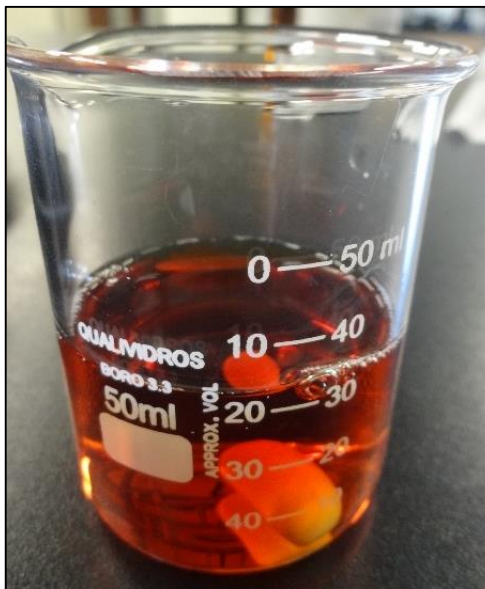


Figura 23. Reducción del oro mediante adición de ácido ascórbico.

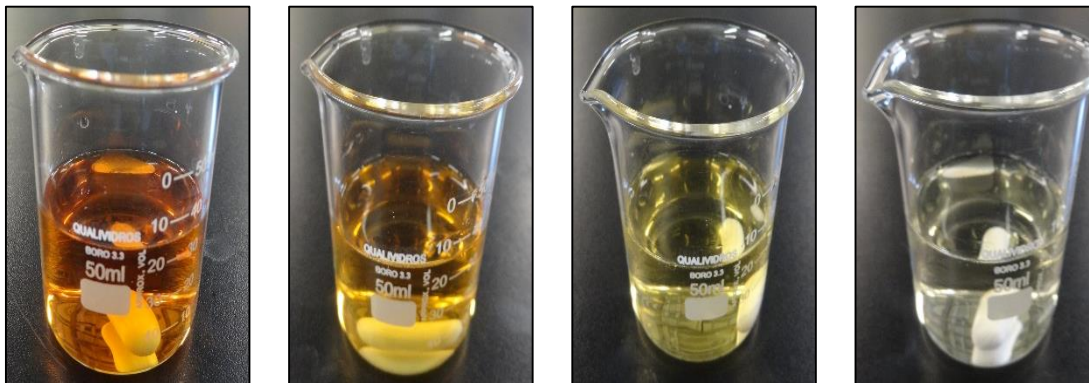


Figura 24. Solución dentro del tubo de cuarzo antes de la irradiación.

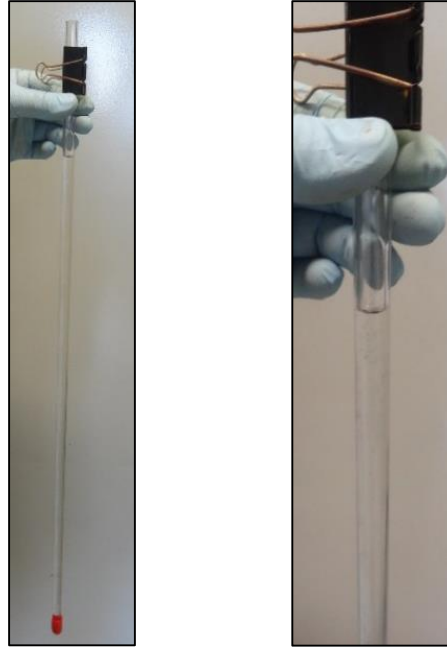
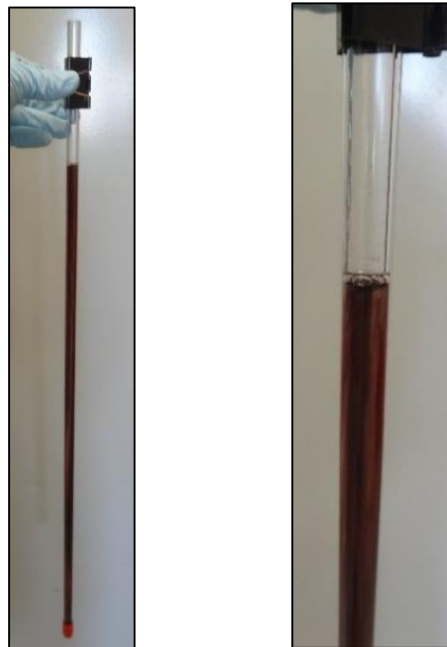


Figura 25. Suspensión dentro del tubo de cuarzo después de la irradiación.



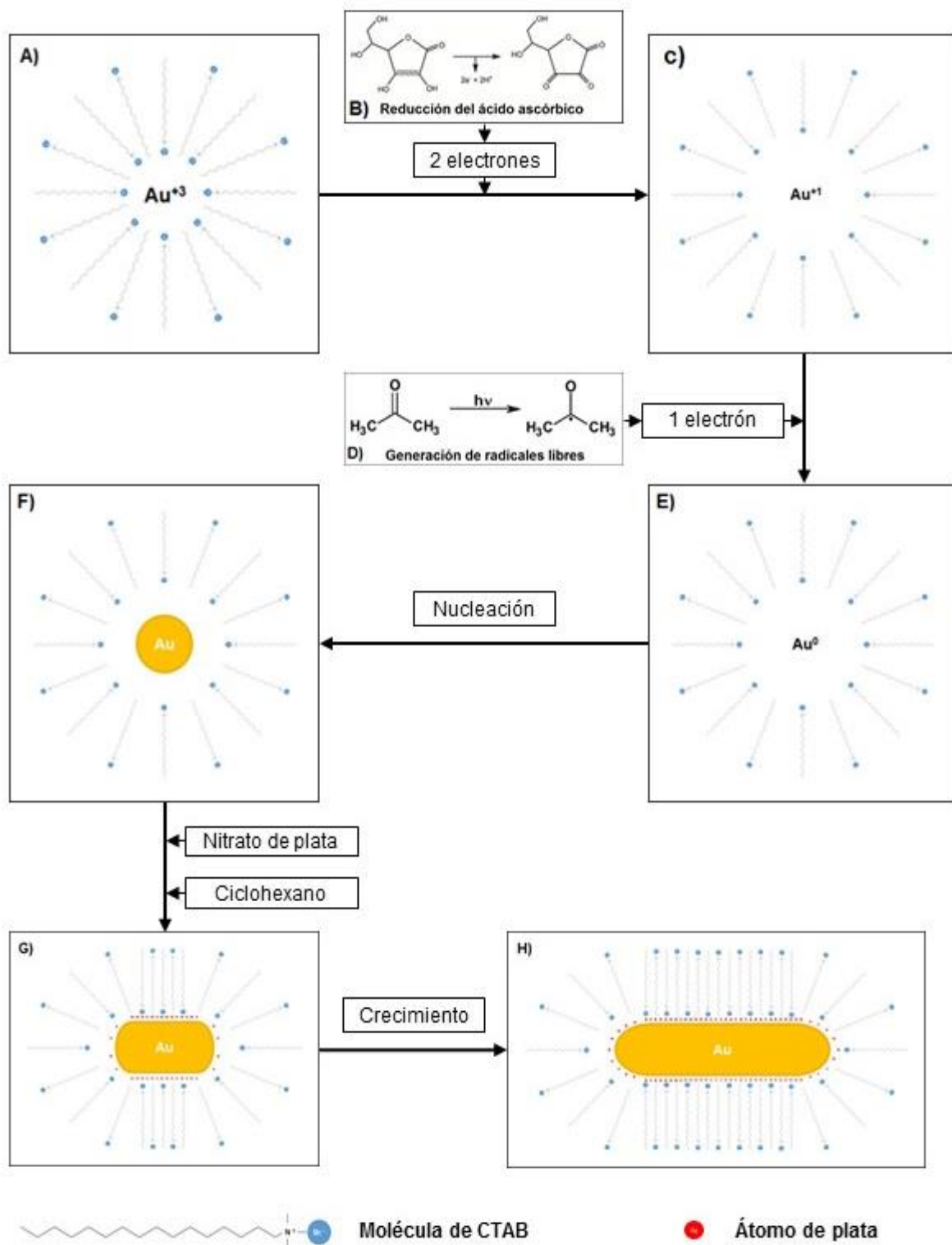
## ANEXO D. MECANISMO DE CRECIMIENTO DE LOS NANOBASTONES DE ORO OBTENIDOS MEDIANTE SÍNTESIS FOTOQUÍMICA

En la Figura 26 se presenta el proceso, paso a paso, mediante el cual los nanobastones de oro son formados, mostrando el papel que desempeña cada una de las variables involucradas. Inicialmente, los átomos metálicos del tetracloruro de oro (proveniente de la desprotonización del ácido tetracloroaurico) se encuentran rodeados por moléculas de agua, y en este estado producen una solución de color amarillo. Cuando se adiciona el CTAB se cambia el medio que rodea a los iones de oro, lo cual produce una variación en el espectro de absorción y este proceso está representado por el cambio de color de la solución hacia un naranja intenso [35].

El CTAB adicionado es un surfactante catiónico, por lo cual tiende a formar micelas. En este caso, las cargas negativas del bromo y positivas de los iones de oro producen una atracción electrostática fuerte, la cual permite que las moléculas de surfactante rodeen a los iones metálicos [31]. Sin embargo, la repulsión de las cargas negativas entre las propias moléculas de CTAB dificulta este comportamiento, por lo cual el surfactante se ubica en un arreglo intercalado (recuadro A) que permite rodear los cationes de oro con la menor repulsión electrostática posible y mantenerse hidrofílico por la interacción entre los aniones de bromo externos y el agua [5].

Para conseguir la formación de nanobastones, el oro debe encontrarse en su forma metálica, es decir, con estado de oxidación  $Au^0$  [17]. Dicho estado se alcanza mediante la reducción fotoquímica, la cual inicia con el paso de  $Au^{+3}$  hacia  $Au^{+1}$  empleando el ácido ascórbico como fuente de electrones (recuadro B) [3].

Figura 26. Mecanismo de crecimiento de los nanobastones de oro.



En estado de oxidación  $Au^{+1}$  el oro presenta tres características de gran importancia, que son la absorción, la atracción electrostática y la estabilidad. La absorción se muestra importante debido a que pasa de estar en la región visible del espectro electromagnético para estar en la región ultravioleta, lo cual significa que la solución perderá su color tal y como ocurre durante el proceso de síntesis [42]. Por su parte, la atracción electrostática que el oro presenta ahora es menor comparada con la que atracción que tenía antes de la reducción, por lo cual los átomos de bromo a su alrededor se alejan aumentando el tamaño de la micela (recuadro C), lo cual es esencial durante el proceso de crecimiento [43]. Por último, el oro en estado de oxidación  $Au^{+1}$  es muy poco estable, lo cual permite que se continúe el proceso de reducción en presencia de un agente reductor adecuado [3].

El agente reductor encargado de suministrar al oro el electrón faltante es un radical libre, o más específicamente, es el radical formado por la descomposición de la acetona en presencia de luz ultravioleta (recuadro D) [42]. Al igual que el  $Au^{+1}$ , el radical producido también presenta muy poca estabilidad, por lo cual entrega su electrón al átomo metálico para alcanzar el estado de oxidación  $Au^0$  y dar paso a la formación de los primeros núcleos (recuadro E) [35].

A medida que el proceso de reducción continúa, estos primeros núcleos reciben progresivamente a los átomos de oro dando paso a la etapa de crecimiento (recuadro F). Dicho crecimiento tiende a buscar la forma termodinámicamente más estable que corresponde a una nanoesfera, por lo cual se hace necesario adicionar dos reactivos que orienten el crecimiento de la nanopartícula en una única dirección (recuadro G) para conseguir nanobastones de oro [31].

El primero de los reactivos es la plata, la cual se deposita en los planos cristalográficos  $\{110\}$  más rápido que en los planos  $\{100\}$  de la nanopartícula formada [17]. Esta diferencia en la velocidad de deposición conlleva a que los átomos de oro que se añaden a la nanopartícula prefieran ubicarse en los planos  $\{100\}$ , promoviendo el crecimiento en esta dirección [37]. Por otra parte, el segundo reactivo adicionado es el ciclohexano, el cual se ha mostrado eficiente para permitir una mayor flexibilidad a las micelas que toman una forma alargada, facilitando el crecimiento de las nanopartículas en una dirección específica [5].

Finalmente, las nanopartículas terminan el proceso de crecimiento (recuadro H) y son purificadas mediante centrifugación para eliminar el exceso de surfactante y reactivos que se mantienen en la solución. Así, una vez terminado el proceso de purificación se tiene como resultado una suspensión coloidal de nanobastones de oro.

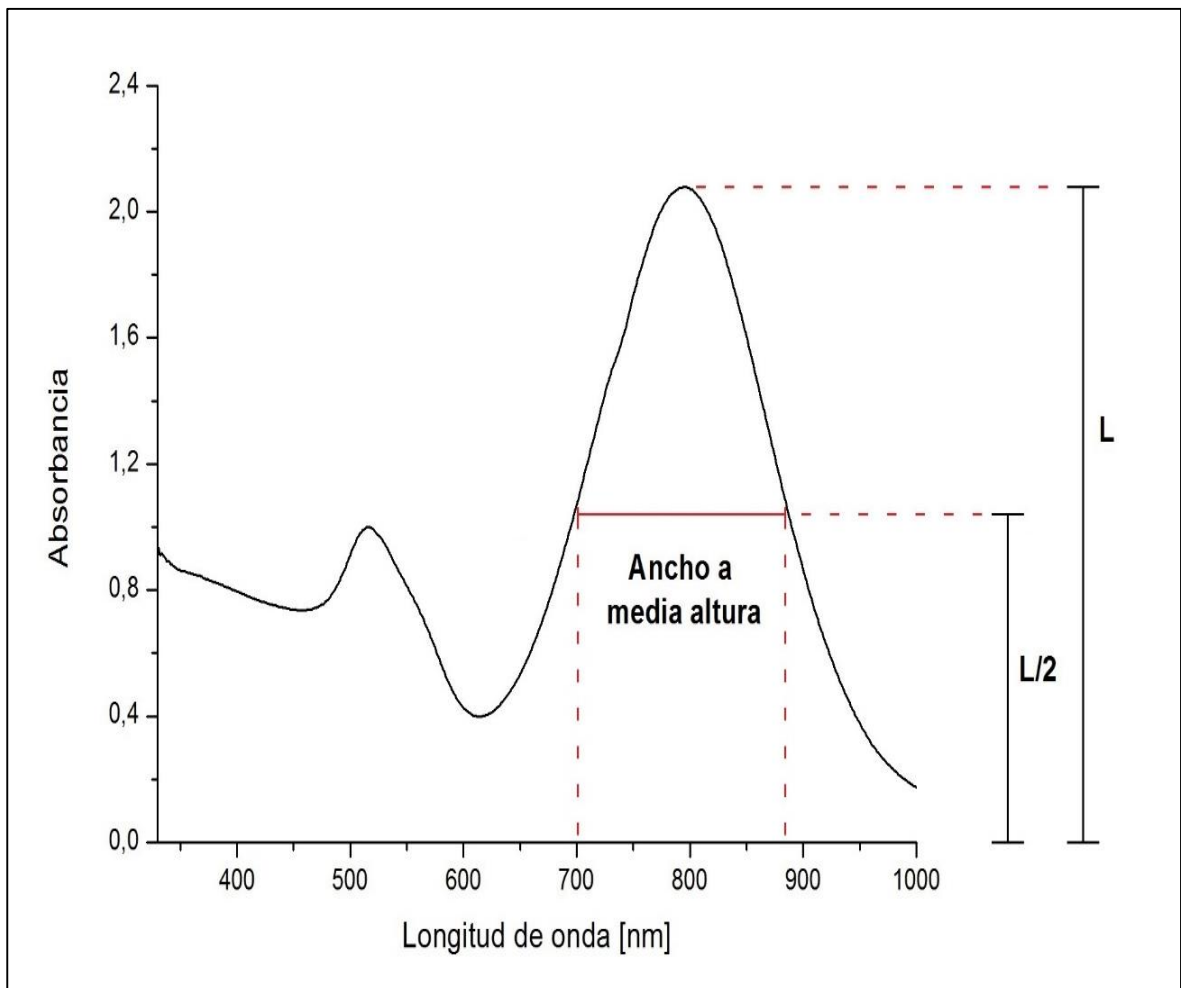
## **ANEXO E. RELACIÓN DE ABSORBANCIAS LONGITUDINAL-TRANSVERSAL Y ANCHO A MEDIA ALTURA**

La relación  $L/T$  es un parámetro adimensional que se determina al dividir la absorbancia en la banda longitudinal entre la absorbancia en la banda transversal, y es una medida de la calidad de las nanopartículas obtenidas: si la relación es baja (menor o ligeramente mayor que 1) significa que el proceso de síntesis produce nanobastones y nanoesferas de oro, con mayor eficiencia en la producción de nanoesferas; por el contrario, una relación alta (cercana a 2 o mayor) indica que la síntesis es altamente eficiente para nanobastones y presenta pocas o ninguna nanopartícula esférica [28].

Por su parte, el ancho a media altura se define como el ancho que presenta la banda longitudinal, medido a un valor de absorbancia igual a la mitad de la absorbancia máxima de dicha banda, como se muestra en la Figura 27 [31]. En otras palabras, para calcular el ancho a media altura se toma la absorbancia máxima de la banda longitudinal, se divide entre 2 y se determina el ancho en longitud de onda que presenta la banda en dicho valor de absorbancia [31].

Este parámetro es una medida de la dispersión que se presenta en el largo de los nanobastones; así, cuando el ancho a media altura es muy grande significa que el largo de los nanobastones se encuentra distribuido en un amplio rango, mientras un valor bajo en el ancho a media altura representa una uniformidad en el largo de los nanobastones de oro [38, 43].

Figura 27. Ancho a media altura para nanobastones de oro.



## ANEXO F. RESULTADOS VARIACIÓN DE pH

Tabla 6. Parámetros de los espectros de absorción para las muestras empleadas en el estudio del efecto del pH.

<b>Nombre</b>	<b>Posición banda transversal [nm]</b>	<b>Posición banda longitudinal [nm]</b>	<b>Relación de absorbancia L/T</b>	<b>Ancho a media altura [nm]</b>
Muestra 1	515	761	1,9438	178
Muestra 2	516	796	2,0778	190
Muestra 3	516	702	1,1883	No presenta
Muestra 4	520	No presenta	No presenta	No presenta

## ANEXO G. RESULTADOS VARIACIÓN CONCENTRACIÓN DE IONES DE ORO

Tabla 7. Parámetros de los espectros de absorción para las muestras empleadas en el estudio del efecto de la concentración de iones de oro.

<b>No. de muestra</b>	<b>Posición banda transversal [nm]</b>	<b>Posición banda longitudinal [nm]</b>	<b>Relación de absorbancia L/T</b>	<b>Ancho a media altura [nm]</b>
Oro-1	516	796	2,0778	190
Oro-2	515	720	1,9941	169
Oro-3	515	639	1,6669	143
Oro-4	522	599	1,1797	No presenta
Oro-5	528	581	1,0508	No presenta

## ANEXO H. RESULTADOS VARIACIÓN DEL TIEMPO DE IRRADIACIÓN

Tabla 8. Parámetros de los espectros de absorción para las muestras empleadas en el estudio del efecto del tiempo de irradiación.

<b>Tiempo [minutos]</b>	<b>Posición banda transversal [nm]</b>	<b>Posición banda longitudinal [nm]</b>	<b>Relación de absorbancia L/T</b>	<b>Ancho a media altura [nm]</b>
05	516	683	1,0333	No presenta
10	517	677	1,5435	No presenta
15	517	668	1,6677	165
20	517	664	1,6838	155
25	517	650	1,6703	147
30	517	649	1,6380	138
35	516	647	1,6440	134
40	516	647	1,6391	134
45	516	644	1,6212	135
50	516	642	1,6043	134
55	515	639	1,5809	135
60	516	640	1,5630	137

**ANEXO I. RESULTADOS VARIACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE NITRATO DE PLATA**

Tabla 9. Parámetros de los espectros de absorción para las muestras empleadas en el estudio del efecto de la concentración de nitrato de plata.

<b>No. de muestra</b>	<b>Posición banda transversal [nm]</b>	<b>Posición banda longitudinal [nm]</b>	<b>Relación de absorbancia L/T</b>	<b>Ancho a media altura [nm]</b>
Plata-1	520	No presenta	No presenta	No presenta
Plata-2	516	647	1,6440	134
Plata-3	512	663	2,0407	135
Plata-4	512	682	2,1107	177
Plata-5	511	704	2,1974	186
Plata-6	512	726	1,6559	238

Tabla 10. Relación entre la posición de la banda longitudinal y la concentración de nitrato de plata.

<b>No. de muestra</b>	<b>Concentración de nitrato de plata [mM]</b>	<b>Posición banda longitudinal [nm]</b>
Plata-2	1,4	647
Plata-3	2,3	663
Plata-4	3,2	682
Plata-5	4,1	704
Plata-6	5,0	726