



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA

Licenciatura en Ingeniería de Materiales

TESIS

**SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE ORO
ESTABILIZADAS CON POLIETILENIMINA Y
EVALUACIÓN DE SU ACTIVIDAD CATALÍTICA**

Que para obtener el título de

Ingeniera de Materiales

PRESENTA

Daniela Maya Hernández

Director

Dr. Jesús García Serrano

Co-Directora

Dra. Nayely Trejo Carbajal

Mineral de la Reforma, Hgo, febrero 2026



Mineral de la Reforma, Hgo., a 21 de enero de 2026

Número de control: ICBI-D/084/2026

Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCÍO ISLAS MALDONADO
DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

Con Título Quinto, Capítulo II, Capítulo V, Artículo 51 Fracción IX del Estatuto General de nuestra Institución, por este medio, le comunico que el Jurado asignado a la egresada de la Licenciatura en Ingeniería de Materiales **Daniela Maya Hernández**, quien presenta el trabajo de titulación **“Síntesis de nanopartículas de oro estabilizadas con polietilenimina y evaluación de su actividad catalítica”**, ha decidido, después de revisar fundamento en lo dispuesto en el Título Tercero, Capítulo I, Artículo 18 Fracción IV; dicho trabajo en la reunión de sinodales, **autorizar la impresión del mismo**, una vez realizadas las correcciones acordadas.

A continuación, firman de conformidad los integrantes del Jurado:

Presidente: Dra. Ana María Herrera González

Secretario: Dra. Nayely Trejo Carbajal

Vocal: Dr. Jesús García Serrano

Suplente: Dra. Mari Carmen Reyes Angeles

Sin otro particular por el momento, reciba un cordial saludo.

Atentamente
“Amor, Orden y Progreso”

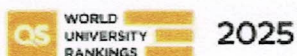
Mtro. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI




GVR/MMM

Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo, México. C.P. 42184
Teléfono: 771 71 720 00 Ext. 40001
direccion_icbi@uaeh.edu.mx, vergara@uaeh.edu.mx

“Amor, Orden y Progreso”



uaeh.edu.mx



El presente trabajo de tesis se llevó a cabo en el **Laboratorio de Nanoestructuras** del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales de la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, bajo la dirección del **Dr. Jesús García Serrano** y de la **Dra. Nayely Trejo Carbajal**.



Dedicatorias

Dedico este presente trabajo a:

A mis padres, Laura y Daniel, por su apoyo incondicional y por creer siempre en mí. Pero, sobre todo, por el amor que me han brindado cada día, y que ha sido la fuerza que me impulsa a seguir luchando por mis sueños. Gracias a ustedes he construido mi carácter, mi camino y mis metas. A mis abuelos, Luz y Gerónimo, por su cariño constante y por motivarme con cada anécdota que comparten. A mi abuelo Margarito, por ser una fuente de inspiración para la elección de esta carrera. A Mariana y a mis sobrinas Erika y Romina, por su amor sincero y por motivarme a ser una mejor persona cada día; ustedes me motivan a convertirme en una persona que pueda ser fuente de inspiración, así como ustedes lo son para mí.

Agradecimientos

A mi director de tesis, el **Dr. Jesús García Serrano**.

Por brindarme la oportunidad de haber trabajado bajo su dirección en la realización de esta tesis, como parte del proceso de titulación de la Licenciatura en Ingeniería de Materiales. Gracias por su confianza, su paciencia y, sobre todo, por los valiosos conocimientos que me permitió adquirir a lo largo de estos dos años de trabajo conjunto.

A mi codirectora, la **Dra. Nayely Trejo Carbajal**.

Por su guía, apoyo y dedicación durante el desarrollo de esta tesis. Su orientación y confianza fueron esenciales para la realización de este trabajo.

A la **Dra. Ana María Herrera González**.

Agradezco sinceramente su disposición, el tiempo que dedicó a la revisión de esta tesis y a resolver dudas, todo su apoyo y, especialmente, por ser una fuente de inspiración a lo largo de este proceso.

A mis sinodales.

Les agradezco profundamente el tiempo dedicado a la revisión de este trabajo, así como sus observaciones y consejos, que fueron fundamentales para la culminación de esta tesis.

A mis amigos: **Marcos, Brandon, Antonio, Arely y Deniss**.

Agradezco profundamente su amistad y cada uno de los momentos que compartimos durante esta etapa tan importante. Sé que fue un camino difícil, pero su compañía y las experiencias que vivimos juntos hicieron que todo fuera más llevadero.

A mis compañeras de laboratorio: **Mariana, Jaqueline, Diana y Nancy**.

Gracias por su compañía a lo largo de estos dos años, por su apoyo constante y por contribuir a que el laboratorio fuera un espacio de trabajo agradable y enriquecedor.



A la **Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo**:

Por haberme recibido en sus aulas y por brindarme los recursos, el acompañamiento y las herramientas necesarios para mi formación académica y la realización de este trabajo de investigación.

Asistencia a eventos académicos

“Estudio microestructural de nanopartículas de oro estabilizadas con polietilenimina mediante difracción de rayos X y microscopía electrónica de transmisión”. Daniela Maya-Hernández, Nancy Vázquez-Canales, Nayely Trejo-Carbajal, Jesús García-Serrano. *XII Congreso Nacional de Cristalografía y II Jornadas Regionales de Cristalografía*. 31 de octubre de 2025, Pachuca de Soto, Hidalgo, México.

RESUMEN.....	IV
INTRODUCCIÓN	V
OBJETIVO GENERAL.....	VII
OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	VII
JUSTIFICACIÓN.....	VIII
CAPÍTULO 1 MARCO TEÓRICO.....	1
1.1 NANOMATERIALES Y NANOTECNOLOGÍA	2
1.1.1 CLASIFICACIÓN DE LOS NANOMATERIALES.....	2
1.2 NANOPARTÍCULAS.....	4
1.2.1 NANOPARTÍCULAS METÁLICAS	4
1.2.2 IMPORTANCIA DEL ORO	4
1.2.3 SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS	6
1.2.4 FORMACIÓN DE NANOPARTÍCULAS POR MÉTODO COLOIDAL.....	7
1.2.4.1 FORMACIÓN DE CÚMULOS	7
1.2.4.2 NUCLEACIÓN.....	8
1.2.4.3 CRECIMIENTO	8
1.2.4.4 ESTABILIZACIÓN.....	9
1.2.4.5 ESTABILIZACIÓN ESTÉRICA	10
1.3 POLÍMEROS.....	11
1.3.1 CLASIFICACIÓN DE LOS POLÍMEROS	11
1.3.2 POLÍMEROS RAMIFICADOS	12
1.4 ESPECTROSCOPIA UV-VIS	12
1.4.1 LEY DE BEER	13
1.4.2 RESONANCIA DE PLASMÓN SUPERFICIAL (SPR)	13
1.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)	14
1.6 DIFRACCIÓN DE RAYOS X (XRD)	15
1.7 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (IR).....	16
1.8 ACTIVIDAD CATALÍTICA.....	17
1.8.1 REACCIÓN DE REDUCCIÓN.....	18
1.8.2 COMPUESTOS NITRO-AROMÁTICOS	18

CAPÍTULO 2 DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	20
2.1 REACTIVOS Y SOLUCIONES	21
2.2 SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS ESFÉRICAS DE AU	21
2.3 PREPARACIÓN DE LAS SOLUCIONES PARA LA EVALUACIÓN CATALÍTICA.....	22
2.4 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN	24
CAPÍTULO 3 RESULTADOS Y DISCUSIONES	26
3.1 FORMACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE AU ESTABILIZADAS CON POLIETILENIMINA	27
3.2 POLIETILENIMINA COMO AGENTE ESTABILIZANTE	31
3.3 CURVA DE VELOCIDAD DE CRECIMIENTO DE LAS AuNPs.....	32
3.4 DETERMINACIÓN DE LA MORFOLOGÍA Y TAMAÑO DE LAS AuNPs	33
3.5 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPÍA INFRARROJO (IR).....	38
3.6 CARACTERIZACIÓN POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)	41
3.7 EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD CATALÍTICA DE LA SOLUCIÓN DE AuNPs.....	44
3.7.1 ACTIVIDAD CATALÍTICA DE LAS AuNPs/PEI PARA LA REDUCCIÓN DE 2-NITROFENOL EN FUNCIÓN DE SU CONCENTRACIÓN.....	45
3.7.2 EFECTO DE LA CONCENTRACIÓN DEL NaBH_4 EN LA ACTIVIDAD CATALÍTICA DE LAS AuNPs/PEI PARA LA REDUCCIÓN 2-NITROFENOL.....	51
3.7.3 EVALUACIÓN DE ACTIVIDAD CATALÍTICA DE LAS AuNPs PARA LA REDUCCIÓN DEL 2- NITROFENOL DURANTE VARIOS CICLOS DE CATÁLISIS	57
3.7.4 EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD CATALÍTICA DE LAS AuNPs/PEI PARA LA REDUCCIÓN 4-NITROFENOL	60
CONCLUSIONES	65
REFERENCIAS	66

Resumen


Las nanopartículas metálicas son de gran interés científico y tecnológico debido a sus excelentes propiedades, que difieren de las de los metales en bulto. Dentro de estas propiedades podemos encontrar efectos ópticos que dan lugar a colores intensos y específicos, que dependen del tamaño y la forma de la nanopartícula. También presentan propiedades eléctricas debido a que los electrones están confinados cuánticamente, lo que altera los niveles de energía y la conducción eléctrica. Entre las propiedades químicas, las nanopartículas metálicas son excelentes catalizadores, ya que, gracias a su tamaño y a la presencia de sitios activos altamente reactivos, actúan como catalizadores eficientes, permitiendo acelerar reacciones químicas con alta selectividad y bajo consumo energético.

En el presente trabajo se reporta la síntesis coloidal de nanopartículas de oro (AuNPs) estables en solución acuosa de polietilenimina (PEI). Las AuNPs fueron caracterizadas mediante espectroscopía ultravioleta-visible (UV-Vis), microscopía electrónica de transmisión (TEM) y difracción de rayos X (XRD) para determinar su morfología, tamaño y estructura cristalina. Además, para estudiar la interacción entre las AuNPs y la PEI se utilizó la espectroscopía infrarroja (IR). Finalmente, las AuNPs estabilizadas con PEI fueron evaluadas como catalizador de la reacción de reducción de los compuestos nitroaromáticos 2-nitrofenol (2-NF) y 4-nitrofenol (4-NF). Los resultados de TEM y UV-Vis revelaron la obtención de AuNPs con morfología cuasi-esférica y tamaños entre 2 y 22 nm, que se mantuvieron estables en solución coloidal durante varios meses. Los patrones de XRD mostraron que las AuNPs presentan una estructura cúbica centrada en las caras. De acuerdo con los espectros IR, la principal interacción entre las AuNPs y la PEI se establece a través de los grupos amina de la PEI, lo que indica que dichas interacciones, junto con el alto peso molecular y la estructura ramificada de la PEI, permiten una estabilización eficiente de las AuNPs. El estudio de la actividad catalítica de las AuNPs para la reducción de 2-NF y 4-NF en solución acuosa a temperatura ambiente reveló que las AuNPs son más eficientes para la reducción de 4-NF, logrando reducir el 98.59 % de las moléculas de 4-NF de una solución con concentración 3 mM en un tiempo de 5 minutos, además de mantener un porcentaje de conversión mayor al 90 % durante cuatro ciclos de catálisis. Mientras que la eficiencia de reducción de 2-NF (3 mM) durante el primer ciclo fue del 95.17 % en 7 minutos y 30 segundos.

Introducción

La nanotecnología es una rama de la ciencia y de la ingeniería que estudia el comportamiento, el diseño y la manipulación de materiales a escala nanométrica (10^{-9} m), es decir, entre una escala de 1 y 100 nm. Los nanomateriales son el objeto de estudio y de aplicación de la nanotecnología; se caracterizan por presentar propiedades físicas y químicas distintas a las de sus contrapartes a escala macroscópica. Los nanomateriales pueden clasificarse en función de su composición química en: nanomateriales formados por metales, nanomateriales basados en carbono, nanomateriales inorgánicos y nanomateriales orgánicos; también pueden clasificarse según su número de dimensiones: 0D, 1D, 2D y 3D. Las propiedades emergentes de los nanomateriales han permitido el desarrollo de soluciones innovadoras en áreas como la catálisis, la medicina, la energía y la electrónica. Un tipo particularmente importante de nanomaterial son las nanopartículas; las nanopartículas metálicas, en particular, han cobrado gran relevancia en la investigación científica y tecnológica debido a sus propiedades ópticas, eléctricas, térmicas y, especialmente, catalíticas, que emergen a escala nanométrica. Estas propiedades dependen del tamaño, la forma, la estructura y la composición química de las partículas, lo que permite diseñar sistemas funcionales para aplicaciones en catálisis, medicina, energía y medio ambiente. Existen diferentes métodos de síntesis de nanopartículas; entre ellos, uno de los más utilizados es el método coloidal, que consiste en la formación de una dispersión de partículas muy pequeñas, de tamaño nanométrico, en un medio líquido. Este método permite obtener nanopartículas estables y de tamaño homogéneo mediante precursores metálicos, agentes reductores y estabilizantes.

Un factor clave en el estudio y la síntesis de nanopartículas es el control de su tamaño, composición y morfología, ya que estas características influyen directamente en sus propiedades físicas y químicas. Para lograr este control se utilizan diferentes métodos de caracterización como lo son la espectroscopia UV-Vis que permite determinar la forma, el tamaño y la composición de las nanopartículas, por otro lado la microscopia electrónica de transmisión permite conocer la morfología y el tamaño de las nanopartículas, la difracción de rayos X proporciona la estructura cristalina y por último la espectroscopia infrarrojo que aporta información sobre las interacciones químicas entre las nanopartículas y grupos funcionales de otros compuestos presentes en el sistema, como pueden ser los polímeros u otros agentes estabilizantes.



La catálisis es un proceso esencial en la industria y la investigación científica, y el uso de nanopartículas metálicas ha revolucionado este campo gracias a sus propiedades únicas. Las nanopartículas de oro, en particular, han demostrado ser catalizadores altamente eficientes en diversas reacciones químicas, a pesar de que el oro en bulto es químicamente inerte. Esta reactividad emergente se debe a su elevada área superficial, a sus propiedades electrónicas modificadas y a la presencia de sitios activos altamente energéticos. Gracias a estas características, las nanopartículas de oro se han convertido en una herramienta valiosa en el campo de la catálisis.

Objetivo general

Sintetizar nanopartículas de oro estables en solución acuosa de polietilenimina para evaluar su desempeño como catalizador de la reducción de compuestos nitroaromáticos

Objetivos específicos

- ❖ Sintetizar nanopartículas de Au mediante el método coloidal utilizando la polietilenimina como agente reductor y estabilizante.
- ❖ Caracterizar las nanopartículas de Au mediante las técnicas de espectroscopía UV-Vis, microscopía electrónica de transmisión, difracción de rayos X y espectroscopía infrarroja, para determinar su tamaño, forma, estructura cristalina, estabilidad coloidal y las interacciones químicas con la polietilenimina.
- ❖ Evaluar la actividad catalítica de las nanopartículas de Au estabilizadas con polietilenimina en la reducción de los compuestos nitroaromáticos, 2-nitrofenol y 4-nitrofenol, bajo condiciones de reacción controladas.

Justificación

Las nanopartículas metálicas, en particular las de Au, han cobrado gran relevancia en el campo de la catálisis debido a sus propiedades únicas a escala nanométrica, como su alta relación superficie-volumen, la presencia de sitios activos en la superficie y sus propiedades electrónicas. Estas características permiten que las nanopartículas de Au actúen como catalizadores altamente eficientes en diversas reacciones, incluida la reducción de compuestos nitroaromáticos, que constituyen un grupo importante de contaminantes orgánicos presentes en efluentes industriales. Sin embargo, una de las principales limitaciones en la aplicación práctica de estas nanopartículas es su tendencia a aglomerarse, lo que reduce su estabilidad coloidal y su efectividad catalítica. Para evitar este problema, es necesario utilizar agentes estabilizantes adecuados que permitan mantener las nanopartículas bien dispersas en solución sin comprometer su actividad. En este contexto, el uso de PEI como estabilizante constituye una estrategia efectiva y versátil. La PEI es un polímero que, debido a su estructura ramificada y a su alta densidad de grupos amina, puede interactuar fuertemente con la superficie de las nanopartículas metálicas, estabilizándolas mediante repulsión electrostática y efectos estéricos.

Por lo tanto, la síntesis de nanopartículas de Au estabilizadas con PEI no solo permite controlar su tamaño y morfología, sino que también mejora su estabilidad coloidal y facilita su aplicación como catalizadores eficientes en procesos de reducción química. Esta investigación busca contribuir al desarrollo de nanomateriales funcionales con potencial para la remediación ambiental, en particular para transformar compuestos tóxicos, como los nitroaromáticos, en productos menos nocivos.



Capítulo 1

Marco

Teórico

Capítulo 1

En este capítulo se presentan los conceptos teóricos básicos necesarios para comprender el trabajo de tesis; también se presentan algunos de los antecedentes relevantes de la síntesis de nanopartículas metálicas.

1.1 Nanomateriales y Nanotecnología

Según la Organización Internacional de Normalización (ISO), un nanomaterial es “un material con cualquier dimensión externa en la nanoescala (nanoobjeto) o que tiene una estructura interna o superficial en la nanoescala (material nanoestructurado)” [1]. Por ello, se define como nanomateriales a aquellos que presentan estructuras de dimensiones entre 1 y 100 nm. Los materiales con dimensiones en la nanoescala pueden mostrar, de forma súbita, propiedades muy diferentes a las que exhiben a escala macroscópica, lo que posibilita aplicaciones únicas. Por ejemplo, materiales como el oro, químicamente inerte a escala normal, actúan como catalizadores a escala nanométrica. Por otro lado, la nanociencia es la ciencia que estudia el diseño, la síntesis, las propiedades y el comportamiento de la materia a escala nanométrica. De acuerdo con la misma ISO, la nanotecnología es la “aplicación del conocimiento científico para manipular y controlar la materia predominantemente a escala nanométrica, con el fin de aprovechar las propiedades y fenómenos relacionados con su tamaño y estructura, a diferencia de los asociados a átomos o moléculas individuales o a materiales a granel” [1].

1.1.1 Clasificación de los nanomateriales

De acuerdo con su composición química, los nanomateriales se clasifican en los siguientes grupos: metales y óxidos metálicos, inorgánicos no metálicos, basados en carbono y orgánicos.

- ❖ Los nanomateriales formados por metales como Au, Ag, Cu, Pt, Fe y Ni; así como óxidos metálicos como ZnO, TiO₂, Fe₃O₄, CeO₂ y CuO, son comúnmente utilizados en productos de consumo. Generalmente, presentan partículas de forma esférica o irregular, con una amplia distribución de tamaños.
- ❖ Los nanomateriales basados en carbono, particularmente nanotubos de carbono, fullerenos, nanodiamantes y nanoplacas bidimensionales como el grafeno y el óxido de grafeno; se utilizan cada vez más en diversas aplicaciones.

- ❖ Los nanomateriales inorgánicos, que no contienen metales, incluyen nanocristales semiconductores y aluminosilicatos como zeolitas y arcillas.
- ❖ Los nanomateriales orgánicos incluyen polímeros, dendrímeros y estructuras sintéticas o naturales autoensambladas.

Los nanomateriales también pueden ser clasificados en función del número de dimensiones en las que la estructura tenga carácter nanométrico, en la *Figura 1.1* se representa cada uno de los nanomateriales de esta clasificación. Con base en la ISO se estableció una metodología para la clasificación y categorización de los nanomateriales; la clasificación con base en el número de dimensiones es la siguiente [1]:

- ❖ Nanomateriales de dimensión cero (0D): los nanomateriales de esta clase tienen sus tres dimensiones en el rango de la nanoescala. Algunos ejemplos son los puntos cuánticos, los fullerenos y las nanopartículas.
- ❖ Nanomateriales unidimensionales (1D): estos nanomateriales tienen una dimensión fuera de la nanoescala y dos dimensiones dentro de la nanoescala. Algunos ejemplos son nanotubos, nanofibras, nanobarras, nanocables, nanoalambres y nanocuernos.
- ❖ Nanomateriales bidimensionales (2D): los nanomateriales de esta clase tienen dos dimensiones fuera de la nanoescala y una se mantiene en el rango nanométrico. Algunos ejemplos son las nanohojas, las nanopelículas y las nanocapas.
- ❖ Nanomateriales tridimensionales (3D): esta clase comprende materiales compuestos por unidades estructurales de dimensiones nanométricas, organizadas en una red tridimensional continua. Comprende matrices sólidas, como polvos nanométricos a granel, medios dispersos de nanopartículas coloidales y sistemas unidimensionales organizados mediante nanocables y nanotubos.

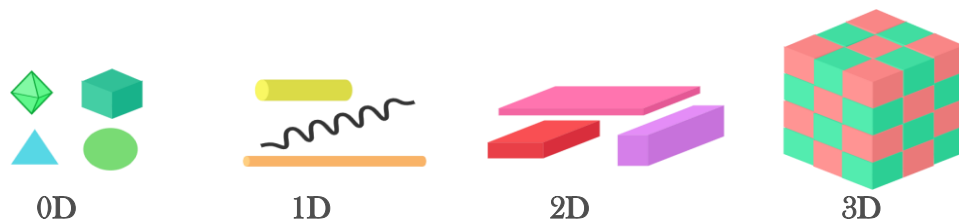


Figura 1.1. Esquema de la clasificación de los nanomateriales según el número de dimensiones en la escala nanométrica. (Imagen propia)

1.2 Nanopartículas

Las nanopartículas (NPs) son estructuras extremadamente pequeñas, con dimensiones inferiores a 100 nm (equivalentes a 1×10^{-7} metros), que pueden obtenerse a partir de diversos materiales, entre ellos los metales. Debido a su tamaño reducido, su visualización requiere el uso de microscopios de alta resolución, como el microscopio electrónico de barrido o el de transmisión. Actualmente, su uso se ha vuelto común en productos de uso cotidiano: se integran en prendas deportivas para neutralizar olores, en protectores solares para bloquear la radiación UV y tienen aplicaciones en las industrias de la construcción y la automotriz [2].

1.2.1 Nanopartículas metálicas

Las nanopartículas metálicas son partículas formadas por átomos de metales, principalmente de metales nobles como Au y Ag, entre otros. Estas poseen propiedades dominadas por efectos cuánticos y por la reactividad superficial, lo que les permite emplearlas como catalizadores.

1.2.2 Importancia del oro

Aunque hoy en día las nanopartículas de oro son ampliamente estudiadas por sus aplicaciones en medicina, catálisis y nanotecnología, su uso se remonta a tiempos antiguos, cuando aún no se comprendía su naturaleza nanométrica. Un ejemplo notable es la Copa de Licurgo, una pieza del siglo IV d.C. expuesta en el Museo Británico, famosa por su efecto óptico: cambia de color entre verde y rojo según la dirección de la luz. Este efecto se debe a la presencia de nanopartículas de oro y plata, aunque en ese momento se empleaban con fines decorativos.

Técnicas similares se aplicaron siglos después en la fabricación de vitrales de iglesias y catedrales medievales, donde la incorporación de metales como oro, plata, cobre, manganeso o cromo permitía obtener una amplia gama de colores. Sin saberlo, los artesanos estaban manipulando propiedades ópticas derivadas del comportamiento a escala nanométrica.

El verdadero entendimiento científico de estas propiedades comenzó en el siglo XIX. En 1847, el físico y químico británico Michael Faraday identificó que los colores observados en algunas soluciones metálicas se debían a partículas extremadamente pequeñas, hoy conocidas como nanopartículas. Su investigación se centró principalmente en los coloides de oro, aunque también estudió otros metales como plata, zinc, estaño y platino. En 1856, Faraday logró sintetizar oro coloidal mediante la reducción de HAuCl_4 con fosfina, observando que las partículas suspendidas en agua presentaban colores intensos y característicos. A este fenómeno

lo denominó "metal dividido", atribuyéndolo a la dispersión y la absorción de la luz, aunque el concepto moderno de plasmones de superficie aún no existía. Esta síntesis controlada de nanopartículas se considera uno de los hitos fundacionales de la nanociencia moderna. Curiosamente, las suspensiones preparadas por Faraday aún se conservan en The Royal Institution de Londres, más de 150 años después de su creación [3].



Figura 1.2 Solución coloidal de oro sintetizada por Michael Faraday [3].

Casi 100 años después, en 1951, John Turkevich y su equipo desarrollaron un método más sistemático y reproducible para la síntesis de AuNPs. Su técnica, conocida como el método de Turkevich, consiste en calentar una solución de HAuCl_4 y añadir citrato de sodio como agente reductor y estabilizante. Este proceso da lugar a partículas esféricas de entre 10 y 20 nm. Gracias a su simplicidad, bajo costo y buena reproducibilidad, este método sigue siendo ampliamente utilizado [4]. Posteriormente, en 1994, Brust y colaboradores [5] introdujeron una metodología alternativa para sintetizar AuNPs en medios orgánicos. Su técnica utiliza un sistema de transferencia de fase, en el que los iones de oro se trasladan de una fase acuosa a otra orgánica mediante bromuro de tetraoctilamonio, y luego son reducidos con NaBH_4 en presencia de tioles alifáticos, que actúan como estabilizantes. Este método permite un control más preciso del tamaño (entre 1 y 5 nm) y una mayor estabilidad en condiciones no acuosas, lo que resulta ideal para aplicaciones en biomedicina, catálisis y nanotecnología molecular.

Estos avances históricos han sentado las bases del campo de la nanotecnología basada en metales nobles y han permitido desarrollar estrategias cada vez más precisas para controlar el tamaño, la forma, la funcionalización y el comportamiento óptico.

1.2.3 Síntesis de nanopartículas

La síntesis de NPs puede realizarse mediante diversos métodos, cada uno con características específicas en cuanto al control del tamaño, la forma y la estabilidad. Estos métodos se agrupan generalmente en dos grandes enfoques:

- ❖ **Métodos "Top-Down":** Los enfoques descendentes para la síntesis de nanomateriales incluyen técnicas de naturaleza mecánica y química. Estos métodos se basan en la reducción de materiales a granel hasta escalas nanométricas, mediante procesos como la atrición, el fresado y el grabado, con el fin de obtener nanopartículas mediante la desintegración controlada del material original [6].
- ❖ **Métodos "Bottom-Up":** Los enfoques ascendentes utilizan átomos y moléculas como unidades fundamentales para construir nanoestructuras complejas. Una estrategia representativa de este enfoque es el autoensamblaje molecular e iónico, en el que se emplean fuerzas químicas o físicas para organizar espontáneamente bloques de construcción individuales en estructuras de mayor orden. Este proceso se basa en interacciones no covalentes, tales como enlaces de hidrógeno, interacciones iónicas, fuerzas de van der Waals y enlaces de hidrógeno mediados por moléculas de agua [6].

Cada enfoque abarca una variedad de técnicas específicas con distintos principios de funcionamiento, niveles de complejidad experimental y grados de control estructural. En la *Tabla 1.1*, se describen las principales técnicas empleadas en ambos enfoques.

Tabla 1.1 Clasificación de las técnicas utilizadas para la síntesis de nanopartículas [7][8].

Enfoque	Técnica	Principio General
<i>Enfoque descendente</i>	Molienda Mecánica	Reducción mecánica por colisión de partículas
	Litografía	Grabado de patrones en superficies
	Grabado químico o físico	Eliminación controlada de material mediante reactivos o plasma
	Exfoliación mecánica	Separación de capas de materiales laminares
	Ablación láser	Remoción de material mediante pulsos láser
<i>Enfoque ascendente</i>	Coloidal	Reducción de precursores metálicos en solución
	Co-precipitación	Formación de nanopartículas por saturación y nucleación
	Sol-gel	Transición de sol a gel y posterior calcinación
	Hidrotermal /solvotermal	Reacciones en autoclave a alta presión y temperatura
	Autoensamblaje molecular	Organización espontánea mediante fuerzas no covalentes

	Deposición química de vapor (CVD) / Deposición física de vapor (PVD)	Deposición en fase vapor sobre sustrato
	Síntesis verde / biológica	Uso de extractos naturales o microorganismos

1.2.4 Formación de nanopartículas por método coloidal

El método coloidal es uno de los métodos más comunes de producción de nanomateriales de oro debido a su simplicidad, control sobre el tamaño y la forma, y la posibilidad de obtener una dispersión estable en soluciones acuosas. Los coloides consisten en partículas individuales que son mayores que los átomos, pero lo suficientemente pequeñas como para mostrar movimiento browniano. Cuando las partículas son lo suficientemente pequeñas como para considerarse coloides, su movimiento irregular en la suspensión líquida se debe a las colisiones continuas con las moléculas de la sustancia dispersante, en movimiento térmico [9]. Este tipo de partículas, en una solución coloidal, generalmente tiene un tamaño en el rango de nanómetros, lo que hace que el método coloidal sea una opción eficiente para la producción de nanopartículas (*Figura 1.3*) [10].

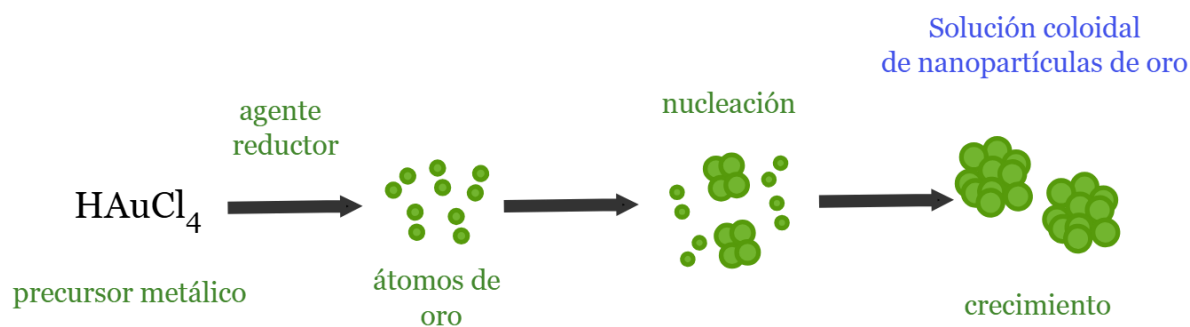


Figura 1.3 Esquema de la síntesis de AuNPs por el método coloidal. (Imagen propia)

1.2.4.1 Formación de cúmulos

La formación de cúmulos constituye una etapa crítica en el proceso de síntesis de nanopartículas. Tras alcanzarse la sobresaturación de la solución, los átomos de oro elemental (Au^0), generados por la reducción química de precursores como HAuCl_4 , comienzan a agruparse en pequeñas entidades atómicas conocidas como cúmulos o clústeres [11], que son agregados de átomos que contienen unos pocos a miles de ellos.

1.2.4.2 Nucleación

La nucleación es una etapa importante del método coloidal, que ocurre después de que los cúmulos crecen bajo condiciones controladas, formando especies de tamaño crítico mayor, llamadas núcleos. En general, la nucleación puede ser de dos tipos, como se explica en la *Tabla 1.2*.

Tabla 1.2. Tipos de nucleación según su naturaleza [12].

Homogénea	En la nucleación homogénea, los núcleos se forman espontáneamente en una solución pura, cuando la reducción total de la energía libre lo permite. Inicialmente, la energía libre total aumenta hasta que el núcleo alcanza un tamaño crítico, a partir del cual su crecimiento se vuelve termodinámicamente favorable.
Heterogénea	La nucleación heterogénea implica una ventaja energética significativa, ya que los núcleos se originan sobre irregularidades estructurales preexistentes, como impurezas, defectos o límites de grano, lo que disminuye la barrera de energía requerida para su formación.

1.2.4.3 Crecimiento

En esta etapa de la síntesis de nanopartículas mediante el método coloidal, se observa que, a medida que se forman los núcleos, los átomos metálicos adicionales, producidos por la reducción de más iones metálicos, se incorporan a dichos núcleos en el medio coloidal. Por lo tanto, es crucial la presencia de estabilizantes que prevengan la aglomeración o el crecimiento excesivo de las nanopartículas, lo que permite obtener el tamaño y la forma deseados. Este crecimiento puede darse mediante diferentes mecanismos que definen la morfología y dispersión final de las nanopartículas [13]:

- ❖ **Crecimiento por adición de átomos (crecimiento difusional):** Este mecanismo se basa en la incorporación de átomos libres (Au^0) desde la solución hasta la superficie de los núcleos preexistentes, lo que promueve un crecimiento uniforme y controlado. Se obtienen nanopartículas bien definidas y monodispersas, especialmente cuando se utilizan surfactantes que estabilizan la superficie y regulan la deposición atómica.
- ❖ **Crecimiento por coalescencia:** En etapas tempranas del crecimiento, los núcleos pequeños pueden fusionarse entre sí, generando rápidamente nanopartículas de mayor tamaño. Este mecanismo produce inicialmente partículas policristalinas antes de que

se reorganice su estructura interna. Se observa con frecuencia cuando la estabilización es insuficiente.

- ❖ **Maduración Ostwald:** En etapas más avanzadas, se observa un mecanismo lento y termodinámicamente impulsado, denominado maduración Ostwald, en el que las nanopartículas más pequeñas —menos estables— se disuelven y sus átomos migran hacia las más grandes. Esto favorece una distribución más uniforme del tamaño de partícula a lo largo del tiempo.

1.2.4.4 Estabilización

Uno de los aspectos fundamentales del método coloidal es el mecanismo de estabilización de las nanopartículas metálicas en el medio dispersante. A nivel nanométrico, estas partículas presentan una elevada tendencia a la aglomeración o agregación, debido a la acción de fuerzas atractivas de corto alcance, como las fuerzas de van der Waals, las interacciones electrostáticas o, en algunos casos, las interacciones magnéticas. En ausencia de mecanismos de repulsión eficaces, estas interacciones favorecen procesos de coalescencia y la pérdida de estabilidad coloidal [13]. La estabilización de nanopartículas mediante diversos agentes de recubrimiento puede dividirse en tres categorías: estabilización estérica, electrostática y unificación de ambas [14].

- ❖ **Estabilización electrostática:** La estabilización electrostática se basa en la formación de una doble capa eléctrica alrededor de las nanopartículas, generada por la acción de compuestos iónicos que inducen fuerzas tanto atractivas como repulsivas entre las partículas. Entre los iones comúnmente involucrados se encuentran polioxianiones, carboxilatos y fluoruros, que se adsorben en la superficie de las nanopartículas. Este mecanismo de repulsión electrostática previene la aglomeración en fase coloidal, favoreciendo la dispersión y la estabilidad del sistema. Su eficacia puede regularse mediante el ajuste de variables clave, como el pH, la concentración de iones y la temperatura del medio.
- ❖ **Estabilización estérica:** Este tipo de estabilización se logra mediante la adsorción de agentes estabilizantes con grupos funcionales específicos, como grupos hidroxilo, grupos amina, grupos amida, ácido sulfónico [15], ácido arsónico [16], ácido borónico y ácido carboxílico [17]. Varios surfactantes no iónicos y diversos oligómeros o

polímeros se adhieren a la superficie de las nanopartículas y proporcionan un escudo espacial efectivo contra la interacción entre ellas.

- ❖ **Estabilización electroestérica:** La estabilización electroestérica combina los mecanismos de estabilización electrostática y estérica para mantener la estabilidad coloidal de las nanopartículas metálicas en solución. Este tipo de estabilización se logra mediante el uso de polielectrolitos o surfactantes poliméricos que integran en una misma molécula una cabeza polar cargada, que genera una doble capa eléctrica, y cadenas laterales o terminales extendidas, responsables de la repulsión estérica. La acción conjunta de estas dos fuerzas evita la aglomeración de las nanopartículas y promueve una dispersión estable y duradera mediante un mecanismo de estabilización sinérgico.

1.2.4.5 Estabilización estérica

El término estérico se refiere a la disposición tridimensional de los átomos en una molécula, lo cual está directamente relacionado con el concepto del espacio o volumen de átomos y grupos funcionales. En el contexto de las dispersiones coloidales, la estabilización estérica implica la modificación de la superficie de las partículas mediante la adsorción o el injerto de moléculas — generalmente polímeros o tensioactivos— que se extienden desde la superficie de las partículas hacia la fase continua. Estas cadenas moleculares forman una barrera física que impide que otras nanopartículas se acerquen lo suficiente como para que actúen las fuerzas atractivas de corto alcance, como las de Van der Waals [18]. De esta manera, la capa estérica reduce significativamente las probabilidades de agregación y sedimentación, manteniendo la estabilidad de la dispersión coloidal (*Figura 1.4*).

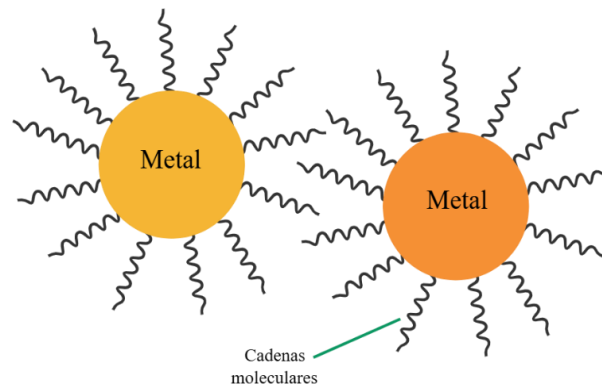


Figura 1.4 Representación de la estabilización estérica en nanopartículas (Imagen propia)

1.3 Polímeros

Los polímeros son macromoléculas compuestas por la repetición de unidades químicas más pequeñas llamadas monómeros. Estas unidades se enlazan entre sí mediante un proceso químico conocido como polimerización, dando lugar a cadenas de gran tamaño y alto peso molecular. La estructura resultante presenta una disposición regular de unidades repetitivas, conocidas como unidades constitucionales repetitivas o monoméricas [19]. La importancia de los polímeros en la ciencia de los materiales es amplia y transversal a múltiples sectores industriales. Gracias a su estructura molecular adaptable y sus propiedades versátiles, los polímeros han revolucionado la forma en que se diseñan, fabrican y aplican materiales en áreas tan diversas como la medicina, la electrónica, la construcción, la industria aeroespacial y, especialmente, la nanotecnología. Su versatilidad, ligereza, facilidad de procesamiento y capacidad para ser funcionalizados los posicionan como componentes clave en el desarrollo de materiales avanzados. En el ámbito de la nanotecnología, los polímeros desempeñan un papel crucial en la síntesis y estabilización de nanopartículas. Su capacidad para controlar el tamaño, la forma, la dispersión y la funcionalización superficial de estas partículas las convierte en herramientas fundamentales para el diseño de nanomateriales con propiedades específicas.

1.3.1 Clasificación de los polímeros

Los polímeros pueden clasificarse en diversas categorías según distintos criterios. Estas clasificaciones se basan en su origen, su estructura molecular, su composición química, su comportamiento térmico y el tipo de aplicación para el que están destinados (*Tabla 1.3*).

Tabla 1.3 Clasificación de los polímeros.

Origen	Naturales Son todos aquellos que se encuentran en la naturaleza, como el caucho, la celulosa, el almidón, etc.	Sintéticos Son los fabricados por el ser humano a partir de compuestos químicos, por ejemplo: poliéster, polietileno, etc.	Semisintéticos Se trata de polímeros de origen natural que han sido sometidos a modificaciones en laboratorio.
Estructura molecular	Lineal Cadenas largas sin ramificaciones.	Ramificado Cadenas con ramificaciones laterales	Entrecruzado Cadenas entrecruzadas, formando redes.
Composición química	Homopolímeros Formados por un único tipo de monómero.		Copolímeros Formados por dos o más tipos de monómeros.
Comportamiento térmico	Termoplástico Se ablandan con el calor y pueden	Termoestable Una vez moldeados, no se pueden volver a	Elastómero Son polímeros con la capacidad de enlogarse

	moldearse varias veces.	reformular.	al menos 100 veces su tamaño inicial
Relación Costo/Producción	Commodities (de uso general) Bajo costo, fácil procesamiento, propiedades mecánicas moderadas. Alta Producción	Polímeros de ingeniería Mejores propiedades mecánicas, térmicas y químicas que los commodities. Mediana Producción	Polímeros especializados Resistencia extrema al calor, productos químicos y esfuerzos mecánicos. Poca Producción

1.3.2 Polímeros Ramificados

En el caso de los polímeros ramificados, las cadenas laterales, o ramificaciones, suelen estar dispuestas aleatoriamente y pueden ser de cadena corta o larga (cuando contienen más de 10 átomos, típicamente de carbono) [20]. Estas ramificaciones tienen una influencia significativa en el grado de orden estructural que puede alcanzar el material, lo que afecta su semicristalinidad, densidad y propiedades mecánicas. En los polímeros lineales y ramificados, las macromoléculas están unidas entre sí principalmente por fuerzas intermoleculares, como fuerzas de Van der Waals o enlaces de hidrógeno. A medida que las cadenas laterales se vuelven más largas y voluminosas, estas fuerzas se debilitan, lo que da lugar a materiales más blandos y elásticos que los polímeros lineales. Tanto los polímeros lineales como los ramificados pertenecen al grupo de los termoplásticos, ya que se ablandan o se funden al calentarse y, al enfriarse, retornan a un estado sólido sin alterar su estructura química. Esta característica permite moldearlos repetidamente mediante procesos térmicos, lo cual resulta muy útil en aplicaciones industriales [21]. La relación entre los polímeros ramificados y la síntesis de nanopartículas se basa en las propiedades únicas de estos polímeros para la formación, estabilización y funcionalización de las nanopartículas. Gracias a su estructura tridimensional y la abundancia de grupos funcionales en sus cadenas laterales, pueden recubrir las nanopartículas, evitar su aglomeración y proporcionar estabilidad coloidal. Un ejemplo destacado es la polietilimina (PEI) ramificada, un polímero catiónico con grupos amina primaria, secundaria y terciaria distribuidos a lo largo de su cadena.

1.4 Espectroscopía UV-Vis

La espectroscopía UV-Vis se basa en la absorción de radiación electromagnética por átomos o grupos funcionales, lo que provoca transiciones electrónicas entre niveles de energía discretos. Este tipo de espectroscopía abarca las regiones del ultravioleta (190–400 nm) y del visible (400–

700 nm) del espectro electromagnético. En el caso de las nanopartículas, la absorción de luz está estrechamente relacionada con sus propiedades ópticas, que dependen de factores como el tamaño, la forma, la composición y el entorno en el que se encuentran [22].

1.4.1 Ley de Beer

La ley de Beer-Lambert describe la relación entre la absorbancia (A) y la concentración (C) de una muestra mediante el coeficiente de extinción molar (ϵ) y la longitud del camino óptico (l). Esta ley establece que la absorbancia es directamente proporcional a la concentración de la sustancia y a la distancia que recorre la luz a través de la muestra [22]. Las mediciones de absorción pueden realizarse a una sola longitud de onda o en un rango espectral más amplio. La transmitancia de la luz medida se convierte en absorbancia mediante la ecuación de la ley de Beer-Lambert, donde la absorbancia se define como el logaritmo de la razón entre la potencia de la radiación incidente (P_0) y la potencia de la radiación transmitida (P) a través de la muestra. (Figura 1.5).

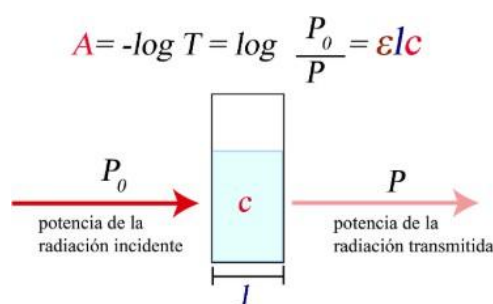


Figura 1.5 Esquema de la ley de Beer-Lambert. (Imagen de BioCienciasmastecnología)

1.4.2 Resonancia de Plasmón Superficial (SPR)

Cuando la luz visible incide sobre nanopartículas metálicas, como las de oro o plata, puede inducir una oscilación colectiva coherente de los electrones libres en la superficie de dichas partículas. Este fenómeno, conocido como resonancia de plasmón superficial (SPR), ocurre cuando la frecuencia de la radiación incidente coincide con la frecuencia natural de oscilación de los electrones de conducción, como se muestra en la *Figura 1.6* [23]. Esta interacción da lugar a una absorción intensa de luz a una longitud de onda específica, que depende del tamaño, la forma, la composición química de las nanopartículas, así como del índice de refracción del medio circundante.

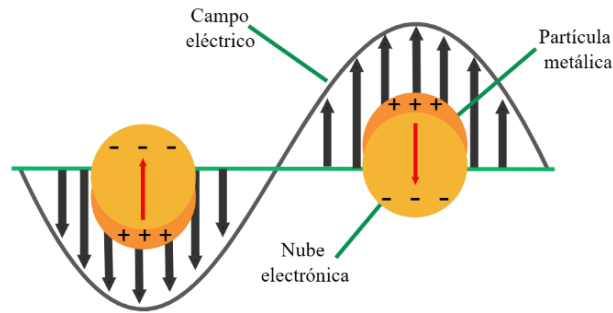


Figura 1.6. Esquema de la resonancia de plasmón superficial. (Imagen propia)

1.5 Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)

Para observar las nanopartículas se requieren microscopios de alta resolución, como el SEM o el TEM. El TEM utiliza un haz de electrones en lugar de luz para iluminar la muestra. Estos electrones tienen longitudes de onda mucho más cortas que la luz visible, lo que permite una resolución mucho mayor, en el orden de nanómetros, e incluso menos. Los electrones atraviesan una muestra muy fina, generalmente de unos pocos nanómetros, y luego se enfocan en una pantalla o en un detector (Figura 1.7). De esta forma, el TEM puede producir imágenes extremadamente detalladas de la estructura interna de las nanopartículas [24].

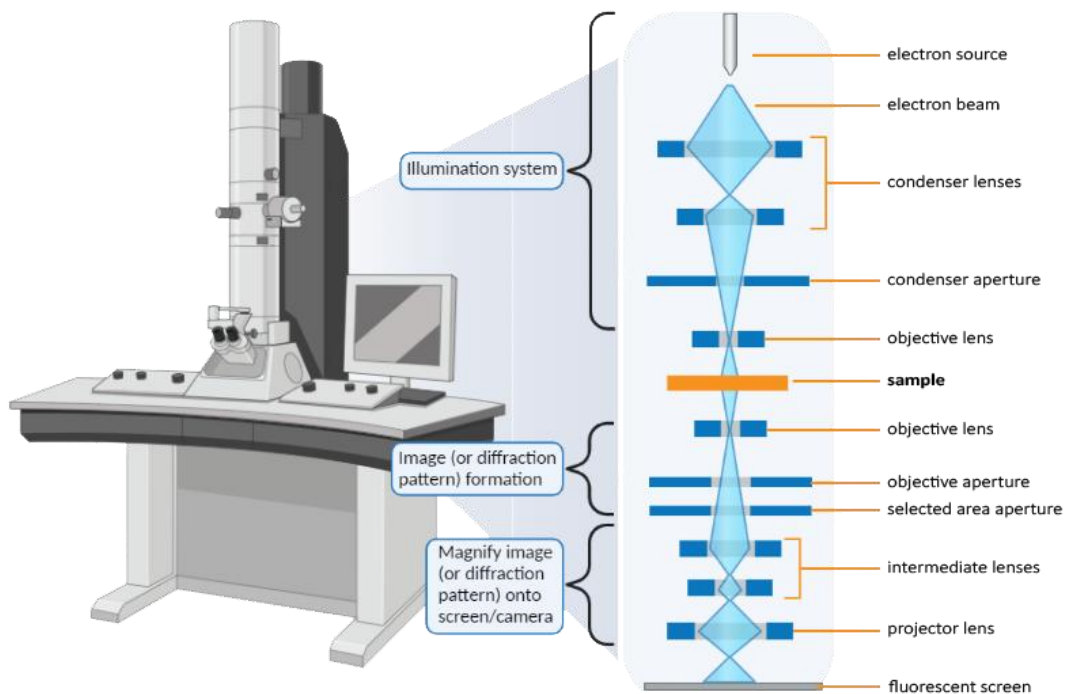


Figura 1.7 Esquema de los componentes de un microscopio electrónico de transmisión. (Ilustración de nanoScience Instruments)

Es una de las mejores técnicas para medir el tamaño y la distribución de tamaños, analizar la morfología interna, estudiar la estructura cristalina de las nanopartículas y analizar fenómenos como la orientación cristalina, los límites de grano o los defectos cristalinos. La microscopía electrónica de transmisión proporciona varios tipos de imágenes (*Tabla 1.5*), cada una con funciones específicas para el análisis de nanopartículas. Estas imágenes permiten obtener información estructural, morfológica y composicional a escalas nanométricas e incluso atómicas.

Tabla 1.5: Tipos de imágenes obtenidas por TEM y la información que proporcionan.

Imagen	Descripción	Utilidad
Campo claro (Bright Field - BF)	El contraste de imagen se genera a partir de los electrones no dispersados (transmitidos directamente) que atraviesan la muestra.	-Medición del tamaño y la forma de las nanopartículas. -Evaluación de la dispersión y la aglomeración. -Detección de zonas con diferente densidad (por ejemplo: núcleo/coraza).
Campo oscuro (Dark Field - DF)	Se recolectan únicamente los electrones elásticamente dispersados por la muestra en ángulos específicos.	-Identificación de dominios cristalinos. -Visualización de partículas pequeñas o de defectos estructurales que no se observan en BF. -Análisis de orientación cristalina.

1.6 Difracción de Rayos X (XRD)

La difracción de rayos X (XRD) es una técnica analítica no destructiva empleada para caracterizar materiales sólidos cristalinos, permitiendo determinar su estructura cristalina, la composición de fases y diversas propiedades microestructurales. Su principio se basa en la interferencia constructiva de los rayos X monocromáticos al incidir sobre una muestra cristalina. Al interactuar con los planos atómicos de la red cristalina, los rayos X se dispersan en distintas direcciones, generando un patrón característico de difracción. Los rayos X son radiaciones electromagnéticas de cortas longitudes de onda, producidas cuando partículas cargadas con suficiente energía se desaceleran bruscamente. En el proceso de XRD, estos rayos se coliman y dirigen hacia la muestra, donde su interacción con la estructura interna del material genera rayos difractados. Estos son posteriormente detectados, procesados y cuantificados. La intensidad de los rayos difractados se mide en función del ángulo de dispersión, lo que genera

un patrón de difracción (*Figura 1.8*). Cada fase cristalina del material genera un patrón de difracción único, determinado por su composición química y el arreglo de sus átomos en el cristal. El patrón final registrado es la superposición de los patrones individuales de cada fase. A partir de este patrón, es posible identificar cualitativa y cuantitativamente las fases cristalinas del material analizado. [25].

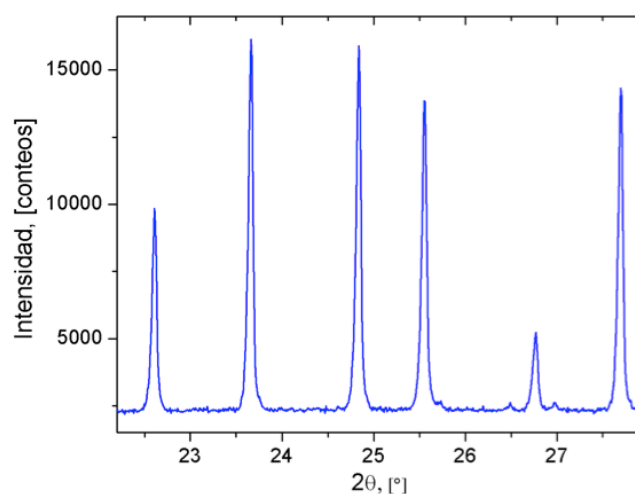


Figura 1.8 Ejemplo de un patrón de difracción de rayos X. [26]

Generalmente, el análisis cualitativo de fases a partir del patrón de difracción de rayos X se realiza mediante la comparación con bases de datos cristalográficas estandarizadas, como las del Centro Internacional de Datos de Difracción (ICDD, por sus siglas en inglés). Esta comparación permite identificar con precisión las fases cristalinas presentes en una amplia variedad de materiales. Los picos de difracción observados en el patrón XRD desempeñan un papel fundamental en este proceso, ya que su posición, intensidad y anchura están directamente relacionadas con la estructura cristalina y, en el caso de las nanopartículas, con propiedades específicas como el tamaño de cristalito, el grado de tensión interna y la distribución de fases [25].

1.7 Espectroscopía Infrarroja (IR)

Es una técnica espectroscópica que se basa en la absorción selectiva de la radiación infrarroja por una muestra (*Figura 1.9*), lo que provoca transiciones entre niveles vibracionales de las moléculas. Esta absorción ocurre cuando la frecuencia de la radiación incidente coincide con la frecuencia natural de vibración de un enlace químico que presenta un cambio en el momento dipolar. Esta técnica permite entender la interacción entre las NPs y el polímero que

las estabiliza, así como cómo esta interacción puede influir en las propiedades físicas y químicas del sistema NPs-Polímero.

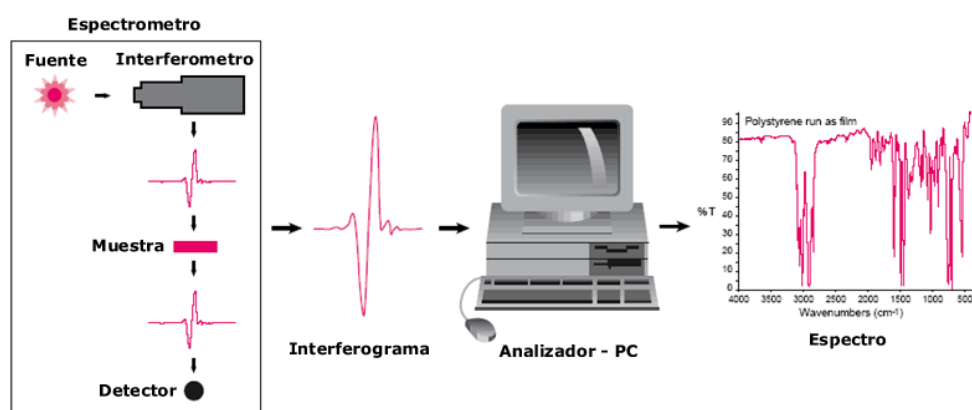


Figura 1.9 Esquema del funcionamiento de la técnica de espectroscopía por infrarrojo.

Las bandas observadas en los espectros de infrarrojo medio (MIR) se atribuyen principalmente a sobretonos y bandas de combinación derivadas de transiciones vibracionales fundamentales. Las nanopartículas pueden caracterizarse directamente a partir de sus absorciones intrínsecas en el infrarrojo, o bien mediante la detección de grupos funcionales unidos a su superficie, como carboxilo o hidroxilo, típicamente presentes en los bordes de nanoestructuras como los puntos cuánticos de grafeno. La espectroscopía infrarroja permite, además, una identificación rápida, precisa y no destructiva de los diferentes ligandos superficiales mediante el análisis de sus formas vibracionales características. Asimismo, se reconoce el notable potencial de técnicas complementarias, como la espectroscopía Raman, incluidas variantes avanzadas como la espectroscopía Raman mejorada por superficie (SERS) y la mejorada por punta (TERS), para la caracterización de nanomateriales como nanotubos de carbono o grafeno. Estas técnicas pueden integrarse con metodologías microscópicas y de separación, como la electroforesis capilar, para una evaluación más completa de las propiedades fisicoquímicas de las nanopartículas [27].

1.8 Actividad catalítica

Las AuNPs tienen propiedades catalíticas excepcionales, debidas a sus características únicas, como su gran superficie específica, la alta reactividad de sus átomos superficiales y su capacidad para interactuar con moléculas a nivel atómico, lo que mejora las reacciones químicas.

1.8.1 Reacción de reducción

En procesos de reducción, las nanopartículas de oro pueden catalizar la reducción de grupos nitro a grupos aminas, una reacción importante en la síntesis de productos farmacéuticos y químicos. Las nanopartículas de oro, combinadas con ciertos cocatalizadores o bajo condiciones específicas, pueden facilitar la transferencia de electrones en estas reacciones.

La reducción de nitrofenoles, como el 2-nitrofenol o el 4-nitrofenol, para formar aminofenoles ocurre en varias etapas, y la superficie de las AuNPs facilita la reacción entre el agente reductor (NaBH_4) y el grupo nitro ($-\text{NO}_2$) del nitrofenol, lo que lo convierte en un grupo amina ($-\text{NH}_2$). Este tipo de reacción es importante en la industria química, ya que permite la conversión de compuestos contaminantes en formas menos tóxicas y es relevante tanto en el tratamiento de aguas como en la síntesis de compuestos farmacéuticos [28].

1.8.2 Compuestos nitro-aromáticos

Los compuestos como el 2-nitrofenol y el 4-nitrofenol (*Figura 1.10*) contienen un grupo nitro unido a un anillo aromático, lo que les confiere propiedades tanto útiles como peligrosas. Estos se utilizan en la fabricación de colorantes, pesticidas, explosivos y productos farmacéuticos, pero su exposición tiene efectos tóxicos sobre la salud humana y el medio ambiente.

- ❖ Toxicidad dérmica y ocular: El contacto directo con la piel o los ojos puede provocar irritación y quemaduras.
- ❖ Inhalación: La exposición a los vapores o al polvo de estos compuestos puede causar irritación de las vías respiratorias, como tos, dificultad para respirar y dolor de garganta.
- ❖ Intoxicación por ingestión: Ingerir grandes cantidades de compuestos nitroaromáticos causa náuseas, vómitos y dolor abdominal; en casos extremos, puede provocar daño hepático o renal.

La exposición a compuestos nitroaromáticos, como el 2-nitrofenol y el 4-nitrofenol, puede tener graves efectos sobre la salud humana y el medio ambiente. Diversos estudios han demostrado que estos compuestos presentan toxicidad aguda y crónica, así como potencial carcinogénico, neurotóxico, hepatotóxico y nefrotóxico, además de riesgos asociados a mutagenicidad y alteraciones del sistema inmunológico. En particular, el 4-nitrofenol ha sido reportado como más tóxico que el 2-nitrofenol, ya que puede provocar efectos adversos más

severos a concentraciones más bajas, incluyendo alteraciones hematológicas y efectos sistémicos más pronunciados.

Asimismo, la liberación de estos contaminantes al ambiente representa un riesgo significativo para los ecosistemas, debido a su persistencia y capacidad de afectar organismos acuáticos y terrestres. Por lo tanto, resulta esencial adoptar medidas de control y precaución estrictas durante la manipulación, uso y disposición de estos compuestos, así como desarrollar estrategias eficaces para su remediación ambiental. [29].

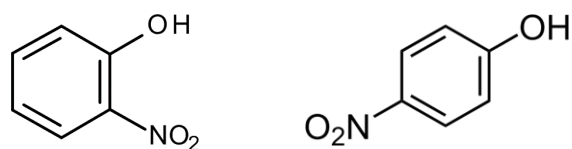


Figura 1.10. Estructura química del 2-nitrofenol (izquierda) y del 4-nitrofenol (derecha).



Capítulo 2

Desarrollo

Experimental

Capítulo 2

En este capítulo se presenta el procedimiento de síntesis de nanopartículas de Au con morfología esférica, utilizando como reductor y estabilizante un polímero comercial, la polietilenimina ramificada. Además, se mencionan las técnicas de caracterización utilizadas para comprobar la formación de nanopartículas y se detalla el proceso de evaluación catalítica de las nanopartículas de Au para la reacción de reducción de dos compuestos nitro-aromáticos.

2.1 Reactivos y Soluciones

Los reactivos utilizados fueron adquiridos de Sigma-Aldrich y se presentan en la Tabla 2.1 las principales características de cada uno para sintetizar las nanopartículas de Au y evaluar su actividad catalítica.

Tabla 2.1. Características de los reactivos empleados en la síntesis y la evaluación catalítica de nanopartículas de Au.

Nombre	Fórmula química	Peso Molecular (g mol ⁻¹)	Pureza (%)
Ácido tetracloroáurico	HAuCl ₄	393.83	99.99
Agua desionizada	H ₂ O	18	-----
Polietilenimina	H(NHCH ₂ CH ₂) _n NH ₂	M _w ~270,000	93
2-nitrofenol	O ₂ NC ₆ H ₄ OH	139.11	98
4-nitrofenol	O ₂ NC ₆ H ₄ OH	139.11	98
Borohidruro de sodio	NaBH ₄	87.88	96
Bromuro de potasio	KBr	119.01	99

2.2 Síntesis de nanopartículas esféricas de Au

Las nanopartículas de Au se prepararon mediante el método coloidal, en el cual el ácido tetracloroáurico desempeña el papel de precursor metálico, mientras que la polietilenimina se utiliza como agente reductor y estabilizador en una fase continua o dispersante (medio acuoso). Para este proceso la solución de la sal metálica (HAuCl₄) se utilizó en una concentración de 1x10⁻³ M, en el caso del estabilizante (PEI) la solución se preparó con una concentración de 500 ppm. Para la síntesis de las nanopartículas esféricas de oro, se añadió 1 mL de la solución

de HAuCl_4 a 2 mL de agua desionizada, la mezcla se mantuvo en agitación constante durante 2 minutos y adquirió un color amarillo claro y posteriormente se agregó 1 mL de la solución acuosa de PEI y se dejó reposar 5 minutos en agitación constante como se esquematiza en la *Figura 2.1*. La mezcla intensificó su color en cuanto se agregó la solución de PEI. El procedimiento se llevó a cabo a temperatura ambiente, con agitación de baja velocidad durante los primeros minutos de reacción, y se dejó en reposo durante varios días; la solución mantuvo el color amarillo durante 24 horas y después adquirió un color rojo intenso. La formación y estabilización de nanopartículas se monitorearon mediante espectroscopía UV-Vis en distintos intervalos de tiempo para conocer su evolución. El procedimiento de síntesis se repitió varias veces aumentando los volúmenes de las soluciones de HAuCl_4 y PEI, pero manteniendo la relación en volumen de 1:1.

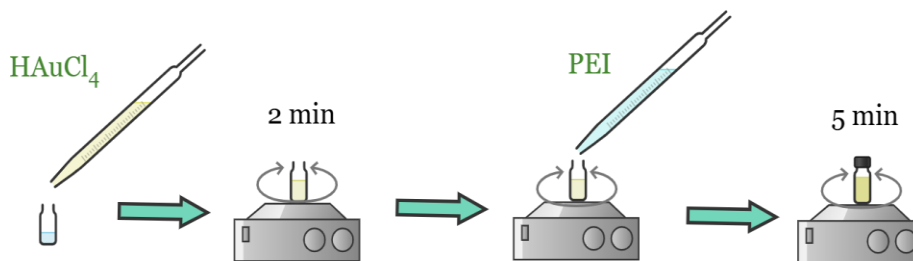


Figura 2.1. Esquema del proceso de síntesis de nanopartículas de Au estabilizadas con PEI.

2.3 Preparación de las soluciones para la evaluación catalítica

Para conocer y analizar la actividad catalítica de las nanopartículas esféricas de Au en la reducción de sustancias nitroaromáticas, se utilizaron 2-nitrofenol y 4-nitrofenol. El procedimiento utilizado se menciona a continuación y el esquema está en la *Figura 2.2*.

Reducción de sustancias nitroaromáticas en función del tiempo de reacción

Se prepararon soluciones de 2-nitrofenol (2-NF) y 4-nitrofenol (4-NF) con una concentración de 2 mM, también se preparó una solución de NaBH_4 con una concentración de 10 mM. Cabe resaltar que para cada prueba de catálisis se ocuparon ambas soluciones recién preparadas. Posteriormente, en una celda de cuarzo de 1.7 mL, se agregaron 0.3 mL de la solución de compuesto nitroaromático. Las soluciones de 2-NF y 4-NF poseen un color entre amarillo y verde limón, respectivamente, el cual se intensificó al agregar 1 mL de la solución de NaBH_4 recién hecha y fría. Por último, se añadieron 50 μL de la solución de nanopartículas

de Au. La solución resultante se mantuvo a temperatura ambiente y fue monitoreada mediante lapsos de tiempo predeterminados en un espectrofotómetro UV-Vis, para conocer la evolución de la reacción de hidrogenación de los compuestos nitroaromáticos catalizada por las AuNPs.

Reducción de 2-NF y 4-NF variando su concentración de las soluciones.

Para esta fase de la experimentación se emplearon concentraciones de los compuestos nitroaromáticos de 1 mM, 2 mM y 3 mM, respetando la concentración de NaBH_4 (10 mM). El procedimiento fue el mismo que en la fase anterior, así como el volumen de las soluciones. Nuevamente, el resultado se monitoreó mediante espectroscopía UV-Vis.

Reducción de 2-NF y 4-NF variando la concentración de NaBH_4

En esta tercera fase se mantuvo una concentración de 3 mM en las soluciones de 2-NF y 4-NF, y en el caso de la solución de NaBH_4 se utilizaron concentraciones de 10 mM, 15 mM, 30 mM, 40 mM, 50 mM y 60 mM, la solución de NaBH_4 , al igual que en las fases anteriores, se utilizó fría y recién preparada y el resultado de la mezcla se monitoreo con el espectrofotómetro UV- Vis en lapsos de tiempo previamente predeterminados.

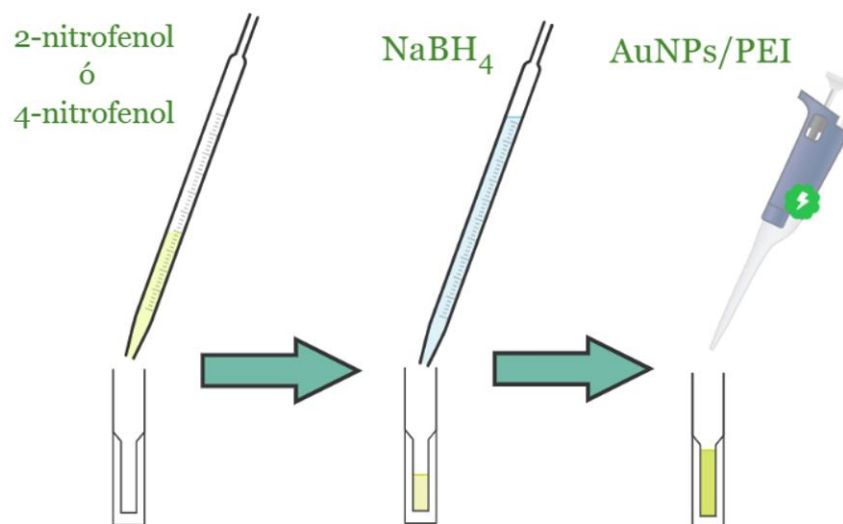


Figura 2.2 Esquema del proceso de evaluación de la actividad catalítica de las nanopartículas esféricas de Au estabilizadas por PEI.

2.4 Técnicas de caracterización

Las AuNPs estabilizadas con PEI fueron caracterizadas por las técnicas que se describen a continuación:

- ❖ Espectroscopia de absorción Ultravioleta-Visible. Esta técnica se utilizó para verificar la formación de las nanopartículas de Au, para lo cual se obtuvieron espectros de las soluciones de AuNPs, en un rango de 190 a 700 nm y en lapsos de tiempo establecidos por el cambio de coloración de las soluciones. Esta técnica también fue empleada para conocer el desarrollo y la evaluación de la actividad catalítica de las AuNPs para la reducción de compuestos nitroaromáticos, para lo cual, primero se tomó un espectro de la mezcla de *NF* con el NaBH_4 y después de añadir 50 μL de la solución de AuNPs, la solución resultante fue monitoreada a diferentes tiempos de reacción. Los espectros UV-Vis se obtuvieron en un espectrofotómetro UV-Vis de la marca Perkin Elmer (modelo Lambda 2S).
- ❖ Microscopía electrónica de transmisión. Para confirmar la presencia de nanopartículas y conocer su morfología y tamaño, las nanopartículas de Au fueron analizadas en un Microscopio Electrónico de Transmisión de la marca JEOL (modelo JEM-2100) operado a un voltaje de aceleración de 200 KV. Las imágenes de TEM de las AuNPs fueron procesadas mediante el programa imageJ para determinar la distribución de tamaño y el tamaño promedio de las AuNPs.
- ❖ Difracción de Rayos X. Para esta técnica se depositó la solución de AuNPs sobre un sustrato de vidrio, formando una película (*Figura 2.3*), que fue analizada por el difractómetro, obteniendo un patrón de difracción, el cual permitió conocer las fases cristalinas de la muestra con ayuda del programa Match 3. Los patrones de difracción de rayos X se obtuvieron en un difractómetro de rayos X de la marca INEL (modelo Equinox 2000) utilizando una radiación monocromática de un ánodo de Co $\text{K}\alpha_1$ con longitud de onda $\lambda = 1.789 \text{ \AA}$. Las mediciones se realizaron en el rango de 2θ de 3° a 110° con un tiempo de adquisición de 15 min.

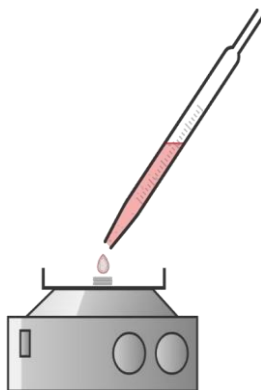


Figura 2.3 Esquemática de la preparación de la muestra para su caracterización por XRD.

❖ Espectroscopia de infrarrojo. Por último, se empleó la espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) con el objetivo de analizar las interacciones químicas y los cambios estructurales de la polietilenimina (PEI) tras la formación de las nanopartículas de oro (AuNPs) estabilizadas por este polímero. Esta técnica permite identificar los grupos funcionales involucrados en la estabilización de las nanopartículas mediante el análisis de las vibraciones moleculares en la región del infrarrojo medio. Para la preparación de la muestra, 60 mg de bromuro de potasio (KBr) se mezclaron con aproximadamente 8 mL de la solución de AuNPs estabilizadas con PEI. Posteriormente, el disolvente se evaporó lentamente y el sólido obtenido se colocó en una estufa al vacío con el fin de reducir el contenido de humedad (Figura 2.4). Finalmente, el sólido seco fue analizado mediante la técnica de reflectancia total atenuada (ATR). Los espectros infrarrojos se adquirieron utilizando un espectrofotómetro FTIR marca PerkinElmer, modelo Frontier, con una resolución espectral de 4 cm^{-1} y en un rango de medición comprendido entre 4000 y 400 cm^{-1} , correspondiente a la región del infrarrojo medio.

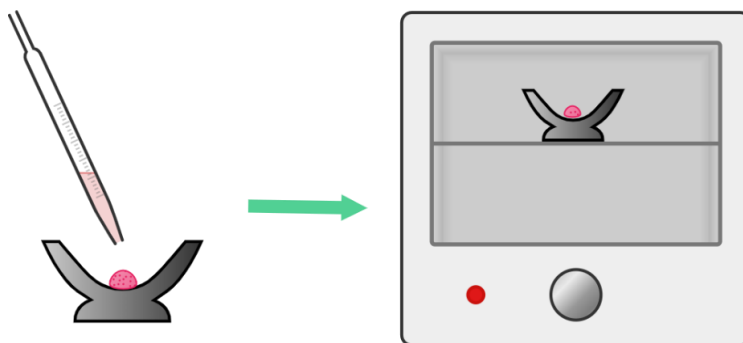


Figura 2.4 Esquemática del proceso de preparación de la muestra para IR.



Capítulo 3

Resultados y discusiones

Capítulo 3

En este capítulo se presentan y discuten los resultados de la síntesis de AuNPs estabilizadas con PEI, su caracterización mediante espectroscopía UV-Vis, difracción de rayos X y Microscopía Electrónica de Transmisión, así como la evaluación catalítica de la reducción de los compuestos 2-nitrofenol y 4-nitrofenol.

3.1 Formación de nanopartículas de Au estabilizadas con polietilenimina

La formación de AuNPs estabilizadas con PEI en soluciones acuosas y a temperatura ambiente se monitoreó mediante la evolución del color de la solución de reacción. La *Figura 3.1* muestra las fotografías de la solución formada por la mezcla de HAuCl_4 y PEI, en su estado inicial y después de 8 horas de reacción. Como se aprecia en la figura, la solución recién preparada presenta un color amarillo tenue. Sin embargo, después de 8 horas de reacción, la solución adquirió un color rojo cereza. Este cambio de color se considera evidencia de la formación de nanopartículas de Au, ya que el color de las soluciones coloidales de nanopartículas de Au se debe a un fenómeno óptico conocido como resonancia de plasmón superficial localizado (LSPR), que se presenta únicamente cuando las partículas tienen un tamaño nanométrico. Este fenómeno se origina cuando la luz incidente interacciona con las nanopartículas metálicas, generando una oscilación colectiva coherente de los electrones libres en la superficie de las partículas [30].

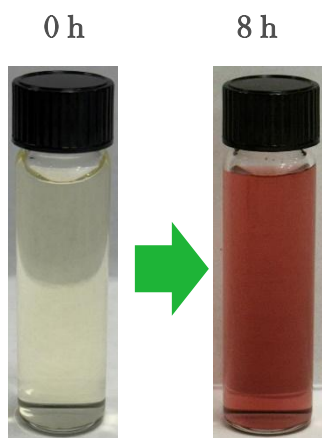


Figura 3.1. Mezcla de HAuCl_4 y PEI a distintos tiempos de reacción.

En metales como el oro (Au), los electrones de la banda de conducción están libres para moverse dentro del material debido a la alta densidad de electrones del metal. Cuando las nanopartículas de Au, con un tamaño menor que la longitud de onda de la luz visible, son iluminadas, el campo electromagnético de la luz induce un desplazamiento de los electrones respecto a los núcleos de los átomos, dando lugar a la formación de un dipolo oscilante [31]. Este dipolo puede entrar en resonancia a una frecuencia específica, que depende de múltiples factores físicos, tales como: el tamaño y la forma de la nanopartícula, el material metálico (oro, plata, cobre, etc.), el índice de refracción del medio circundante y el grado de agregación de las nanopartículas [32]. Cuando ocurre la LSPR (*Figura 3.2*), se producen una absorción y una dispersión muy intensas de la luz en longitudes de onda específicas del espectro visible [33]. Esto provoca que las soluciones de nanopartículas adquieran colores característicos. Por ejemplo, las soluciones de nanopartículas de oro con morfología esférica y tamaño menor a 20 nm presentan un color rojo rubí intenso y su espectro UV-Vis muestra una banda de absorción debida a la LSPR a una longitud de onda menor a 525 nm. Mientras que, las soluciones de nanopartículas de Au de tamaño mayor a 20 nm o las soluciones de agregados de nanopartículas, presentan colores como el morado, el púrpura, el violeta o el azul, a la vez que el espectro UV-Vis muestra la banda de adsorción de LSPR a longitudes mayores a 525 nm [34]. De acuerdo con lo anterior, la principal evidencia de la formación y estabilización de nanopartículas de Au en solución de PEI puede obtenerse mediante espectroscopía UV-Vis. La espectroscopía UV-Vis es una herramienta fundamental para la caracterización óptica de nanopartículas de oro, debido a que el fenómeno de LSPR genera bandas de absorción cuya longitud de onda depende del tamaño de las nanopartículas [35], así como de otras características del sistema coloidal.

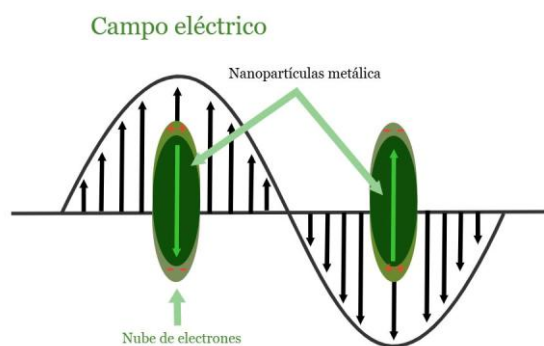


Figura 3.2. Esquematación del fenómeno de resonancia de plasmón superficial.

En la *Figura 3.3* se muestran los espectros UV-Vis de la solución preparada con un volumen total de 8 mL, obtenidos a distintos tiempos de reacción. El primer espectro UV-Vis, a los 10 minutos de reacción, muestra una banda de absorción débil a 521 nm, lo que indica la formación de nanopartículas de Au en la solución, ya que corresponde a su LSPR. Además, la presencia de una sola banda sugiere una distribución de forma relativamente uniforme. A medida que el tiempo de reacción aumentó, el color rojo cereza de la solución se intensificó; al mismo tiempo, la intensidad de la banda de absorción aumentó progresivamente, lo que indica el aumento de la concentración de nanopartículas en la solución. Finalmente, a las 384 horas de reacción, la banda de absorción alcanzó su máxima intensidad y el término de la formación de nanopartículas y la estabilización de la solución coloidal.

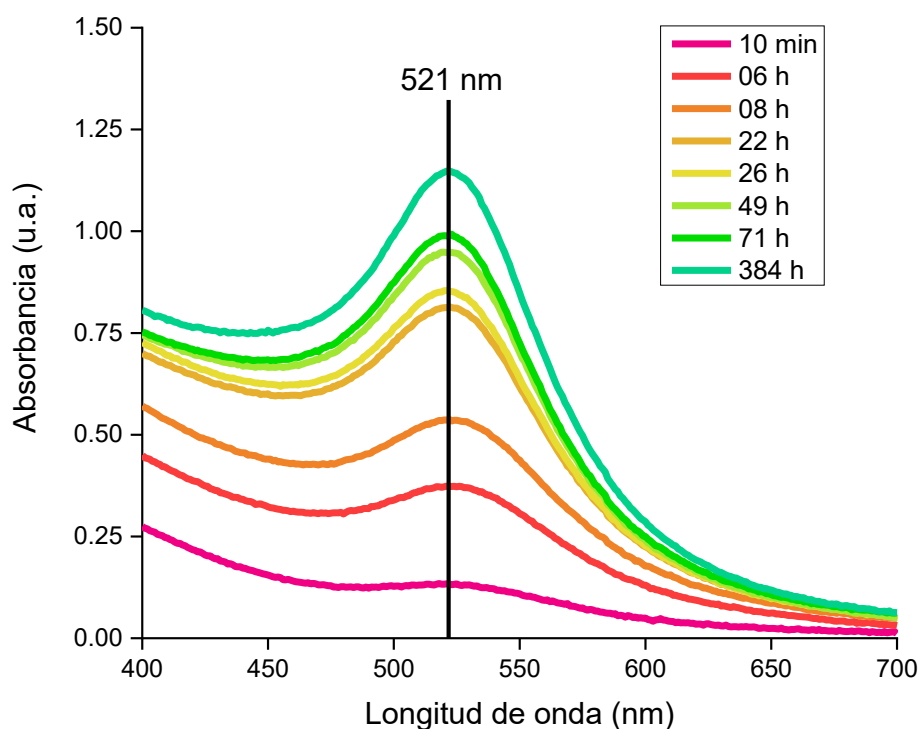


Figura 3.3 Evolución del espectro UV-Vis de la solución de AuNPs de 8 mL de volumen.

Por otro lado, en el caso de la solución preparada con un volumen total de 20 mL, la evolución del espectro UV-Vis y del color de la solución, durante las primeras 360 horas de reacción, fue similar a la de las soluciones con volúmenes de 4 y 8 mL. En la *Figura 3.4* se muestra la evolución del espectro UV-Vis de la solución preparada con un volumen total de 20 mL. En el espectro correspondiente a 10 minutos de reacción, se observa la banda de

absorción asociada a la LSPR de nanopartículas de Au a 521 nm. Los espectros adquiridos posteriormente muestran que la intensidad de la banda aumenta de forma constante con el transcurso del tiempo, hasta alcanzar una intensidad máxima a las 2352 horas de reacción; a partir de ese momento, la intensidad ya no cambió. Sin embargo, después de 360 horas, la solución presentó un cambio de color de rojo a morado; este cambio fue inesperado y podría estar relacionado con la variación en la distribución de tamaños de partícula. A partir del cambio de color de la solución, la banda de LSPR presentó un desplazamiento hacia mayores longitudes de onda, alcanzando un valor de 560 nm a las 2664 horas de reacción, además, la banda se hizo considerablemente más ancha. A pesar de los cambios en el espectro, la solución de color morado no presentó precipitado y la intensidad de la banda de LSPR se mantuvo constante, lo que indica la buena estabilidad de la solución. El comportamiento descrito podría estar asociado al fenómeno de agregación de nanopartículas, el cual puede deberse a uno o varios factores, tales como la adición de agentes químicos, cambios en el pH, la presencia de iones específicos, etc. Estos factores pueden alterar la estabilidad de la solución y provocar cambios en las propiedades ópticas de las nanopartículas [36].

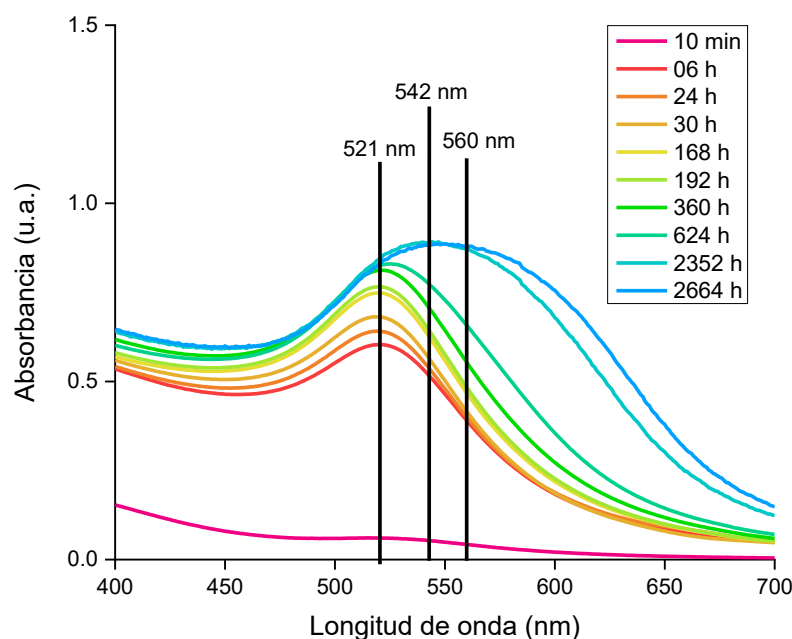


Figura 3.4. Evolución del espectro UV-Vis de la solución de AuNPs de 20 mL.

3.2 Polietilenimina como agente estabilizante

De acuerdo con los resultados anteriores, la polietilenimina (PEI) demostró cumplir eficientemente el papel de agente reductor y estabilizante durante la síntesis coloidal de las nanopartículas de Au. La capacidad de la PEI para actuar como un buen agente reductor de los iones de Au se debe a que contiene grupos amina primaria, secundaria y terciaria en su estructura, como se observa en la *Figura 3.5* [37].

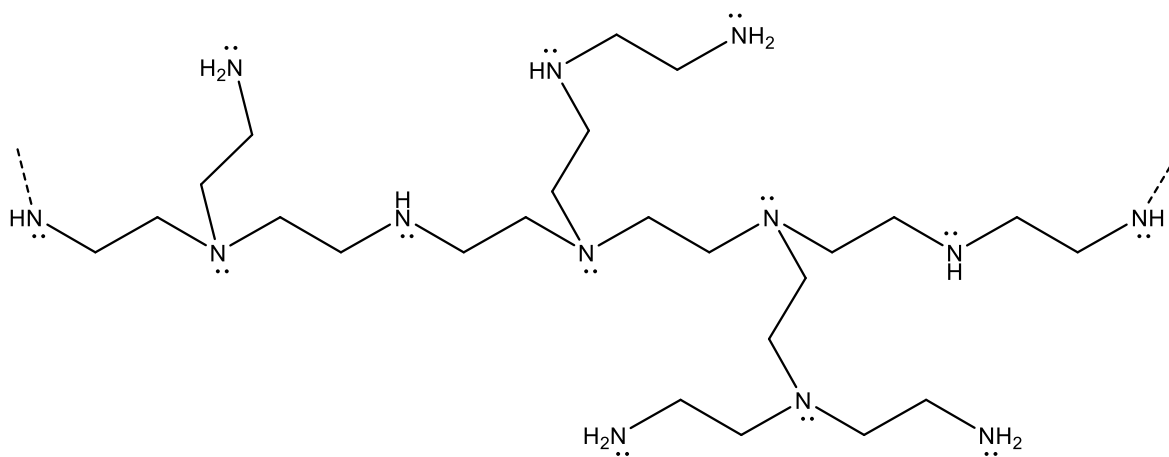


Figura 3.5. Estructura molecular de la polietilenimina ramificada. (Imagen propia)

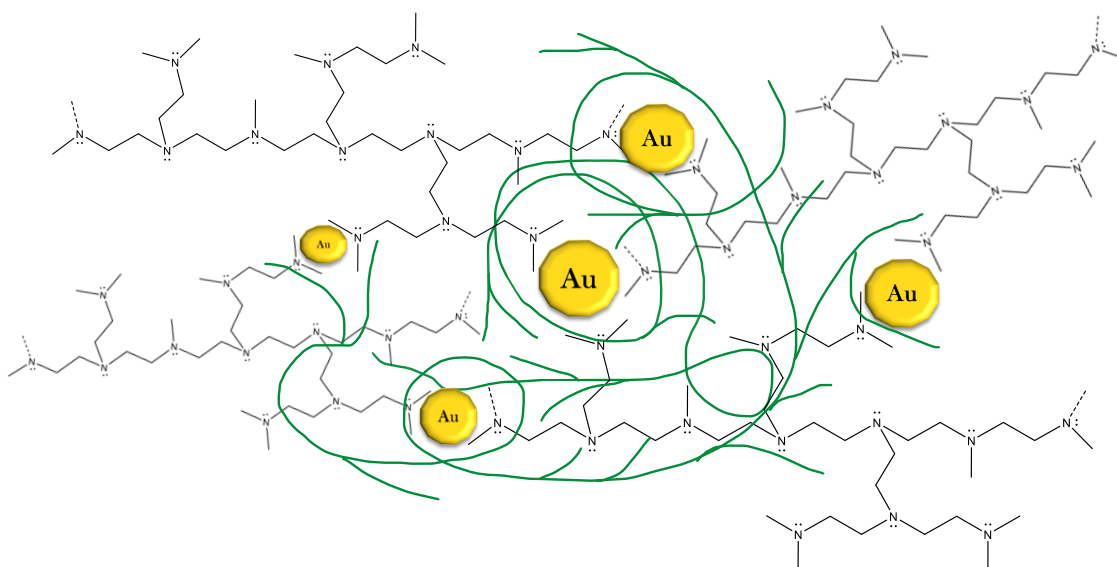



Figura 3.6. Representación de la estabilización de las nanopartículas de Au con PEI. (Imagen propia).



Los grupos amina de la PEI son los encargados de donar los electrones necesarios para reducir a los iones de Au^{3+} del precursor ($HAuCl_4$). A medida que los iones de oro se reducen a Au^0 , empieza la formación de núcleos (etapa de nucleación), es decir, se forman pequeños grupos de átomos, los cuales actúan como semillas para el crecimiento de las nanopartículas. Una vez formados los núcleos, los átomos Au^0 que van formándose en el seno de la solución se incorporan a los núcleos dando paso a la etapa de crecimiento. Finalmente, la PEI actúa como agente estabilizador de las nanopartículas debido a que sus grupos amina interactúan electrostáticamente con ellas, evitando su agregación (*Figura 3.6*). La estructura altamente ramificada de la PEI brinda una mayor cobertura superficial a las nanopartículas de Au, lo que ayuda a una estabilización estérica más eficaz [38].

3.3 Curva de velocidad de crecimiento de las AuNPs

El estudio del crecimiento de AuNPs es esencial para comprender y optimizar sus propiedades ópticas, electrónicas y catalíticas, las cuales están fuertemente influenciadas por el tamaño, la forma y la estabilidad coloidal de las partículas [39]. El crecimiento y la estabilización de AuNPs en soluciones acuosas de PEI se monitorearon mediante espectroscopía UV-Vis, midiendo la absorbancia de la solución coloidal en función del tiempo, lo que refleja tanto la concentración como el tamaño de las AuNPs. En la *Figura 3.7* se muestran las gráficas de tiempo vs absorbancia de las soluciones coloidales de AuNPs. Las curvas muestran una fase de crecimiento inicial durante las primeras 50 horas, seguida de una meseta prolongada en la que la absorbancia se estabiliza. Este comportamiento es típico de un proceso de nucleación seguido de una etapa de crecimiento controlado, en la que la disponibilidad de precursores (iones Au^{3+}) disminuye y el sistema alcanza una aparente saturación. La PEI tiene la capacidad de estabilizar eficientemente las AuNPs a través de interacciones electrostáticas y coordinación superficial, evitando la agregación [40]. Además, dependiendo del pH y las condiciones experimentales, la PEI puede actuar como un reductor suave, promoviendo una nucleación lenta y un crecimiento más uniforme [41].

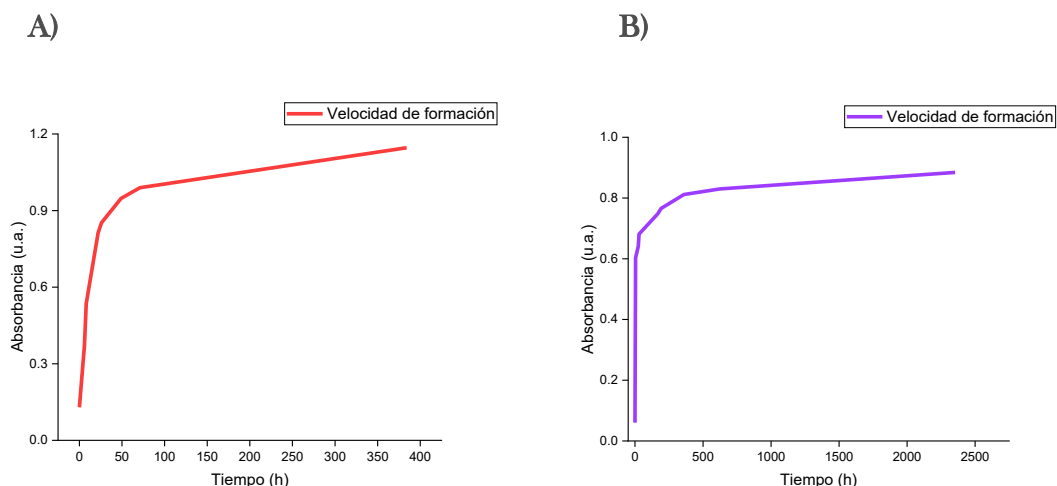


Figura 3.7. A) curva de tiempo vs. absorbancia de la solución de AuNPs con un volumen de 8 mL. B) curva de tiempo vs. absorbancia de la solución de AuNPs con un volumen de 20 mL.

En comparación con el método de Turkevich, basado en la reducción de Au^{3+} por citrato de sodio a alta temperatura ($\sim 100\text{ }^{\circ}\text{C}$), el sistema con PEI muestra una cinética mucho más lenta. Esto se debe a que PEI es un reductor débil y se utiliza a temperatura ambiente o moderada, lo cual permite un crecimiento lento y controlado, reduciendo la posibilidad de nucleación múltiple y heterogénea [42]. El método de Turkevich, aunque rápido, tiende a generar partículas con menor control en tamaño cuando se escala o modifica. A pesar de la cinética más lenta, el uso de PEI permite la formación de nanopartículas con alta estabilidad coloidal, esenciales para aplicaciones en biomedicina, tales como la liberación controlada de fármacos y el diagnóstico y la obtención de imágenes.

3.4 Determinación de la morfología y tamaño de las AuNPs

Una vez que la solución de AuNPs se estabilizó, mostrando un color rojo brillante y sin precipitados, se realizó el análisis de las nanopartículas mediante TEM para confirmar la hipótesis de que la morfología de las nanopartículas de Au es esférica y conocer el tamaño de las mismas. En la *Figura 3.8* se muestran las imágenes de TEM de las nanopartículas obtenidas en la solución de 8 mL de volumen. En las imágenes se observa que las nanopartículas tienen forma esférica o cuasi-esférica, con un rango de tamaños desde 4 hasta 32 nm.

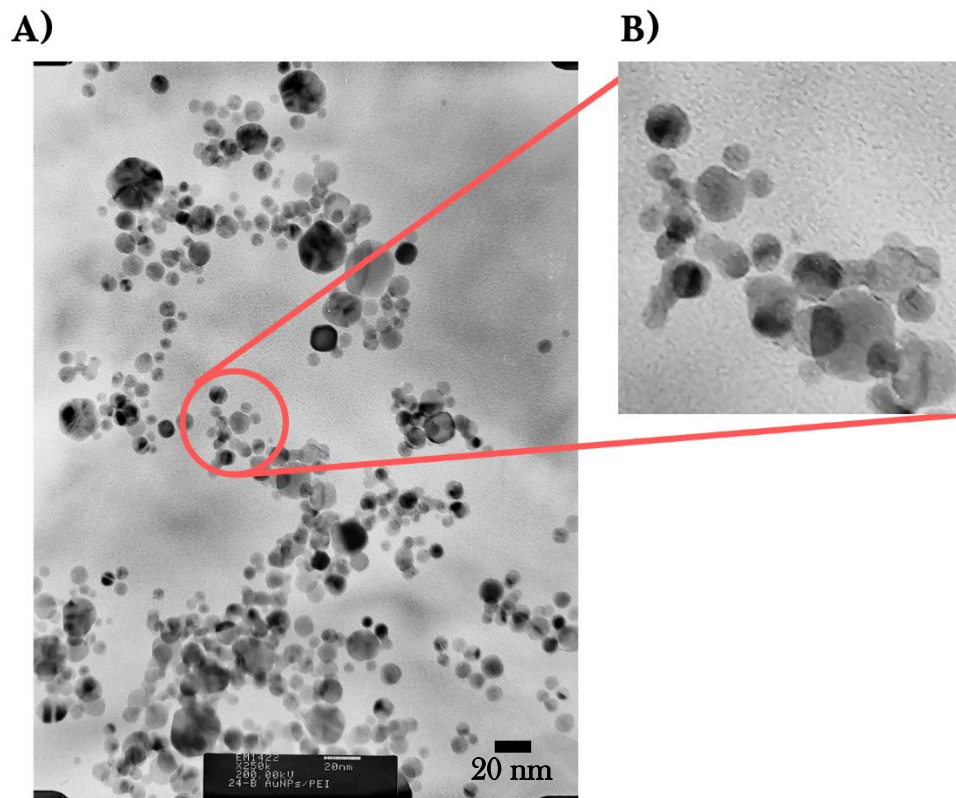


Figura 3.8 A) Imagen de TEM de las nanopartículas de Au de la solución de 8 mL. B) Ampliación de la imagen de TEM.

Mediante la medición de las dimensiones de 419 nanopartículas de la imagen A, se encontró que únicamente el 2.86 %, es decir, 12 nanopartículas, tienen un tamaño mayor a los 20 nm y las restantes 407 tienen un tamaño en el rango de 2 a 20 nm. Para este último grupo de nanopartículas, se elaboró un histograma de la distribución de tamaños de partícula, que se muestra en la [Figura 3.9](#). El histograma revela que la distribución de tamaños no es perfectamente simétrica, sino que presenta una ligera asimetría positiva, evidenciada por una extensión hacia tamaños mayores. Este tipo de distribución es común en sistemas de síntesis coloidal de nanopartículas, donde pueden ocurrir procesos de nucleación secundaria o crecimiento heterogéneo durante etapas más avanzadas de la formación de partículas [43]. En la [Tabla 3.1](#) se presentan los datos estadísticos principales correspondientes al análisis de tamaños de las nanopartículas de la imagen de TEM, uno de los resultados más significativos del análisis, es que el tamaño promedio de nanopartícula es de 9 nm.

Tabla 3.1. Datos estadísticos obtenidos del análisis de la distribución de tamaños de las AuNPs en la solución de 8 mL.

Promedio	Moda	Varianza	Desviación estándar
9 nm	7 nm	8 nm	3 nm

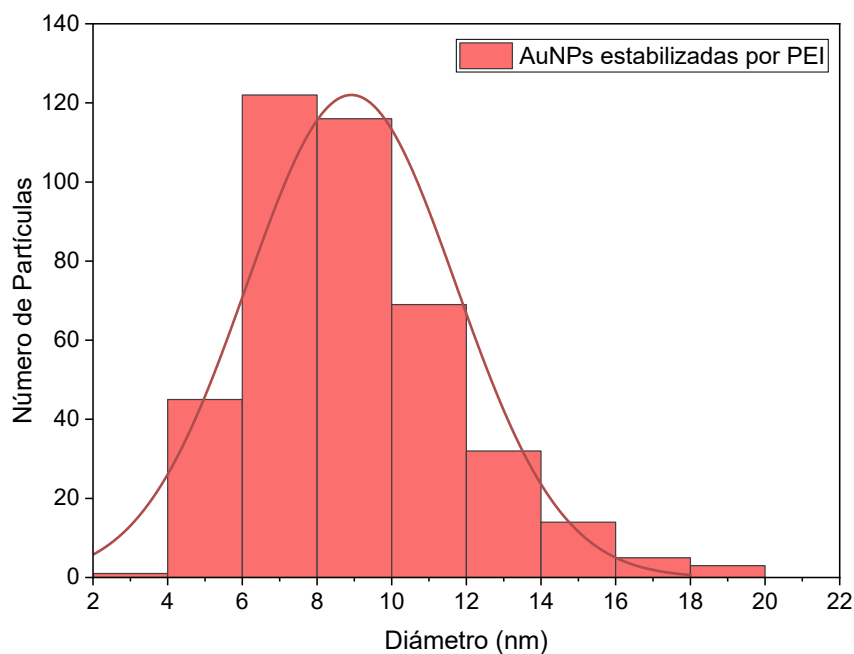


Figura 3.9. Histograma de la distribución del tamaño de las AuNPs en la solución de 8 mL.

La solución de AuNPs preparada con un volumen de 20 mL también fue caracterizada por TEM y en la *Figura 3.10* se muestra una imagen de TEM correspondiente a las nanopartículas presentes en la solución a los 98 días de reacción. Es importante mencionar que, a los 98 días de reacción, la solución ya no tenía el color rojo cereza inicial, sino que presentaba un color morado y además el espectro UV-Vis de la solución mostró una banda de LSPR bastante ancha. De acuerdo con la imagen de TEM, la mayoría de las nanopartículas presentan forma esférica o cuasi-esférica, con tamaños entre 4 nm y 23 nm. Sin embargo, también se observa que las nanopartículas se aglomeran formando racimos, los cuales son responsables del ensanchamiento de la banda de LSPR, del desplazamiento de la banda hacia mayor longitud de onda y del cambio de color de la solución. Al comparar las imágenes de TEM de las soluciones de 8 mL y 20 mL, se puede puntualizar que las partículas tienen

tamaños y formas similares y que una de las diferencias es que, en la solución de 20 mL, las nanopartículas se aglomeraron. Un resultado similar fue encontrado durante la síntesis coloidal para AuNPs, en donde se observó, mediante imágenes de TEM, la formación de agregados semejantes a nanoflores con un tamaño promedio de 52 nm, los cuales fueron producto de la aglomeración de nanopartículas esféricas con un tamaño promedio de 8 nm, estas estructuras de nanoflores están compuestas principalmente por una partícula metálica central [44].

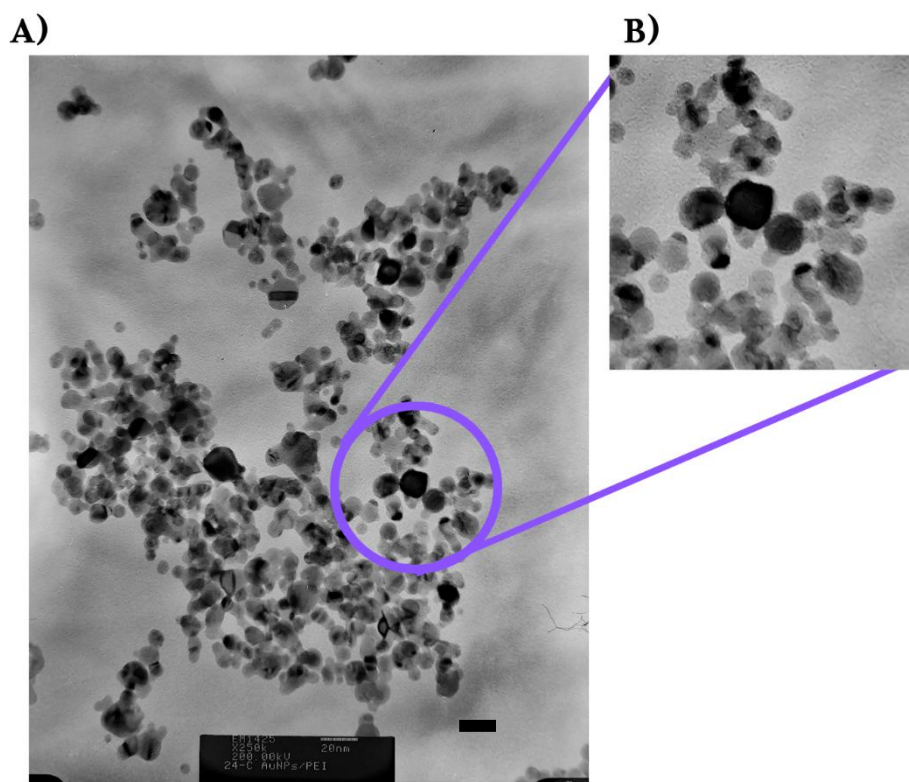


Figura 3.10 A) Imagen de TEM de las AuNPs estabilizadas con PEI en una solución de 20 mL. B) Ampliación de la imagen original de TEM.

Mediante la imagen de TEM, se midieron 321 nanopartículas y se encontró que el tamaño mínimo es de 4 nm y el máximo de 23 nm, lo que demuestra que en la solución de 8 mL se formaron algunas partículas de mayor tamaño, como se mencionó anteriormente. Este resultado comprueba que los cambios observados en la solución de 20 mL se deben únicamente a la aglomeración de las nanopartículas y no a cambios en su forma o tamaño. En la *Tabla 3.2* se presentan los datos estadísticos del análisis de distribución de tamaños.

Tabla 3.2 Datos estadísticos del análisis de distribución de tamaños en la solución de 20 mL.

Promedio	Moda	Varianza	Desviación estándar
10 nm	6 nm	11 nm	3 nm

En la *Figura 3.11* se presenta el histograma de la distribución del tamaño de partícula. El histograma revela que el 44.23 % de las nanopartículas analizadas corresponden a un tamaño de entre 6 nm y 10 nm, el 0.93 % corresponde a las AuNPs mayores a 20 nm y el 9.03 % equivale a las nanopartículas de 2 nm a 6 nm.

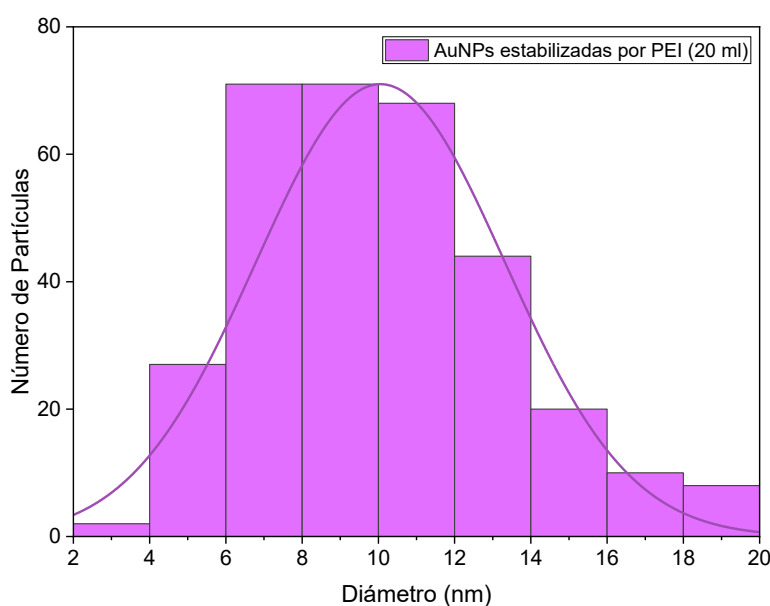



Figura 3.11. Histograma de distribución del tamaño de las AuNPs en la solución de 20 mL.

Al igual que en los resultados de la solución de 8 mL, la distribución no es perfectamente simétrica y presenta una asimetría positiva. Sin embargo, la presencia de un pico único y definido sugiere que hubo una etapa inicial dominante de nucleación, seguida de un crecimiento controlado. La acción estabilizante de la PEI, aunque efectiva para prevenir la aglomeración, no impide por completo la formación de una distribución polidispersa, posiblemente debido a dinámicas de crecimiento no uniformes en el sistema.

Una posible explicación al fenómeno de aglomeración de las nanopartículas y la asimetría en la distribución de tamaños de las nanopartículas es que, durante o después de la etapa de formación de las nanopartículas, ocurrió un proceso de maduración Ostwald. Este



fenómeno representa una reorganización de las partículas hacia un estado más estable, que ocurre en sistemas coloidales en los que existen partículas de distintos tamaños. Consiste en que las partículas más pequeñas tienden a disolverse y su material se incorpora a partículas más grandes, lo que hace que estas últimas crezcan aún más [45]. Este mecanismo es favorecido por factores como una estabilización superficial incompleta por parte de la PEI, tiempos de reacción prolongados o condiciones no homogéneas, y explica la aparición de partículas de hasta 20 nm y la aglomeración observada en las imágenes de TEM. A pesar de que la PEI actúa como agente reductor y estabilizante en el proceso de síntesis, su eficacia puede depender de diversos factores, como la concentración, la relación entre la cantidad de PEI y los iones de Au^{3+} , el pH y la homogeneidad de la mezcla. Si la superficie de las nanopartículas no se recubre completamente o si el sistema presenta zonas de alta densidad local de partículas, se pueden favorecer interacciones atractivas que faciliten el contacto entre partículas y, por ende, la coalescencia o el crecimiento secundario [46].

3.5 Caracterización por Espectroscopía Infrarrojo (IR)

Para analizar la interacción entre las nanopartículas de oro y la polietilenimina, las soluciones coloidales se analizaron por FTIR. En la *Figura 3.12* se muestra el espectro infrarrojo de la PEI ramificada utilizada para la síntesis de las AuNPs. En el espectro se observa una banda ancha en la región de 3349 a 3180 cm^{-1} , atribuida al modo de vibración de estiramiento de los enlaces N-H, correspondiente a los grupos amina primaria y secundaria presentes en la estructura de la PEI. Esta señal ancha es indicativa de interacciones por puente de hidrógeno, típicas de sistemas poliméricos con alta cantidad de grupos amina [47]. En la región de 2937 a 2816 cm^{-1} se observan las bandas de absorción debidas a las vibraciones de estiramiento C-H del esqueleto alifático ($-\text{CH}_2-$), lo cual confirma la presencia de la cadena hidrocarbonada base del polímero [48]. Entre 1653 y 1300 cm^{-1} se identifican las bandas [49][50][51]:

- ❖ 1653 cm^{-1} : modo de vibración de flexión del N-H.
- ❖ 1590 cm^{-1} : modo de vibración de deformación de N-H.
- ❖ 1459 y 1353 cm^{-1} : modos de vibración de flexión de CH_2 y de N-H.
- ❖ 1300 cm^{-1} : modo de vibración de estiramiento C-N.

Estas bandas reflejan el alto número de grupos amino reactivos, que son fundamentales tanto para la reducción de Au^{3+} a Au^0 como para la estabilización de las nanopartículas resultantes [46].

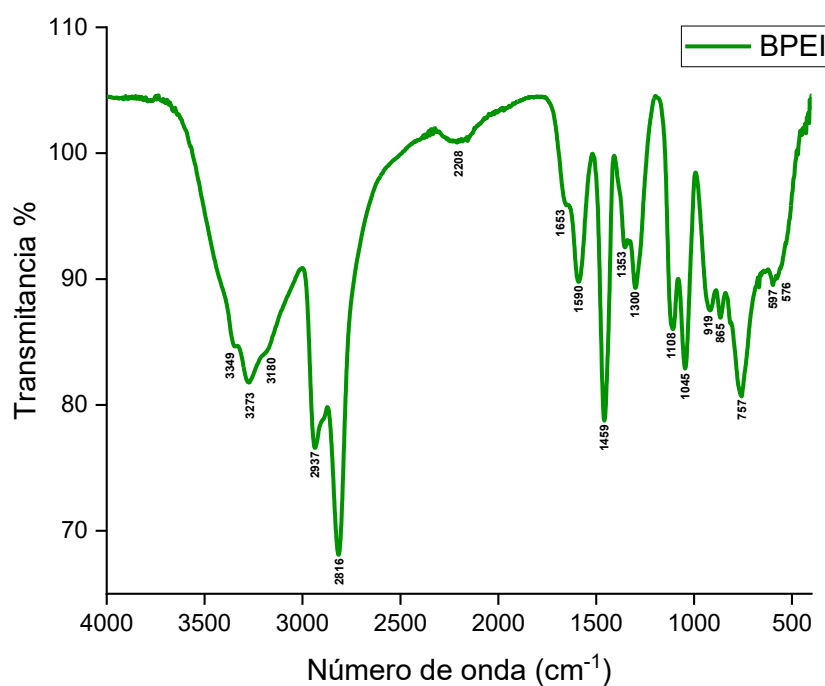


Figura 3.12. Espectro infrarrojo de la PEI ramificada. (Aldrich)

En la *Figura 3.13* se muestra el espectro IR de las AuNPs estabilizadas con PEI. Se observan varias bandas características que permiten afirmar la interacción de ciertos grupos funcionales de la PEI y con la superficie de las nanopartículas metálicas. La banda centrada en 3405 cm^{-1} , correspondiente al estiramiento N-H de los grupos amina, aparece más intensa y desplazada a mayor número de onda en comparación con el espectro de la PEI libre. Esta modificación se atribuye a la interacción del enlace de nitrógeno con la superficie del oro ($\text{N}\rightarrow\text{Au}$), alterando su vibración [45]. La presencia de esta banda confirma que los grupos amina siguen presentes tras estabilizar a las AuNPs. Las bandas a 2924 y 2855 cm^{-1} corresponden al estiramiento C-H de los grupos metileno del esqueleto alifático del PEI mantienen su posición y forma, lo que sugiere que la cadena principal del polímero permanece sin cambios [52]. Se observa una banda débil y poco definida en 2220 cm^{-1} . Dada su baja intensidad y forma, es probable que esta señal corresponda a CO_2 ambiental adsorbido en la muestra, más que a la presencia de grupos nitrilo ($\text{C}\equiv\text{N}$) en el PEI. Este tipo de bandas es

común encontrarlas en espectros FTIR de muestras preparadas en KBr y no indica una modificación química significativa del polímero. Este tipo de bandas también ha sido observado en sistemas en los que los polímeros adoptan configuraciones extendidas o parcialmente ordenadas tras adsorberse sobre superficies inorgánicas [53]. En la región media del espectro, la banda observada en 1638 cm^{-1} puede atribuirse a la flexión de N-H o al estiramiento de C=N, lo que sugiere una modificación química parcial de los grupos amina del PEI expuestos a la superficie de las nanopartículas. El desplazamiento de esta banda con respecto al PEI libre indica una redistribución de la densidad electrónica en los grupos amina, asociada a la interacción del polímero con la superficie metálica y a su función como agente estabilizante. [46]. Del mismo modo, la banda a 1461 cm^{-1} está relacionada con la deformación de CH_2 y con estiramientos C-N, los cuales también experimentan ligeras modificaciones al estar próximos a la superficie de las nanopartículas de Au.

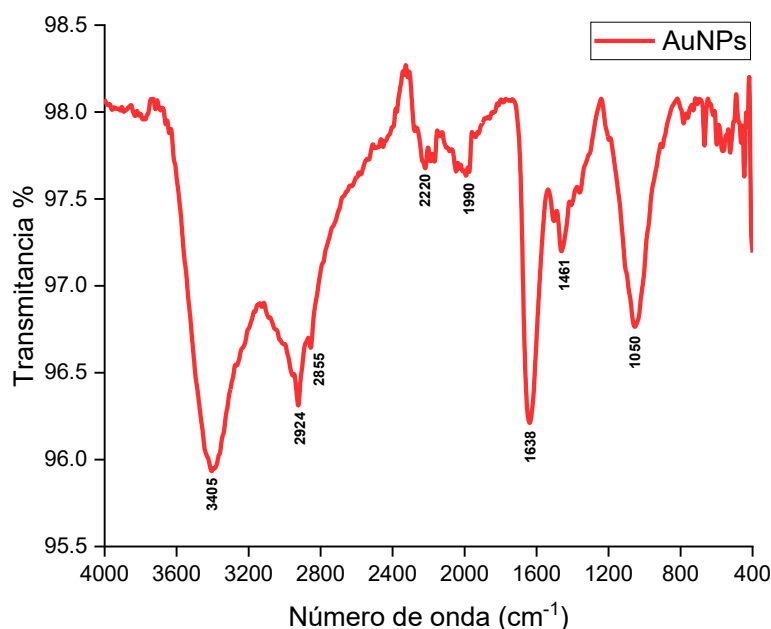


Figura 3.13. Espectro infrarrojo de AuNPs estabilizadas por la PEI.

Los desplazamientos de las bandas correspondientes a las vibraciones de N-H y C-N, así como la disminución de su intensidad, son evidencia de una interacción efectiva entre los grupos amina del PEI y las nanopartículas de oro, a través de enlaces de coordinación. Este comportamiento es consistente con lo reportado en otros sistemas estabilizados con PEI y sustenta su uso como agente reductor y estabilizante simultáneamente.

3. 6 Caracterización por Difracción de Rayos X (DRX)

El patrón de DRX de las nanopartículas de Au estabilizadas con PEI que se presenta en la *Figura 3.14*, muestra cinco picos característicos a las posiciones 2θ de aproximadamente 44.72° , 51.95° , 76.44° , 93.13° , 98.97° , los cuales se asocian a los planos cristalinos (111), (200), (220), (311) y (222), respectivamente, de la fase cúbica centrada en las caras (FCC) de Au, de acuerdo con la tarjeta JCPDS No. 96-110-0139. La presencia exclusiva de los picos de Au y la ausencia de fases secundarias indican una alta pureza estructural. Además, la intensidad relativa de los picos (111), (220) y (311) sugiere una posible orientación preferencial, fenómeno típico en sistemas nanoestructurados debido a la menor energía superficial de dicho plano cristalográfico [54].

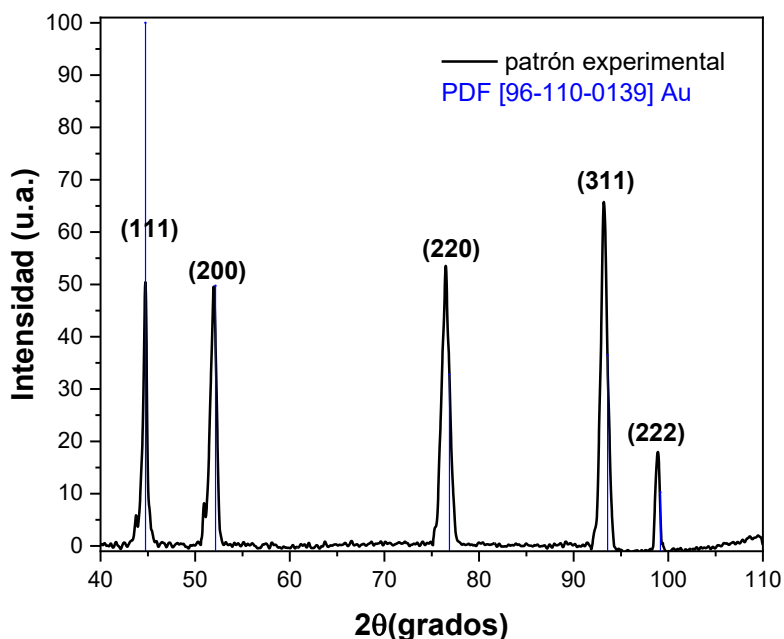


Figura 3.14 Patrón de DRX de las AuNPs.

Utilizando la Ley de Bragg y la fórmula de distancia interplanar del sistema cúbico se determinó la distancia interplanar (d) de cada familia de planos y el parámetro de celda (a), respectivamente, los valores se resumen en la *Tabla 3.3*. El resultado demuestra que tanto el espaciado de cada familia de planos atómicos como el parámetro de celda son ligeramente mayores que los reportados en la ficha PDF No. 96-110-0139 para Au en bulto, lo que indica que, con la disminución del tamaño de partícula, se observa una expansión de la celda cristalina, de aproximadamente el 0.3 %.

Tabla 3.3 Distancia interplanar de cada familia de planos y parámetro de celda.

Línea	2θ (grados)	hkl	Sen θ	d _{hkl} (nm) obtenidos	d _{hkl} (nm) reportados	a (Å) calculado	a (Å) reportado
1	44.7241	111	0.3804	2.3511	2.3498	4.0722	
2	51.9539	200	0.4380	2.0422	2.0350	4.0844	
3	76.4363	220	0.6186	1.4458	1.4390	4.0893	
4	93.1304	311	0.7261	1.2318	1.2272	4.0854	
5	98.9717	222	0.7602	1.1766	1.1749	4.0759	
promedio						4.0814	4.0700

Por otro lado, el análisis del perfil de pico de rayos X (XPPA) es una herramienta sencilla y poderosa para estimar el tamaño del cristalito y la deformación reticular. Existen dos propiedades principales extraídas del análisis de la anchura de pico: el tamaño del cristalito y la deformación reticular. El tamaño del cristalito mide el tamaño de un dominio de difracción coherente y la deformación reticular es una medida de la distribución de las constantes reticulares derivadas de imperfecciones cristalinas, como las dislocaciones. El tamaño del cristalito y la deformación reticular afectan al pico de difracción de distintas maneras: ambos aumentan el ancho del pico y disminuyen su intensidad, a la vez que desplazan su posición. Mediante el XPPA, en especial del ensanchamiento del pico (β), se estimaron el tamaño de cristalito (D) y la deformación reticular (ϵ) de las nanopartículas de Au aplicando el método de Scherrer y el método de Williamson-Hall utilizando las siguientes ecuaciones:

$$D = K\lambda/\beta\cos\theta \dots\dots \text{ecuación 3.1}$$

$$\epsilon = \beta/4\tan\theta \dots\dots\dots \text{ecuación 3.2}$$

$$\beta\cos\theta = K\lambda/D + 4\epsilon\sin\theta \dots\dots\dots \text{ecuación 3.3}$$

Donde: D es el tamaño de cristalito, K es la constante de Scherrer (con un valor de 0.9), λ es la longitud de onda de los rayos X (1.789 nm), β es el ensanchamiento del pico, θ es la mitad del ángulo de difracción (2θ) y ϵ es la deformación reticular.

El procedimiento para determinar D y ϵ consistió en analizar los picos de difracción utilizando el programa origin, obteniéndose el patrón de difracción ajustado mostrado en la *Figura 3.15*. A partir de los picos ajustados, se determinó el ancho medio de cada pico y posteriormente, se construyó el gráfico de Williamson-Hall ($\beta\cos\theta$ vs $4\text{sen}\theta$) (*Tabla 3.4*), que se presenta en la *Figura 3.16*. A partir de la intercepción en Y , se calculó el tamaño de cristalito, y de la pendiente de la recta se calculó la deformación reticular.

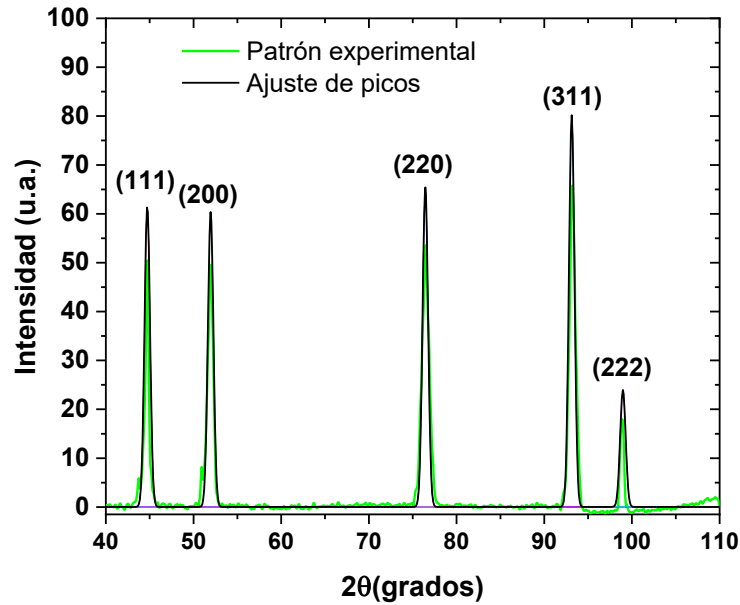


Figura 3.15. Análisis del perfil de líneas de rayos X de las AuNPs estabilizadas con PEI.

Tabla 3.4. Datos para la construcción del gráfico de Williamson-Hall.

Línea	2θ (grados)	θ (radianes)	FWHD (grados)	FWHD (radianes)	$\beta T \cos\theta$	$4\text{sen}\theta$
1	44.72412	0.390291575	0.73596	0.012844925	0.011878963	1.521832316
2	51.95394	0.453383656	0.7354	0.012835151	0.011538418	1.752039367
3	76.43639	0.667033337	0.73562	0.012838991	0.010087088	2.474631692
4	93.13041	0.812716144	0.7354	0.012835151	0.008824534	2.90462911
5	98.97173	0.863691277	0.73539	0.012834977	0.008338058	3.040982889

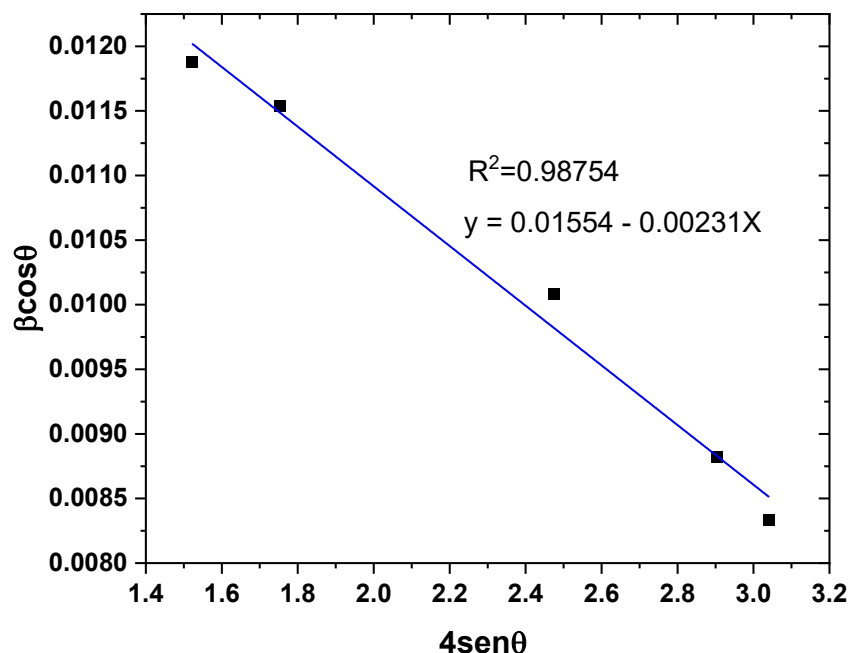


Figura 3.16. Gráfico de Williamson-Hall.

❖ **Tamaño de cristalito (D)**

$$D = K\lambda/b = (0.9)(0.1789 \text{ nm})/0.01554 = 10.36 \text{ nm}$$

❖ **Deformación reticular (ϵ)**

$$\epsilon = m = 0.00231$$

❖ **Densidad de dislocaciones (δ)**

$$\delta = 1/D^2 = 1/(10.36 \text{ nm})^2 = 0.0093 \text{ nm}^{-2}$$

3.7 Evaluación de la actividad catalítica de la solución de AuNPs

Ambas soluciones de AuNPs (8 mL y 20 mL) fueron evaluadas como catalizadores para la reducción de los compuestos nitroaromáticos, 2-nitrofenol y 4-nitrofenol en presencia de borohidruro de sodio. La actividad catalítica de ambas soluciones se monitoreó mediante espectroscopía UV-Vis. Es importante destacar que ambas soluciones de nanopartículas catalizaron la reacción de reducción en el mismo periodo de tiempo, a pesar de las diferencias observadas en las imágenes de TEM. Por ello, los resultados que se presentan a continuación corresponden a la solución con un volumen de 8 mL.

3.7.1 Actividad catalítica de las AuNPs/PEI para la reducción de 2-nitrofenol en función de su concentración.

En la *Figura 3.15* se muestra el espectro UV-Vis de la mezcla de 2-NF y NaBH_4 , en él se aprecian una banda localizada a 416 nm, la cual ha sido asociada a la formación de la especie 2-nitrofenolato de sodio (2-NFNa) [55]. Esta banda indica que el 2-NF ha sufrido desprotonación del grupo $-\text{OH}$, formando la especie cargada negativamente, lo que genera una redistribución de la densidad de carga en el anillo aromático y el grupo nitro, desplazando la absorción hacia longitudes de onda mayores. En ausencia de un catalizador, los espectros UV-Vis de la solución tomados a diferentes tiempos no muestran un cambio significativo, lo que indica que la reacción de reducción del 2-nitrofenol no ocurre, y que la solución permanece de color amarillo, como se aprecia en la figura.

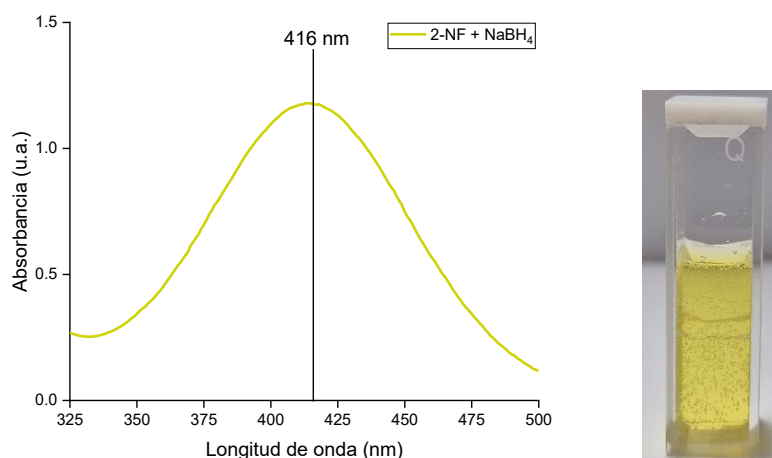


Figura 3.15 Espectro UV-Vis y fotografía de la solución de 2-NF con NaBH_4 .

Con el objetivo de optimizar la reacción de reducción del 2-NF por el NaBH_4 catalizada por las AuNPs, se realizaron diferentes experimentos variando las concentraciones del 2-NF y NaBH_4 . En las primeras tres pruebas se varió la concentración de la solución de 2-NF y se mantuvo la concentración de la solución de NaBH_4 (10 mM) y el volumen de solución de nanopartículas de Au (50 μL). Por otro lado, para calcular la eficiencia de la reacción catalítica se utilizó la ecuación 3.4. Esta ecuación considera la concentración de una de las especies determinada a partir de su banda de absorción, ya que de acuerdo con la ley de Beer-Lambert, la absorbancia es directamente proporcional a la concentración. En la ecuación, $C_{inicial}$ y C_{final} representan las concentraciones del ion 2-NFNa al inicio y al final de la

reacción, respectivamente. Tales concentraciones se determinan con la ley de Beer-Lambert considerando que $A_{inicial}$ y A_{final} corresponden a la absorbancia de la banda a 416 nm en el tiempo inicial y en el tiempo final:

$$Eficiencia = \frac{C_{inicial} - C_{final}}{C_{inicial}} \times 100\% \dots\dots \text{ecuación 3.4}$$

En la *Figura 3.16 A*) se presenta el espectro UV-Vis de la solución de la reacción de reducción del 2-nitrofenol catalizada por las AuNPs. La solución de partida se preparó mezclando 0.3 mL de 2-nitrofenol (1 mM) con 1.0 mL de NaBH₄ (10 mM). Posteriormente, se añadieron 50 µL de la solución de AuNPs, y se registraron los espectros a diferentes intervalos de tiempo. La banda de absorción característica del 2-nitrofenolato aparece en 416 nm, con una absorbancia inicial (A_0) de 1.06 unidades arbitrarias (u.a.), considerada como el 100 % de concentración inicial relativa. Diez segundos después de la adición de las AuNPs, la banda se mantiene en 416 nm, pero su intensidad disminuye a 0.84 u.a., lo que representa una concentración relativa de 79.24 %. Este descenso indica que la reacción de reducción del 2-nitrofenolato a 2-aminofenol ha comenzado, evidenciando la actividad catalítica de las AuNPs [56]. La solución permaneció dentro del espectrofotómetro en todo momento, desde la adición de las AuNPs hasta que la reacción concluyó. Después de 2 minutos, la absorbancia disminuyó aún más, reflejando una concentración de 65.09 %. A los 4 minutos, la concentración se redujo ligeramente a 61.32 %. Sin embargo, a los 6 minutos, se observó una disminución más pronunciada, con una concentración relativa del 27.35 %. A los 8 minutos, la reacción se encontraba cerca de su finalización, con una absorbancia de 0.23 u.a., correspondiente al 21.69 % de 2-nitrofenolato restante. Finalmente, tras 10 minutos de reacción, la absorbancia alcanzó un valor de 0.12 u. a., lo que indica que la concentración de 2-nitrofenolato descendió al 11.32 %. Esta disminución progresiva de la absorbancia está directamente relacionada con la hidrogenación del 2-nitrofenol, que conduce a la formación de 2-aminofenol. Utilizando los valores de absorbancia en la Ecuación 3.1, se determinó que el rendimiento de la reacción a los 10 minutos fue de 88.67 %. Es importante mencionar que, inmediatamente después de la adición de las AuNPs, se observó una disminución en la intensidad del color amarillo de la solución, lo cual es consistente con la conversión del 2-nitrofenolato a su producto reducido.

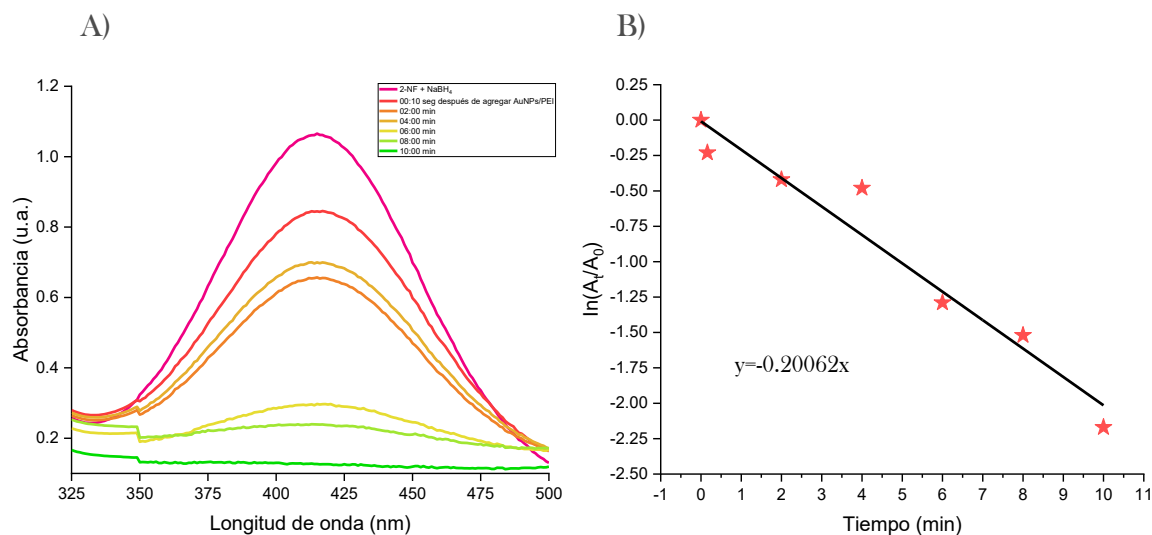


Figura 3.16 A) Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (1 mM) y NaBH_4 (10 mM) antes y después de la adición de AuNPs. B) Gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo para la reacción de reducción del 2-NF.

En la *Figura 3.16 B*) se presenta la gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo, esta representación corresponde al tratamiento cinético típico de una reacción de pseudo-primer orden, donde el agente reductor (NaBH_4) se encuentra en gran exceso y, por lo tanto, su concentración permanece prácticamente constante durante el curso de la reacción [57][58]. Los datos experimentales muestran una tendencia lineal bien definida, lo cual confirma que la cinética de la reacción se ajusta adecuadamente al modelo de primer orden respecto al 2-nitrofenolato. La pendiente negativa de la recta obtenida a partir del ajuste lineal (-0.20062) corresponde a la constante de velocidad aparente (k_{app}), con unidades de min^{-1} [59]. Este valor indica la rapidez con la que el reactivo se consume durante la reacción de reducción. En la ecuación 3.5 se representa la ecuación de la recta ajustada:

$$\ln\left(\frac{A_t}{A_0}\right) = -0.20062 \cdot t$$

..... ecuación 3.5

Lo anterior indica que el 2-nitrofenolato se transforma en 2-aminofenol de forma exponencial con respecto al tiempo. Además, el valor del coeficiente de determinación ($R^2 = 0.9516$) sugiere que el ajuste lineal es confiable y que los datos experimentales presentan poca dispersión con respecto a la tendencia teórica. A partir de la constante de velocidad, se puede

calcular el tiempo de vida media ($t_{1/2}$) del reactivo utilizando la ecuación 3.6, obteniéndose un valor de aproximadamente 3.46 minutos [60]. Esto significa que, bajo las condiciones experimentales empleadas, la concentración del 2-nitrofenolato se reduce a la mitad cada 3.46 minutos. En conjunto, estos resultados confirman el comportamiento cinético esperado para un sistema catalizado eficientemente por AuNPs, y respaldan el uso de las AuNPs como catalizadores efectivos en la reducción de compuestos nitroaromáticos en medio acuoso [59].

$$t_{1/2} = \frac{\ln(2)}{k_{app}} \dots\dots \text{ecuación 3.6}$$

En un segundo experimento se duplicó la concentración del 2-NF a 2 mM, manteniendo la concentración del NaBH₄ en 10 mM y el volumen del catalizador (AuNPs) en 50 µL. La reacción catalítica fue monitoreada por espectroscopia UV-Vis y en la *Figura 3.17 A)* se muestran los espectros UV-Vis tomados a diferentes tiempos. El espectro de la mezcla de 2-NF y NaBH₄ revela que la absorbancia inicial, en el tiempo 0 sin agregar el agente catalizador, equivale a 1.60 u. a. Una vez agregando las AuNPs a la solución, se tomó el espectro UV-Vis 10 segundos después de agregar el agente catalizador, obteniendo una banda definida con una absorbancia de 1.04 u. a., lo que demuestra que la concentración del 2-nitrofenolato disminuyó al 65 %. En los primeros 2 minutos de reacción la absorbancia disminuyó a 0.59 u. a., lo que corresponde a una concentración de 2-nitrofenolato del 36.87%. A los 4 minutos de reacción, la concentración de 2-nitrofenolato disminuyó por debajo del 20 % (18.12 %) y la absorbancia a los 6 minutos de reacción es de 0.15 u. a. lo que sugiere que la reacción ya casi llegaba a su final, con una concentración de 9.37 %. Una vez que la reacción llegó a su final, 8 minutos después de añadir las AuNPs, el valor de la absorbancia es igual a 0.10 u. a., lo que nos da como resultado una eficiencia del 95.16 % en la actividad catalítica, ya que la solución aún presentaba 6.25 % de 2-nitrofenolato. En la gráfica podemos observar que conforme pasa el tiempo de reacción la absorbancia va disminuyendo, y que esto es el comportamiento esperado en una reacción de catálisis.

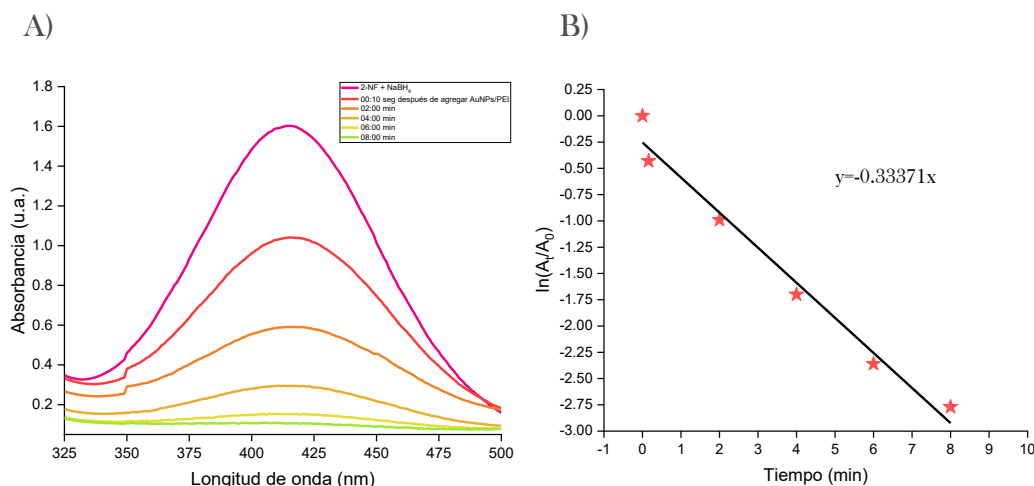


Figura 3.17 A) Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (2 mM) y NaBH₄ (10 mM) antes y después de la adición de AuNPs. B) Gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo para la reacción de reducción del 2-NF.

En la [Figura 3.17 B](#)) se presenta la gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo para la reacción de reducción. Los datos experimentales presentan una tendencia lineal clara, lo que respalda que la reacción sigue una cinética de primer orden con respecto al 2-nitrofenolato. La pendiente de la recta representa la k_{app} , cuyo valor es de 0.33371 min^{-1} . Este valor refleja la rapidez con que el reactivo es consumido en la reacción catalítica. A partir de esta constante, se calculó el $t_{1/2}$ del reactivo, lo que indica que, bajo las condiciones experimentales utilizadas, la concentración de 2-nitrofenolato se reduce a la mitad cada 2.08 minutos.

Por último, en esta primera etapa de la evaluación catalítica, se utilizó el 2-NF con una concentración de 3 mM, respetando el volumen y la concentración previamente establecidos para el catalizador y el NaBH₄. Este último experimento arrojó como resultado los espectros UV-Vis presentados en la [Figura 3.18 A](#)), donde se observa una primera banda correspondiente a la mezcla entre el 2-NF y el NaBH₄ con una absorbancia inicial de 2.32 u. a. Esta alta intensidad de la banda también se vio reflejada en el aumento de la intensidad del color amarillo de la solución. Después de agregar la solución del catalizador, la absorbancia de la banda de absorción del 2-nitrofenolato disminuyó progresivamente con el transcurso del tiempo de reacción. La reacción de catálisis duró 18 minutos con una absorbancia final de 0.10 u. a., lo que equivale a una eficiencia del 95.57 % y una concentración al 4.31 % de 2-nitrofenolato residual en la solución.

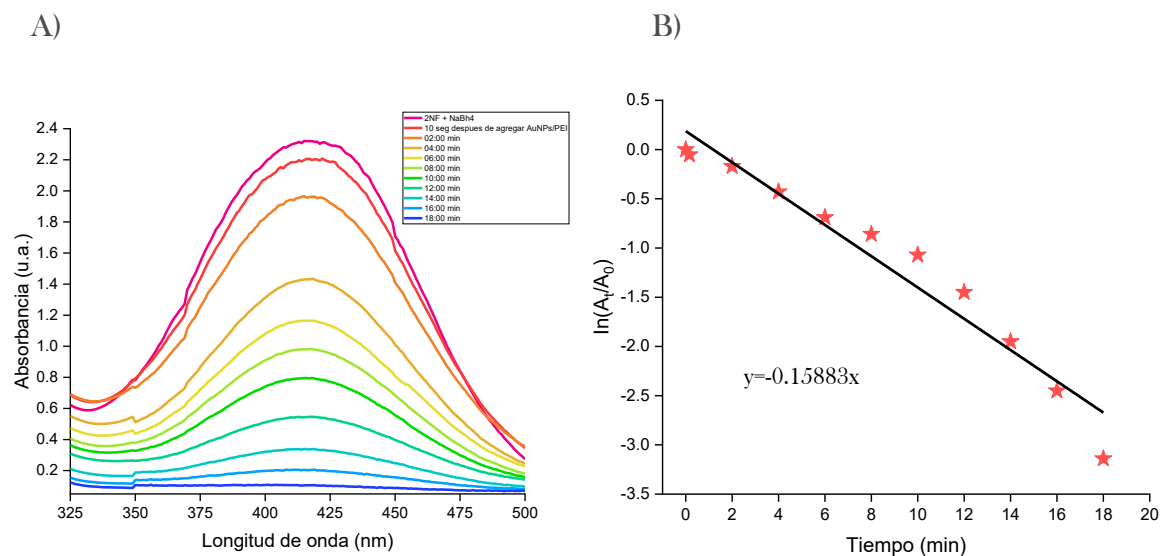


Figura 3.18 A) Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH_4 (10 mM) antes y después de la adición de AuNPs. B) Gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo para la reacción de reducción del 2-NF.

De acuerdo con la gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ vs t mostrada en la *Figura 3.18 B*), los datos experimentales siguen una tendencia lineal clara, lo que indica que la reacción obedece a una cinética de primer orden con respecto al 2-nitrofenolato. A partir del valor de k_{app} , que es de 0.15883 min^{-1} , calculamos el tiempo de vida media que es de 4.36 minutos, lo que quiere decir que, bajo las condiciones experimentales, la concentración de 2-nitrofenolato se reduce a la mitad cada 4.36 minutos.

En la *Tabla 3.3* se muestra una comparación de los resultados obtenidos en los tres experimentos de esta primera etapa de la evaluación catalítica de las AuNPs. Los resultados demuestran que con el 2-NF a una concentración de 2 mM la catálisis se realizó a un menor tiempo, mientras que al aumentar la concentración a 3 mM el tiempo aumentó, este fenómeno puede ser resultado de la saturación superficial, es decir, si la concentración de 2-NF es alta, muchas moléculas se adsorben simultáneamente, sobrecargando los pocos sitios activos libres y reduciendo la tasa efectiva de reducción [61].

Tomando en consideración los resultados de la primera etapa, se decidió continuar con la concentración de 3 mM, ya que a pesar de que la actividad catalítica se llevó a cabo en

un tiempo de 18 minutos, mayor a las otras dos concentraciones evaluadas, la eficiencia de la reacción fue mayor, alcanzando un rendimiento de reacción del 95.68 %.

Tabla 3.3. Comparación de los datos de la evaluación catalítica de las AuNPs/PEI en la reducción de 2-NF usando diferentes concentraciones de 2-NF y NaBH₄ (10mM).

Concentración del 2-NF (mM)	Tiempo de la reacción catalítica (minutos)	Absorbancia inicial (u. a.)	Absorbancia final (u. a.)	Eficiencia de la reacción (%)	Concentración final de 2-nitrofenolato (%)
1	10	1.06	0.12	88.67	11.32
2	8	1.60	0.10	93.75	06.25
3	18	2.32	0.10	95.68	04.31

3.7.2 Efecto de la concentración del NaBH₄ en la actividad catalítica de las AuNPs/PEI para la reducción 2-nitrofenol

En la segunda etapa de la evaluación de la actividad catalítica de las AuNPs/PEI se varió la concentración de la solución del agente reductor (NaBH₄) manteniendo constante la concentración y volumen de la solución de 2-NF, es decir, 3 mM y 0.3 mL, respectivamente. De igual forma, el volumen de la solución de AuNPs/PEI se mantuvo en 50 µL. El efecto que este cambio causó en la actividad catalítica fue monitoreado mediante espectroscopia UV-Vis. En la *Figura 3.19 A*) se muestran los espectros de la solución de la mezcla de 2-NF y NaBH₄ (15 Mm), antes y después de la adición de AuNPs. La absorbancia inicial de la banda de absorción del ion 2-nitrofenolato en la solución es de 2.26 u. a. Una vez añadido el agente catalizador, la solución se mantuvo dentro del espectrofotómetro hasta que la reacción concluyó. Se encontró que, a los 10 segundos de la incorporación de las AuNPs, la banda mostró una absorbancia de 1.43 u.a., lo que corresponde a una concentración del 63.27 % de 2-nitrofenolato, es decir, en los primeros 10 segundos el 36.73 % del 2-NF se transformó a 2-aminofenol (2-AF). Transcurridos 2 minutos y 30 segundos, la concentración del compuesto nitro-aromático disminuyó al 46.01 %, correspondiente a una absorbancia de 1.04 u.a. En el tercer punto de medición, a los 5 minutos, se registró una absorbancia de 0.60 u.a., lo que indica una concentración del 26.54 % de 2-nitrofenolato. A los 7 minutos y 30 segundos, la reacción mostró una desaceleración evidente, ya que la concentración apenas descendió al

18.58 %, con una leve disminución de la absorbancia a 0.42 u.a. En la medición siguiente, la absorbancia fue de 0.27 u.a., con una concentración de 11.94 %, evidenciando que la velocidad de reacción había disminuido significativamente. Finalmente, a los 17 minutos y 30 segundos, la absorbancia alcanzó un valor mínimo de 0.17 u.a., lo que indica que la reacción prácticamente concluyó, con una concentración final de 7.52 % de 2-nitrofenolato y una eficiencia global de reducción del 92.47 %. Estos resultados indican que, aunque se incrementó la concentración del agente reductor, no se observó un impacto significativo en la actividad catalítica. En efecto, la reacción fue solamente 30 segundos más rápida en comparación con la realizada a una concentración de 10 mM de NaBH_4 .

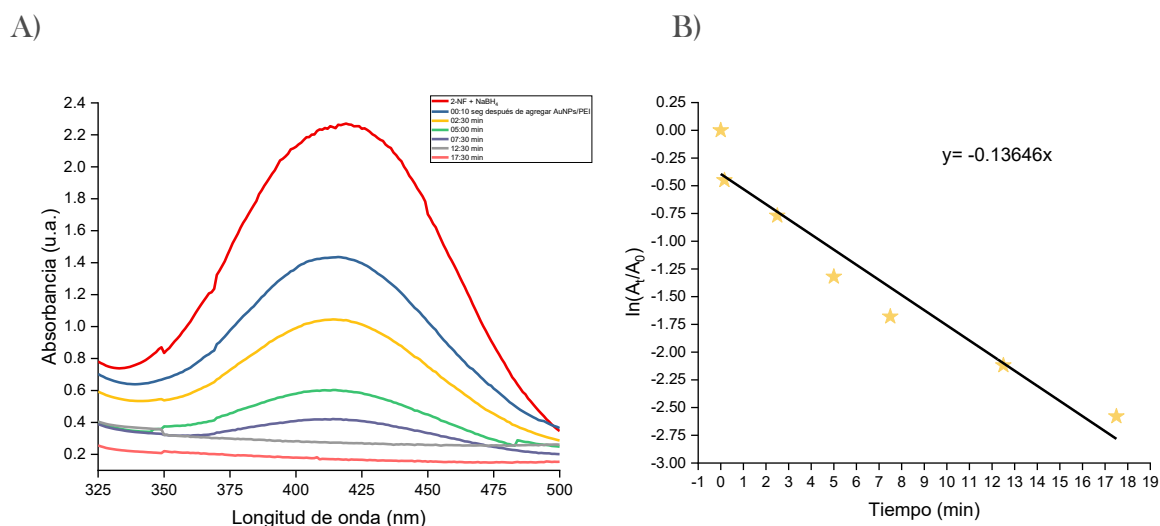



Figura 3.19 A) Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH_4 (15 mM) antes y después de la adición de AuNPs. B) Gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo para la reacción de reducción del 2-NF.

Como se aprecia en la *Figura 3.19 B)*, los datos obtenidos muestran un ajuste adecuado a una tendencia lineal, cuya pendiente fue de -0.13646 , lo que corresponde a una k_{app} de 0.13646 min^{-1} . Este valor permitió calcular el $t_{1/2}$ del 2-nitrofenolato bajo estas condiciones; la concentración del 2-nitrofenolato se reduce a la mitad aproximadamente cada 5.08 minutos. En comparación con otras condiciones evaluadas, se observa una ligera disminución de la velocidad de reacción, lo cual podría deberse a variaciones en la concentración del agente reductor o a una disminución en la accesibilidad de las moléculas de 2-nitrofenolato hacia las superficies activas de las nanopartículas. Estudios previos han demostrado que el rendimiento



catalítico de las AuNPs puede verse influenciado por diversos factores, incluyendo la relación molar reactivo/reductor, la estabilización superficial y la dispersión del catalizador en el medio [62][57].

En busca de un cambio notorio, se duplicó la concentración de NaBH_4 , es decir, se utilizó una concentración de 30 mM. En la *Figura 3.20 A)* se presentan los espectros UV-Vis de la solución catalítica y se nota que la banda en el espectro de color negro, correspondiente a la mezcla del 2-NF y el NaBH_4 10 segundos después de agregar las AuNPs, aumentó su absorbancia con respecto a la solución sin AuNPs, es decir, la absorbancia aumentó de 2.36 a 2.38 u. a. En el espectro correspondiente a los 2 minutos y 30 segundos de reacción, la absorbancia de la banda disminuyó considerablemente; este valor indica que la concentración de 2-nitrofenolato disminuyó a 83.05 %. Después de los 5 minutos de reacción, el espectro UV-Vis mostró una banda mejor definida con una absorbancia de 1.59 u. a. Lo que indica que en este punto de la reacción la concentración bajó considerablemente, ya que se encuentra en el 67.37 %. A los 7 minutos y 30 segundos de reacción catalítica, la absorbancia disminuyó de manera notoria a 0.54 u. a. Después de este momento, la atenuación de la absorbancia ya no presentó saltos significativos. La actividad catalítica concluyó en 17 minutos y 30 segundos, al finalizar, la última banda muestra una absorbancia de 0.07 u. a., con un resultado de una eficiencia del 97.03 % y una concentración final de 2-nitrofenolato del 2.96 %. Aunque el tiempo de reacción se mantuvo igual al de las pruebas anteriores, el porcentaje de eficiencia aumentó; lo cual es un resultado importante, ya que el objetivo principal es mantener un porcentaje de eficiencia alto y un tiempo de reacción corto.

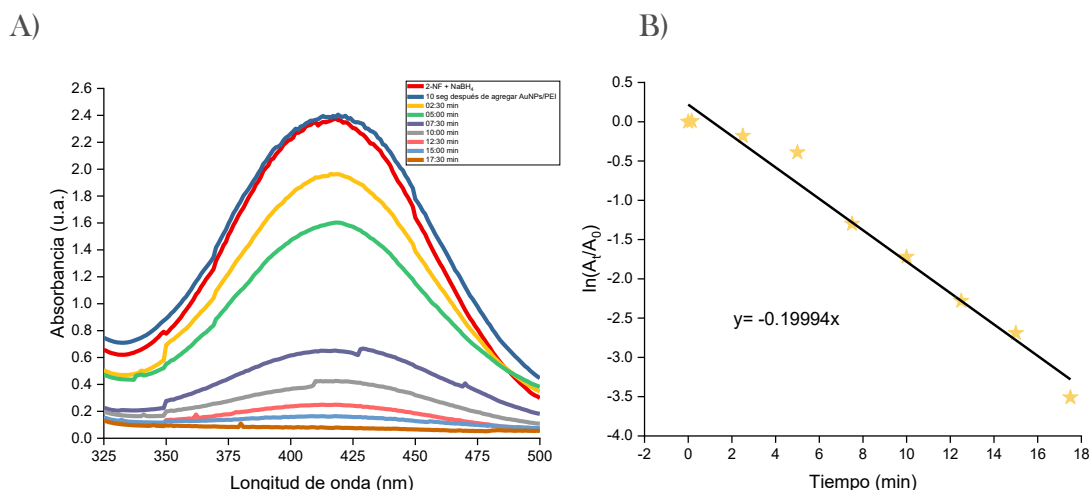


Figura 3.20 A) Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH_4 (30 mM) antes y después de la adición de AuNPs. B) Gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo para la reacción de reducción del 2-NF.

En la *Figura 3.20 B)* se observa la gráfica del análisis cinético de la actividad catalítica estudiada, este gráfico respalda una cinética de primer orden, lo cual es común en sistemas donde el catalizador actúa de forma efectiva y la concentración del reactivo disminuye exponencialmente con el tiempo [63]. Se calculó el valor de $t_{1/2}$, que indica que el tiempo necesario para que la concentración del reactivo (o su absorbancia) se reduzca a la mitad es de aproximadamente 3.47 minutos.

La evaluación de la actividad catalítica de las AuNPs/PEI se realizó con una concentración de NaBH_4 de 40 mM, obteniéndose un cambio significativo, ya que el tiempo de reacción disminuyó a 15 minutos, es decir, en este tiempo de reacción la absorbancia cambió de 2.94 a 0.11 u. a. Esta variación corresponde a una eficiencia de reacción del 96.11%. En general, se observaron tres cambios importantes en comparación con los dos casos anteriores, el primero fue que la absorbancia inicial de la banda del compuesto nitro-aromático fue significativamente mayor que cuando se usaron NaBH_4 15 y 30 mM. Además, la eficiencia y el tiempo de reacción disminuyeron en comparación con los dos experimentos previos. La evolución del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF/ NaBH_4 después de agregar las AuNPs es mostrada en la *Figura 3.21 A)*. La continua disminución de la absorbancia de la banda demuestra que las AuNPs aceleran la transformación de 2-NF a 2-AF debido a la excelente actividad catalítica de las superficies de las partículas.

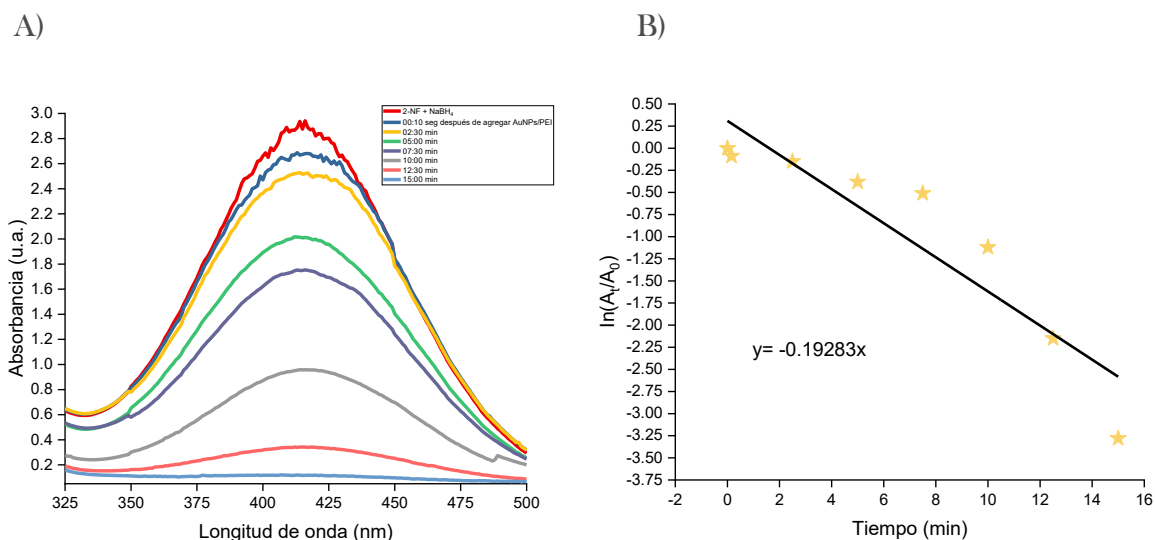


Figura 3.21 A) Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH₄ (40 mM) antes y después de la adición de AuNPs. B) Gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo para la reacción de reducción del 2-NF.

En la *Figura 3.21 B)* se observa la cinética de la reacción catalítica, mostrando una clara tendencia lineal al graficar $\ln(A_t/A_0)$ contra el tiempo, obteniendo una k_{app} igual a 0.19283 min^{-1} , este valor es consistente con reacciones catalíticas de primer orden, donde la velocidad de reacción depende únicamente de la concentración del reactivo, dado que el catalizador actúa en cantidades constantes y su concentración efectiva no varía significativamente durante la reacción [63]. Por lo tanto, se concluye que la vida media del reactivo bajo estas condiciones catalíticas es de aproximadamente 3.59 minutos.

Por último, se realizó el experimento con una concentración de 60 mM y, en la *Figura 3.22 A)*, se muestran los espectros correspondientes. En el espectro de la mezcla del 2-NF con NaBH₄ se aprecia que la banda en 416 nm presenta ruido, sin embargo, la absorbancia inicial fue considerada en 2.41 u. a. Después de adicionar las AuNPs, la banda muestra grandes saltos de disminución en la absorbancia, por ejemplo, en la banda correspondiente a los 2 minutos y 30 segundos de reacción, la absorbancia es de 1.72 u. a., lo que corresponde a una concentración de 2-nitrofenolato de 71.36 y, a los 5 minutos de efectuarse la reacción, la absorbancia final es de 0.17 u. a. equivalente a una concentración del 36.92 %. La reacción concluyó en 7 minutos y 30 segundos con una concentración del reactivo a reducir del 7.05 %, es decir, la reacción tuvo una eficiencia del 92.94 %. Estos resultados evidencian claramente

que la concentración de 60 mM de NaBH₄ es efectiva para lograr una reducción eficiente del reactivo en un tiempo relativamente corto, sin provocar efectos adversos como la saturación del sistema catalítico, lo cual era uno de los principales objetivos de esta etapa experimental.

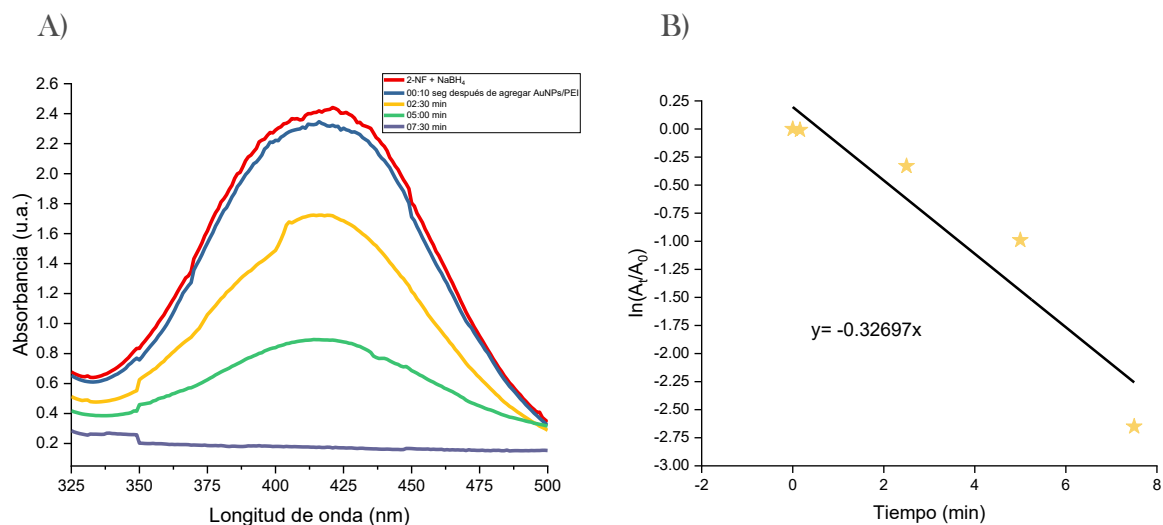


Figura 3.22 A) Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH₄ (60 mM) antes y después de la adición de AuNPs. B) Gráfica de $\ln(A_t/A_0)$ en función del tiempo para la reacción de reducción del 2-NF.

La gráfica correspondiente a la *Figura 3.22 B)* representa la relación entre el logaritmo natural de la razón de absorbancias $\ln(A_t/A_0)$ y el tiempo, obteniéndose una recta con pendiente negativa, lo cual confirma que la reacción sigue una cinética de primer orden. La k_{app} se deduce de la ecuación de la recta obtenida por regresión lineal, siendo el resultado 0.32697 min^{-1} , esto indica que el tiempo necesario para reducir la concentración del 2-nitrofenolato a la mitad bajo estas condiciones es de aproximadamente 2.12 minutos, lo que representa una mejora significativa respecto a los experimentos anteriores.

En conclusión, el aumento de la concentración de NaBH₄ disminuye el tiempo de reacción porque incrementa la velocidad de transferencia de electrones hacia el 2-nitrofenol en la superficie del catalizador, esto hace que la reacción avance más rápido. La mayoría de estos sistemas catalíticos siguen un mecanismo de superficie conocido como Langmuir-Hinshelwood, en el que tanto el reactivo (ión 2-nitrofenolato) como el reductor (ión BH₄⁻) se adsorben en la superficie del catalizador. Aumentar la concentración de NaBH₄ eleva la probabilidad de colisiones efectivas entre las especies adsorbidas, acelerando la reacción [64].

3.7.3 Evaluación de actividad catalítica de las AuNPs para la reducción del 2-nitrofenol durante varios ciclos de catálisis

Como tercera etapa de la evaluación de la actividad catalítica para la reducción del compuesto nitroaromático 2-nitrofenol, se realizaron 4 ciclos de catálisis con las concentraciones y el volumen del último experimento. Esta etapa se realizó con el fin de evaluar el rendimiento de las AuNPs estabilizadas con PEI como agente catalizador. En la *Figura 3.23* se muestran los espectros UV-Vis de la solución de 2-NF, tomados a distintos tiempos tras agregar las AuNPs, correspondientes al primer ciclo de catálisis. De acuerdo con los valores de absorbancia de la banda localizada en 416 nm, la reducción del 2-NF por el NaBH_4 catalizada por las AuNPs se llevó a cabo en 7 minutos y 30 segundos alcanzando una eficiencia de reacción del 95.17%.

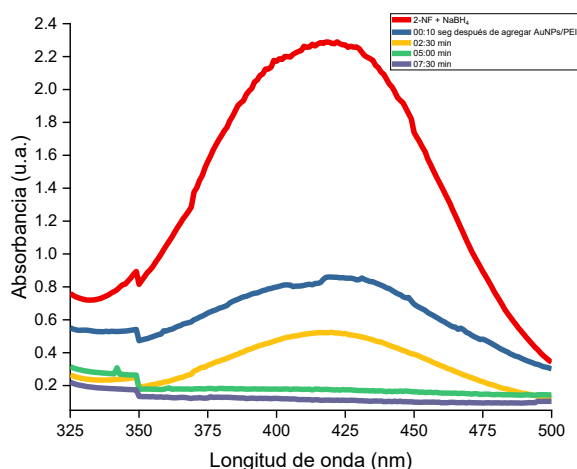


Figura 3.23. Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH_4 (60 mM) en el ciclo 1 antes y después de la adición de AuNPs.

Después de terminar el primer ciclo, a la solución se le agregó 0.3 mL de 2-NF (3mM) y 1 mL de NaBH_4 (60 mM) dando inicio al segundo ciclo de catálisis. Al igual que en los experimentos anteriores, la eficiencia de la reacción se determinó usando los valores de la absorbancia de los espectros de la *Figura 3.24* y se encontró que nuevamente la reacción tardó el mismo tiempo que el ciclo 1 (7:30 minutos), logrando una eficiencia del 86.86 %. Comparado con el primer ciclo, se puede notar que la eficiencia tuvo una disminución mínima, lo que puede ser consecuencia de una fatiga superficial

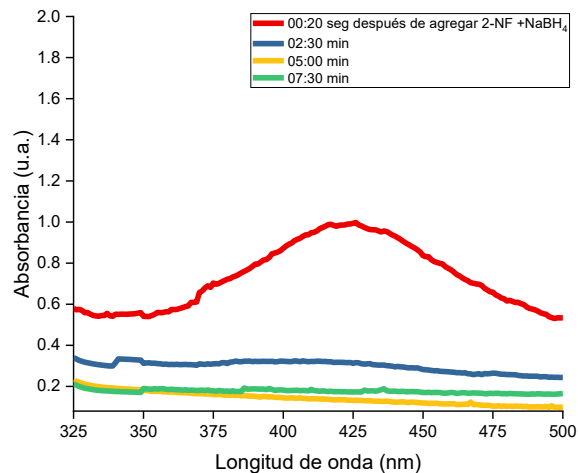


Figura 3.24 Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH_4 (60 mM) en el ciclo 2 antes y después de la adición de AuNPs.

Para el tercer ciclo de catálisis, de acuerdo con la evolución del espectro UV-Vis (mostrada en la *Figura 3.25*) se observó un aumento notorio en el tiempo de reacción, ya que en el espectro se observa que al pasar los 12:30 minutos de reacción, la absorbancia final es de 0.14 u. a. lo que da como resultado un 82.92 % de eficiencia. A pesar de que hubo un aumento significativo en el tiempo de reacción, se observó que el porcentaje de eficiencia de la reacción se mantiene por encima del 80 %.

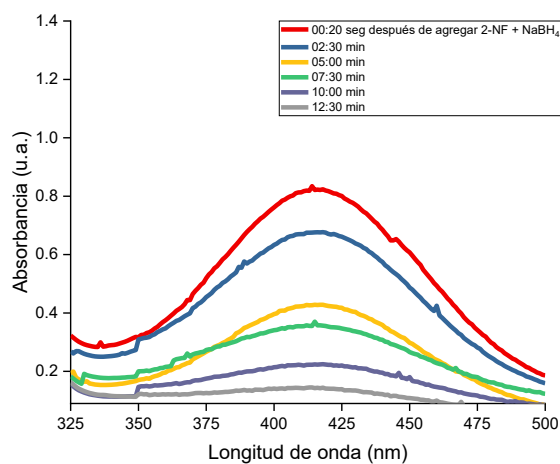


Figura 3.25 Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH_4 (60 mM) en el ciclo 3 antes y después de la adición de AuNPs.

Finalmente, en el cuarto y último ciclo de catálisis se encontró que el tiempo de reacción nuevamente aumentó, en 5 minutos, es decir que, la reacción finalizó a los 17 minutos

y 30 segundos. En este ciclo el porcentaje de eficiencia de la reacción fue más alto que el ciclo 3, es decir, 84.05 %. Los espectros correspondientes al cuarto ciclo de catálisis se muestran en la *Figura 3.26*.

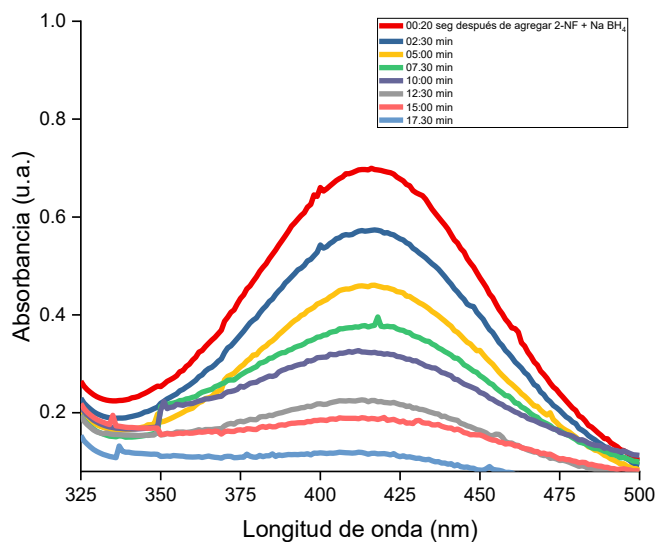


Figura 3.26 Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 2-NF (3 mM) y NaBH₄ (60 mM) en el ciclo 4 antes y después de la adición de AuNPs.

En la *Tabla 3.4* se presentan los resultados obtenidos en la última etapa de evaluación catalítica de las AuNPs. Se puede observar que los porcentajes de eficiencia, aunque no son iguales, son mayores al 80 %, esto permite concluir que las nanopartículas de oro estabilizadas por PEI cumplen como un buen agente catalizador y presentan un alto rendimiento y una buena capacidad de reutilización en la reducción de 2-NF.

Tabla 3.4 Tabla comparativa de los resultados obtenidos durante la tercera etapa de la evaluación catalítica de las AuNPs/PEI

Número de ciclos	Tiempo de reacción (min)	Absorbancia inicial (u. a.)	Absorbancia final (u. a.)	Eficiencia (%)
1	7:30	2.28	0.11	95.17
2	7:30	0.99	0.13	89.89
3	12:30	0.82	0.14	82.92
4	17:30	0.69	0.11	84.05

Aunque el tiempo de reacción aumentó en ciclos posteriores, la eficiencia se mantuvo estable, indicando que el sistema catalítico es robusto y potencialmente viable para aplicaciones donde se requiere reutilización del catalizador.

3.7.4 Evaluación de la actividad catalítica de las AuNPs/PEI para la reducción 4-nitrofenol

En esta última etapa de la evaluación catalítica de las AuNPs estabilizadas con PEI, se estudió la eficiencia de estas en la reducción de un compuesto nitroaromático distinto, seleccionando el 4-nitrofenol. Se mantuvieron las mismas condiciones experimentales empleadas en la reducción del 2-NF, es decir, la solución catalítica se preparó mezclando 0.3 mL del 4-NF (3 mM) y 1 mL de NaBH_4 (60 mM). Sin embargo, en este caso, el 4-nitrofenol presenta una intensidad de absorción de la radiación visible mayor que la del 2-NF, como se aprecia en el espectro UV-Vis de la *Figura 3.27*. Esto dificultó determinar el valor de la absorbancia de la solución inicial. Para resolver este inconveniente, la solución original fue diluida con agua desionizada hasta obtener un espectro con la banda del compuesto nitroaromático bien definida, lo cual se logró al adicionar 4.5 mL de agua, obteniendo un volumen final de la solución de 4-NF/ NaBH_4 de 5.8 mL. El espectro de esta solución se muestra en la *Figura 3.27*, en él se nota que el máximo de la banda de absorción se localiza a 401 nm con una absorbancia de 2.07 u.a.

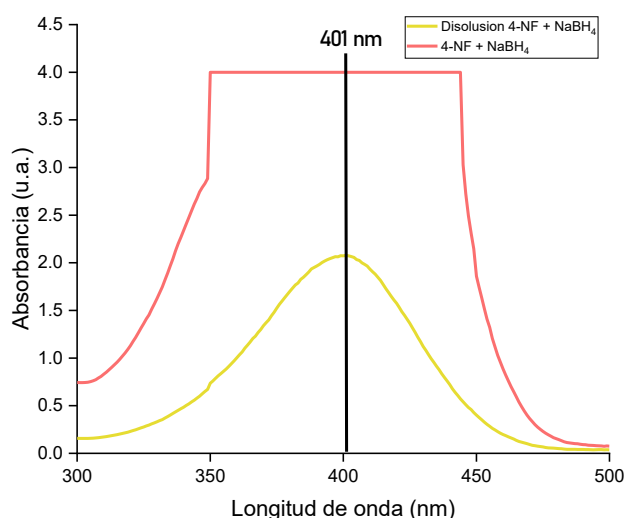


Figura 3.27. Espectros UV-Vis de la solución original de 4-NF/ NaBH_4 y de la solución diluida con agua desionizada.

Una vez obtenido el espectro UV-Vis con una banda definida, se aplicaron la ecuación de dilución (ecuación 7) y la ley de Beer-Lambert (ecuación 8) para determinar la absorbancia de la solución catalítica original.

$$v_1 C_1 = v_2 C_2 \dots\dots \text{ecuación 3.7}$$

$$A = \epsilon l C \dots\dots \text{ecuación 3.8}$$

Tomando los valores de la solución de 4-NF/NaBH₄ original y diluida tenemos:

$$v_1 = 1.3 \text{ mL} \qquad v_2 = 5.8 \text{ mL}$$

$$A_1 = x \qquad A = 2.07 \text{ u. a.}$$

$$A_1 = \frac{v_2}{v_1} A_2$$

$$A_1 = \frac{5.8 \text{ mL}}{1.3 \text{ mL}} (2.07 \text{ u. a.}) = 9.23 \text{ u. a.}$$

Cuando se obtuvo la absorbancia de la solución original, se realizó la primera prueba catalítica, la cual se monitoreó mediante UV-Vis. Los espectros de la solución catalítica se muestran en la *Figura 3.28*. Se aprecia claramente que la reacción de reducción del 4-NF se produce rápidamente al adicionar las AuNPs, y a los 2 minutos y 30 segundos la banda de absorción prácticamente desaparece. El espectro tomado a los 5 minutos indica que la eficiencia de la reacción de reducción es de 98.91%.

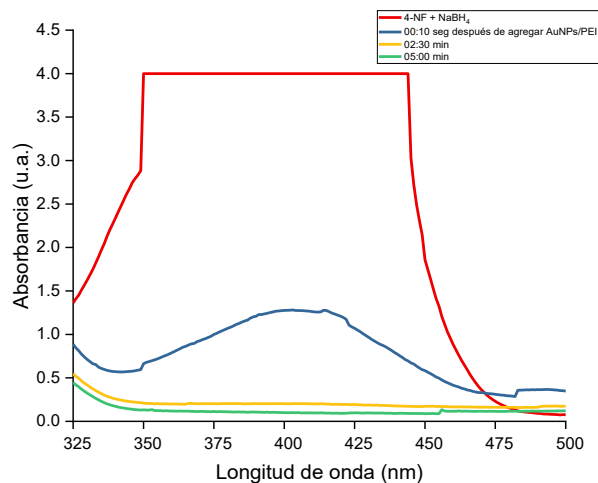


Figura 3.28 Espectro UV-Vis de la actividad catalítica con 4-NF (3 Mm) y NaBH₄ (60 mM).

Una vez realizadas diversas pruebas de reproducibilidad, se llevaron a cabo 4 ciclos para evaluar el rendimiento de las AuNPs al ser reutilizadas como catalizadores. Como se esperaba, el ciclo 1 (Figura 3.29) se llevó a cabo en 5 minutos con una eficiencia promedio del 98.59 %.

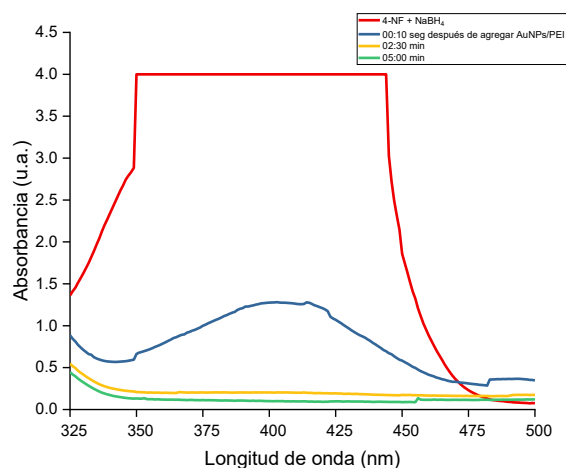


Figura 3.29 Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 4-NF (3 mM) y NaBH_4 (60 mM) en el ciclo 1 antes y después de la adición de AuNPs.

En el segundo ciclo, los resultados de UV-Vis mostrados en la [Figura 3.30](#) demuestran que el tiempo de reacción se mantuvo en 5 minutos, pero la eficiencia aumentó a 90.29 %.

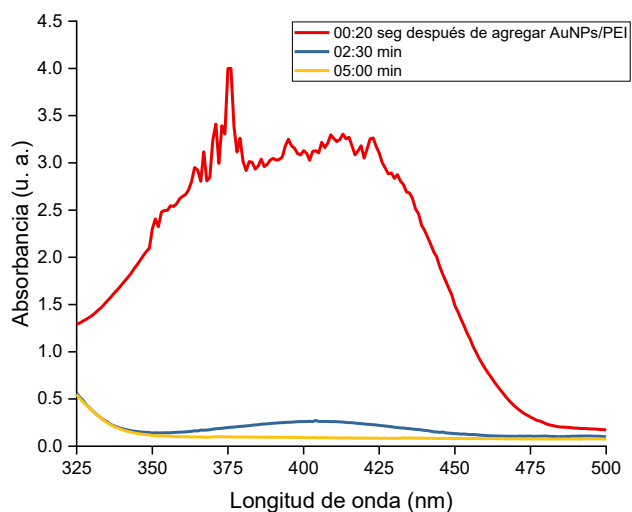


Figura 3.30 Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 4-NF (3 mM) y NaBH_4 (60 mM) en el ciclo 2 antes y después de la adición de AuNPs.

A diferencia de los ciclos 1 y 2, en el tercer ciclo el tiempo de reacción aumentó al doble, es decir, que la reacción se llevó a cabo en 10 minutos, pero la eficiencia de la reacción

se mantuvo en el 97.83 %. Estos datos sugieren que las AuNPs conservan su capacidad como agente catalizador (ver *Figura 3.31*).

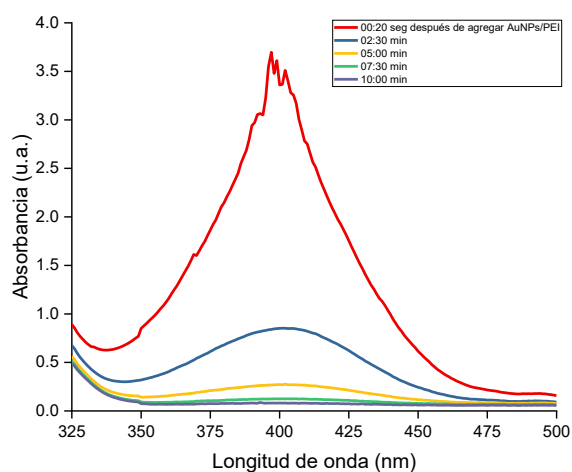


Figura 3.31. Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 4-NF (3 mM) y NaBH₄ (60 mM) en el ciclo 3 antes y después de la adición de AuNPs.

Finalmente, en el cuarto y último ciclo, la eficiencia tuvo un cambio mínimo, presentando un porcentaje de 95.54 %, en un tiempo de reacción de 12 minutos y medio (ver *Figura 3.32*). En la *Tabla 3.5* se resumen los datos de la evaluación de las AuNPs/PEI como agente catalizador del 4-NF.

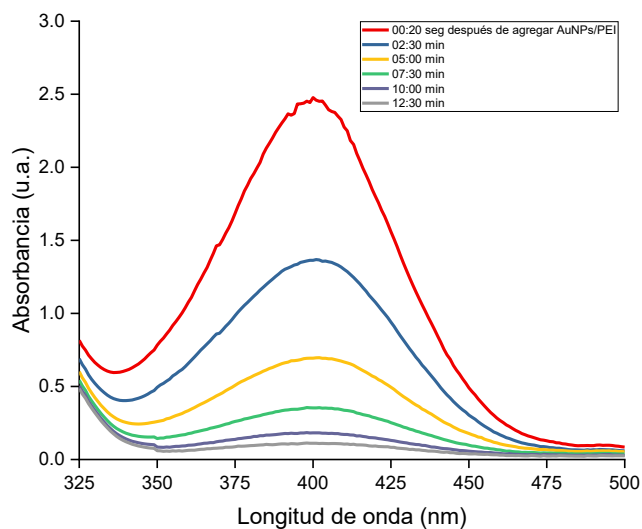


Figura 3.32. Evolución temporal del espectro UV-Vis de la solución de 4-NF (3 mM) y NaBH₄ (60 mM) en el ciclo 4 antes y después de la adición de AuNPs.

Tabla 3.5 Tabla comparativa de los resultados obtenidos durante la evaluación catalítica de las AuNPs/PEI como catalizador para reducir 4-NF

Número de ciclos	Tiempo de reacción (min)	Absorbancia (u. a.)	Absorbancia final (u. a.)	Eficiencia (%)
1	5	9.23	0.10	98.91
2	5	7.64	0.13	98.29
3	10	3.69	0.08	97.83
4	12.5	2.47	0.11	95.54

A partir del tercer ciclo, el tiempo de reacción se duplicó, alcanzando 12.5 minutos, aunque la eficiencia se mantuvo. Esto sugiere que, aunque la cinética del proceso se prolongó, la capacidad de conversión del sistema no se vio comprometida. Este fenómeno ha sido observado en sistemas similares, donde, después de múltiples ciclos de uso, los catalizadores presentan una reducción de la velocidad de reacción sin una pérdida significativa de la eficiencia. Esto se atribuye a procesos como la agregación parcial de nanopartículas, bloqueo de sitios activos por productos o estabilizantes, o reestructuraciones superficiales del catalizador [65]. Estudios con catalizadores similares basados en AuNPs con soportes poliméricos o magnéticos, como los microgeles “*core-shell*”, muestran que la estructura del estabilizante puede minimizar la agregación y permitir una reusabilidad eficiente sin cambios significativos en la actividad [66]. De manera complementaria, se ha observado que las películas multifuncionales de Au y Ag sobre núcleos magnéticos con recubrimiento de PEI mostraron una eficiencia catalítica prácticamente invariable incluso después de ocho ciclos, gracias a la alta estabilidad del recubrimiento y la mínima pérdida del catalizador durante su recuperación [67].

En conclusión, los resultados indican que las AuNPs/PEI evaluadas mantienen una alta eficiencia y buen desempeño como catalizadores reutilizables, si bien con una aceleración de la cinética algo disminuida en ciclos posteriores, probablemente por cambios superficiales o menor accesibilidad a los sitios activos. La elevada estabilidad funcional y la conversión respaldan su aplicabilidad en procesos acuosos orientados a la reutilización y la reducción de residuos.

Conclusiones


- ✓ Se sintetizaron nanopartículas de oro mediante el método coloidal, utilizando polietilenimina como agente estabilizante, obteniéndose nanopartículas con morfología predominantemente esférica y tamaños de 2 a 22, estables en solución coloidal. Las técnicas de caracterización UV-Vis, TEM, DRX e IR confirmaron la formación de nanopartículas esféricas con la típica estructura cúbica centrada en las caras y una interacción eficaz entre la superficie de las nanopartículas de oro y los grupos funcionales de la PEI, lo que contribuyó a su estabilidad y a una dispersión homogénea en el medio acuoso.
- ✓ La evaluación catalítica de las AuNPs/PEI en la reducción de compuestos nitroaromáticos (particularmente 2-nitrofenol y 4-nitrofenol) mostró que el sistema presenta una alta eficiencia y un buen rendimiento catalítico. Asimismo, los catalizadores demostraron una buena capacidad de reutilización, manteniendo una eficiencia estable a lo largo de varios ciclos catalíticos. Aunque se evidenció un ligero incremento en el tiempo de reacción y una disminución moderada de la velocidad cinética en los ciclos posteriores, el sistema se mantuvo robusto, estable y funcional.
- ✓ En general, el sistema AuNPs/PEI constituye un catalizador eficaz, estable y reutilizable, con un desempeño favorable en medios acuosos y una potencial aplicabilidad en procesos sustentables de reducción de contaminantes orgánicos. En conjunto, los hallazgos de este estudio respaldan el uso de las nanopartículas de oro estabilizadas con PEI como una alternativa eficiente y ecológica para el tratamiento de compuestos nitroaromáticos, lo que contribuye al desarrollo de tecnologías más limpias y sostenibles.

Referencias

- [1] *International Organization for Standardization (ISO)*. (2015). Obtenido de Nanotechnologies Part 1: Core terms (ISO/TS 80004-1:2015): <https://www.iso.org/standard/38117.html>
- [2] Garzón, M. G. (16 de Julio de 2018). *FUCS*. Obtenido de Nanomateriales, Nanopartículas y Síntesis verde: <https://revistas.fucsalud.edu.co/index.php/repertorio/article/view/191/173>
- [3] *The Royal Institution*. (s.f.). Obtenido de Los coloides de oro de Michael Faraday: <https://www.rigb.org/explore-science/explore/collection/michael-faradays-gold-colloids>
- [4] Alarcón, A. A. (Junio de 2011). *Síntesis de nanopartículas monometálicas y bimetálicas estabilizadas por un polímero iónico*. Mineral de la Reforma, Hidalgo, México.
- [5] Brust, M. A. (1994). Synthesis of thiol-derivatised gold nanoparticles in a two-phase liquid-liquid system. *J. Chem. Soc., Chem. Commun*, 801-802. <https://doi.org/10.1039/C39940000801>
- [6] Harish, V., Ansari, M. M., Tewari, D., Gaur, M., Yadav, A. B., García-Betancourt, M. L., Abdel-Haleem, F. M., Bechelany, M., & Barhoum, A. (2022). Nanoparticle and Nanostructure Synthesis and Controlled Growth Methods. *Nanomaterials*, 12(18), 3226. <https://doi.org/10.3390/nano12183226>
- [7] Jeevanandam, J., Barhoum, A., Chan, Y. S., Dufresne, A., & Danquah, M. K. (2018). Review on nanoparticles and nanostructured materials: History, sources, toxicity, and regulations. *Beilstein Journal of Nanotechnology*, 9, 1050-1074. <https://doi.org/10.3762/bjnano.9.98>
- [8] Nasrollahzadeh, M., Sajadi, S. M., Iravani, S., & Varma, R. S. (2019). Green synthesis of metal and metal oxide nanoparticles: Principles, mechanisms, and applications. *Chemical Reviews*, 119 (18), 9423-9484. <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.9b00220>
- [9] Villarraga, F. G. (2023). *Innovación y ciencia*. Obtenido de Nanopartículas metálicas y sus aplicaciones: https://innovacionyciencia.com/documentos/nanoparticulas_metalicas_y_sus_aplicaciones.pdf
- [10] Herrera-González, A. M., García-Serrano, J., & Caldera-Villalobos, M. (2018). Synthesis and stabilization of Au nanoparticles in colloidal solution using macroelectrolytes with sulfonic acid groups. *Journal of Applied Polymer Science*, 135(38), 45888. <https://doi.org/10.1002/app.45888>
- [11] LaMer, V. K., & Dinegar, R. H. (1950). Theory, production and mechanism of formation of monodispersed hydrosols. *Journal of the American Chemical Society*, 72(11), 4847-4854. <https://doi.org/10.1021/ja01167a001>
- [12] Katharina Ruth Zürbes, E. M. (2025). Synthesis of anisotropic gold nanoparticles

- in binary surfactant mixtures: a review on mechanisms of particle formation. *RSC Advances*, 15, 4377-4407. <https://doi.org/10.1039/D4RA06358A>
- [13] Polte, J. (2015). *Fundamental growth principles of colloidal metal nanoparticles - a new perspective*. *CrystEngComm*, 17 (36), 6809-6830. <https://doi.org/10.1039/C5CE01014D>
- [14] Amina S.J., Guo B. A. (2020). Review on the Synthesis and Functionalization of Gold Nanoparticles as a Drug Delivery Vehicle. *Int J Nanomedicine*. 15, 9823-9857. <https://doi.org/10.2147/IJN.S279094>
- [15] Herrera González, A. M., Caldera Villalobos, M., García Serrano, J., & Peláez-Cid, A. A. (2016). Polyelectrolytes with sulfonic acid groups useful in the synthesis and stabilization of Au and Ag nanoparticles. *Designer Monomers and Polymers*, 19(4), 330-339. <https://doi.org/10.1080/15685551.2016.1152543>
- [16] Herrera-González, A. M., Caldera-Villalobos, M., Bocardo-Tovar, P. B., & García-Serrano, J. (2018). Synthesis of gold colloids using polyelectrolytes and macroelectrolytes containing arsonic moieties. *Colloid and Polymer Science*, 296(5), 961-969. <https://doi.org/10.1007/s00396-018-4309-8>
- [17] Ramírez-Ayala, M. F., Herrera-González, A. M., Trejo-Carbajal, N., Lobo Guerrero, A., Vargas-Ramírez, M., & García-Serrano, J. (2022). One-step synthesis and stabilization of Au, Ag and Au-Ag nanoparticles with an ion-exchange polymer containing amide and carboxylic acid functional groups. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 647, 129069. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2022.129069>
- [18] Zanella, R. (30 de Agosto de 2021). Obtenido de Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño: https://www.scielo.org.mx/scielo.php?pid=S244856912012000100069&script=sci_arttext
- [19] Fred W. Billmeyer, J. (s.f.). *Ciencia de los polímeros*. New York: Reverté, S. A.
- [20] Pérez, J. M. (2014). Universidad De Burgos. *La Edad De Los Polímeros. Un Mundo De Plástico*. Burgos: Rico Adrados S.L.
- [21] Brindis, D. E. (2002). *Propiedades Básicas De Los Polímeros*. Obtenido De Propiedades Básicas De Los Polímeros: https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/54510569/propiedades-de-los-polimeros-libre.pdf?1506131720=&response-content-disposition=inline%3B+filename%3DPROPIEDADES_BASICAS_DE_LOS_POLIMEROS.pdf&Expires=1748725294&Signature=bQEbnkkaNZS9QoEsm~hqt7CJyuOManyNg~7j
- [22] Ana C. Quevedo1, E. G.-J. (25 de Octubre de 2021). *Jove*. Obtenido de Caracterización espectroscópica UV-Vis de nanomateriales en medios acuosos: <https://www.jove.com/t/61764/uv-vis-spectroscopic-characterization-nanomaterials-aqueous?language=Spanish>
- [23] Moreno, M. S. (Octubre de 2017). *Universidad nacional de educación a distancia*. Obtenido de nanopartículas de plata: preparación, caracterización y propiedades

- con aplicación en inocuidad de los alimentos.: [https://oai-espacio.uned.es/server/api/core/bitstreams/ab82f4c7-fc5a-4d23-82e4-8c82b8729fd9/content](https://oai.espacio.uned.es/server/api/core/bitstreams/ab82f4c7-fc5a-4d23-82e4-8c82b8729fd9/content)
- [24] *Nanoscience Instruments*. (2025). Obtenido de Microscopía Electrónica de Transmisión: <https://www.nanoscience.com/techniques/transmission-electron-microscopy/>
- [25] Pandian Bothi Raja, K. R. (2022). *Nano-Bioremediation : Fundamentals and Applications*. Obtenido de Nano-Bioremediation : Fundamentals and Applications: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-823962-9.00037-4>
- [26] J. Rodríguez-Hernández, L. d. (30 de 01 de 2015). *Metodologías para determinar estructuras cristalinas a partir de datos de difracción de polvos*. Obtenido de WordPress: <https://materialesavanzados.wordpress.com/2015/01/30/metodologias-para-determinar-estructuras-cristalinas-a-partir-%E2%80%A8de-datos-de-difraccion-de-polvos/>
- [27] Mizaikoff, Á. I.-L. (2016). Recent advances on the characterization of nanoparticles using infrared spectroscopy. *TrAC Trends in Analytical Chemistry* 84, 97-106. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2016.01.012>
- [28] Ling-Yi Liang, Yu Han Kung, Vincent KS Hsiao y Chih-Chien Chu. (05 de Junio de 2023). *Nanomaterials*. Obtenido de Reducción de nitroaromáticos mediante nanopartículas de oro sobre silicio poroso fabricado mediante grabado químico asistido por metal: <https://www.mdpi.com/2079-4991/13/11/1805>
- [29] Toxicología, D. d. (Julio de 1992). *ATSDR*. Obtenido de Resúmenes de Salud Pública - Nitrofenoles (Nitrophenols): https://atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs50.pdf
- [30] Maier, S. A. (2007). *Plasmonics: Fundamentals and applications*. Springer.
- [31] Kelly, K. L., Coronado, E., Zhao, L. L., & Schatz, G. C. (2003). The optical properties of metal nanoparticles: The influence of size, shape, and dielectric environment. *The Journal of Physical Chemistry B*, 107(3), 668-677. <https://doi.org/10.1021/jp026731y>
- [32] Link, S., & El-Sayed, M. A. (1999). Size and temperature dependence of the plasmon absorption of colloidal gold nanoparticles. *The Journal of Physical Chemistry B*, 103(21), 4212-4217. <https://doi.org/10.1021/jp984796o>
- [33] García-Serrano, J., Pal, U., Herrera, A. M., Salas, P., & Ángeles-Chávez, C. (2008). One step “green” synthesis and stabilization of Au and Ag nanoparticles using ionic polymers. *Chemistry of Materials*, 20(16), 5146-5153. <https://doi.org/10.1021/cm703201d>
- [34] Shin, K.S., Kim, J.H., Kim, I.H. et al. Novel fabrication and catalytic application of poly(ethylenimine)-stabilized gold-silver alloy nanoparticles. *J Nanopart Res* 14, 735 (2012). <https://doi.org/10.1007/s11051-012-0735-6>

- 
- [35] Gaviña, P., Parra, M., Gil, S., & Costero, A. M. (2018). Red or blue? Gold nanoparticles in colorimetric sensing. En M. M. Rahman & A. M. Asiri (Eds.), *Gold Nanoparticles - Reaching New Heights* (pp. 1-18). IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.80052>
- [36] Daniel, M. C., & Astruc, D. (2004). Gold nanoparticles: Assembly, supramolecular chemistry, quantum-size-related properties, and applications toward biology, catalysis, and nanotechnology. *Chemical Reviews*, 104(1), 293-346. <https://doi.org/10.1021/cr030698+>
- [37] Pandey, R., & Prajapati, Y. K. (2024). *Molecular weights of polyethyleneimine-dependent physicochemical tuning of gold nanoparticles and FRET-based turn-on sensing of polymyxin B*. *Sensors*, 24 (7), 2169. <https://doi.org/10.3390/s24072169>
- [38] Edinburgh Instruments. (2023). UV-Vis spectroscopy for characterising the optical properties of gold nanoparticles. Recuperado de: <https://www.edinst.com/resource/application-note-uv-vis-spectroscopy-for-characterising-the-optical-properties-of-gold-nanoparticles/>
- [39] Li, J., Zhang, Y., Chen, H., Wang, M., & Yang, Y. (2021). *Optical properties and stability of small hollow gold nanoparticles*. *RSC Advances*, 11(5), 2467-2474. <https://doi.org/10.1039/D0RA09417J>.
- [40] Li, B., Xiong, Z., Peng, C., Shen, M., & Shi, X. (2019). Effect of added surfactant on poly(ethylenimine)-assisted gold nanoparticle formation. *Langmuir*, 35(4), 727-735. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.9b03055>.
- [41] Frens, G. (1973). Controlled nucleation for the regulation of the particle size in monodisperse gold suspensions. *Nature Physical Science*, 241, 20-22. <https://doi.org/10.1038/physci241020a0>
- [42] Turkevich, J., Stevenson, P. C., & Hillier, J. (1951). A study of the nucleation and growth processes in the synthesis of colloidal gold. *Discuss. Faraday Soc.* DOI: 10.1039/DF9511100055
- [43] Cushing, B. L., Kolesnichenko, V. L., & O'Connor, C. J. (2004). Recent advances in the liquid-phase syntheses of inorganic nanoparticles. *Chemical Reviews*, 104 (9), 3893-3946. <https://doi.org/10.1021/cr030027b>
- [44] Aarti R. Deshmukh, B. S. (2021). Flower-like biogenic gold nanostructures for improved catalytic reduction. *Journal of Environmental Chemical Engineering*. 9 (6), 106707. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2021.106707>
- [45] Thanh, N. T. K., Maclean, N., & Mahiddine, S. (2014). Mechanisms of nucleation and growth of nanoparticles in solution. *Chemical Reviews*, 114 (15), 7610-7630. <https://doi.org/10.1021/cr400544s>

- [46] Shen, X., Li, Y., Jiang, H., Wang, Y., & Wang, C. (2012). PEI-functionalized gold nanoparticles as efficient gene delivery vectors. *Journal of Materials Chemistry*, 22 (2), 910–917. <https://doi.org/10.1039/C1JM13819B>
- [47] Ghaffari, S.-B., Sarrafzadeh, M.-H., Salami, M., Alvandi, A., Purev, O., & Cho, K. (2022). Removal of methyl red from aqueous solution using polyethyleneimine crosslinked alginate beads with waste foundry dust as a magnetic material. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 19 (14), Article 8875. <https://doi.org/10.3390/ijerph19148875>
- [48] Nasri, Z., Ramezani, A., & Ghafari, H. (2024). FTIR spectra of PEI, THPC, and the PETP reaction product. En 28th International Electronic Conference on Synthetic Organic Chemistry. <https://doi.org/10.3390/ecsoc-28-20132>
- [49] InstaNANO. (s. f.). FTIR functional group database. Recuperado de <https://instanano.com/category/characterization/calculator/ftir/feed/>
- [50] Ionic liquids facilitate the dispersion of branched polyethylenimine grafted ZIF-8 for reinforced epoxy composites. (2023). Recuperado de <https://www.researchgate.net/figure/FTIR-spectra-of-PU-PEI-and-PU-PEI-5-fig9-235687948>
- [51] Du, Y., et al. (2025). Mesoporous Silica-Polyethyleneimine Composites as High-Capacity Adsorbents for CO₂ Adsorption: Isotherm and Thermodynamic Analysis. *Water, Air, & Soil Pollution*. 236, article number 151. <https://doi.org/10.1007/s11270-025-07782-w>
- [52] Ghosh, P., Han, G., De, M., Kim, C. K., & Rotello, V. M. (2008). Gold nanoparticles in delivery applications. *Advanced Drug Delivery Reviews*, 60 (11), 1307–1315. <https://doi.org/10.1016/j.addr.2008.03.016>
- [53] Griffiths, P. R., & de Haseth, J. A. (2007). *Fourier transform infrared spectrometry* (2nd ed.). John Wiley & Sons. <https://www.wiley.com/en-us/Fourier+Transform+Infrared+Spectrometry%2C+2nd+Edition-p-9780471194040>
- [54] Nasaruddin, R. R., Chen, T., Yan, N., & Xie, J. (2018). Roles of thiolate ligands in the synthesis, properties and catalytic application of gold nanoclusters. *Coordination Chemistry Reviews*, 368, 60–79. <https://doi.org/10.1016/j.ccr.2018.04.007>
- [55] H. Liu, Q. Yang (2011). Facile fabrication of nanoporous Au-Pd bimetallic foams with high catalytic activity for 2-nitrophenol reduction and SERS property. *J. Mater. Chem.*, 21 (32) 11961-11967. <https://doi.org/10.1039/C1JM10109A>
- [56] García-Serrano, J., Rodríguez-Cisneros, C. B., & Hernández-Rodríguez, Y. M. (2023). Green synthesis of polymer stabilized polyhedral Au, Au-Ag and Au-Cu nanoparticles and their catalytic activity for the reduction of 2-nitrophenol. *Chemical Papers*, 77, 5079–5090. <https://doi.org/10.1007/s11696-023-02845-w>

- [57] Varma, R. S., Namboodiri, V. V., & Varma, M. (2002). Microwave-assisted catalytic reduction of nitroarenes using recyclable metal nanoparticles. *Tetrahedron Letters*, 43(33), 5969–5972. <https://scholar.google.com/scholar?q=Microwaveassisted+catalytic+reduction+of+nitroarenes+Varma+2002>
- [58] Pradhan, N., Pal, A., & Pal, T. (2002). Silver nanoparticle catalyzed reduction of aromatic nitro compounds. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 196(2–3), 247–257. [https://doi.org/10.1016/S0927-7757\(01\)01040-8](https://doi.org/10.1016/S0927-7757(01)01040-8).
- [59] Rastogi, L., Arunachalam, J., & Tripathi, S. K. (2014). Kinetics of 4-nitrophenol reduction by 'green' synthesized gold nanoparticles. *International Journal of Environmental Science and Technology*, 11(7), 2171–2178. <https://doi.org/10.1007/s13762-014-0604-1>.
- [60] Fogler, H. S. (2016). *Elements of chemical reaction engineering* (5th ed.). Pearson Education.
- [61] Thawarkar, S. R., Patil, P. O., & Patil, S. A. (2018). Kinetic investigation for the catalytic reduction of nitrophenol using ionic liquid stabilized gold nanoparticles. *RSC Advances*, 8 (60), 34221–34231. <https://doi.org/10.1039/C8RA07404F>
- [62] Zhang, X., Chen, Y., & Wang, X. (2006). Gold nanoparticles as catalysts in reduction of nitrophenol. *Applied Catalysis B: Environmental*, 68(1–2), 1–6. <https://doi.org/10.1016/j.apcatb.2006.02.017>.
- [63] Laidler, K. J. (1991). *Chemical Kinetics* (3rd ed.). Harper & Row.
- [64] Gu, S., Wunder, S., Lu, Y., Ballauff, M., & Fenger, R. (2014). *Kinetic analysis of the catalytic reduction of 4-nitrophenol by metallic nanoparticles*. *Journal of Physical Chemistry C*, 118(32), 18618–18625. <https://doi.org/10.1021/jp506397n>
- [65] Aditya, T., Pal, A., & Pal, T. (2015). Nitroarene reduction: a trusted model reaction to test nanoparticle catalysts. *Chemical Communications*, 51(46), 9410–9431. <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2015/cc/c5cc01131k>
- [66] Suzuki, D., Kureha, T., & Nagase, Y. (2018). High reusability of catalytically active gold nanoparticles immobilized in core–shell hydrogel microspheres. *ACS Omega*, 3(6), 6158–6165. https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC6644724/?utm_source=chatgpt.com
- [67] Xu, Y., Cheng, G., & Zheng, S.-Y. (2016). Synthesis of self-assembled multifunctional nanocomposite catalysts with highly stabilized reactivity and magnetic recyclability. *Scientific Reports*, 6, 25459. https://pmc.ncbi.nlm.nih.gov/articles/PMC4857104/?utm_source=chatgpt.com

SOCIEDAD MEXICANA
de
CRISTALOGRAFÍA A.C.

EXTIENDE LA PRESENTE

CONSTANCIA

Daniela Maya Hernández, Nancy Vázquez
Canales, Nayely Trejo Carbajal, Jesús García
Serrano

Por su participación en el

**XII Congreso Nacional de Cristalografía
II Jornadas de Cristalografía
Estructuras que cambian al mundo: Cristalografía y Sustentabilidad**

celebrado el 29, 30 y 31 de octubre de 2025. Pachuca, Hidalgo.

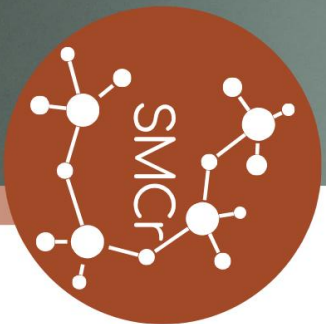
con la presentación de poster:

**ESTUDIO MICROESTRUCTURAL DE NANOPARTÍCULAS DE ORO
ESTABILIZADAS CON POLIETILENIMINA MEDIANTE DIFRACCIÓN DE RAYOS X
Y MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN**



DR. MÀRIUS RAMÍREZ CARDONA

*Presidenta de la Sociedad Mexicana
de Cristalografía A.C.*



Daniela Maya-Hernández¹, Nancy Vázquez-Canales², Nayely Trejo-Carbajal², Jesús García-Serrano²

¹ Licenciatura en Ingeniería de Materiales, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Mineral de la Reforma, Hidalgo, C.P. 42184, México. E-mail: ma383191@uah.edu.mx
² Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería, Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, Mineral de la Reforma, Hidalgo, C.P. 42184, México. * E-mail: jserrano@uah.edu.mx

Introducción

La nanotecnología estudia materiales a escala nanométrica, donde surgen propiedades diferentes a las de la materia a gran escala. Entre los nanomateriales, las nanopartículas metálicas, como las de oro, destacan por su alta actividad catalítica y sus propiedades ópticas únicas. Para su caracterización estructural se emplea la difracción de rayos X. El análisis del perfil de pico de rayos X (XPPA) es una herramienta sencilla y poderosa para estimar el tamaño del cristalito y la deformación reticular. Existen dos propiedades principales extraídas del análisis de la anchura de pico: el tamaño del cristalito y la deformación reticular. El tamaño del cristalito mide el tamaño de un dominio de difracción coherente y la deformación reticular es una medida de la distribución de las constantes reticulares derivadas de imperfecciones cristalinas, como las dislocaciones.

Metodología

Las nanopartículas de oro (AuNPs) se sintetizaron mediante el método coloidal, utilizando ácido tetracloroáurico (HAuCl₄, 1x10⁻³ M) como precursor metálico y polietilenimina (PEI, 500 ppm) como agente reductor y estabilizador en medio acuoso. Se mezclaron 1 mL de HAuCl₄ con 2 mL de agua desionizada, seguido de 1 mL de PEI bajo agitación constante. La solución cambió de amarillo a rojo intenso tras varias horas, indicando la formación de AuNPs. La evolución se monitoreó mediante espectroscopia UV-Vis manteniendo una relación volumétrica 1:1 entre reactivos.

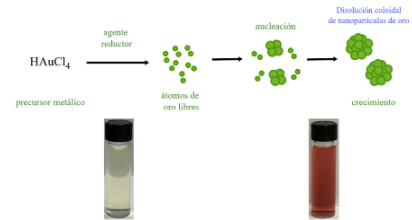


Figura 1. Esquematización de la síntesis de nanopartículas de oro por el método coloidal

Resultados

Caracterización

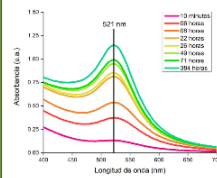


Figura 2. Evolución del espectro UV-Vis de la solución de AuNPs estabilizadas por PEI

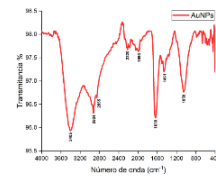


Figura 3. Espectro infrarrojo de AuNPs estabilizadas por PEI

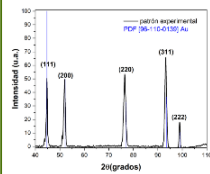


Figura 4. Patrón de DRX de las AuNPs

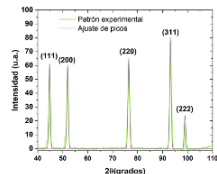


Figura 5. Análisis del perfil de líneas de rayos X de las AuNPs estabilizadas con PEI.

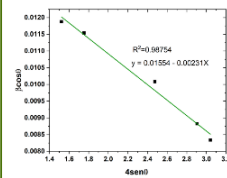


Figura 6. Gráfico de Williamson-Hall

• **Tamaño de cristalito (D)**
 $D = Kl/b = (0.9)(0.1789 \text{ nm}) / 0.03554 = 10.36 \text{ nm}$
• **Deformación reticular (ε)**
 $\epsilon = m = 0.00231$
• **Densidad de dislocaciones (d)**
 $d = 1/D^2 = 1/(10.36 \text{ nm})^2 = 0.0093 \text{ nm}^{-2}$

Morfología

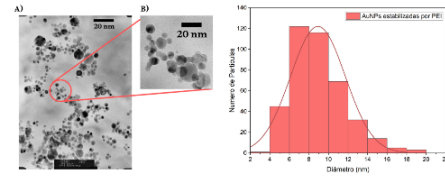


Figura 7. Imagen de TEM de las AuNPs estabilizadas por PEI y histograma de distribución de tamaño de partícula

Actividad Catalítica

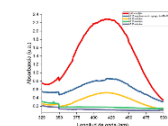


Figura 8. Espectros UV-Vis de la actividad catalítica de AuNPs-PEI en la reducción de 2-NF

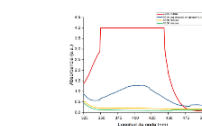


Figura 9. Espectros UV-Vis de la actividad catalítica de AuNPs-PEI en la reducción de 4-NF

Conclusiones

- Las AuNPs/PEI presentan alta eficiencia catalítica y buena estabilidad en medios acuosos.
- La velocidad de reacción disminuye ligeramente en ciclos posteriores, probablemente por cambios superficiales o menor acceso a sitios activos.
- Mantienen buena reutilización y conversión, mostrando su potencial como catalizadores sostenibles para procesos con reducción de residuos.

Bibliografías

- Duman H. et al., Gold Nanoparticles: Multifunctional Properties, Nanomaterials, 2024.
- Georgescu J et al., Review of Gold Nanoparticles, Pharmaceuticals, 2024.
- Kumalasari M.R. et al., Gold Nanoparticles for Biosensors, Talanta Open, 2024.
- Murieta A.C. et al., Polycrystalline Gold Nanoparticles Microstructure, Materials Chem. Phys., 2021.

Agradecimientos

Daniela Maya-Hernández agradece a la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo por facilitar la realización de este trabajo.