

## SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE ORO OBTENIDAS POR REDUCCIÓN DE H[AuCl<sub>4</sub>]

Alberto Corzo Lucioni<sup>a\*</sup>

### RESUMEN

En la presente investigación se sintetizaron nanopartículas (NPs) de oro mediante reacciones de óxido-reducción a temperatura de ebullición, partiendo de soluciones diluidas de ácido tetracloroáurico: H[AuCl<sub>4</sub>].3H<sub>2</sub>O como precursor, en presencia de reductores orgánicos, como citrato trisódico: Na<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>.2H<sub>2</sub>O; tartrato de sodio y potasio: KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O y borohidruro sódico: NaBH<sub>4</sub> como agente reductor inorgánico.

Con el objeto de evaluar el tamaño de partícula en función al tipo de agente reductor, se diseñaron una serie de experimentos en los que se cambió el agente reductor, manteniendo las concentraciones de éste constantes; pero variando la concentración de H[AuCl<sub>4</sub>]. El tamaño de partícula y la absorbancia de los plasmones de Au fueron medidos en un analizador de tamaño de partícula y en un espectrofotómetro UV - visible, respectivamente.

A su vez, se determinó el efecto de la variación del pH con el tamaño de la NP de Au, manteniendo concentraciones de H[AuCl<sub>4</sub>] y agente reductor Na<sub>3</sub>Ct constantes, a distintos valores de pH bajo las mismas condiciones.

**Palabras clave:** Nanopartícula, agente reductor, plasmones.

### SUMMARY OF GOLD NANOPARTICLES OBTAINED BY REDUCTION Au<sup>3+</sup>

#### ABSTRACT

In the present investigation were synthesized nanoparticles (NPs) of gold by oxidation-reduction reactions at boiling temperature, starting from dilute solutions of acid tetrachloroauric: H[AuCl<sub>4</sub>].3H<sub>2</sub>O as a precursor in the presence of organic reducing agents such as trisodium citrate: Na<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub>.2H<sub>2</sub>O; potassium sodium tartrate: KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O and sodium borohydride: inorganic reducing agent NaBH<sub>4</sub>.

With the aim of evaluating the particle size according to the type of reducing agent, is designed a series of experiments in which the reducing agent is changed, keeping it constant concentrations, but varying the concentration of H[AuCl<sub>4</sub>]. The particle size and the absorbance of the plasmon Au were measured in a particle size analyzer and a UV - visible, respectively.

In turn, the effect of pH variation on the size of the NP Au, maintaining concentrations of H [AuCl<sub>4</sub>] constant and reducing agent trisodium citrate, at different pH values under the same conditions.

**Key words:** Nanoparticle, reducing agent, plasmons.

---

<sup>a\*</sup> Laboratorio de Físico Química de la Escuela Profesional de Química de la Facultad de Ciencias, Universidad Nacional de Ingeniería, Lima, Perú.  
Correspondencia del autor: albertocorzolucioni@hotmail.com

## INTRODUCCIÓN

Las nanopartículas se caracterizan por tener un tamaño de partícula muy pequeño, actualmente considerado, en el orden de 1 a 300 nm. Existen diversos tipos de materiales nanoestructurados como nanopartículas, nanocristales, nanotubos, nanoalambres, etc. de composiciones diversas, obteniendo nanomateriales orgánicos e inorgánicos en distintas dimensiones con aplicabilidad multifuncional, que van desde la medicina hasta la electrónica moderna.<sup>1</sup>

En la síntesis de NPs metálicas en solución acuosa se usa varios tipos de precursores metálicos, generalmente complejos de iones metálicos, entre los que destacan  $H[AuCl_4]$ ,  $H_2[PtCl_6]$ , sales inorgánicas como las de Ni, Co,  $RhCl_3$ ,  $PdCl_2$ , entre otras. Agentes reductores como ácido cítrico y sus respectivas sales, tartrato de sodio y potasio, formaldehído, solución acuosa de metanol, clorhidrato de hidroxilamina, borohidruro de sodio, peróxido de hidrógeno, glucosa, fósforo, monóxido de carbono, hidrógeno, entre otros, participan en el proceso de óxido-reducción; y agentes polimerizantes que actúan como estabilizantes, entre los que destacan el alcohol polivinílico (PVA), poliacrilato de sodio, polivinilpirrolidina (PVP), etc.<sup>1,2</sup>

El método de reducción de complejos metálicos, como el  $H[AuCl_4]$  en soluciones diluidas es, en general, el método de síntesis de dispersiones metálicas coloidales más empleado<sup>3</sup>. La formación de NPs metálicas de tamaño uniforme es lograda, en muchos casos, por la combinación de una muy baja concentración de un soluto de un complejo o sal metálica como precursor, un agente reductor y una monocapa de algún agente protector como un complejo monomérico o un polímero adherido durante el crecimiento de la nanopartícula<sup>4</sup>.

Los diferentes métodos de síntesis de nanocristales de oro en solución acuosa han sido estudiados desde hace muchísimos años<sup>5</sup>. En 1857 Michael Faraday publicó un estudio acerca de la preparación y propiedades del oro coloidal. Desde entonces se desarrolló una gran variedad de métodos de síntesis de NPs de Au que emplean ácido tetracloroáurico ( $H[AuCl_4]$ ) como precursor de Au y citrato trisódico ( $Na_3Ct$ ) como agente reductor; reacción llevada a cabo a ebullición en solución acuosa diluida<sup>6</sup>.

En un estudio publicado acerca de la síntesis de NPs de Au mediante reacciones de reducción con citrato trisódico, se ha demostrado que el tamaño de la nanopartícula varía cuando se cambia la concentración del agente reductor (citrato).<sup>5</sup> Asimismo, se conoce que la reactividad de los complejos de oro, reflejados en los potenciales de reducción, cambian notablemente cuando se varía el pH de la solución precursora<sup>7</sup>.

Existe bastante literatura acerca del crecimiento de nanocristales de oro y otros metales nobles por reducción con citrato; la segunda ionización del  $H_2Ct$  a  $HCt^{2-}$  actúa, además de reactivo reductor, como un "protector" o agente ligando<sup>8,9</sup>.

Con el objeto de evaluar el tamaño de partícula y la dispersión en función al tipo de agente reductor, se diseñó una serie de experimentos en los que se cambió este último, manteniendo sus concentraciones constantes; pero variando la concentración de  $H[AuCl_4]$ . Adicionalmente, se estudió el efecto del pH de reacción sobre el tamaño de NP para una relación de concentraciones Au/citrato constante.

## PARTE EXPERIMENTAL

En el presente trabajo de investigación se ha realizado una serie de pruebas experimentales, variando la concentración de la solución precursora del ácido tetracloroáurico (preparado a partir de  $H[AuCl_4] \cdot 3H_2O$  grado pro análisis procedente de la compañía Sigma-Aldrich), manteniendo constante la concentración del agente reductor (citrato trisódico, tartrato de

sodio y potasio y borohidruro de sodio, todos grado pro análisis, procedentes de la compañía Sigma-Aldrich) y variando el tipo de agente reductor, sobre el tamaño de la NP de Au, (a 100 °C), caracterizada posteriormente por un analizador del tamaño de partícula por dispersión dinámica de luz (Brookhaven 90-Plus) y espectrofotometría UV-visible (Perkin Elmer, modelo Lambda 25) para determinar la absorbancia de los plasmones. Algunas muestras selectas se analizaron por Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM, Philips EM-500).

En otra segunda serie de pruebas se estudió el efecto del pH de la solución precursora sobre el tamaño de partícula a la misma temperatura (100 °C), pero añadiendo el reductor bajo inyección rápida a la solución en ebullición. Cada una fue evaluada por la misma metodología de caracterización.

Los experimentos realizados se describen a continuación:

### **Influencia de la concentración de la solución precursora sobre el tamaño de partícula y la dispersión.**

Se preparó 200 mL de solución Stock (o madre) precursora de Au partiendo de H[AuCl<sub>4</sub>].3H<sub>2</sub>O sólido el cual fue disuelto en agua bidestilada, obteniendo una concentración de 1 mM (pH = 5).

A partir de esta solución madre se preparó tres disoluciones cuyas concentraciones son: 0,125 mM; 0,25 mM y 0,5mM

A continuación, se colocó 20 mL de cada solución en un matraz Erlenmeyer de 50 mL de capacidad sobre una plancha eléctrica y calentada hasta llegar a ebullición (100 °C); una vez alcanzada dicha temperatura se procedió a añadir con una pipeta gravimétrica 1mL de solución de agente reductor, cuya concentración se mantuvo siempre constante, la cual fue de 17 mM (que equivalía a una solución al 0,5% de Na<sub>3</sub>Ct.2H<sub>2</sub>O). Transcurridos 20 minutos de ebullición y manteniendo el volumen inicial añadiendo alícuotas de agua bidestilada en ebullición a cada matraz, se procedió a un enfriamiento relativamente rápido en baño de agua a temperatura ambiente (27°C).

### **Influencia del tipo de agente reductor sobre el tamaño de partícula.**

Se escogió tres tipos de agentes reductores, dos de naturaleza orgánica como tartrato de sodio y potasio (abreviado por KNaTrt) y citrato trisódico (abreviado por Na<sub>3</sub>Ct) y otro de naturaleza inorgánica, borohidruro de sodio (NaBH<sub>4</sub>), cuyas concentraciones se mantuvieron constantes durante todas las pruebas experimentales, siendo ésta 17 mM.

Se añadió 1 mL de cada uno de estos reductores con una pipeta gravimétrica a 20 mL de solución de H[AuCl<sub>4</sub>] de las distintas concentraciones obtenidas en el primer experimento en plena ebullición. Transcurridos 20 minutos se enfriaron los matraces en baño de agua hasta temperatura ambiente (27°C).

### **Efecto del pH sobre el tamaño de partícula<sup>10</sup>.**

El pH es un parámetro muy importante; influye directamente sobre los potenciales de reducción del citrato, por cuanto incide en el proceso de nucleación y crecimiento de la NP, obteniendo así diversos tamaños.

Se preparó cinco soluciones que contenían ácido cítrico, cuya concentración se mantuvo constante, a los que se les añadió gotas de solución de NaOH 0,5 M (durante la preparación de la solución de manera que la concentración molar de las soluciones resultantes fueron 17 mM), obteniendo diferentes valores de pH (tomados de manera arbitraria y medidos con un potenciómetro digital previamente calibrado) que van desde el medio ácido hasta el alcalino (2,55 - 5,0 - 7,23 - 10,82 y 12,80). Se colocó cinco matraces conteniendo cada uno 20 mL de soluciones de H[AuCl<sub>4</sub>] de concentración constante 0,25 mM y llevados a ebullición,

momento en que se les añadió, bajo inyección rápida, 1 mL de las soluciones de citrato de diferentes valores de pH a cada matraz. La ebullición se mantuvo constante durante un lapso de 20 minutos a fin de completar la reacción. Después del tiempo establecido se procedió a enfriar los matraces en agua hasta alcanzar la temperatura ambiente de 27°C.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### Influencia del tipo de agente reductor y la concentración de $H[AuCl_4]$ en el tamaño de partícula y la dispersión.

La longitud de onda del laser monocromático del analizador de partículas fue constante, registrando un valor de 658 nm.

Adicionalmente, se hizo una prueba en la que el  $Na_3Ct$  fue añadido bajo inyección rápida para observar el efecto que tendría en el tamaño de partícula\*, así como también otro ensayo con glucosa como agente reductor a pH=10 (tabla 4).

Los resultados se registran a continuación en las tablas 1, 2 y 3:

**Tabla 1.** Influencia de la concentración de  $H[AuCl_4]$  con  $Na_3Ct$  en el tamaño de partícula.

$[HAuCl_4]$ (mM)	Tamaño (nm)	Dispersión (%)	Reductor
0,125	36,4	30,5	$Na_3Ct$
0,25	27,4	18,3	$Na_3Ct$
0,5	29,6 <sup>+</sup>	35,9	$Na_3Ct$
0,5	29,4 <sup>*</sup>	16,1	$Na_3Ct$

\* Reductor añadido bajo inyección rápida.

<sup>+</sup> La solución resultante con las NPs fue centrifugada a 7000 r.p.m. durante 20 min. para uniformizar las NPs en la solución.

Cuando el citrato se agregó lentamente se produjo un precipitado; luego de separarlo por centrifugación se obtuvo NPs de tamaño muy similar al obtenido por inyección rápida de citrato.

Cuando el citrato se añadió rápidamente (inyección rápida), se observa una dispersión menor que cuando se añade lentamente, debido a que la velocidad de reacción redox se ve favorecida, estabilizando la mayor cantidad de NPs debido a su capacidad quelante, lo que influye directamente en la dispersión observada.

**Tabla 2.** Influencia de la concentración de  $H[AuCl_4]$  con  $KNaTrt$  en el tamaño de partícula

$[HAuCl_4]$ (mM)	Tamaño (nm)	Dispersión (%)	Reductor
0,125	44,1	27,5	$KNaTrt$
0,25	33,4	25,2	$KNaTrt$
0,5	43,0	34,8	$KNaTrt$
0,5	33,7 <sup>+</sup>	35,0	$KNaTrt$

<sup>+</sup> La solución resultante con las NPs fue centrifugada a 7000 r.p.m. durante 20 min. para uniformizar las NPs en la solución.

Cuando la concentración de H[AuCl<sub>4</sub>] fue de 0,5 mM y el tartrato se añadió lentamente, se observó una mayor dispersión, muy similar al primer caso (citrato); esto debido a que la velocidad de reacción redox es relativamente lenta, produciendo con cada gota que cae a la solución que contiene el precursor, núcleos con velocidad de crecimiento también relativamente lenta, formando NPs de diferentes tamaños, lo que produce la dispersión mostrada.

**Tabla 3.** Influencia de la concentración de H[AuCl<sub>4</sub>] con NaBH<sub>4</sub> en el tamaño de partícula.

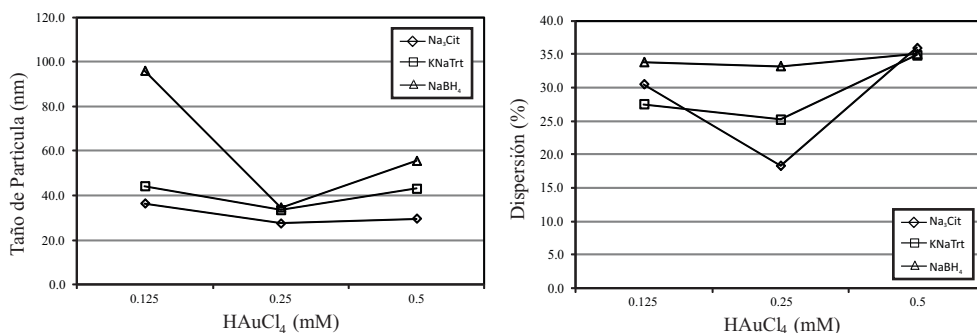
[HAuCl <sub>4</sub> ] (mM)	Tamaño (nm)	Dispersión (%)	Reductor
0,125	95,9	33,8	NaBH <sub>4</sub>
0,25	34,6	33,2	NaBH <sub>4</sub>
0,5	55,5	35,0	NaBH <sub>4</sub>

Las tres muestras se dejaron en reposo durante dos horas para eliminar el H<sub>2</sub> generado, producto de la reducción del H del agua de la solución.

En el caso del reductor NaBH<sub>4</sub> no tiene capacidad quelante como los dos primeros reductores, lo que repercute en la dispersión mostrada, la cual permanece prácticamente invariable al modificar significativamente la concentración de H[AuCl<sub>4</sub>].

Se puede deducir que al disminuir la concentración de la solución precursora de H[AuCl<sub>4</sub>], pero manteniendo la concentración del reductor constante y en exceso, el tamaño de partícula aumenta; esto es debido a que muy rápidamente el agente reductor rodea al soluto en menor concentración, obteniendo núcleos o conglomerados más grandes que se ven favorecidos con un crecimiento cristalino apropiado. De manera semejante, cuando se cuadruplica la concentración de H[AuCl<sub>4</sub>] manteniendo constante la concentración del reductor, se obtienen núcleos cristalinos, probablemente en un primer momento muy pequeños, los que tienden a aglomerarse y formar núcleos mayores similares a los obtenidos a muy bajas concentraciones de soluto precursor.

En las siguientes gráficas de la figura 1 se muestra una comparación entre los agentes reductores empleados. Se evidencia que para todo el rango de concentraciones de la solución precursora empleada, el Na<sub>3</sub>Cit es el más eficiente obteniéndose tamaños de NPs que van de 27,4 a 36,4 nm y porcentajes de dispersión de 18,3 a 35,9 %.



**Figura 1.** Influencia de la concentración de H[AuCl<sub>4</sub>] vs. el agente reductor sobre el tamaño de NP y la dispersión.

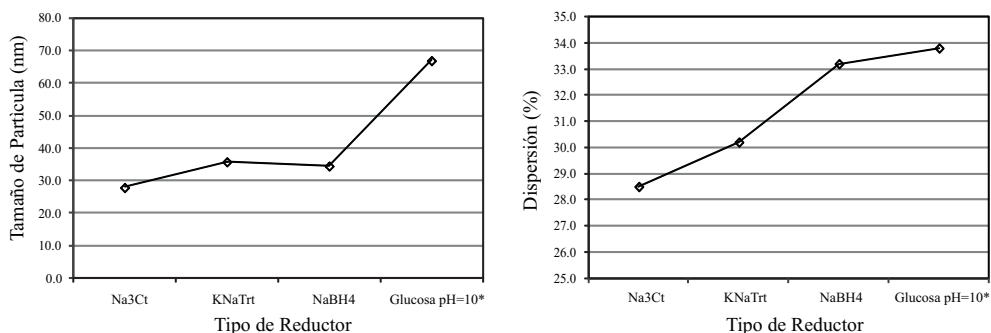
Con el objeto de realizar un contraste entre los agentes reductores y compararlos frente a un cuarto agente reductor como la glucosa, (a pH=10), se mantuvo constante la concentración de  $H[AuCl_4]$  a 0,25 mM al igual que las concentraciones de los agentes reductores de 17 mM al igual que el tiempo de reacción a 100 °C durante 20 minutos y posterior enfriamiento a temperatura ambiente a (27 °C) en baño de agua. Los resultados se observan en la tabla 4.

**Tabla 4.** Contraste de agentes reductores con el tamaño de la NP.

[ $H[AuCl_4]$ ] (mM)	Tamaño (nm)	Dispersión (%)	Reductor
0,25	28,0	28,5	$Na_3Ct$
0,25	35,9	30,2	$KNaTrt$
0,25	34,4	30,6	$NaBH_4$
0,25	67,0	33,8	Glucosa pH=10*

\* La muestra fue dejada en reposo a temperatura ambiente por 20 horas, debido a que la ebullición precipitó el Au como micropartículas distinguibles a simple vista.

Las siguientes gráficas de la figura 2 muestran el tamaño de NP y la dispersión de las mismas frente al tipo de agente reductor.



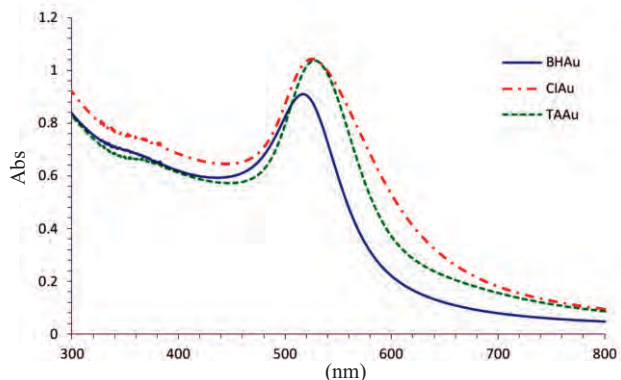
**Figura 2.** Efecto del tipo de reductor sobre el tamaño de la NP y la dispersión.

El tamaño y distribución de las partículas varía con los reactivos reductores utilizados. Para este caso experimental el  $Na_3Ct$  promueve una reacción de reducción lo suficientemente rápida como para favorecer la formación de NPs más pequeñas. Si la reacción es lenta sucede una formación continua de nuevos núcleos o nucleación secundaria obteniéndose una amplia distribución de tamaños de partículas<sup>11</sup>.

### **Espectros UV-vis.**

En la figura 3 se muestra algunas gráficas de los barridos espectrales por espectroscopía UV-visible donde se observa las oscilaciones de la densidad de la atmósfera de electrones libres existente en la superficie de las NPs obtenidas (plasmones).

Las gráficas corresponden a los tres tipos de agentes reductores de la tabla 4 (todos a pH=5,0) (excepto el de glucosa por tener el pH diferente, esto con fines comparativos entre los tres reductores con el mismo pH).

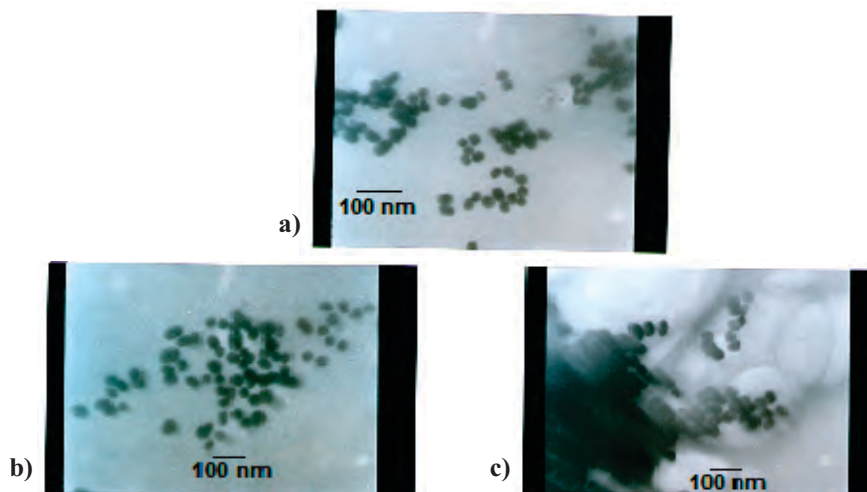


**Figura 3.** Gráfica de absorción vs. longitud de onda de las NPs de Au obtenidas por reducción.

Se observa un corrimiento de los picos de absorción máximos con los reductores citrato y tartrato; esto se debe a que además de actuar como agentes reductores, también actúan como protectores de la NP debido a su actividad quelante. El NaBH<sub>4</sub> no tiene dicha capacidad; pero sí es un excelente agente reductor.

#### Microscopía Electrónica de Transmisión.

Para efecto de confirmar el tamaño de partícula promedio, las muestras de la tabla 4 (excepto el de glucosa a pH=10), fueron observadas por TEM. Se puede notar que el tamaño de la partícula es confirmado por el analizador de partículas (figura 4).



**Figura 4.** Fotografías de las NPs de Au obtenidas de una solución precursora 20 mL 0,25 mM de H[AuCl<sub>4</sub>] y 1mL 17 mM de los agentes reductores de la tabla 4 (excepto glucosa a pH=10). Donde a) corresponde a Na<sub>3</sub>Ct, b) corresponde a KNaTrt y c) corresponde a NaBH<sub>4</sub>.

### Efecto del pH sobre el tamaño de la nanopartícula.

El efecto del pH descrito en la parte experimental, pudo comprobarse en la medición del tamaño de partícula haciendo uso del analizador de partículas.

En una segunda medición del pH se observó que el pH resultante o final del enfriamiento de los matraces fueron los siguientes, respectivamente a los iniciales: 2,84 - 4,10 - 5,60 - 5,80 - 11,0, esto debido a que la solución de  $H[AuCl_4]$  es ligeramente ácida, produciendo iones  $H_3O^+$  que neutralizan parcialmente los iones  $OH^-$  producidos por la hidrólisis de las bases conjugadas provenientes del ácido cítrico, lo cual se ve reflejado en el pH.

Manteniendo la concentración de  $H[AuCl_4]$  constante de 0,25 mM, al igual que el agente reductor como 17 mM, los resultados se muestran en la tabla 5.

**Tabla 5.** Efecto del pH en el tamaño de la NP.

pH	Tamaño (nm)	Dispersión (%)	Reductor
2,84	88,1	36,2	H <sub>3</sub> Ct
4,10	29,4	35,9	H <sub>3</sub> Ct
5,60	40,1	29,9	H <sub>3</sub> Ct
5,80	35,7	24,0	H <sub>3</sub> Ct
11,0	74,2	29,7	H <sub>3</sub> Ct

A continuación se muestra las gráficas de tamaño de partícula y polidispersión de datos obtenidos en el analizador de partículas (figuras 5, 6, 7 y 8).

#### pH=2,55

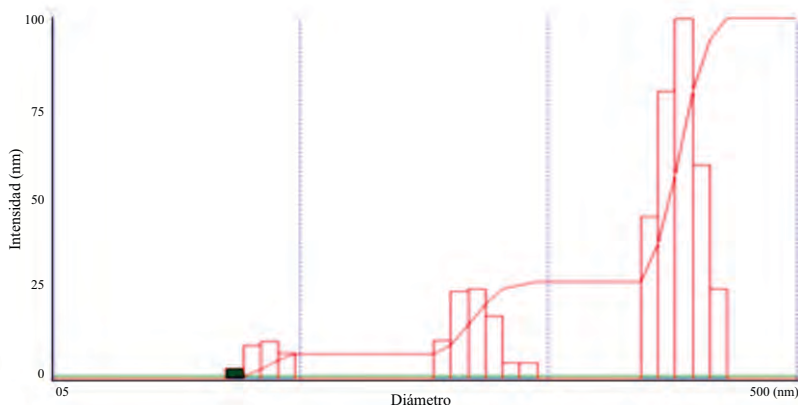
Effective Diameter: 88,1

Polydispersity: 0,362

Baseline Index: 8,3/100,00%

Elapsed Time = 00:02:00

Run	Eff. Diam. (nm)	Half Width (nm)	Polydispersity	Baseline Index
1	87,7	50,9	0,337	8,5/100,00%
2	91,8	54,7	0,356	8,3/100,00%
3	87,8	54,1	0,379	7,4/100,00%
4	86,4	52,0	0,361	9,5/100,00%



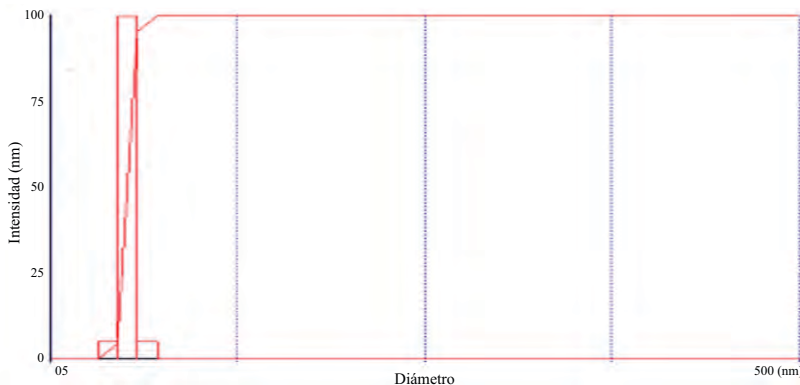
**Figura 5.** Representación del tamaño de NP y polidispersión de datos obtenidos en el analizador de partículas (Light Scattering) a un pH = 2,55.



**pH=7,23**

Effective Diameter: 40,1  
 Polydispersity: 0,299  
 Baseline Index: 5,1/ 97,13%  
 Elapsed Time = 00:02:00

Run	Eff. Diam. (nm)	Half Width (nm)	Polydispersity	Baseline Index
1	40,0	21,9	0,299	5,5/ 97,35%
2	40,3	22,4	0,310	4,9/ 95,58%
3	40,3	22,3	0,308	5,3/ 95,58%
4	39,7	21,2	0,285	4,4/100,00%

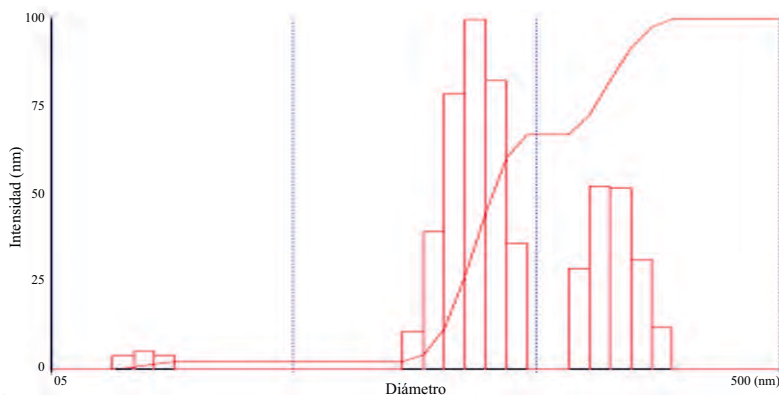


**Figura 6.** Representación del tamaño de NP y polidispersión de datos obtenidos en el analizador de partículas (Light Scattering) a un pH = 7,23.

**pH=10,23**

Effective Diameter: 35,7  
 Polydispersity: 0,240  
 Baseline Index: 6,4/ 93,36%  
 Elapsed Time = 00:02:00

Run	Eff. Diam. (nm)	Half Width (nm)	Polydispersity	Baseline Index
1	35,9	17,9	0,249	7,0/ 95,58%
2	35,4	17,0	0,232	6,1/100,00%
3	35,7	18,3	0,261	4,6/ 95,58%
4	35,6	16,6	0,218	7,2/ 82,30%



**Figura 7.** Representación del tamaño de NP y polidispersión de datos obtenidos en el analizador de partículas (Light Scattering) a un pH = 10,23.

**pH=12,80**

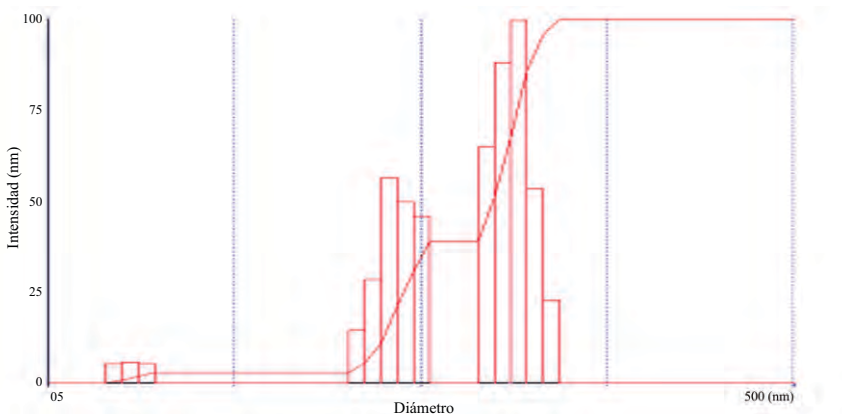
Effective Diameter: 74,2

Polydispersity: 0,297

Baseline Index: 0,0/ 97,00%

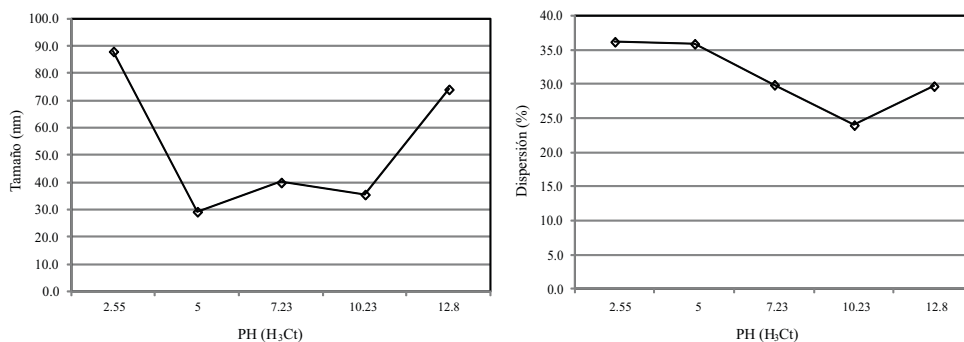
Elapsed Time = 00:02:00

Run	Eff. Diam. (nm)	Half Width (nm)	Polydispersity	Baseline Index
1	72,8	37,9	0,270	0,0/ 95,74%
2	73,2	41,1	0,316	0,0/100,00%
3	75,1	41,2	0,301	1,3/100,00%
4	75,2	41,5	0,304	1,5/ 92,20%



**Figura 8.** Representación del tamaño de NP y polidispersión de datos obtenidos en el analizador de partículas (Light Scattering) a un pH = 12,80.

Las siguientes gráficas muestran, en resumen, el efecto del pH sobre el tamaño de la nanopartícula de Au y la dispersión (figura 9).



**Figura 9.** Efecto del pH sobre el tamaño de la NP y la dispersión.

El efecto del pH es un factor sumamente importante en la nucleación y crecimiento cristalino en razón de que el citrato se comporta como un agente estabilizante, debido a que es un ligando polidentado, quelando la NP de Au formada. La capacidad quelante está en función al pH.

A  $pH=2,84$  el reductor predomina bajo la forma ácida (abreviada como  $H_3Ct$ ) y el precursor bajo forma también ácida  $H[AuCl_4]$ , siendo una reacción rédox, relativamente lenta por encontrarse ambas especies en forma molecular, favoreciendo que las nanopartículas obtenidas tengan un crecimiento moderado y sean de mayor tamaño.

A  $pH=11,0$  el reductor se encuentra ionizado al igual que el precursor; pero la capacidad quelante como ligando es mucho mayor en el reductor ionizado bajo la forma de  $Ct^{3-}$ , lo cual favorece un crecimiento del tamaño de las NPs.

A  $pH$  comprendido entre 4,1 y 5,8 se observa que el citrato predomina bajo la forma de  $H_2Ct$  y  $H Ct^{2-}$ , respectivamente, (según los valores de  $pK_a$  del ácido cítrico) moderando la velocidad de reacción por encontrarse parcialmente ionizado y equilibrando su acción quelante con la velocidad de reducción, lo cual muestra un tamaño de partícula intermedio, encontrando que el menor tamaño de partícula se obtuvo a  $pH=4,1$  (cercano al  $pK_{a1}$  del ácido cítrico) con una relación molar de precursor de  $H[AuCl_4]$  y agente reductor de 1:3,4.

Se observa que la formación del tamaño de NP de Au se da a través del mecanismo de nucleación - agregación<sup>10</sup>.

### CONCLUSIONES

- A una concentración intermedia (estándar) de  $H[AuCl_4]$  (0,25 mM) se tienen menores tamaños de nanopartícula y un bajo porcentaje de dispersión debido a la formación de un gran número de núcleos que resultaría en un tamaño de grano pequeño.
- La capacidad quelante del citrato y tartrato producen que la dispersión de las nanopartículas de Au obtenidas sea mayor cuando se trabaja al doble de la concentración estándar de  $H[AuCl_4]$ , es decir 0,5 mM
- Para obtener el menor tamaño de nanopartícula usando una relación molar de precursor  $H[AuCl_4]$  y  $Na_3Ct$ , como reductor, de 1:3,4 reacción obtenida en ebullición por un lapso de 20 minutos y enfriado rápido en baño de agua a temperatura ambiental.
- La nanopartícula de Au de menor tamaño obtenida bajo influencia del  $pH$ , se obtuvo con reductor de ácido cítrico a  $pH=4,10$  con una relación molar  $H[AuCl_4]/H_3Ct$  de 1:3,4 a ebullición por 20 minutos y enfriado rápidamente en baño de agua a temperatura ambiente.

### AGRADECIMIENTOS

Agradezco profundamente al Dr. Roberto Candal, del Departamento de Química Inorgánica de la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales de la Universidad de Buenos Aires, Argentina por brindar información extensa y actualizada acerca de la síntesis de nanopartículas, así como su tiempo y dedicación en la revisión de la investigación.

A los profesionales Rocío Camargo Conocc y Marcelo Rodríguez Valdivia por la cooperación en la realización de los experimentos.

A los organizadores de SPECTRA - 2012 por la prestación de locales y laboratorios de la Universidad Nacional de Ingeniería; asimismo al Dr. Alcides López por las fotografías tomadas por Microscopía de Transmisión Electrónica (TEM), realizadas en el Instituto Peruano de Energía Nuclear (IPEN).

**BIBLIOGRAFÍA**

1. Guozhong Cao, *Nanostructures & Nanomaterials*, 1<sup>era</sup> Ed. Imperial College Press. University of Washington, USA, **63** (2004).
2. Z.L. Wang, *Adv. Mater.* **10**, 13 (1998).
3. A. Henglein, *Chem. Rev.* **89**, 1861 (1989).
4. G. Schon and U. Simon, *Colloid Polym Sci.* **273**, 101 (1995).
5. Frens, G. *Nature (London), Phys. Sci.* **21**, 241 (1973).
6. M. Faraday, *Phil. Trans.* **147**, 145 (1857).
7. Goia, D. V.; Matijevic, E. *Colloids Surf., A.* **140**, 146 (1999).
8. Kumar, S.; Gandhi, K. S.; Kumar, R. *Ind. Eng. Chem. Res.* **46**, 3128 (2007).
9. Wall, J. F.; Grieser, F.; Zukoski, C. F. *J. Chem. Soc. Faraday Trans.* **93**, 4017 (1997).
10. Xiaohui Ji, et. al. *J. Am. Chem. Soc.* 13945, Vol. 129 N°45 (2007).
11. S.J. Tans, A.R.M. Verschueren, and C. Dekker, *Nature* **393**, 49 (1998).