



Benemérita Universidad Autónoma de Puebla

Facultad de Ingeniería Química

SÍNTESIS VERDE DE UNA DIIMIDA ÁCIDA ÚTIL PARA LA OBTENCIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ORO

TESIS PRESENTADA

**PARA OBTENER EL GRADO DE:
INGENIERO QUÍMICO**

Presenta

Luis Héctor Gutiérrez Gámez

Director de Tesis:

Dr. Miguel Angel García Castro

Codirector de Tesis:

Dr. José Alberto Alvarado García

Fecha de entrega: enero 2025

Índice

JUSTIFICACIÓN.....	7
OBJETIVOS	7
HIPÓTESIS	8
CAPÍTULO I. ANTECEDENTES.....	9
1.1. SÍNTESIS CONVENCIONAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS.....	10
1.1.1. <i>Diimidias</i>	10
1.1.2. <i>Aminas</i>	11
1.1.3. <i>Anhídridos</i>	13
1.2. QUÍMICA VERDE	14
1.2.1. <i>Principios fundamentales de la química verde</i>	14
1.2.2. <i>Síntesis en estado sólido</i>	16
1.3. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE LA 3,4-DIIMIDA ÁCIDA	16
1.3.1. <i>Principios y propiedades</i>	21
1.3.2. <i>Clasificación de rutas sintéticas</i>	25
1.4. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS (NPs).....	27
1.5. MÉTODOS PARA EL CÁLCULO DEL TAMAÑO DE NANOPARTÍCULA.....	31
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA	34
2.1. REACTIVOS Y EQUIPOS	35
2.2. SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE LA 3,4-DIIMIDA ÁCIDA, 3,4-DIA	35
2.3. SÍNTESIS DE ELECTROLITO	41
2.5. SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ORO (AuNPs)	41
2.5. MÉTODOS PARA EL CÁLCULO DEL TAMAÑO DE NANOPARTÍCULA.....	43
CAPITULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	44
3.1. SÍNTESIS DEL COMPUESTO 3,4-DIIMIDA ÁCIDA	45
3.2. CARACTERIZACIÓN DE LA 3,4-DIA.....	45
3.3. ANÁLISIS ESPECTROSCÓPICO DE LA 3,4-DIIMIDA ÁCIDA: FTIR, MS Y RMN ¹ H	48
3.4. CARACTERIZACIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS DE ORO (AuNPs).....	53
3.5. MÉTODOS PARA EL CÁLCULO DEL TAMAÑO DE NANOPARTÍCULA.....	57
CONCLUSIONES	60
REFERENCIAS.....	61

Índice de figuras

FIGURA 1. TERMOGRAMA TGA	17
FIGURA 2. TERMOGRAMA DSC.....	18
FIGURA 3. ESPECTRO FTIR	19
FIGURA 4. ESPECTRO DE MS	19
FIGURA 5. ESPECTRO DE RMN – H1	20

FIGURA 6. NANOPARTÍCULAS OBSERVADAS POR TEM A DIFERENTES NANO ESCALAS.....	21
FIGURA 7. NANOPARTÍCULAS DE ORO ESFÉRICAS [16].....	23
FIGURA 8. NANORODS DE ORO [17].	23
FIGURA 9. NANOCUBOS DE AZUL DE PRUSIA ESTABILIZADOS CON CITRATO [18].....	24
FIGURA 10. NANOPLACA DE GRAFENO [19].....	24
FIGURA 11. MICROESFERAS HUECAS [20].....	24
FIGURA 12. CRISTALES DE ARAGONITO [21].	25
FIGURA 13. CLASIFICACIÓN DE RUTAS SINTÉTICAS.....	26
FIGURA 14. REPRESENTACIÓN FÍSICA Y COMPONENTES DEL TEM.....	27
FIGURA 15. FUNCIONAMIENTO DE LA TÉCNICA DE MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA	29
FIGURA 16. FUNCIONAMIENTO DE LA TÉCNICA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX).....	30
FIGURA 17. REPRESENTACIÓN DE LA TÉCNICA DE ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ÓPTICA	30
FIGURA 18. REPRESENTACIÓN DE DATOS DE LA TÉCNICA DE ESPECTROSCOPIA DE DISPERSIÓN DINÁMICA DE LUZ (DLS).....	31
FIGURA 19. GRÁFICO TAUC PARA DETERMINAR LA BANDA PROHIBIDA ÓPTICA (EG) PARA HIDROGEL DE AU(I) CON TRANSICIONES DIRECTAS PERMITIDAS.....	32
FIGURA 20. GRÁFICO GENERADO POR MIEPLOT DONDE SE OBSERVAN LA Q_{ext}, Q_{abs}, Q_{sca}.....	33
FIGURA 21. SÍNTESIS DE 3,4-DIIMIDA ÁCIDA	35
FIGURA 22. CROMATOGRAFÍA DE CAPA FINA (TLC):.....	36
FIGURA 23. PLAQUEO CON IMPUREZAS PRESENTES EN EL COMPUESTO 3,4 DIA.....	37
FIGURA 24. PLAQUEO CON POCA O NULA IMPUREZA EN EL COMPUESTO 3,4 DIA.....	37
FIGURA 25. DISPOSITIVO DE TGA, JÚPITER NETZSCH STA 449 F3.	38
FIGURA 26. DISPOSITIVO DSC MARCA METTLER TOLEDO, MODELO DSC 1 STAR SYSTEM	38
FIGURA 27. ESPECTROFOTÓMETRO DE INFRARROJO POR TRANSFORMADA DE FOURIER MARCA PERKIN ELMER MODELO SPECTRUM ONE	39
FIGURA 28. ESPECTRÓMETRO MARCA JEOL JMS-700.....	40

FIGURA 29. ESPECTROFOTÓMETRO DE RESONANCIA MAGNÉTICA NUCLEAR MARCA BRUKER.....	40
FIGURA 30. ESTEQUIOMETRÍA PARA LA FORMACIÓN DEL ELECTROLITO	41
FIGURA 31. ESPECTRÓMETRO UV-VIS MARCA THERMO SCIENTIFIC.....	42
FIGURA 32. COLOR Y PESO OBTENIDOS DE LA SÍNTESIS EN ESTADO SÓLIDO DE LA 3,4-DIA.....	45
FIGURA 33. TERMOGRAMA OBTENIDO A PARTIR DE 3,4-DIA.....	46
FIGURA 34. TERMOGRAMA DSC DE 3,4-DIA CON CRISOL A) SIN SELLAR (IZQUIERDA) B) SELLADO (DERECHA).....	47
FIGURA 35. ESPECTRO FTIR DE 3,4-DIA	49
FIGURA 36. ESPECTRO DE MASAS 3,4-DIA.....	50
FIGURA 37. RUTA DE FRAGMENTACIÓN PROPUESTA POR MS PARA 3,4-DIA	50
FIGURA 38. ESPECTRO DE RMN-¹H PARA LA 3,4-DIA.....	51
FIGURA 39. NOMENCLATURA DE LOS PROTONES PRESENTES EN LA 3,4-DIA.....	52
FIGURA 40. COLORACIÓN DE AUNPS A PROPORCIÓN 5:1	53
FIGURA 41. ESPECTROS DE ABSORCIÓN A DIFERENTES TIEMPOS DE REACCIÓN PARA AUNPS	54
SINTETIZADAS A UNA PROPORCIÓN DE 1:1.....	54
FIGURA 42. ESPECTROS DE ABSORCIÓN A DIFERENTES TIEMPOS DE REACCIÓN PARA AUNPS	55
SINTETIZADAS A UNA PROPORCIÓN DE 5:1.....	55
FIGURA 43. ESPECTROS DE ABSORCIÓN A DIFERENTES TIEMPOS DE REACCIÓN PARA AUNPS	56
SINTETIZADAS A UNA PROPORCIÓN DE 7:1.....	56
FIGURA 44. ESPECTRO DE UV-VIS DE AUNPS DE LA 3,4 DIA DESPUÉS DE 182 DÍAS.....	57
FIGURA 45. GRÁFICOS TAUC PARA DETERMINAR LA BANDA ÓPTICA (<i>E_g</i>) PARA LAS AUNPS CON TRANSICIONES INDIRECTAS PERMITIDAS PARA NANOPARTÍCULAS SINTETIZADAS DESPUÉS DE 1 DÍA (A) Y 182 DÍAS (B) ..	58
FIGURA 46. ESPECTRO TEÓRICO DE LAS AUNPS DE LA 3,4 DIA A UN TAMAÑO DE PARTÍCULA DE 50 NM Y UNA DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEL 45%	59

FIGURA 47. ESPECTRO TEÓRICO DE LAS AUNPS DE LA 3,4 DIA A UN TAMAÑO DE PARTÍCULA DE 5 NM Y UNA DESVIACIÓN ESTÁNDAR DEL 25% 59

FIGURA 48. ESPECTRO NORMALIZADO DE LA BANDA DE ABSORBANCIA EXPERIMENTAL Y LA QEXT OBTENIDA MEDIANTE MIEPLOT. 60

Índice de tablas

TABLA 1. PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS REPORTADAS PARA EL ÁCIDO 3,4-DIAMINOBENZOICO..... 12

TABLA 2: PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS REPORTADAS PARA EL ANHÍDRIDO FTÁLICO 14

TABLA 3. FORMULACIÓN DE AUNPS. 42

INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, las nanopartículas han surgido como una tecnología revolucionaria con aplicaciones en una amplia gama de campos, desde la medicina hasta la electrónica. Su tamaño y propiedades únicas las hacen increíblemente versátiles y valiosas en numerosas industrias. Sin embargo, su producción plantea preocupaciones ambientales, ya que a menudo implica el uso de sustancias químicas, como agentes reductores y estabilizantes, que pueden generar subproductos tóxicos o no biodegradables. Estos subproductos, si no se manejan adecuadamente, podrían contribuir al deterioro del medio ambiente. Por ello, es fundamental desarrollar métodos de síntesis más sostenibles y gentiles con el entorno.

Con la finalidad de obtener nanopartículas con propiedades definidas, como un tamaño controlado, estabilidad química, alta reactividad superficial o características ópticas adecuadas para su aplicación, a menudo se emplean sustancias que funcionan como agentes reductores, entre ellos, el borohidruro de sodio ($NaBH_4$) y el citrato de sodio ($Na_3C_6H_5O_7$). Estos representan el 33% de los agentes reductores más usados en métodos de síntesis. También se utilizan agentes estabilizantes, como el citrato de sodio, que es el segundo más común después de la polivinilpirrolidona (PVP). Actualmente, se busca superar las limitaciones asociadas a estos compuestos para permitir la aplicación de las nanopartículas en áreas como la medicina, la farmacéutica, la catálisis y el tratamiento para la detección de virus y bacterias.

Aunado a lo anterior, otro problema persistente es la ejecución y obtención de nanopartículas, proveniente de la síntesis tradicional de sus precursores, lamentablemente con el paso del tiempo esta ha sido una tarea laboriosa y a menudo ineficiente, caracterizada por largos tiempos de reacción, baja selectividad, generación de subproductos y la necesidad de utilizar reactivos tóxicos y condiciones de reacción poco amigables con el medio ambiente, requiriendo una considerable cantidad de tiempo y recursos.

A pesar de los avances en las metodologías sintéticas, muchas de las técnicas convencionales siguen siendo ampliamente utilizadas debido a la falta de alternativas más eficientes y sustentables, es por ello por lo que se propone el uso

de la química verde, también conocida como química sustentable, la cual busca diseñar productos y procesos que reduzcan o eliminen el uso y la generación de sustancias peligrosas para la salud humana y el medio ambiente. Su objetivo es minimizar el impacto negativo de la industria química desde la etapa de diseño, promoviendo la eficiencia en el uso de recursos, el ahorro de energía y la disminución de residuos. Así pues, se propone un método de síntesis en disolución sólida, para obtener a la 3,4-diimida ácida, (denominada como 3,4-DIA), a partir del anhídrido ftálico y el ácido 3,4-diaminobenzóico para cumpla con la doble función tanto como agente estabilizante como de agente reductor en la generación de nanopartículas de oro.

JUSTIFICACIÓN

De acuerdo con lo anterior, se ha propuesto la obtención de un compuesto con la particularidad de ser agente estabilizante y reductor en la generación de nanopartículas de metales nobles, de igual manera existen estudios que han utilizado sustancias parecidas en composición, obteniendo resultados satisfactorios. En 2022 Caldera Villalobos y colaboradores [1], en su estudio “Comparison of polyampholyte derivative of chitosan with bisphthalimides of low molecular weight in the green synthesis of Au nanoparticles” reportaron la obtención de bisftalimidias diácidas en posiciones meta y para, cuyos resultados fueron muy prometedores en cuanto a la reducción y estabilización de nanopartículas de oro.

Por otro lado, en 2021 Salas López y colaboradores [2], caracterizaron termoquímicamente dos bisftalimidias, la N,N'-(1,3-phenylene)bis(phthalimide) y la N,N'-(1,3-phenylene)bis(phthalimide-5-carboxylic acid) ocupando técnicas térmicas como la calorimetría diferencial de barrido (DSC) y el análisis termogravimétrico (TGA) [3].

Gracias a estas investigaciones se planteó un derivado ácido de una bisftalimida que cumpliera con propiedades reductoras y estabilizantes para la generación de nanopartículas metálicas de metales nobles, la 3,4-diimida ácida.

OBJETIVOS

Objetivo general:

Sintetizar un compuesto orgánico de nueva generación, cuyo electrolito sea utilizado para la obtención de nanopartículas de oro.

Objetivos específicos:

- Proponer la ruta de síntesis que dé el mejor rendimiento para la obtención de la 3,4-diimida ácida.
- Caracterizar la 3,4-diimida ácida por espectroscopía de infrarrojo, espectrometría de masas, resonancia magnética nuclear, calorimetría diferencial de barrido y análisis termogravimétrico.
- Obtener un electrolito a partir de la 3,4-diimida ácida.
- Sintetizar nanopartículas de oro vía el método de reducción química a partir del electrolito a base de la 3,4-diimida ácida.

HIPÓTESIS

A partir de una diimida ácida sintetizada por disolución sólida, se obtendrá un electrolito como alternativa al uso de borohidruro de sodio, capaz de reducir y estabilizar nanopartículas de oro por el método de reducción química.

Capítulo I.

Antecedentes

1.1. SÍNTESIS CONVENCIONAL DE COMPUESTOS ORGÁNICOS

La síntesis convencional de compuestos orgánicos corresponde a los métodos clásicos y muy utilizados en química para la construcción de moléculas, formadas principalmente por átomos de carbono e hidrógeno, además de otros elementos como oxígeno, nitrógeno, azufre, etc. En general, cualquier síntesis orgánica se refiere a una secuencia de reacciones hábilmente planificadas para ensamblar moléculas más complejas a partir de precursores más simples, así pues, se propone una sustitución a todos esos productos y subproductos perjudiciales para el medio ambiente, es por ello que gracias a la química verde se busca la síntesis de un compuesto nuevo enfocado en la obtención de nanopartículas de oro, investigando desarrollar procesos y productos que sean más amigables con el medio ambiente y que reduzcan el impacto negativo sobre la salud humana. Su principal objetivo es prevenir la contaminación desde la fuente, a diferencia de otros enfoques que se concentran en limpiar el daño una vez que ya ha ocurrido.

1.1.1. Diimidaz

La síntesis y obtención convencional de diimidaz ha sido un área de interés en la química orgánica y la química de materiales debido a sus propiedades, que las hacen útiles en una amplia variedad de aplicaciones, como materiales poliméricos, agentes reductores, catalizadores, compuestos bioactivos, entre otros [4].

Síntesis de diimidaz funcionales

Se han desarrollado métodos sintéticos para la preparación de diimidaz con funcionalidades específicas, como grupos amino, ésteres, alcoholes, etc. Estos métodos a menudo implican la reacción de una diamina con un diácido o un anhídrido correspondiente, seguido de una serie de pasos de modificación química para introducir las funcionalidades deseadas [5].

Polimerización de Diimidaz

Las diimidaz se han utilizado como monómeros en la síntesis de polímeros de alto rendimiento, como las poliimidaz. Estos polímeros exhiben propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas excepcionales, lo que los hace útiles en aplicaciones que van desde materiales estructurales hasta dispositivos electrónicos avanzados. Se han

realizado numerosos estudios sobre la polimerización de diimidias y la estructura-propiedad de los polímeros resultantes [6].

Diimidias como Agentes Reductores

Algunas diimidias como la 2,2-ditiobisbenzamida, se ha utilizado como agente reductor en reacciones orgánicas, particularmente en la síntesis de péptidos y la modificación de proteínas. La investigación en este campo se ha centrado en el desarrollo de métodos eficientes para la activación y el uso de estas diimidias como reactivos de reducción suaves y selectivos [7].

Aplicaciones en Catálisis

Algunas diimidias metálicas han demostrado ser eficaces catalizadores en una variedad de reacciones orgánicas, como la hidrogenación, la hidroformilación y la polimerización. La investigación en este campo se ha centrado en la síntesis y caracterización de nuevos complejos de diimida-metal y en la evaluación de su actividad catalítica y selectividad [8].

1.1.2. Aminas

Las aminas son compuestos muy polares; estas son consideradas derivadas del amoníaco que resultan de la sustitución de los hidrógenos por radicales alquilo, dependiendo que se sustituya ya sea uno, dos o tres hidrógenos, estas pueden llegar a ser primarias, secundarias o terciarias.

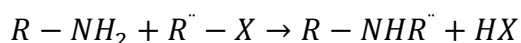
- **Aminas primarias:**
 - Solo un átomo de hidrógeno del amoníaco es sustituido por un grupo alquilo.
 - Estructura general: $R-NH_2$ (por ejemplo, metilamina, CH_3NH_2).
- **Aminas secundarias:**
 - Dos átomos de hidrógeno del amoníaco son sustituidos por dos grupos alquilo.
 - Estructura general: R_2-NH (por ejemplo, dimetilamina, $(CH_3)_2NH$).
- **Aminas terciarias:**
 - Los tres átomos de hidrógeno del amoníaco son sustituidos por tres grupos alquilo.
 - Estructura general: R_3-N (por ejemplo, trimetilamina, $(CH_3)_3N$).

Proceso de alquilación

La sustitución de hidrógenos por radicales alquilo en las aminas es conocida como alquilación y puede llevarse a cabo mediante diferentes métodos, como la reacción con haluros de alquilo (R-X) o mediante la reacción con alquenos, en presencia de catalizadores adecuados.

- **Alquilación con haluros de alquilo (R-X)**

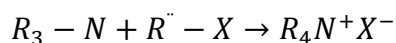
- En este proceso, una amina reacciona con un haluro de alquilo para sustituir un átomo de hidrógeno por un grupo alquilo. Por ejemplo:



- Esta reacción puede llevar a la formación de aminas secundarias o terciarias, dependiendo de cuántos hidrógenos se sustituyen.

- **Alquilación excesiva o cauterización**

- Si la alquilación continúa y todos los hidrógenos son reemplazados, el proceso da lugar a una **sal de amonio cuaternario**:



- Estas sales tienen aplicaciones importantes, como surfactantes y agentes antimicrobianos.

Las aminas pueden ser clasificadas como alifático, esto quiere decir que solo tienen grupos alifáticos unidos, o aromático, que tiene uno o más grupos arilo unidos; estos pueden ser de cadena abierta, esto quiere decir que el nitrógeno no forma parte de un anillo o pueden ser cíclicos, en los que el nitrógeno forma parte del anillo.

En este trabajo experimental se utilizará como reactivo el ácido 3,4-diaminobenzoico, esta, puede sufrir ciclocondensaciones para formar quinoxalinas y benzimidazoles [9]. Sus propiedades fisicoquímicas se exponen a continuación en la tabla 1:

Tabla 1. Propiedades fisicoquímicas reportadas para el ácido 3,4-diaminobenzoico

Propiedad	Valor
<i>Punto de fusión</i>	210-211 °C
<i>Punto de ebullición</i>	411.8 ± 3.5 °C

<i>Masa molar</i>	$152.15 \frac{g}{mol}$
<i>Entalpia de vaporización</i>	$70.05 \pm 3.0 \frac{KJ}{mol}$
<i>Densidad</i>	$1.428 \pm 0.06 \frac{g}{cm^3}$

1.1.3. Anhídridos

Los anhídridos son compuestos orgánicos que se caracterizan por contener dos grupos acilo (-CO) unidos directamente a través de un átomo de oxígeno. Esta estructura les confiere propiedades químicas particulares que los hacen útiles en diversas síntesis orgánicas y aplicaciones industriales.

Propiedades químicas y físicas

Los anhídridos son compuestos reactivos que pueden hidrolizarse en presencia de agua para formar dos moléculas de ácido carboxílico correspondientes, también pueden reaccionar con alcoholes para formar ésteres, con aminas para formar amidas y con compuestos con grupos hidroxilo para formar ésteres y ácidos carboxílicos, algunos anhídridos, como el anhídrido ftálico, pueden ser empleados como agentes de acoplamiento en la síntesis de péptidos.

Los anhídridos son a menudo sólidos a temperatura ambiente y pueden tener puntos de fusión y ebullición relativamente altos, muchos anhídridos son solubles en disolventes orgánicos como éter, cloroformo y benceno, pero tienen una solubilidad limitada en agua debido a su naturaleza hidrofóbica.

Se pretende usar para la experimentación al anhídrido ftálico (Tabla 2), este es un compuesto con olor punzante y es soluble en disolventes orgánicos como cloroformo, benceno y acetato de etilo [10]. Es un reactivo que es utilizado ampliamente en la síntesis orgánica de:

1. Síntesis de ésteres de ftalilo
2. Síntesis de anhídridos de ácido
3. Reacción de acilación
4. Síntesis de ftalimidas
5. Síntesis de anhídridos cíclicos

Se caracteriza por ser higroscópico ya que absorbe la humedad del aire; puede ser obtenido por oxidación catalítica del orto-xileno en agua (o-xileno), también llamado proceso de Gibbs para anhídrido ftálico.

Hoy en día son utilizados los ésteres de anhídrido en alcoholes alifáticos, estos con el propósito de alterar las características mecánicas de algunos productos plásticos, como el policloruro de vinilo (PVC), politereftalato de polietileno (PET) [11].

Tabla 2: Propiedades fisicoquímicas reportadas para el anhídrido ftálico

<i>Propiedad</i>	<i>Valor</i>
<i>Punto de fusión</i>	130.8 °C
<i>Punto de ebullición</i>	295 °C
<i>Masa molar</i>	148.12 $\frac{g}{mol}$
<i>Entalpia de vaporización</i>	53.47 \pm 3.0 $\frac{kJ}{mol}$
<i>Densidad</i>	153 $\frac{g}{cm^3}$

1.2. QUÍMICA VERDE

La química verde es una rama de la química que se enfoca en desarrollar procesos y productos que sean más amigables con el medio ambiente y que reduzcan el impacto negativo sobre la salud humana. Su principal objetivo es prevenir la contaminación desde la fuente, a diferencia de otros enfoques que se concentran en limpiar el daño una vez que ya ha ocurrido.

1.2.1. Principios fundamentales de la química verde

La química verde está guiada por 12 principios, que fueron propuestos por los científicos Paul Anastas y John Warner en 1998. Los cuales son:

- **Prevención:** Es mejor evitar que se genere un residuo que tener que tratarlo o limpiarlo después de que ha sido creado.
- **Eficiencia atómica:** Los procesos deben maximizar el uso de todos los materiales involucrados en la reacción, de modo que la mayor cantidad posible de materia prima acabe en el producto final.

- **Síntesis de productos químicos menos peligrosos:** Los productos deben ser diseñados para tener una toxicidad mínima para los seres humanos y el medio ambiente, sin comprometer su eficacia.
- **Diseño de productos más seguros:** El diseño de productos químicos debe asegurar que el producto final sea efectivo y seguro durante su vida útil, reduciendo al mínimo el impacto sobre la salud y el medio ambiente.
- **Uso de solventes y condiciones de reacción más seguras:** Los solventes y medios de reacción empleados deben ser lo menos peligrosos posible, priorizando el uso de alternativas más benignas, como agua o líquidos biodegradables, en lugar de solventes orgánicos tóxicos.
- **Eficiencia energética:** Los procesos deben minimizar el consumo de energía, prefiriendo las reacciones que puedan llevarse a cabo a temperatura y presión ambiente, lo que contribuye a una menor huella de carbono y costos energéticos.
- **Uso de materias primas renovables:** Siempre que sea viable técnica y económicamente, se deben emplear materias primas renovables, provenientes de recursos naturales como biomasa, en lugar de fuentes no renovables como el petróleo.
- **Reducción de derivados:** Se deben evitar, en la medida de lo posible, los pasos innecesarios que generan derivados o subproductos en un proceso químico. Esto reduce el uso de materiales adicionales y la producción de residuos.
- **Catálisis:** El uso de catalizadores, que son sustancias que aceleran las reacciones sin consumirse en el proceso, es preferido frente a los reactivos estequiométricos. Los catalizadores mejoran la eficiencia y disminuyen la cantidad de materiales necesarios.
- **Diseño para la degradación:** Los productos químicos deben ser diseñados de manera que, al terminar su uso, se descompongan en sustancias inocuas y no persistan en el ambiente, evitando así la contaminación a largo plazo.
- **Análisis en tiempo real para prevenir la contaminación:** El monitoreo continuo y en tiempo real de los procesos químicos puede ayudar a detectar

y prevenir la formación de productos peligrosos antes de que se generen residuos o se liberen al medio ambiente.

- **Química intrínsecamente más segura:** Los procesos químicos deben diseñarse para minimizar el riesgo de accidentes, explosiones, incendios y emisiones peligrosas. Esto implica usar sustancias y condiciones que reduzcan los peligros inherentes de los procesos.

1.2.2. Síntesis en estado sólido

La síntesis en estado sólido, también conocida como síntesis en fase o disolución sólida, es un método utilizado para preparar compuestos a través de reacciones químicas entre sólidos sin la necesidad de un solvente [12]. Este enfoque es ampliamente empleado en la química de materiales, química inorgánica y en el desarrollo de cerámicas, superconductores, materiales magnéticos, y catalizadores. A diferencia de las reacciones en fase líquida o gaseosa, en la síntesis en estado sólido, los reactivos son sólidos y las reacciones ocurren a través del contacto directo entre las partículas sólidas, generalmente, las reacciones en estado sólido requieren altas temperaturas (por lo general entre 500 y 2000 °C) para que las partículas de los reactivos tengan suficiente energía térmica para difundir y reaccionar entre sí.

1.3. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE LA 3,4-DIIMIDA ÁCIDA

• **Análisis termogravimétrico (TGA)**

El análisis termogravimétrico es una técnica analítica térmica que mide el cambio de masa de una muestra en función de la temperatura o el tiempo, en presencia de un gas específico, como aire, nitrógeno o argón (Figura 1).

Su principio se rige mediante un cambio de masa, esta se coloca en una balanza de alta precisión dentro de un horno, posteriormente la temperatura aumenta o disminuye de manera controlada según un programa predefinido, en ella se debe especificar un ambiente el cual puede ser oxidante, inerte o reductivo, según el objetivo del análisis.

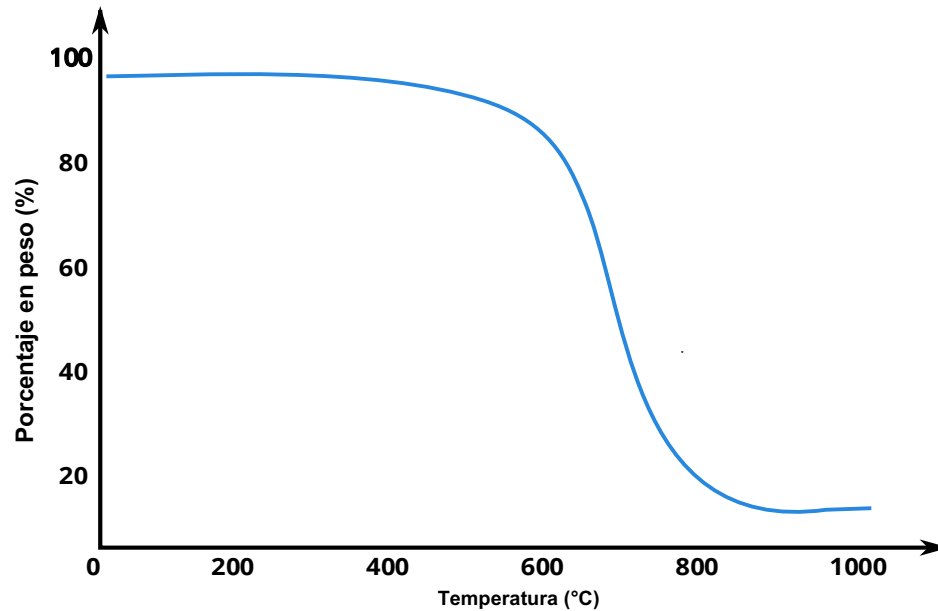


Figura 1. Termograma TGA

- **Calorimetría diferencial de barrido (DSC)**

La Calorimetría Diferencial de Barrido sirve para medir propiedades térmicas de una muestra, como reacciones endotérmicas y exotérmicas, cambios de fase y estabilidad térmica, el funcionamiento se basa en la diferencia en el flujo de calor necesario para aumentar la temperatura de una muestra y de una referencia en función del tiempo o la temperatura (Figura 2).

La prueba consta de un calentamiento controlado, que, durante el experimento, tanto la muestra como la referencia se calientan a una velocidad constante.

Posteriormente detecta las diferencias en la cantidad de calor necesaria para mantener ambas temperaturas en equilibrio. Si la muestra experimenta una transición como fusión, cristalización o descomposición, el calor absorbido o liberado llamada entalpía generado por ese proceso, mostrará una diferencia de temperatura entre la muestra y la referencia.

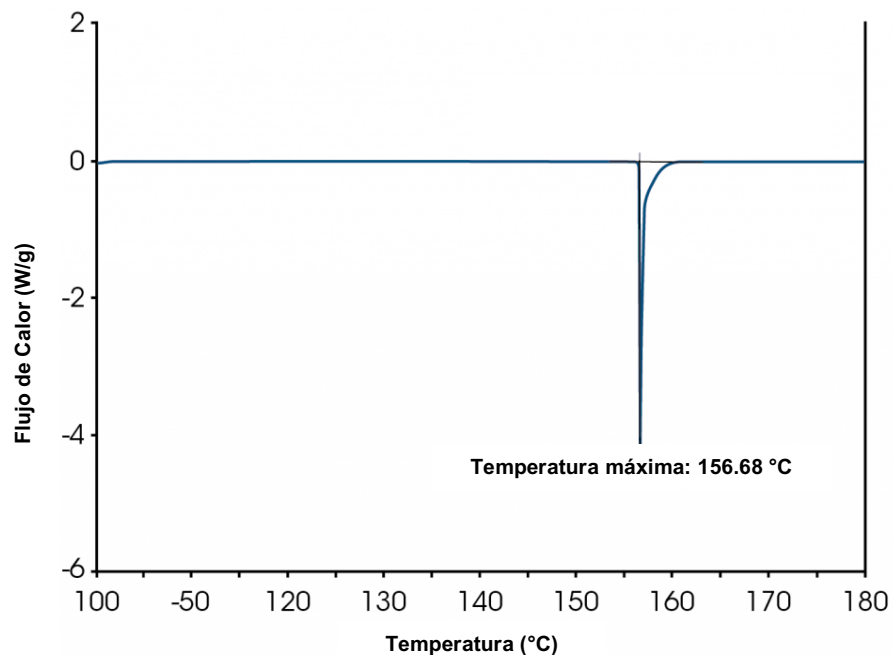


Figura 2. Termograma DSC

- **Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)**

La espectroscopía de Infrarrojo por Transformada de Fourier es una técnica espectroscópica utilizada para identificar estructuras moleculares de compuestos, utiliza la absorción de luz infrarroja (IR) por una muestra para obtener información de sus enlaces químicos y vibraciones moleculares (Figura 3).

Su principio se basa en la interacción de la radiación infrarroja y las moléculas de la muestra, cada enlace químico en una molécula vibra a frecuencias características, y cuando la radiación infrarroja pasa a través de la muestra, las vibraciones de los enlaces pueden hacer que la luz sea absorbida en ciertas longitudes de onda.

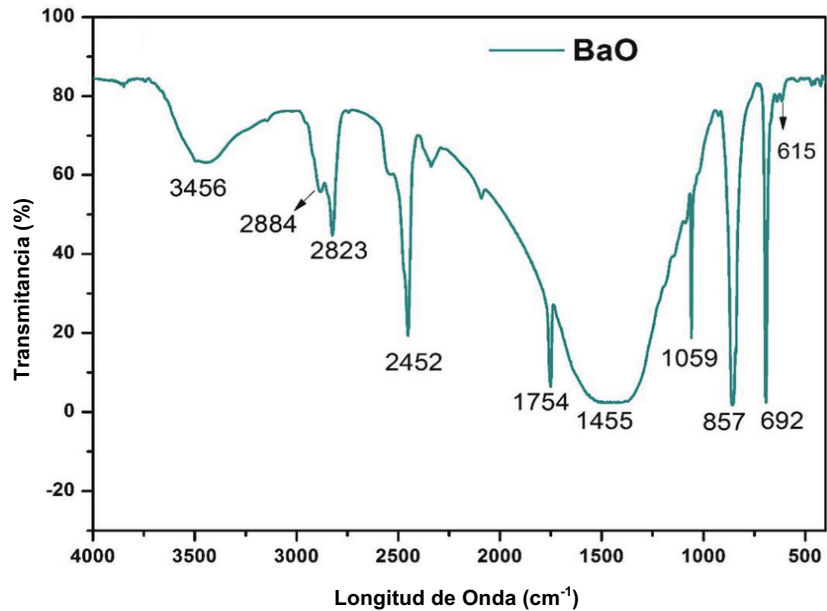


Figura 3. Espectro FTIR

- **Espectrometría de masas (MS)**

La Espectrometría de Masas (MS) es una técnica espectroscópica utilizada para medir la relación entre la masa y la carga (m/z) de los iones (Figura 4). Se utiliza para identificar la composición molecular de una muestra, determinar la estructura de compuestos desconocidos, y analizar las concentraciones de diferentes sustancias en una mezcla compleja, su principio de funcionamiento se basa en la ionización de una muestra, posteriormente se hace incidir un haz de iones para medir la relación masa/carga (m/z).

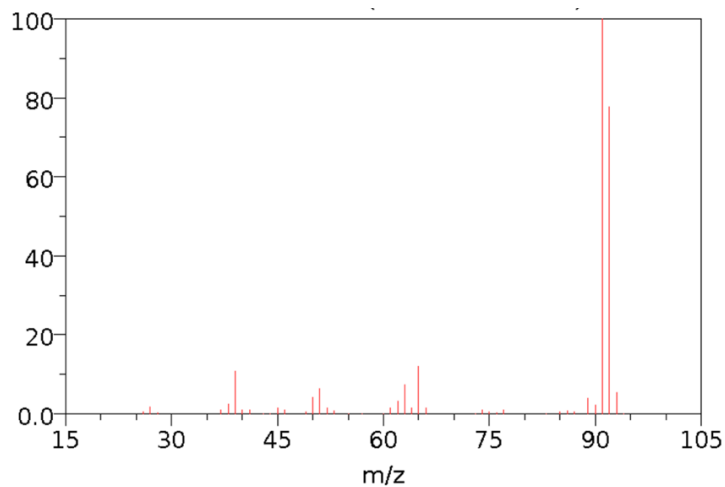


Figura 4. Espectro de MS

Resonancia magnética nuclear de protón, RMN- ^1H

La Resonancia Magnética Nuclear de Protón ($\text{RMN} - \text{H}^1$) es una técnica analítica utilizada para determinar la estructura molecular de compuestos químicos, esta se basa en la interacción de los núcleos de hidrógeno con un campo magnético externo (Figura 5). Su principio se basa en la propiedad magnética de los protones de la molécula, los núcleos de hidrógeno tienen espín nuclear, lo que les permite comportarse como pequeños imanes cuando están en un campo magnético, los protones se alinean en dos estados de energía posibles: paralelo (estado de menor energía) o antiparalelo (estado de mayor energía), finalmente esta señal emitida depende del entorno químico del protón, influenciado por los electrones circundantes y átomos vecinos.

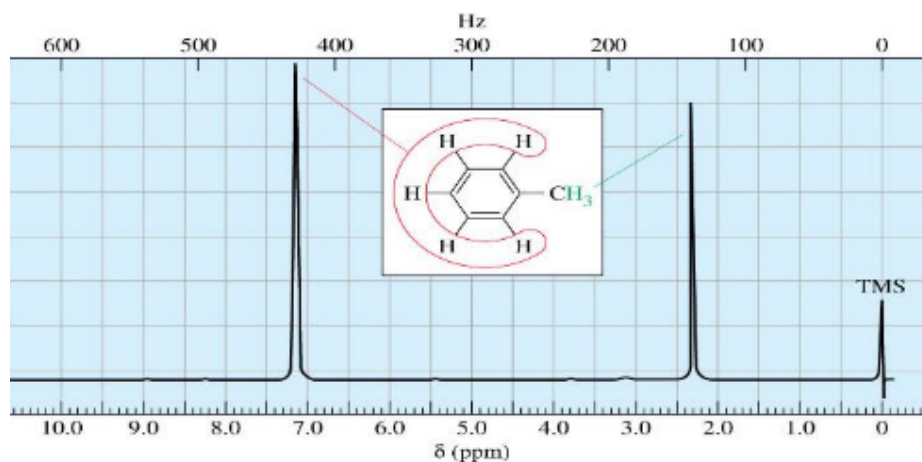


Figura 5. Espectro de $\text{RMN} - \text{H}^1$

Nanociencia y nanotecnología

La nanociencia y la nanotecnología son campos multidisciplinarios que han ganado popularidad en las últimas décadas con el objetivo de estudiar y manipular la materia a escala nanométrica, es decir, a dimensiones de uno a cien nanómetros (nm). Esta escala permite explorar fenómenos y propiedades que no se observan a mayores dimensiones, debido a efectos cuánticos y a la alta relación superficie-volumen de los materiales [13].

El origen de la nanociencia se remonta a la antigüedad, donde sin saberlo, la aplicaban en la realización de los vitrales medievales, pero no fue hasta el siglo XX donde se comenzó a realizar avances importantes en la microscopía electrónica,

que permitió la observación de nanopartículas a nano escala, en la figura 6 se observa la imagen obtenida mediante un microscopio de transmisión electrónica.

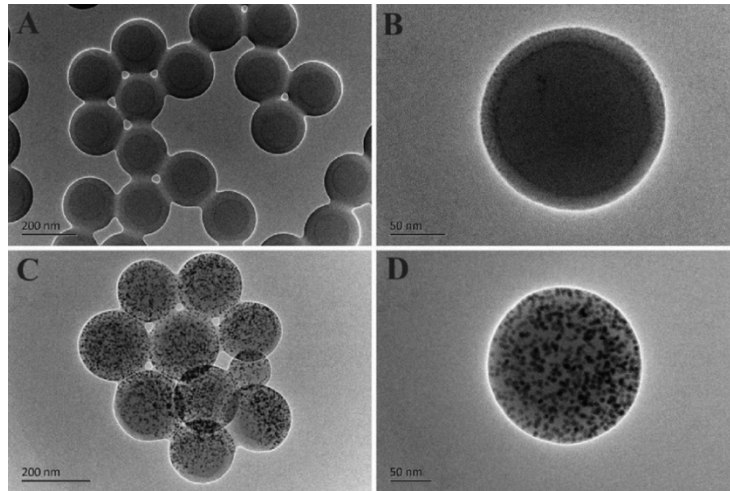


Figura 6. Nanopartículas observadas por TEM a diferentes nano escalas.

Durante el siglo XX se realizaron grandes avances en la nanociencia, pero no fue hasta 1959 que el físico teórico Richard Feynman presentó el discurso titulado “There’s Plenty of Room at the Bottom”, pronunciado el 29 de diciembre de 1959 durante la reunión anual de la American Physical Society en Caltech, considerándose un hito fundamental en la historia de estos campos [14].

En el discurso, planteó una serie de ideas y preguntas que parecían visionarias e imaginó un futuro donde los científicos podrían manipular y controlar átomos y moléculas individuales con precisión. Propuso que, si se podía controlar la materia a esta escala, se podrían crear materiales y dispositivos con propiedades completamente nuevas, e igualmente sugirió que era posible almacenar grandes cantidades de información en volúmenes extremadamente pequeños [15].

1.3.1. Principios y propiedades

Las nanopartículas son partículas de tamaño nanométrico, generalmente entre 1 y 100 nanómetros (nm) en al menos una dimensión. Debido a su pequeño tamaño, las nanopartículas exhiben propiedades físicas, químicas y biológicas únicas como lo pueden ser una alta relación superficie-volumen, propiedades ópticas especiales, una reactividad química elevada entre otras, por lo que difieren de las de sus equivalentes macroscópicos. Estas propiedades especiales han alcanzado un

interés significativo en su investigación y aplicación dentro de una gran variedad de campos, incluyendo la medicina, la electrónica, la energía y el medio ambiente.

Existen varios tipos de nanopartículas según su composición, entre ellas se encuentran:

- **Metálicas:** Puede haber nanopartículas de oro, plata, cobre, etc. y son conocidas por sus propiedades ópticas y electrónicas únicas.
- **Óxidos metálicos:** Puede ser el óxido de zinc (ZnO), óxido de titanio (TiO₂), óxido de hierro (Fe₂O₃) y son utilizadas en catalizadores, sensores y protectores solares.
- **Semiconductoras:** Existen puntos cuánticos de cadmio y selenio (CdSe), nanopartículas de silicio con importantes aplicaciones electrónicas y ópticas.
- **Poliméricas:** Son hechas de polímeros y usadas en la administración de fármacos y la ingeniería de tejidos.
- **Carbono:** Existen nanotubos de carbono son utilizados en aplicaciones electrónicas, materiales compuestos y dispositivos de almacenamiento de energía.

La geometría de las nanopartículas es fundamental para sus propiedades y aplicaciones, ya que la forma, el tamaño y la estructura de estas partículas influyen en su comportamiento óptico, magnético, eléctrico y químico. Estas formas pueden ser controladas durante su síntesis y, según la geometría, las nanopartículas pueden ofrecer características únicas que no se encuentran en materiales a mayor escala. Algunas de las geometrías más comunes incluyen:

- **Esferas:** Son las nanopartículas más comunes y fáciles de sintetizar, ya que tienden a minimizar su energía superficial. Las nanopartículas esféricas tienen una distribución de superficie uniforme y se usan en aplicaciones como medicamentos, donde la forma esférica favorece la circulación en el torrente sanguíneo (Figura 7).

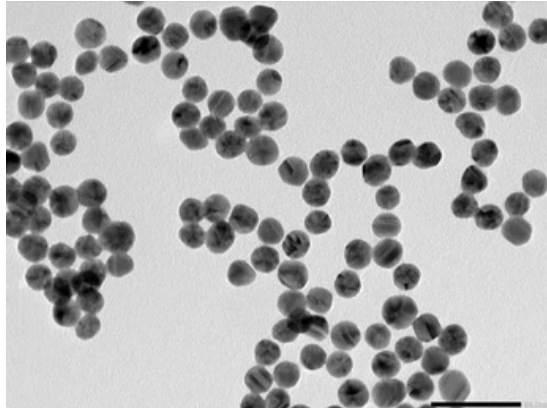


Figura 7. Nanopartículas de oro esféricas [16].

- **Varillas o Nanorods:** Estas nanopartículas tienen forma alargada, similar a una barra o cilindro (Figura 8). La relación de aspecto puede variar y afectar propiedades como la resonancia plasmónica (en el caso de las nanopartículas de oro), que se utiliza en aplicaciones ópticas y en terapias de hipertermia para el tratamiento del cáncer.

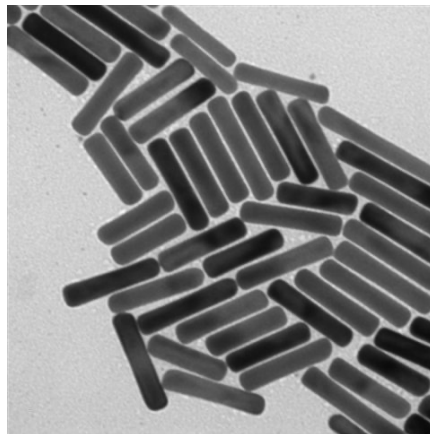


Figura 8. Nanorods de oro [17].

- **Cubos o nanocubos:** Tienen seis caras planas y son comunes en nanopartículas de plata y algunos óxidos metálicos. La forma cúbica ofrece una alta relación de área superficial y tiene aplicaciones en catálisis y sensores debido a la exposición de ciertas facetas cristalinas (Figura 9).

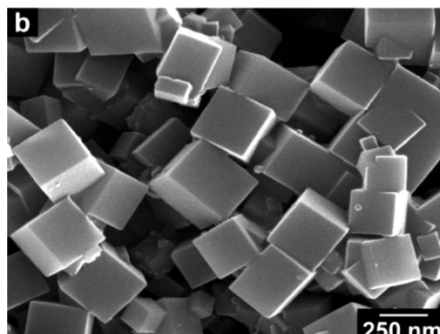


Figura 9. Nanocubos de azul de Prusia estabilizados con citrato [18].

- **Hojas o nanoplacas:** Son nanopartículas con geometría de lámina o disco y presentan una alta relación de área superficial (Figura 10). Estas formas delgadas pueden mejorar la conductividad y son útiles en aplicaciones de energía, como en supercondensadores y baterías.

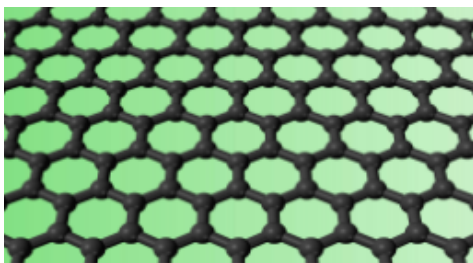


Figura 10. Nanoplaca de grafeno [19].

- **Dendritas y esferas huecas:** Las dendritas tienen una estructura fractal ramificada, mientras que las esferas huecas presentan cavidades internas (Figura 11). Ambos tipos maximizan el área superficial, lo que es útil en aplicaciones de almacenamiento de energía y en catálisis.

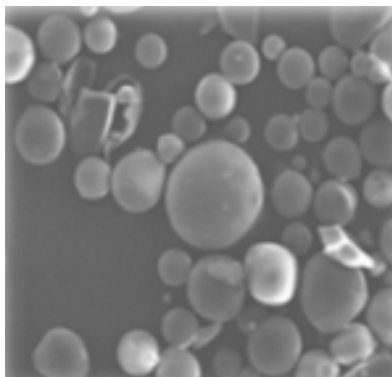


Figura 11. Microesferas huecas [20].

- **Estrellas o nanoestrellas:** Tienen una estructura con picos o brazos que se proyectan desde el centro (Figura 12), lo que aumenta la intensidad del campo eléctrico alrededor de los picos. Esta geometría es utilizada en

aplicaciones de detección avanzada, como en el SERS (espectroscopía Raman mejorada en superficie), debido a los "puntos calientes" que intensifican la señal óptica.

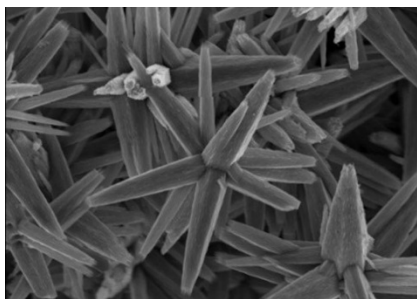


Figura 12. Cristales de aragonito [21].

- **Tetraedros y octaedros:** Estas geometrías poligonales se basan en la estructura cristalina de ciertos metales y óxidos. Tienen diferentes facetas que pueden presentar variaciones en actividad catalítica y en interacciones con la luz, usadas en aplicaciones fotocatalíticas y electrónicas.

1.3.2. Clasificación de rutas sintéticas

La síntesis convencional de nanopartículas ha sido objeto de investigación en diversas disciplinas científicas, desde la química y la física hasta la ingeniería de materiales y la nanotecnología [22], se han investigado y desarrollado una variedad de rutas sintéticas para la producción de nanopartículas, incluyendo la reducción química, la precipitación, la síntesis por sol-gel, la ablación láser, la descomposición térmica y la síntesis en fase gaseosa. Estos métodos se han optimizado para controlar el tamaño, la forma, la composición y la estructura de las nanopartículas producidas [23]. La clasificación de las rutas se puede clasificar de la siguiente manera: (Figura 13)

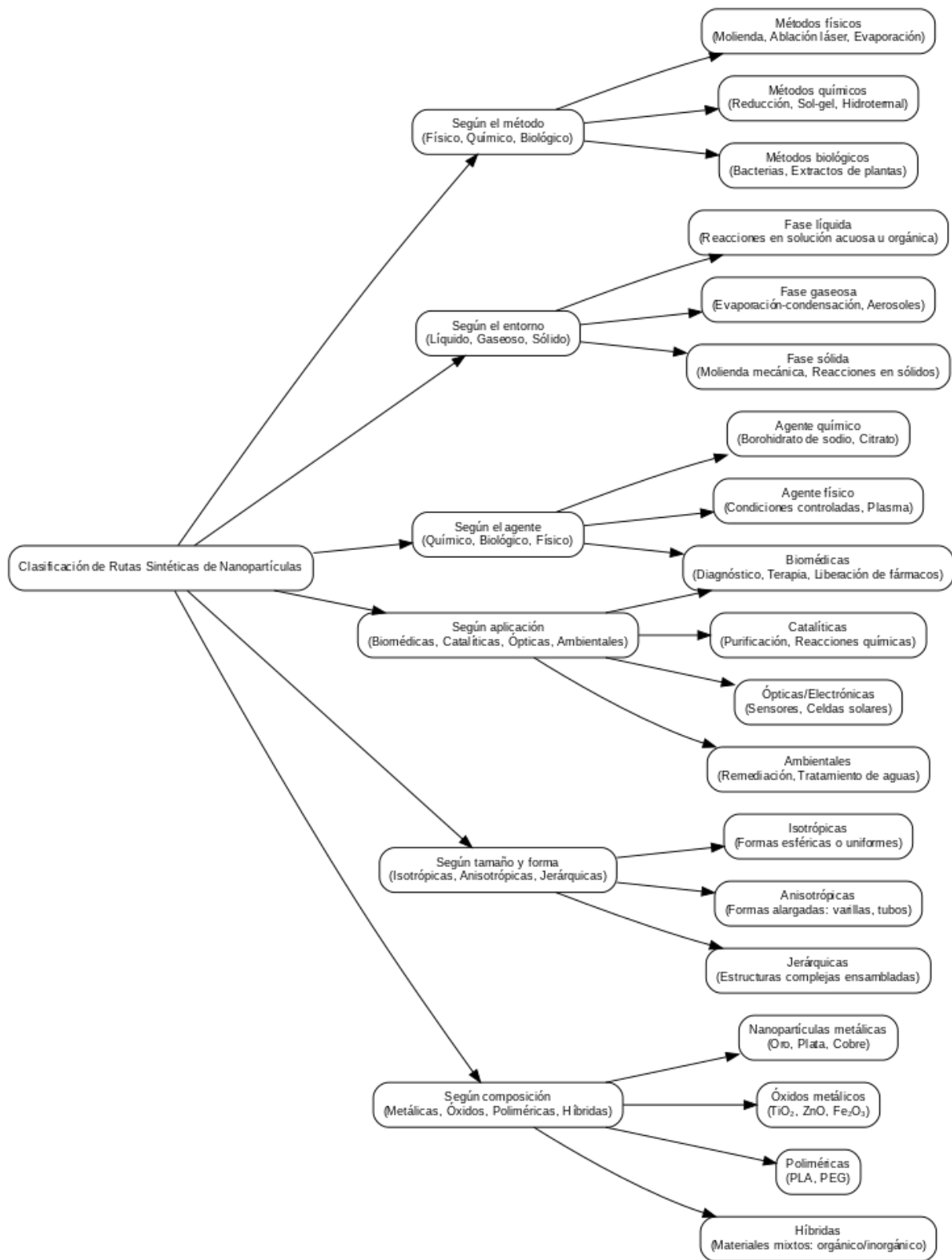


Figura 13. Clasificación de rutas sintéticas

1.4. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS (NPs)

- **Microscopía electrónica de transmisión (TEM)**, por sus siglas en inglés (Transmission Electron Microscopy) es una técnica avanzada de microscopía que utiliza un haz de electrones para obtener imágenes de alta resolución de muestras muy delgadas (Figura 14). Esta técnica permite observar la estructura interna de materiales a nivel atómico.[24], sus componentes principales son:
 - **Cañón de electrones:** Este puede ser un filamento de tungsteno o para obtener mejor coherencia del haz pueden ser de hexaboruro de lantano.
 - **Columnas electromagnéticas:** Contienen lentes magnéticas que guían y enfocan el haz de electrones.
 - **Portamuestras:** La muestra debe ser extremadamente delgada, en decenas de nanómetros, para permitir el paso de los electrones a través de ella.
 - **Detector:** Los electrones transmitidos son captados por un detector que convierte la información en una imagen observable.

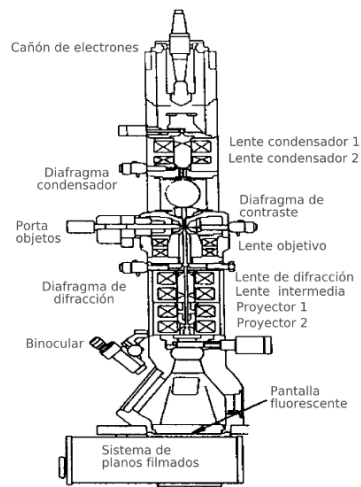


Figura 14. Representación física y componentes del TEM

- **Microscopía de fuerza atómica (AFM)**, por sus siglas en inglés de *Atomic Force Microscopy*, es una técnica de microscopía que permite obtener imágenes de alta resolución a nivel atómico y nanométrico al medir las fuerzas entre una punta afilada y la superficie de una muestra (Figura 15). A

diferencia de otras técnicas de microscopía, como la microscopía óptica o electrónica, la AFM no depende de la luz o de haces de electrones, sino de las interacciones mecánicas entre la punta y la muestra. [25]. El principio de funcionamiento es el siguiente:

- **Punta afilada:** La AFM utiliza una punta extremadamente afilada (generalmente hecha de silicio o nitruro de silicio) montada en un pequeño brazo flexible llamado cantiléver. Esta punta tiene un radio de curvatura en el rango de nanómetros, lo que le permite interactuar con la superficie de la muestra a nivel atómico.
- **Interacción entre la punta y la muestra:** Cuando la punta de la AFM se aproxima a la superficie de la muestra, las fuerzas de interacción entre los átomos de la punta y los átomos de la muestra (fuerzas de Van der Waals, electrostáticas, capilares, entre otras) generan una deflexión o desplazamiento del cantiléver.
- **Detección de las fuerzas:** La deflexión del cantiléver se mide mediante un sistema de detección óptico muy preciso. Generalmente, un láser se refleja en la parte posterior del cantiléver hacia un detector de posición. A medida que el cantiléver se mueve hacia arriba o hacia abajo en respuesta a las fuerzas que actúan sobre él, el cambio en la posición del haz láser refleja la magnitud de la deflexión.
- **Generación de la imagen:** La información sobre la deflexión de la punta se convierte en datos topográficos de la superficie de la muestra. A medida que la punta escanea la muestra en un patrón de rejilla, se registra la altura en cada punto, creando una imagen tridimensional de la superficie a nivel nanométrico.

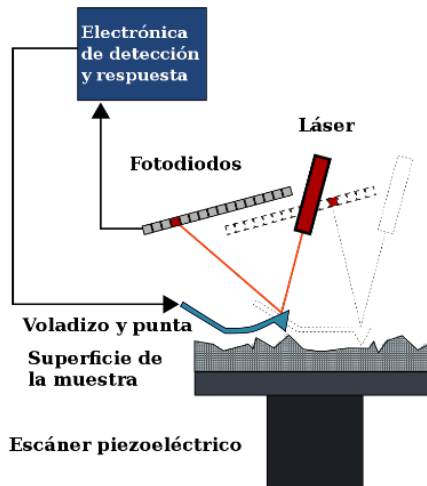


Figura 15. Funcionamiento de la técnica de microscopía de fuerza atómica

- **Difracción de rayos X (DRX).** La difracción de rayos X (XRD, por sus siglas en inglés) es una técnica analítica utilizada para identificar la estructura cristalina de los materiales (Figura 16). Se basa en la interacción de los rayos X con los átomos dentro de un cristal, lo que produce un patrón de difracción característico que permite conocer cómo están organizados los átomos en el material. [26].

El fundamento de la difracción de rayos X consiste en un haz de rayos X incide sobre un material cristalino, los átomos del cristal actúan como centros dispersores de los rayos X, provocando una difracción. La disposición de los átomos en un cristal tiene un patrón periódico, lo que causa que los rayos X que inciden en diferentes planos atómicos se reflejen en distintas direcciones.

La relación matemática que describe este fenómeno es la Ley de Bragg, que establece las condiciones bajo las cuales ocurre la difracción. La ley de Bragg está dada por la siguiente ecuación:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{Ec. 1})$$

Donde:

- n : es un número entero (el orden de la difracción),
- λ : es la longitud de onda de los rayos X,
- d : es la distancia entre los planos cristalinos,
- θ : es el ángulo de incidencia de los rayos X.

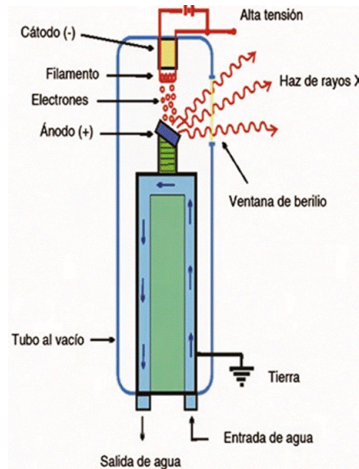


Figura 16. Funcionamiento de la técnica de Difracción de rayos X (DRX)

- **Espectroscopía de absorción óptica.** La espectroscopía de absorción óptica es una técnica analítica que se utiliza para estudiar cómo la luz interactúa con diferentes sustancias (Figura 17). En esencia, esta técnica mide la cantidad de luz que es absorbida por una muestra cuando un haz de luz pasa a través de ella. La base de esta técnica se encuentra en el hecho de que cada material tiene una firma única de absorción, lo que significa que diferentes sustancias absorben luz en longitudes de onda específicas.[27]. Algunos tipos de espectroscopia de absorción óptica pueden ser:
 - **Espectroscopia UV-Visible:** Esta utiliza una luz que abarca todas las regiones ultravioleta y visible en el espectro.
 - **Espectroscopia de infrarrojo:** Se basa en la absorción de luz infrarroja y es útil para detectar las vibraciones moleculares.
 - **Espectroscopia de absorción atómica:** Funciona al aprovechar el fenómeno de absorción de luz por átomos en estado gaseoso cuantificando la concentración de elementos específicos en una muestra.

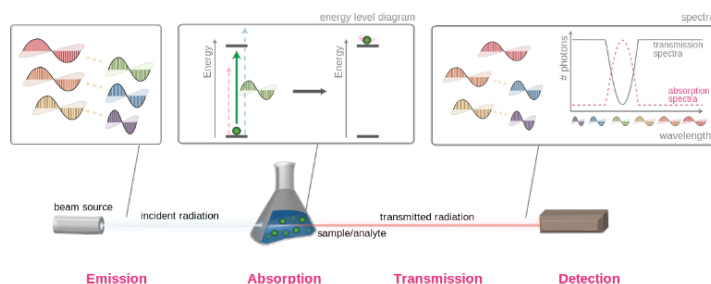


Figura 17. Representación de la técnica de Espectroscopia de absorción óptica

- **Espectroscopía de dispersión dinámica de luz (DLS):** Es una técnica utilizada para medir el tamaño de partículas o macromoléculas en una solución líquida (Figura 18). Se basa en el análisis de la dispersión de luz causada por el movimiento térmico aleatorio de las partículas suspendidas en la solución [28].

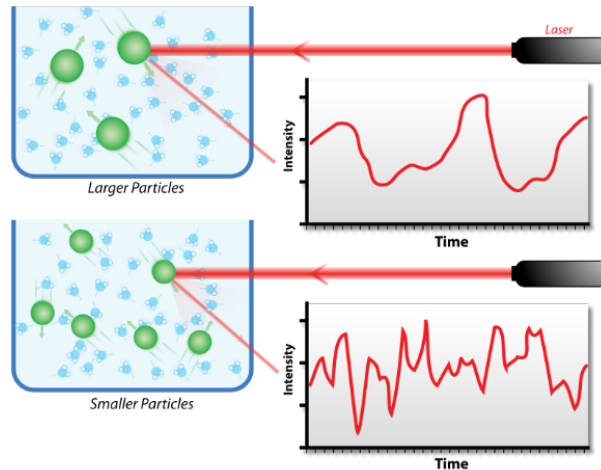


Figura 18. Representación de datos de la técnica de Espectroscopía de dispersión dinámica de luz (DLS)

1.5. Métodos para el cálculo del tamaño de nanopartícula.

Método de Tauc

Es una técnica utilizada en la espectroscopia de absorción óptica para determinar la banda prohibida (gap energético, E_g) de materiales semiconductores y dieléctricos. Se basa en la relación entre el coeficiente de absorción y la energía del fotón incidente. La ecuación que se utilizó para obtener la energía E_g , partió de la siguiente ecuación:

$$(\alpha h\nu)^n = A(h\nu - E_g)$$

Donde:

α : Coeficiente de absorción óptica del material

$h\nu$: Energía del fotón (h es la constante de Planck y ν es la frecuencia de la luz)

A : Constante de proporcionalidad que depende de las propiedades del material

E_g : Ancho de banda prohibido del material

n : Exponente que define el tipo de transición electrónica

Los pasos que se deben realizar son:

- Obtener el espectro de absorción del material (UV-vis)
- Calcular el coeficiente de absorción α a partir de la absorbancia o transmitancia
- Determinar el valor de n a partir del comportamiento del material
- Graficar $(\alpha h\nu)^n$ vs $h\nu$
- Extrapolar la recta en la región lineal de la gráfica hasta que corte el eje $h\nu$ (eje x). El punto de intersección es E_g

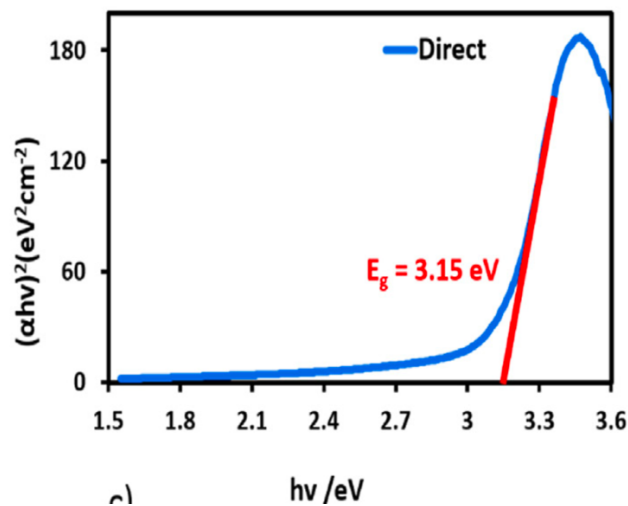


Figura 19. Gráfico Tauc para determinar la banda prohibida óptica (E_g) para hidrogel de Au(I) con transiciones directas permitidas

Teoría de Mie

Esta técnica describe la dispersión de ondas electromagnéticas por partículas esféricas. Fue desarrollada por Gustav Mie en 1908 y es fundamental en la óptica, la nanofotónica y la física de aerosoles.

Esta teoría se basa en la solución de las ecuaciones de Maxwell para una partícula esférica inmersa en un medio homogéneo, es aplicable a cualquier tamaño de partícula.

Se define como:

$$x = \frac{2\pi r}{\lambda}$$

Donde:

r: Es el radio de la partícula.

λ : Es la longitud de onda de la luz incidente.

La teoría de Mie permite calcular la eficiencia de **dispersión**, **absorción** y **extinción** de la luz al interactuar con la partícula, se expresa mediante:

$$Q_{ext} = Q_{abs} + Q_{sca}$$

Donde:

Q_{ext} (Coeficiente de extinción): Representa la cantidad total de energía que la partícula extrae de un haz incidente debido a la combinación de absorción y dispersión.

Q_{abs} (Coeficiente de absorción): Mide la fracción de energía de la onda incidente que es absorbida por la partícula.

Q_{sca} (Coeficiente de dispersión): Representa la fracción de energía que se dispersa en diferentes direcciones sin ser absorbida.

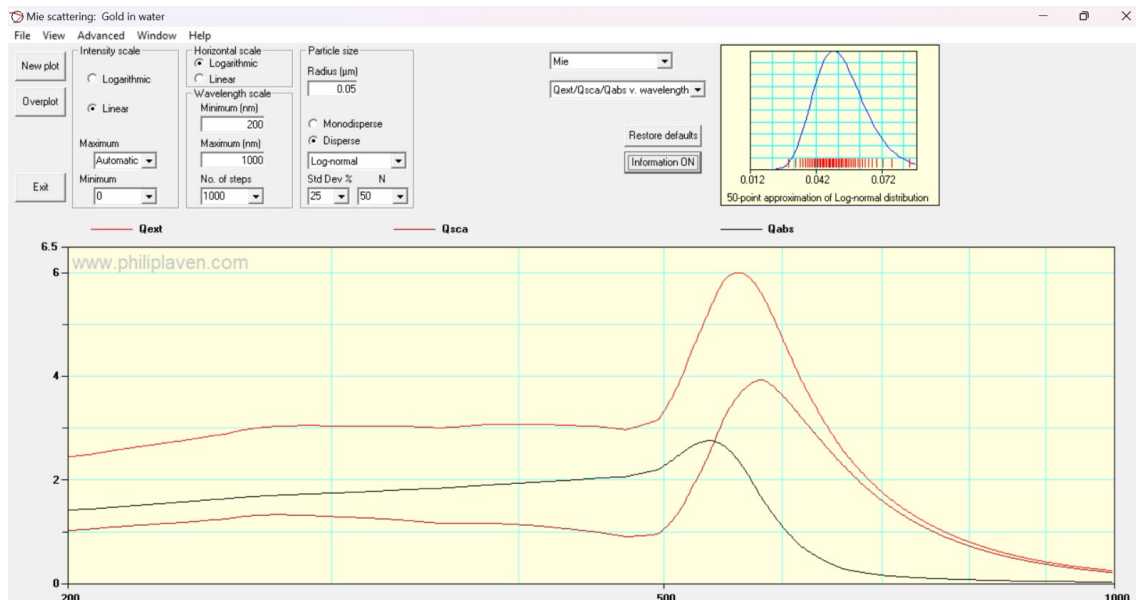


Figura 20. Gráfico generado por MiePlot donde se observan la Q_{ext} , Q_{abs} , Q_{sca}

Capítulo II.

Metodología

2.1. REACTIVOS Y EQUIPOS

Los dos reactivos utilizados fueron de grado analítico, se empleó el anhídrido ftálico con una pureza del 99% y el ácido 3,4-diaminobenzoico con una pureza del 97%. Se utilizó una parrilla de calentamiento marca Thermo Scientific, un crisol de vidrio, un termómetro de 260°C y un soporte universal.

2.2. Síntesis y caracterización de la 3,4-DIIMIDA ÁCIDA, 3,4-DIA

La 3,4-DIA se sintetizó a partir del anhídrido ftálico y el ácido 3,4-diaminobenzoico a una relación estequiométrica, Figura 21.

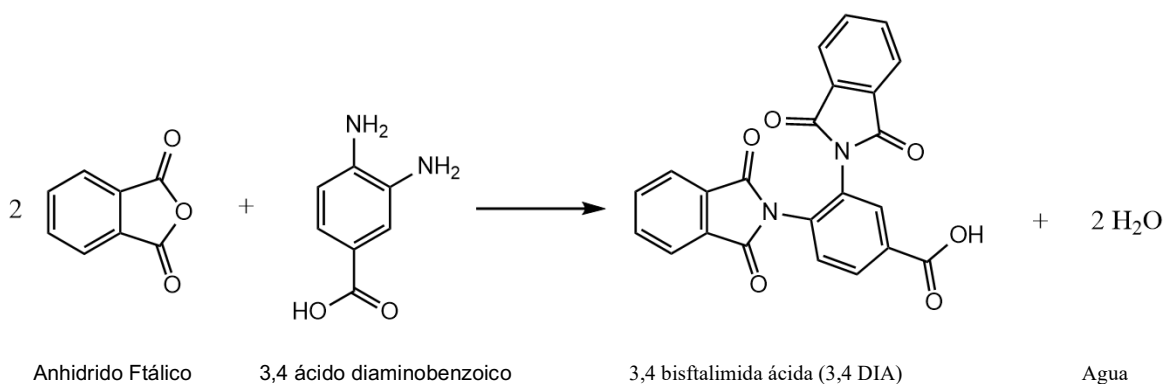


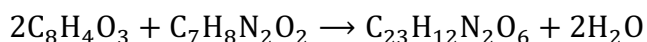
Figura 21. Síntesis de 3,4-diimida ácido

Ya que la 3,4-DIA no ha sido reportada en la literatura, se propuso una ruta sintética basada en disolución sólida. En primera instancia, se realizó el estudio de los reactivos, tanto su masa molecular como su fórmula condensada.

$$\text{Anhídrido ftálico} \rightarrow \text{C}_8\text{H}_4\text{O}_3 = 148.1 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$\text{ácido 3,4 - diaminobenzoico} \rightarrow \text{C}_7\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2 = 152.15 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

Posteriormente, se realizaron los cálculos basándose en la estequiometría de la reacción para obtener 1.5 gramos de 3,4-DIA.



Para lo cual se necesitaron 1.0774827 g de anhídrido ftálico y 0.55347405 g de ácido 3,4-diaminobenzoico (tomando en cuenta su respectiva corrección por pureza).

Después, en un vial de 5 mL se añadieron los 1.0774827g de anhídrido ftálico y se calentó paulatinamente hasta 150°C, con el objetivo de fundirlo. En el transcurso de

este proceso fue necesario raspar las paredes del vial para integrar el anhídrido sublimado a la mezcla de reacción. Una vez alcanzados los 150°C, se le adicionaron los 0.55347405g de ácido 3,4-diaminobenzoico. Sin dejar de agitar, se incrementó la temperatura hasta 245°C (punto de fusión del ácido 3,4-diaminobenzoico) por el lapso de hora y media.

Una vez que se obtuvo la 3,4-DIA se purificó mediante sublimación, a una temperatura constante de 240°C y una presión de vacío de 500 mbar durante una hora y media.

Cromatografía en capa fina (TLC)

El monitoreo del proceso de purificación se llevó a cabo por cromatografía en capa fina (TLC), para ello se buscaron solventes en los cuales los reactivos y productos fueran solubles [29]. Después, se prepararon disoluciones tanto de los reactivos como del producto para llevar a cabo la prueba 1 de TLC (Figura 22).

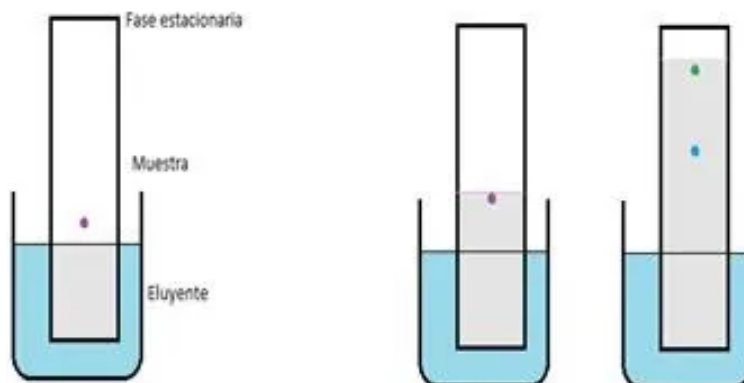


Figura 22. Cromatografía de capa fina (TLC):

Como se presentaron impurezas para la prueba 1, (Figura 23), se procedió a seguir sublimando, hasta que el plaqueo no muestre trazas de los reactivos (Figura 24).

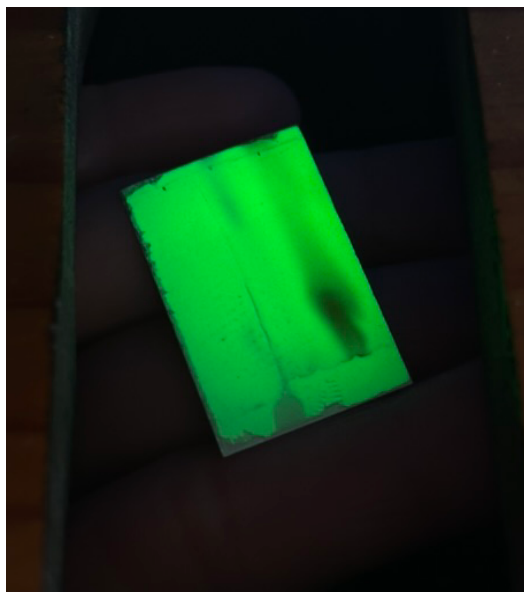


Figura 23. Plaqueo con impurezas presentes en el compuesto 3,4 DIA

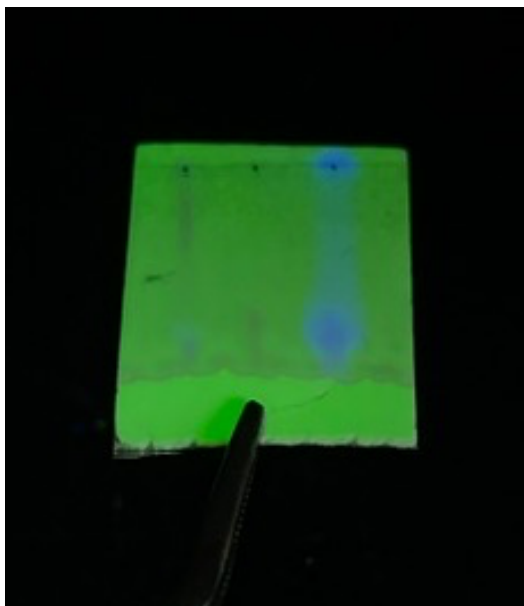


Figura 24. Plaqueo con poca o nula impureza en el compuesto 3,4 DIA

Las pruebas de TLC junto con la determinación del punto de fusión con capilares permitieron identificar la pureza antes de ser aplicadas las técnicas térmicas de caracterización por TGA y DSC, respectivamente.

Análisis termogravimétrico (TGA)

El termograma de pérdida de masa se obtuvo a partir del dispositivo TGA Júpiter NETZSCH STA 449 F3 (Figura 25), con aproximadamente 8 a 12 mg de muestra, a

una velocidad de calentamiento de $10 \frac{^{\circ}\text{C}}{\text{min}}$, en un intervalo de temperatura de 25 a 800°C y un flujo de nitrógeno de $20 \frac{\text{mL}}{\text{min}}$.



Figura 25. Dispositivo de TGA, Júpiter NETZSCH STA 449 F3.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Los termogramas de flujo de calor, se obtuvieron en un DSC marca METTLER TOLEDO, modelo DSC 1 STAR System (Figura 26) con aproximadamente 1.5 a 3 mg de muestra dentro de un crisol hermético de aluminio.



Figura 26. Dispositivo DSC marca METTLER TOLEDO, modelo DSC 1 STAR System

Espectroscopía de Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

Los espectros de la 3,4-DIA fueron obtenidos con un espectrofotómetro de infrarrojo por transformada de Fourier marca Perkin Elmer modelo Spectrum One (Figura 27), el cual ocupó el accesorio de reflexión total atenuada (ATR). Para iniciar con la prueba se pulverizó la muestra hasta obtener un polvo fino, para posteriormente dispersar uniformemente una pequeña cantidad sobre la placa.



Figura 27. Espectrofotómetro de infrarrojo por transformada de Fourier marca Perkin Elmer modelo Spectrum One

Espectrometría de masas (MS).

El espectro se obtuvo a partir de un espectrómetro marca JEOL JMS-700 (Figura 28) operado en el modo ion positivo. Los datos obtenidos se expresaron en unidades masa/carga (m/z) con aproximadamente 1 mg de muestra.



Figura 28. Espectrómetro marca JEOL JMS-700

Resonancia magnética nuclear de protón RMN-¹H

Para obtener los espectros de resonancia magnética de protón, se ocupó un espectrómetro marca Bruker de 500 MHz, con DMSO-d₆ como disolvente (Figura 29.)



Figura 29. Espectrofotómetro de resonancia magnética nuclear marca Bruker

2.3. Síntesis de electrolito

Reactivos y equipos

Se utilizaron la 3,4-DIA previamente purificada, hidróxido de sodio (NaOH) con una pureza del 97%, agua desionizada (18.2 MΩ a 25°C), agitador magnético y una parrilla de calentamiento con agitación.

Metodología

Con el compuesto sintetizado y purificado 3,4-DIA, se realizó la síntesis de un electrolito de nueva generación el cual fungió como reductor y estabilizante para la formación de AuNPs (Figura 30).

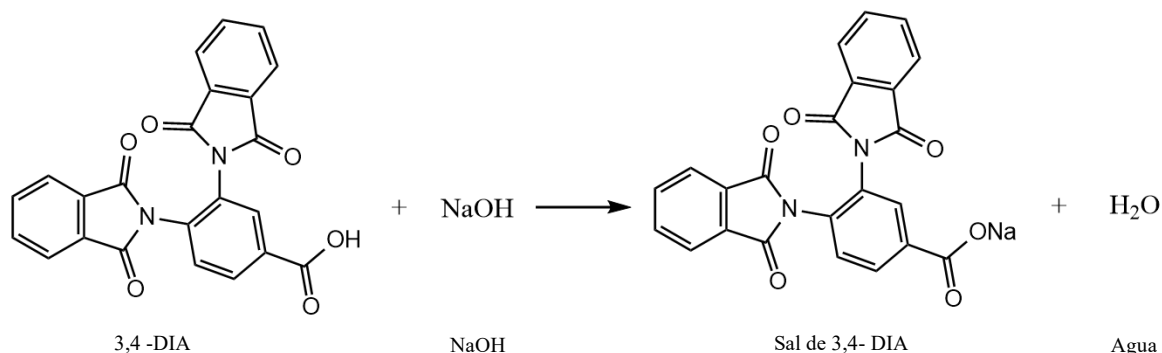


Figura 30. Estequiometría para la formación del electrolito

Se prepararon 50 mL de una disolución $5 \cdot 10^{-4}$ M de 3,4-DIA, con NaOH y agua desionizada (bajo agitación constante por aproximadamente 1 hora).

2.5. SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ORO (AuNPs)

Reactivos y equipos

Se utilizó el electrolito previamente sintetizado con 3,4-DIA, ácido tetracloroaurico trihidratado ($HAuCl_4 \cdot 3H_2O$) con una pureza del 99% de Sigma-Aldrich.

Metodología

EL material utilizado para la formación de las nanopartículas de oro fue lavado por triplicado primero con agua y jabón y posteriormente con agua regia (mezcla de ácido clorhídrico y nítrico concentrados en proporción 3:1 en volumen). Por último, se enjuagó con agua desionizada para la eliminación de trazas.

Inmediatamente después se realizaron mezclas del electrolito con la solución de ácido tetracloroaurico trihidratado a diferentes concentraciones, Tabla 3:

Tabla 3. Formulación de AuNPs.

Mezclas	Proporciones (mL)		Proporción
	Electrolito (3,4 DIA)	Solución de ácido tetracloroaurico trihidratado	
1	1	1	1:1
2	2.5	0.5	5:1
3	3.5	0.5	7:1

Una vez que se realizaron las mezclas, éstas se colocaron en un ambiente frio y seco cubiertas con papel aluminio y tapadas para una mejor conservación de las muestras evitando el contacto directo con la luz.

Para la caracterización de las nanopartículas se utilizó la espectroscopia de absorción UV-VIS, midiendo mediante lapsos de tiempo el plasmón superficial.

UV-VIS

Los espectros UV-VIS fueron obtenidos con un espectrómetro marca Thermo Scientific modelo Genesis, las muestras fueron analizadas en una celda de cuarzo con medidas de 1x1x3 cm en un rango de entre 200 y 1000 nm (Figura 31).



Figura 31. Espectrómetro UV-VIS marca Thermo Scientific.

2.5. Métodos para el cálculo del tamaño de nanopartícula.

Ya que no se realizaron otras pruebas de caracterización para poder conocer el tamaño y morfología de las nanopartículas como el TEM o FSEM, se propuso la utilización de dos métodos alternos capaces de darnos un tamaño de partícula aproximado mediante su absorbancia obtenida en el UV-vis.

Método de Tauc

Mediante la absorbancia obtenida en el UV-vis, se realizó el despeje de las diferentes variables que tiene la ecuación, posteriormente se metieron todos esos datos a Origin para hacer más rápido el cálculo ya que se evaluaron todas las longitudes de onda obtenidas del espectro UV-vis para finalmente graficar y obtener la energía (E_g).

Teoría de Mie

Para la teoría de Mie se utilizó un software llamado MiePlot, en este software se introdujeron parámetros que se utilizaron para la síntesis de las nanopartículas de oro (AuNPs), en el software se introdujo el tipo de esferas a obtener, en este caso fue "GOLD" y en el medio de suspensión se introdujo "WATER" y una temperatura de "25°C", posteriormente en el software se seleccionó el tipo de grafico que queríamos obtener, para este caso se seleccionó "Qext/Qsca/Qabs v. wavelenght" y finalmente los únicos parámetros que se utilizaron fueron el "Particle size" y "Std Dev%"

Capitulo III.

Resultados y

Discusión

3.1. SÍNTESIS DEL COMPUESTO 3,4-DIIMIDA ÁCIDA

La 3,4-DIA fue sintetizada mediante una síntesis en estado sólido, obteniéndose 1.162 g de producto color verde oscuro, con una conversión antes de su purificación del 77.5 % (Figura 32).



Figura 32. Color y peso obtenidos de la síntesis en estado sólido de la 3,4-DIA

3.2. CARACTERIZACIÓN DE LA 3,4-DIA

El compuesto sintetizado fue caracterizado mediante técnicas térmicas, espectroscópicas y espectrométricas: análisis termogravimétrico (TGA), calorimetría diferencial de barrido (DSC), punto de fusión, espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), espectrometría de masas (MS) y resonancia magnética nuclear de protón ($RMN^1 - H$).

Análisis termogravimétrico, TGA

Con aproximadamente 8.9 mg de 3,4-DIA, 20 cm^3/min de flujo de nitrógeno, y a un intervalo de temperatura de 25 hasta 800°C se obtuvo el termograma de la Figura 33.

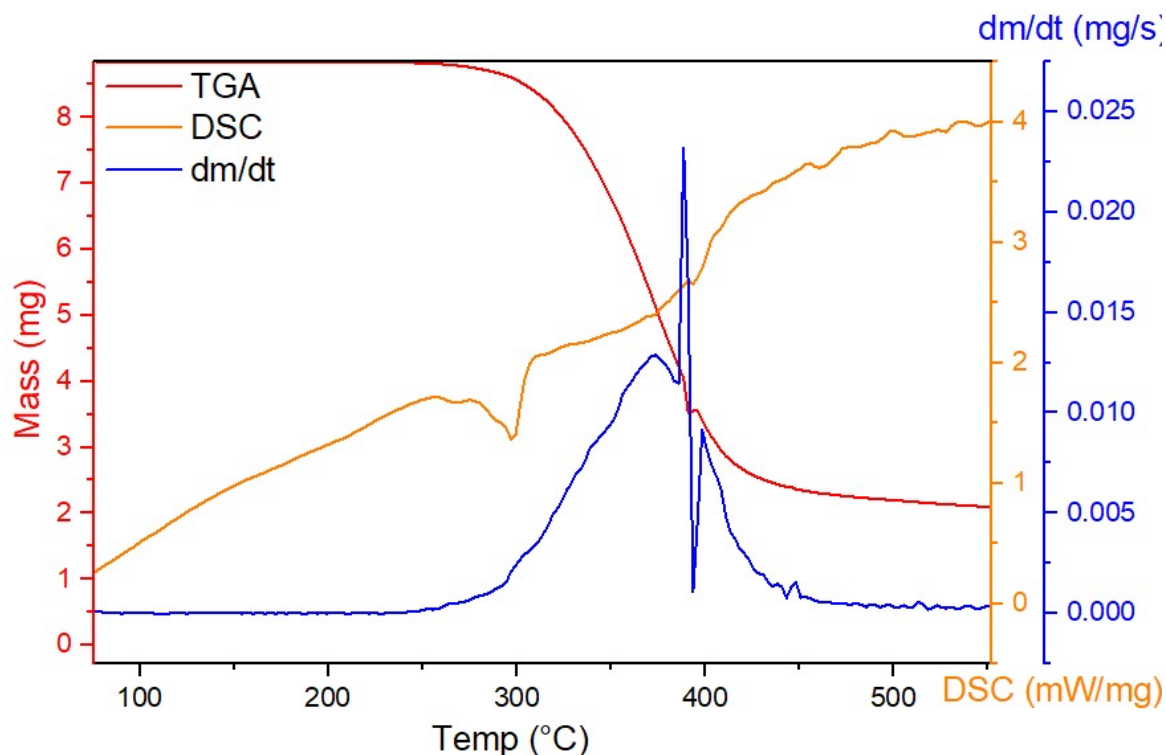


Figura 33. Termograma obtenido a partir de 3,4-DIA

La línea roja muestra la pérdida de masa respecto a la temperatura, se puede observar que en aproximadamente 295.9 °C el compuesto comienza a perder masa, y a los 446.8°C termina la transición.

La línea azul es la primera derivada de la pérdida de masa, para esto es importante recordar que la pendiente de la recta tangente a una curva en un punto será equivalente a la derivada de la función de ese punto determinado, por lo que gracias a eso podremos ver los detalles generados de la línea de la pérdida de masa.

Finalmente, la línea naranja es la de flujo de calor por DSC. En esta línea podrían observarse picos endotérmicos o exotérmicos, donde los endotérmicos indicarían la absorción de calor, generalmente observados en procesos de fusión o de vaporización, mientras que los picos exotérmicos indicarían lo contrario, que sería

la liberación de calor, observados en reacciones químicas. En este caso en particular sólo se observa que a los 296.96°C ocurre la temperatura de fusión.

Dado que este es un compuesto con el que nunca se había experimentado, los datos obtenidos resultan altamente relevantes, ya que permiten caracterizar este nuevo material y comprender sus propiedades físicas. Además, se llevó a cabo un estudio más detallado utilizando un equipo de DSC, lo que permitió analizar de manera más precisa su comportamiento térmico.

Calorimetría diferencial del barrido, DSC

Se realizaron dos pruebas, una con crisol abierto y otro sellado, con aproximadamente 2.53 y 2.72 mg de 3,4-DIA respectivamente, a un flujo de nitrógeno entre 60 – 80 cm^3/min . Cabe señalar que se tuvieron que pesar los crisoles antes y después del calentamiento, esto con la finalidad de confirmar la pérdida de masa por sublimación.

El peso inicial total de los crisoles fue de 52.04 mg y 52.24 mg respectivamente. Posteriormente se estableció la velocidad de calentamiento, la cual comprendió una serie de procesos dinámico - isotérmico – dinámico, estableciéndose para el primer proceso dinámico una velocidad de calentamiento de 30°C/min hasta 250°C, posteriormente uno isotérmico de 3 minutos a 250°C para finalmente volver a un proceso dinámico con una velocidad de calentamiento de 2°C/min hasta alcanzar 350°C, también se configuró el tipo de gas que se utilizó que en este caso fue nitrógeno.

La prueba tomó aproximadamente 1 hora y 15 minutos, los datos que se obtuvieron son temperatura (Celsius), tiempo (segundos) y flujo de calor(mW), Figura 34.

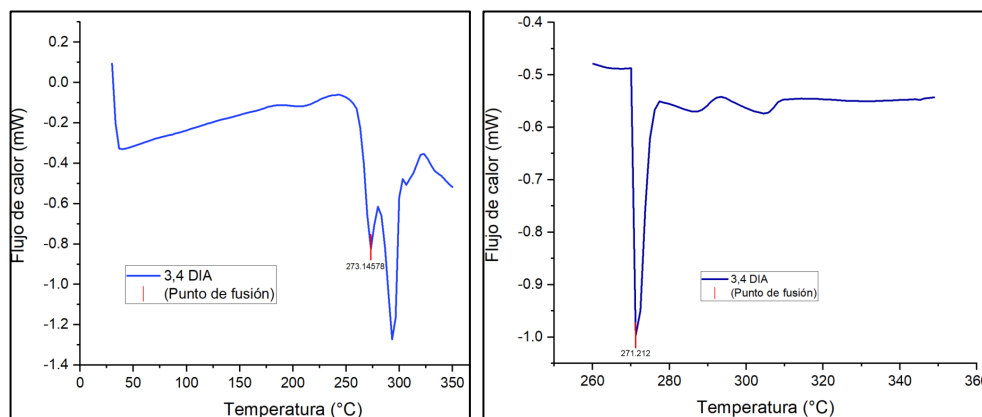


Figura 34. Termograma DSC de 3,4-DIA con crisol a) sin sellar (izquierda) b) sellado (derecha)

En la Figura 34a se muestra el termograma DSC de la 3,4 DIA con el crisol sin sellar, en él se observa como el compuesto funde a una temperatura de 273.14°C, para posteriormente vaporizar. En la Figura 34b donde se realizó mediante el crisol sellado, la temperatura de fusión se confirma a 271.21°C, evitándose el proceso de vaporización (sin una pérdida de masa considerable). Esto es, se obtuvo una pérdida del 86.56% (crisol sin sellar) y 63.23% (crisol sellado).

La combinación de los resultados de TGA y DSC proporciona una caracterización térmica de la 3,4 DIA. Los datos obtenidos del análisis TGA confirman que el compuesto es térmicamente estable hasta aproximadamente 295 °C, momento en el que comienza a perder masa debido a la volatilización. Por otro lado, los picos endotérmicos detectados en DSC confirman que esta pérdida de masa está precedida por una transición de fase (fusión), lo que valida la interpretación de los resultados de TGA.

El análisis con crisoles sellados y abiertos también proporciona información valiosa sobre el efecto de las condiciones experimentales en las propiedades térmicas del compuesto. Este tipo de estudios no solo permite caracterizar con mayor precisión el 3,4 DIA, sino que también puede ser relevante para evaluar su posible aplicación en sistemas donde el control térmico sea crítico.

3.3. ANÁLISIS ESPECTROSCÓPICO DE LA 3,4-DIIMIDA ÁCIDA: FTIR, MS y RMN¹H

Espectroscopía de infrarrojo, FTIR

La Figura 35 muestra las bandas características del espectro de infrarrojo de la molécula 3,4 DIA: 2881 cm⁻¹ (O-H), que corresponde a la formación de un ácido carboxílico, 1789 y 1759 cm⁻¹ correspondientes a (C=O), 1435 y 1278 cm⁻¹ correspondientes a los grupos imida (C-N) y (C-O), y finalmente 893, 846, 755 y 715 cm⁻¹ correspondientes al anillo aromático.

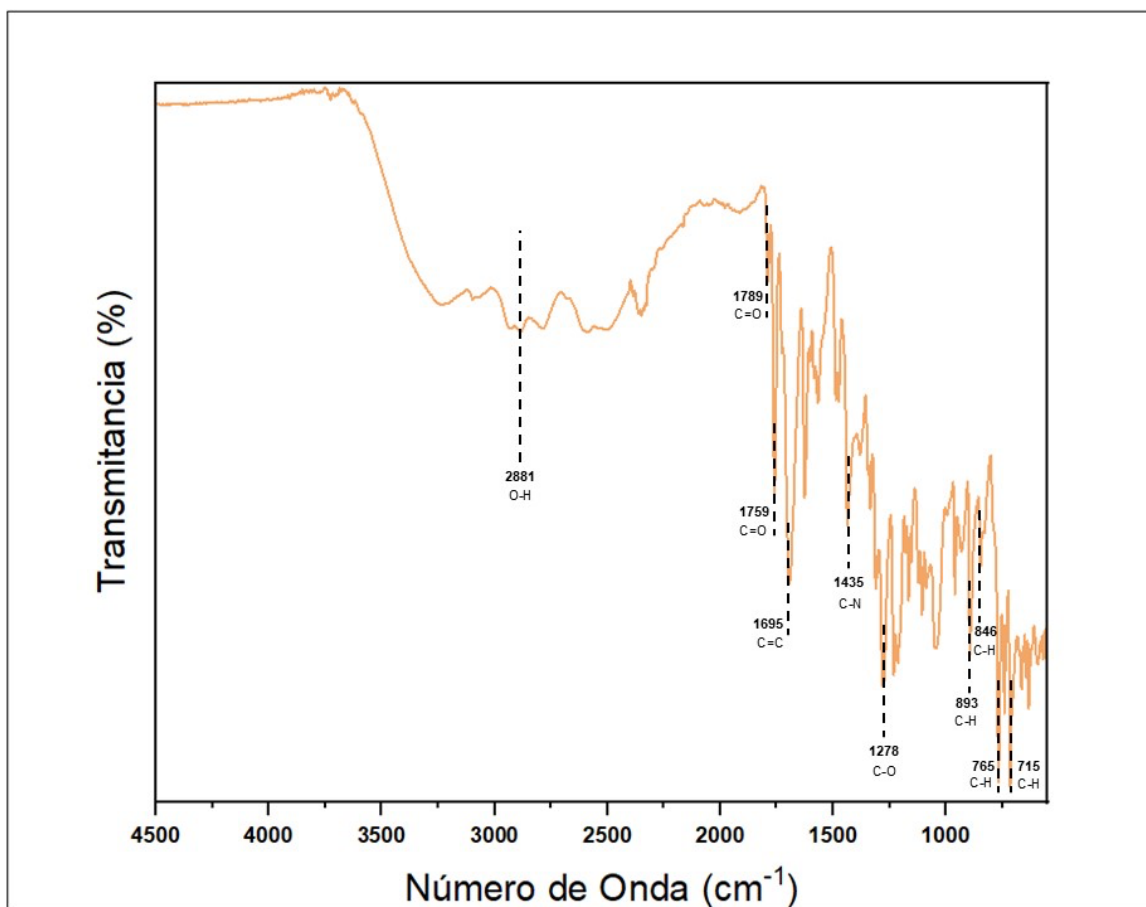


Figura 35. Espectro FTIR de 3,4-DIA

Espectrofotometría de masas, MS

A través del análisis del espectro de masas (Figura 36), se identificó una señal a 412 m/z, que corresponde al ion molecular de la 3,4-DIA. La presencia de este ion molecular es fundamental para corroborar la composición química propuesta y sugiere que la estructura del compuesto tiene un tiempo de vida suficiente ($> 10^{-5}$ s) para ser detectado por el equipo.

Por otro lado, el pico base se observa a 264 m/z, indicando la formación de un fragmento particularmente estable. Este pico base representa el fragmento de mayor abundancia en el espectro, lo cual nos indica su estabilidad durante el proceso de fragmentación. La estabilidad de este ion fragmentado puede estar relacionada con la pérdida de un grupo funcional o una porción específica del compuesto, lo que será útil para interpretar la estructura y las posibles rutas de fragmentación del 3,4-DIA.

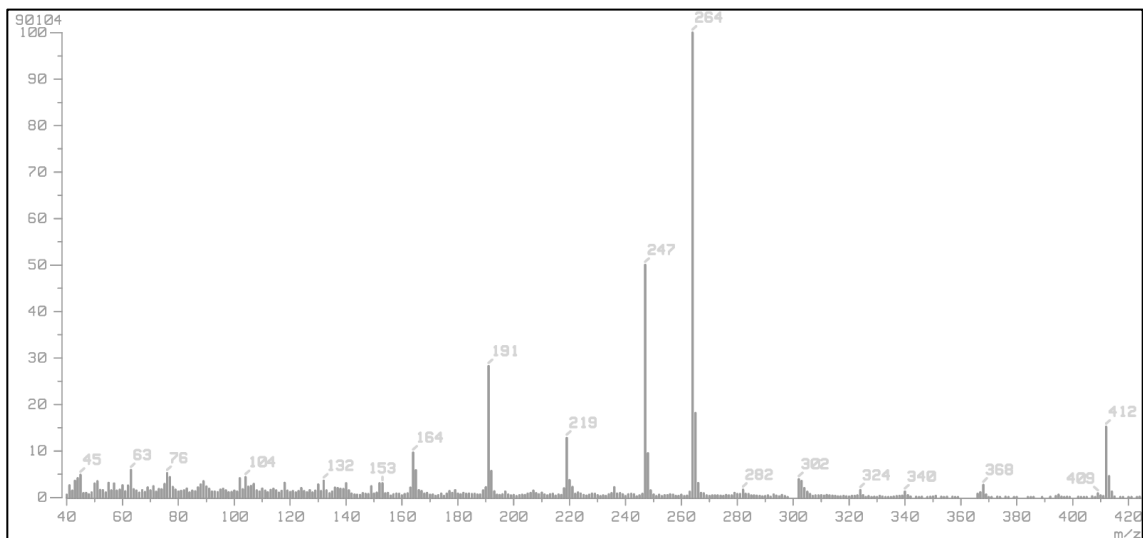


Figura 36. Espectro de masas 3,4-DIA

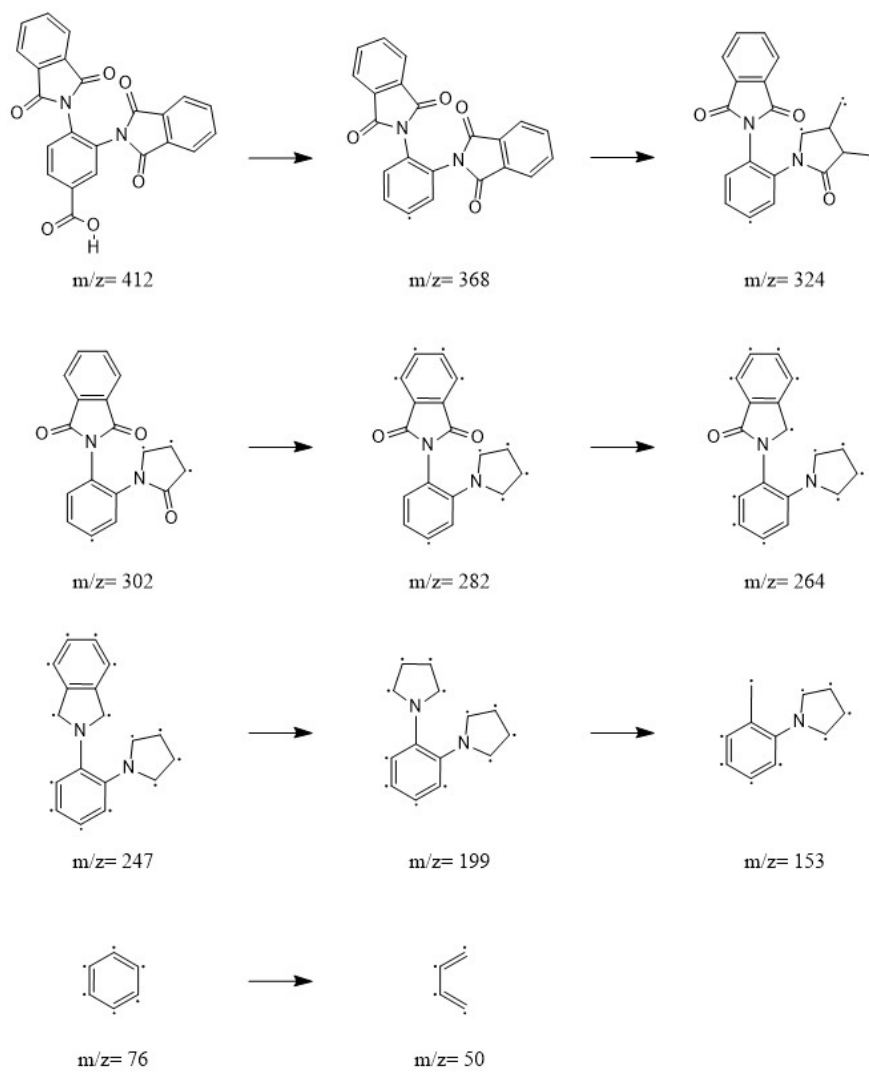


Figura 37. Ruta de fragmentación propuesta por MS para 3,4-DIA

Resonancia magnética nuclear, RMN-¹H

Se realizó una prueba de resonancia magnética nuclear de protón con la finalidad de observar el acoplamiento espin-espin de los protones de la molécula. En ella se observaron 4 señales diferentes, las cuales se explican a continuación:

Se muestra un desplazamiento de 8.17 ppm que integra para dos protones observándose un doblete de dobles denominado como “A”, posteriormente “B” que integra para cuatro protones da un multiplete a 7.91 ppm, “D” el cual integra para cuatro da un multiplete en un valor de 7.78 ppm y finalmente tenemos a “C” el cual integra para uno con un doblete en 7.63, el protón del ácido carboxílico no logra observarse ya que tuvo una baja intensidad, pero se obtuvo una señal alrededor de entre 10 y 12 ppm (Figura 38).

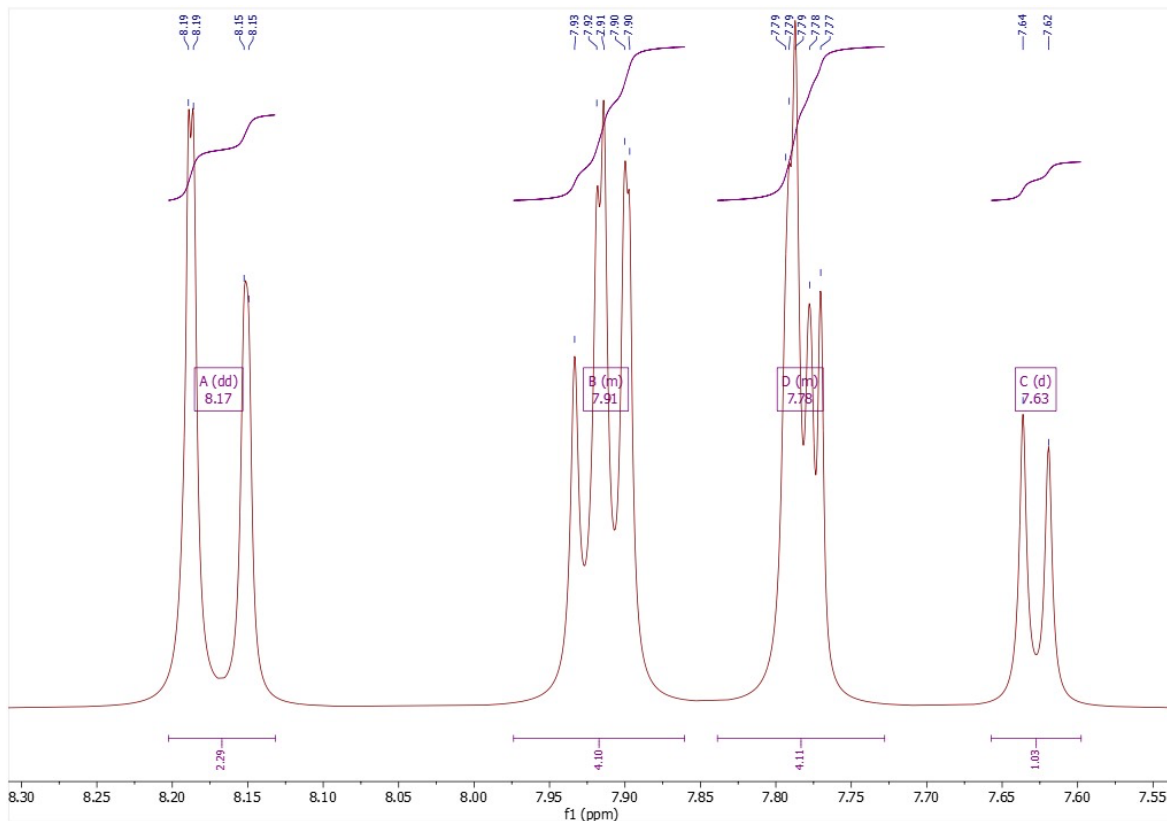


Figura 38. Espectro de RMN-¹H para la 3,4-DIA

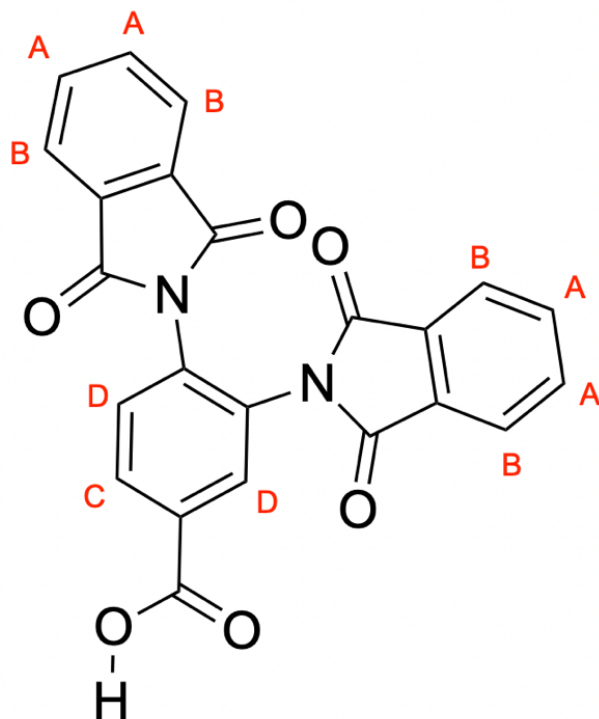


Figura 39. Nomenclatura de los protones presentes en la 3,4-DIA

RMN-¹H (500 MHz, DMSO-d₆): δ : 8.17 (dd, J = 18.4, 1.6 Hz, 2H), 7.97 δ : 7.86 (m, 4H), 7.84 δ : 7.73 (m, 4H), 7.63 (d, J = 8.5 Hz, 1H).

Nanopartículas de Au

Al realizar las pruebas de obtención de nanopartículas lo primero que se pudo observar fue el cambio en la tonalidad del soluto obtenido, esto debido que, al realizarse la reducción de iones metálicos, esta pueda cambiar a diferentes coloraciones, entre ella puede ser rojo, violeta, morado, azul o amarillo, según el tamaño de partícula se vaya incrementando.

De este modo se adicionó el Au al electrolito previamente sintetizado, al principio no se observó algún cambio aparente en la coloración, al paso de 15 minutos comenzó a tornarse un poco opaca, un tenue color violeta, posteriormente después de 30 minutos alcanzó la coloración máxima (Figura 40).



Figura 40. Coloración de AuNPs a proporción 5:1

3.4. CARACTERIZACIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS DE ORO (AuNPs)

El seguimiento de las AuNPs se llevó a cabo mediante espectroscopia UV-VIS, por medio de la absorbancia en función del electrolito, el cual fungió como blanco para así obtener la resonancia del plasmón superficial.

Espectroscopía de ultravioleta-visible, UV-VIS

Para la caracterización por UV-VIS, se espera la presencia de una banda alrededor de los 530 nm, característica de nanopartículas de oro y por su forma esférica esperada. En la figura 41 se muestran los espectros de absorción UV-VIS para una concentración 1:1, la cual fue realizada con 1.5 mL de electrolito y 1.5 mL de la solución de $HAuCl_4 \cdot 3H_2O$, en los espectros se muestran diferentes bandas resultantes a tiempos de reacción diferentes, las cuales, en los 3 tiempos tomados no hubo presencia de formación de nanopartículas y al final del paso de una hora se comenzó a observar un poco de pelusa suspendida, concluyendo que dicha concentración no era la adecuada.

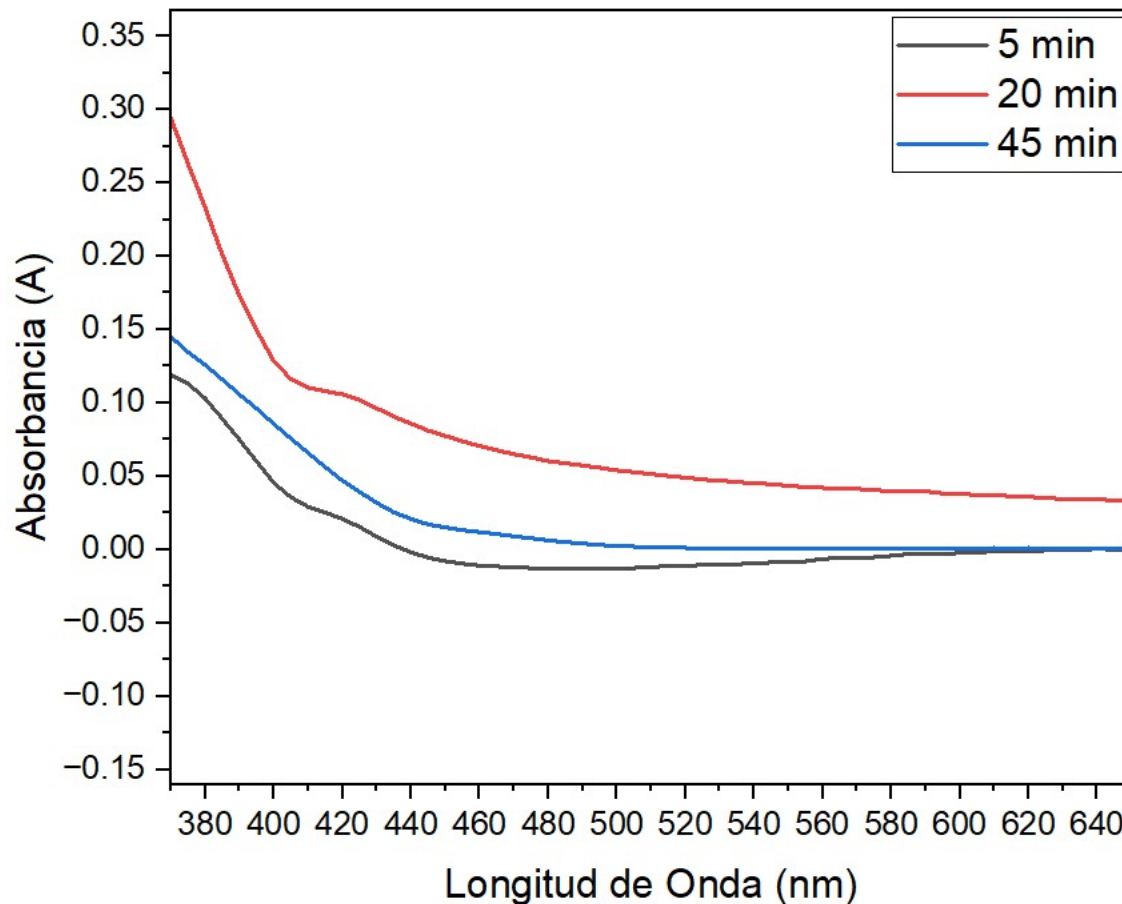


Figura 41. Espectros de absorción a diferentes tiempos de reacción para AuNPs sintetizadas a una proporción de 1:1

Posteriormente para la segunda mezcla, se realizó una concentración de 5:1, en la que se añadió más electrolito, en esta ocasión fue 2.5 mL de electrolito y 0.5 mL de $HAuCl_4 \cdot 3H_2O$, en la figura 40 se puede observar que a los 5 minutos al igual que la proporción anterior, todavía no hubo formación de nanopartículas pero posteriormente a los 35 minutos se puede observar como las nanopartículas comenzaron a formarse, cambiando su coloración a un violeta tenue, finalmente al siguiente día llegó a su absorbancia máxima alrededor de los 512 nm, concluyendo que fue la formación de nanopartículas de oro.

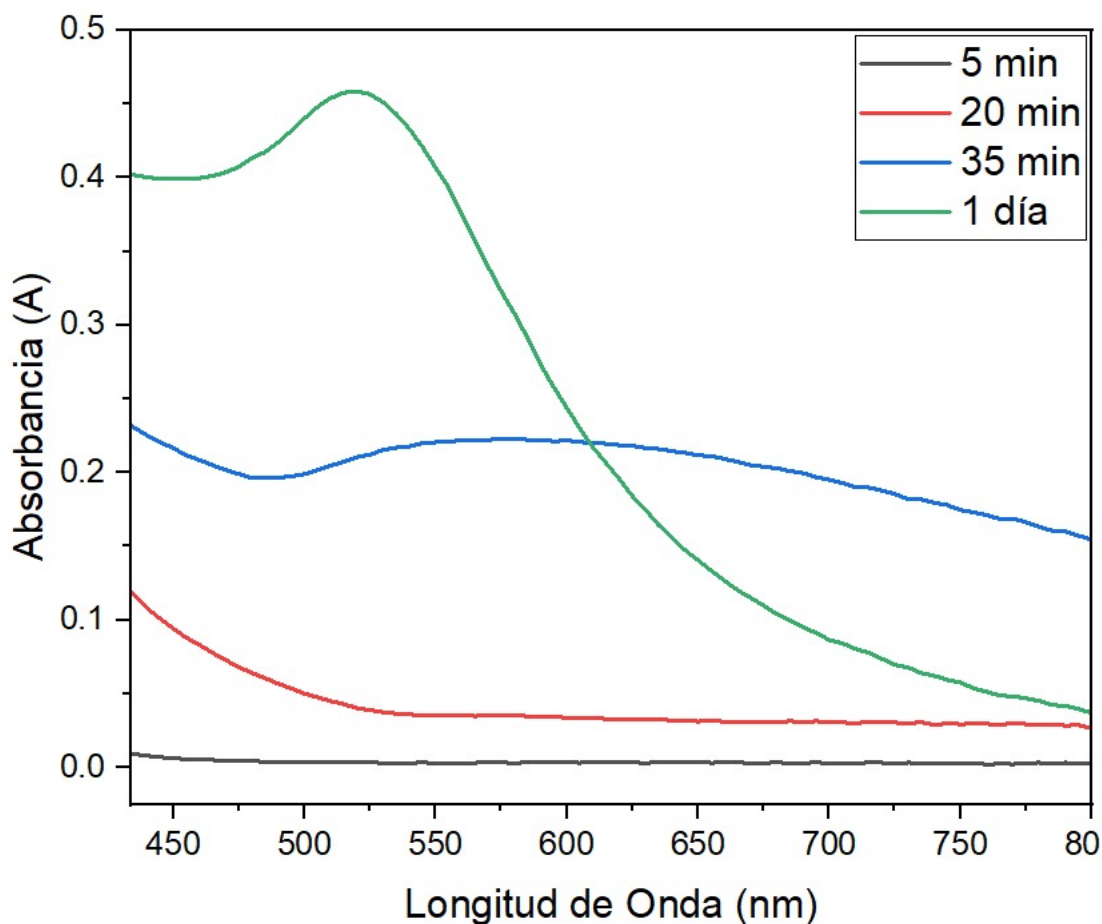


Figura 42. Espectros de absorción a diferentes tiempos de reacción para AuNPs sintetizadas a una proporción de 5:1

De acuerdo con Jesús Manuel Rivera y colaborador, las nanopartículas de oro con tamaños en el rango de 5-50 nm presentan un máximo de absorción en la región visible del espectro electromagnético. Este comportamiento sugiere que las nanopartículas tienen forma esférica y tamaños en el rango de decenas de nanómetros. En este contexto, la banda observada en 525 nm en la muestra analizada indica que las nanopartículas son pequeñas y posiblemente esféricas, lo cual concuerda con los resultados descritos en dicho estudio [30].

Finalmente, a una relación 7:1, con 3.5 mL de electrolito y 0.5 mL de $HAuCl_4 \cdot 3H_2O$, podemos observar en la Figura 43 que tampoco obtuvimos formación de nanopartículas, esto debido a la saturación con electrolito.

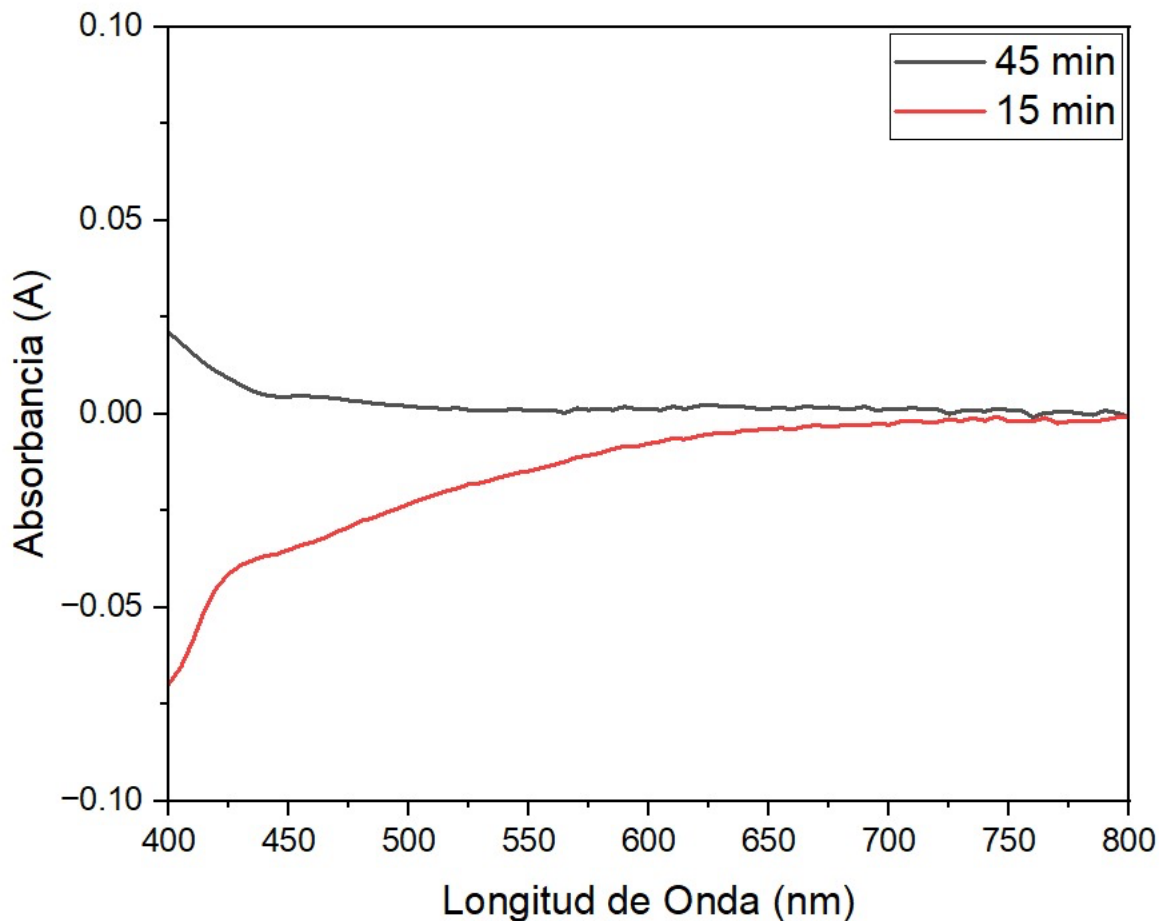


Figura 43. Espectros de absorción a diferentes tiempos de reacción para AuNPs sintetizadas a una proporción de 7:1

Finalmente, después de 6 meses se le volvió a realizar seguimiento de las nanopartículas sintetizadas y se obtuvo que todavía las nanopartículas seguían estables y con su color característico de cuando se prepararon por primera vez, se obtuvo un espectro de UV (Figura 44) a una longitud de onda de 512 nm, pudiendo concluir que la 3,4 DIA funciona como reductor, pero también estabilizante después de 182 días.

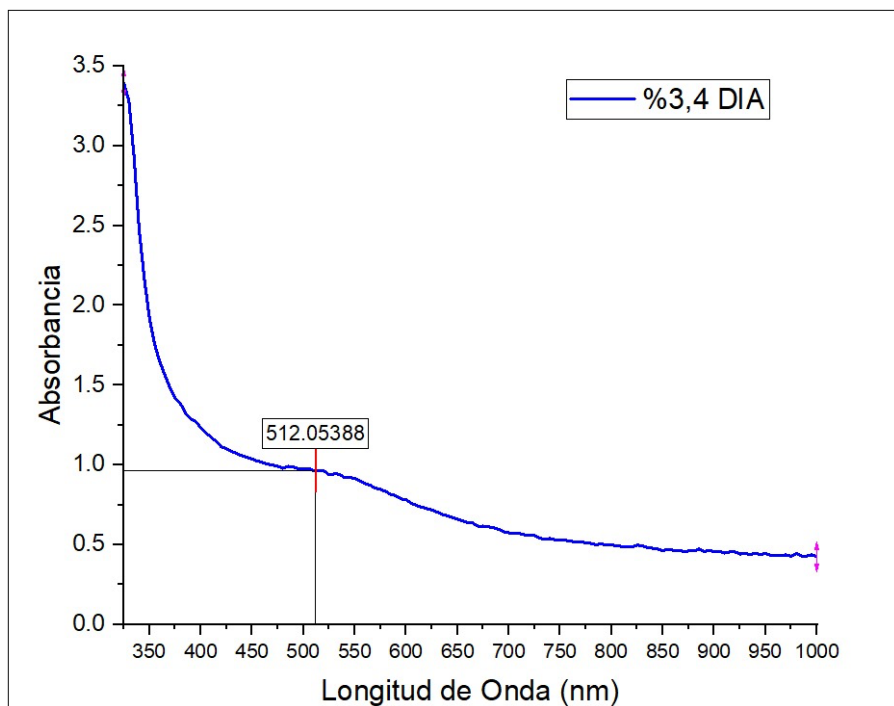


Figura 44. Espectro de UV-VIS de AuNPs de la 3,4 DIA después de 182 días.

3.5. MÉTODOS PARA EL CÁLCULO DEL TAMAÑO DE NANOPARTÍCULA.

Método de Tauc

En el libro “Optical properties of metal clusters”, Kreibig y Vollmer[31] plantean un modelo empírico de relación $E_g - tamaño$, basado en el confinamiento cuántico en nanopartículas metálicas, utilizada para describir cómo cambia la brecha energética efectiva en función del tamaño de las nanopartículas.

En él, proponen la ecuación: $E_g(D) = E_g(\infty) + \frac{A}{D^n}$, que funciona para describir cómo cambia E_g con D y el valor de A y n varían dependiendo del material y el ajuste a los datos experimentales. Para nanopartículas de oro se han reportado valores cercanos a $A \approx 4.5 - 6.0 \text{ eV} \cdot \text{nm}^n$ y $n \approx 1.3 - 1.5$

Una vez que se obtuvieron todos los valores necesarios para la ecuación de Tauc, se introdujeron dichos valores a Origin obteniendo la energía E_g en electronvolts (eV) para AuNPs sintetizadas a un día (a) y después de 182 días (b) con el objetivo de conocer si todavía existían nanopartículas en suspensión (Figura 45):

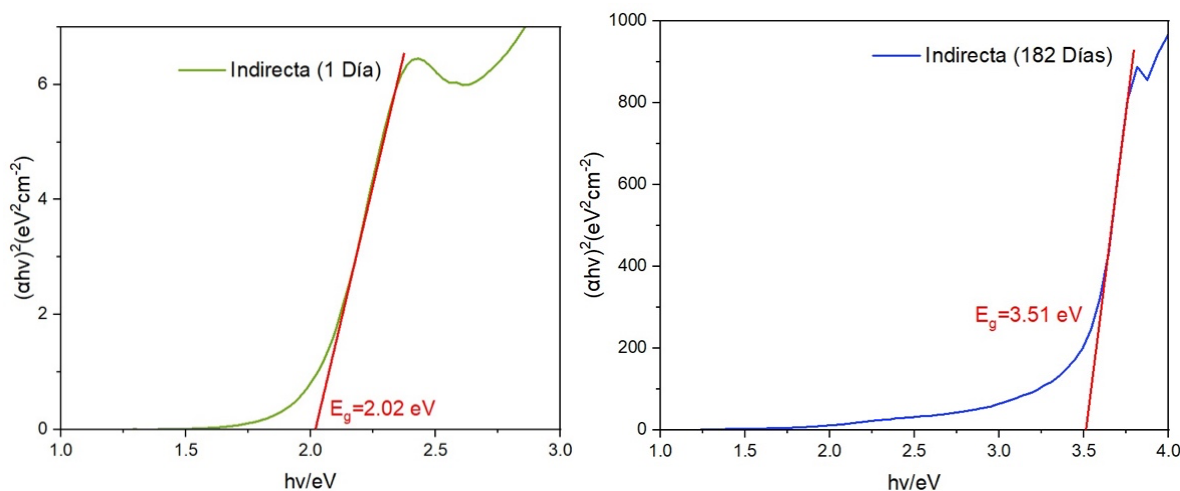


Figura 45. Gráficos Tauc para determinar la banda óptica (E_g) para las AuNPs con transiciones indirectas permitidas para nanopartículas sintetizadas después de 1 día (a) y 182 días (b)

Las nanopartículas sintetizadas pasando 1 día obtuvieron una banda óptica alrededor de los 2.02 eV, siendo así la energía necesaria para excitarlas, asegurando su presencia. Conforme a la literatura, este valor de energía corresponde a un tamaño de partícula aproximado de 2 - 3 nm.

Por otro lado, para las nanopartículas formadas después de 182 días, se obtuvo una banda óptica alrededor de 3.51 eV, que conforme a la literatura corresponde a un tamaño de partícula aproximado de 1.2 – 1.5 nm. Debido al confinamiento cuántico, se concluye que con el paso de los días la nanopartícula requirió mayor energía para excitar sus electrones debido a que disminuyó su tamaño.

Teoría de Mie

Con lo anterior, se introdujeron diferentes valores de tamaño de partícula y desviación estándar en el software, con el objetivo de encontrar la mejor relación que nos diera similar al espectro experimental y lo calculado mediante el método de Tauc, se introdujeron tamaños de partícula de 50 nm y una desviación estándar del 45%, dándonos valores de Q_{abs} desfasado de la Q_{ext} , concluyendo que dicho tamaño de partícula era muy grande en comparación con lo obtenido experimentalmente (Figura 46).

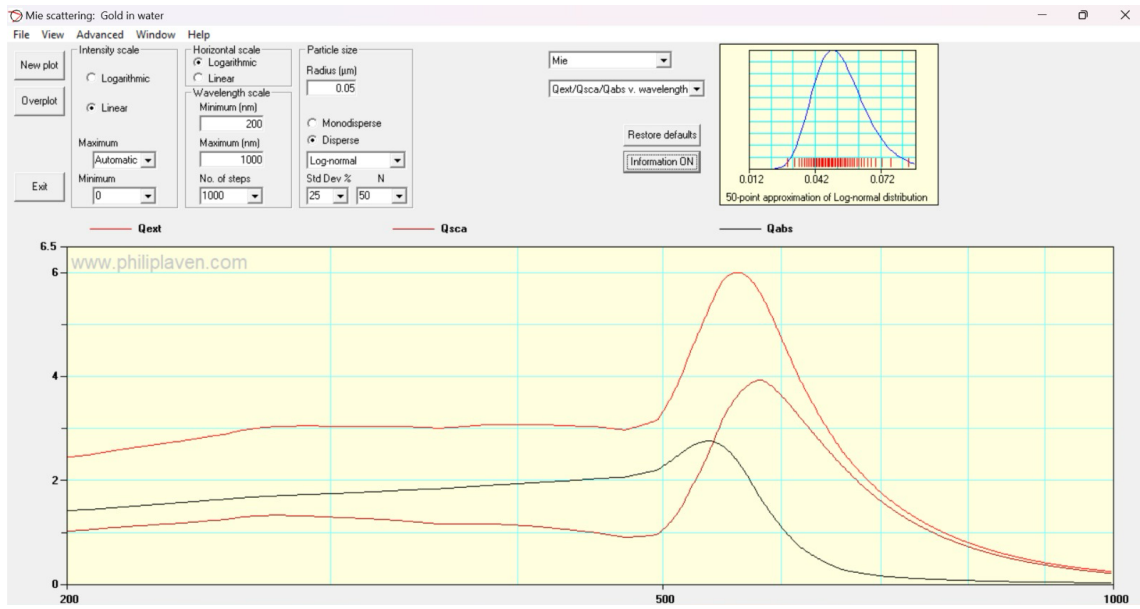


Figura 46. Espectro teórico de las AuNPs de la 3,4 DIA a un tamaño de partícula de 50 nm y una desviación estándar del 45%

Posteriormente se introdujo un tamaño de partícula de 5 nm y una desviación estándar de 25% obteniendo un coeficiente de extinción y un coeficiente de absorción a la par, pudiendo concluir que las manos se formaban satisfactoriamente a ese tamaño de partícula (Figura 47).

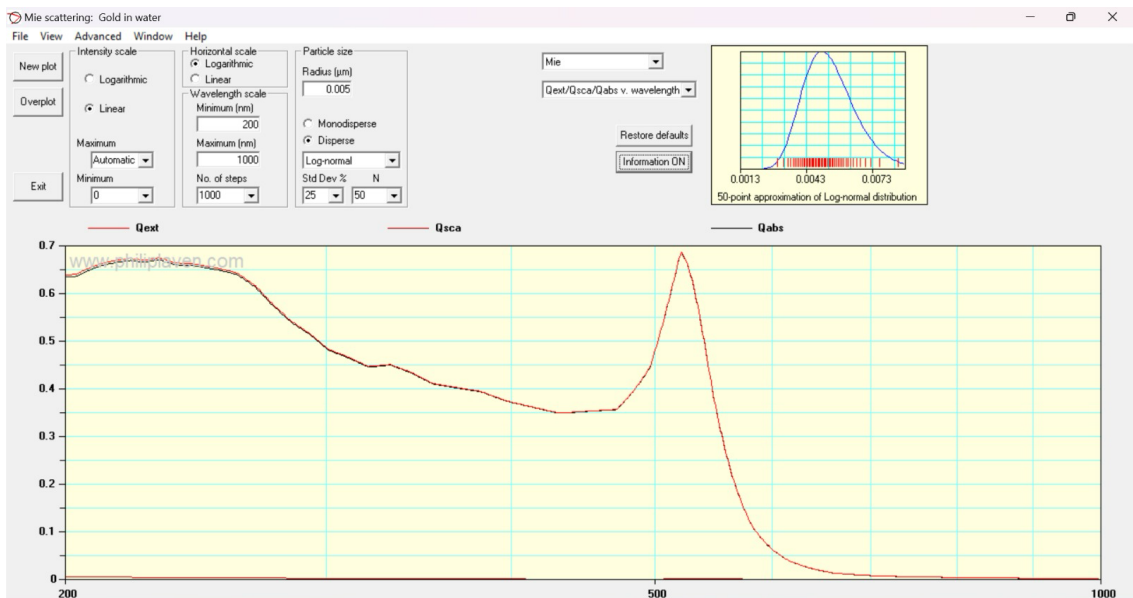


Figura 47. Espectro teórico de las AuNPs de la 3,4 DIA a un tamaño de partícula de 5 nm y una desviación estándar del 25%

Posteriormente se normalizaron la banda obtenida experimentalmente junto con la banda teórica por el método de Mie (Figura 48), observando un pico de absorción similar en ambas bandas, concluyendo que el tamaño de partícula y desviación estándar propuestos en el software concuerdan con lo obtenido experimentalmente.

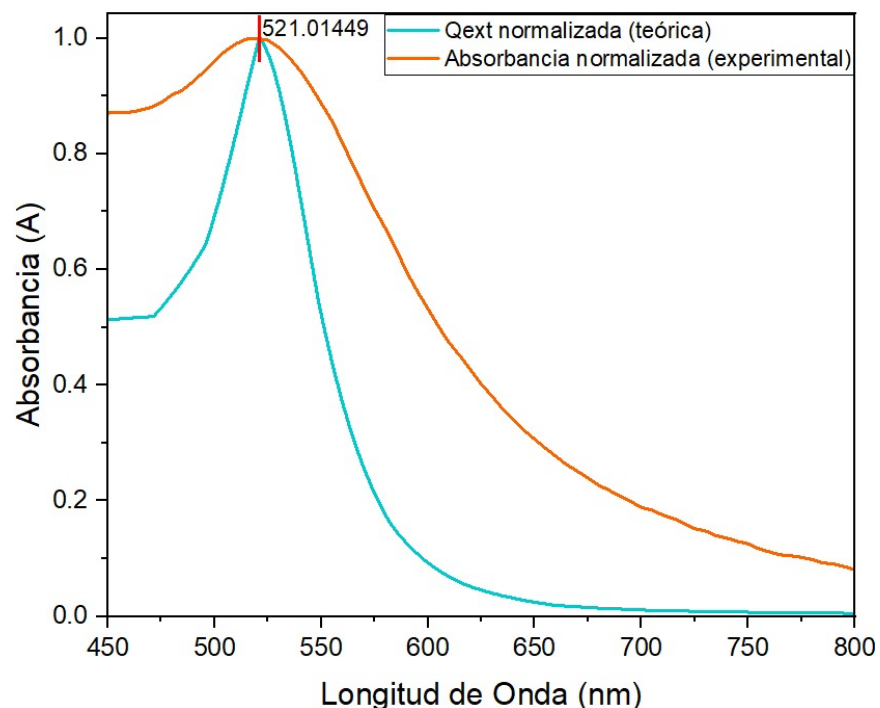


Figura 48. Espectro normalizado de la banda de absorción experimental y la Q_{ext} obtenida mediante MiePlot.

Pudiendo concluir que mediante este método es posible intuir un tamaño de partícula aproximado con respecto a lo obtenido experimental, que junto con lo observado concuerdan con los resultados obtenidos

Conclusiones

- Se logró la síntesis de la 3,4-diimida ácida mediante una reacción en estado sólido a partir de anhídrido ftálico y ácido 3,4-diaminobenzoico, compuesto completamente nuevo la cual no hay datos como el CAS, lo que representa una contribución original al campo de la química de compuestos orgánicos.
- Se caracterizó la 3,4-diimida ácida de forma importante mediante técnicas espectroscópicas (como IR, RMN) y térmicas (TGA, DSC) la cual permitió confirmar de manera precisa su composición química, masa molar, estructura

molecular y pureza. Además, el análisis térmico permitió determinar su punto de fusión, un dato muy importante para futuras aplicaciones y estudios del compuesto.

- El electrolito sintetizado demostró una doble funcionalidad destacada: actuar como agente reductor y estabilizante en la síntesis de nanopartículas de oro (AuNPs). Esta propiedad fue de gran relevancia gracias al impacto positivo al medio ambiente ya que se reducirá de forma significativa el uso de agentes químicos contaminantes para la creación de nanopartículas.
- Las pruebas espectroscópicas de UV-VIS confirmaron que la 3,4-diimida ácida es capaz de reducir y estabilizar las nanopartículas de oro durante un periodo de 182 días, destacando su eficacia como estabilizador en medios coloidales, abriendo la puerta a posibles aplicaciones en campos como la catálisis, sensores ópticos, y biomedicina.
- Los métodos de cálculo del tamaño de partícula nos ayudaron a determinar un tamaño aproximado de nuestra síntesis de AuNPs, pudiendo concluir que se obtuvieron nanopartículas de entre 2 - 5 nm a una desviación aproximada del 25%

Referencias

- [1]. Salas-López, K., García-Castro, M. A., Amador, P., Herrera-González, A. M., Galicia-Aguilar, A., Amador, F. A., ... Flores, H. (2021). Standard enthalpies of formation of N, N'-(1,3-phenylene) bis(phthalimide) and N, N'-(1,3-phenylene) bis (phthalimide-5-carboxylic acid). *Thermochimica Acta*, 697, 178861 doi: 10.1016/j.tca.2021.178861
- [2]. Synthesis, Characterization, and Applications of Metal Nanoparticles. En: Sci-Hub.se. Capítulo 15.
- [3]. Kumar M, Singh A, Kumar A, Singh RK. Recent Advances in Synthesis and Applications of Diimides. *ChemistrySelect*. 2019;4(47):13873-13885.
- [4]. Oliveira VG, Cardoso MFC, Forezi LdSM. Organocatalysis: A Brief Overview on Its Evolution and Applications. *Catalysts*. 2018; 8:605. doi:10.3390/catal8120605

- [5]. Zhang C, Dong Z, Zhu Y, Wang F, Dong Y. Advances in the Synthesis of Functionalized Imides and Their Applications. 2020.
- [6]. Kumar M, Singh A, Kumar A, Singh RK. Recent Advances in Synthesis and Applications of Diimides. *ChemistrySelect*. 2019;4(47):13873-13885.
- [7]. Zhang C, Dong Z, Zhu Y, Wang F, Dong Y. Advances in the Synthesis of Functionalized Imides and Their Applications. 2020.
- [8]. Arunkumar A, Ahmed M. Recent Advances in the Synthesis of Imides and Their Biological Activities: A Review. *Letters in Organic Chemistry*. 2018;15(10):731-736.
- [9]. Hsieh CH, Lee CC, Liao WC, Chung MW. Recent Advances in the Synthesis of Diimide Derivatives and Their Applications in Organic Synthesis. *Tetrahedron*. 2019;75(10):1258-1272.
- [10]. Yao, F.; Xu, P.; Jia, H.; Li, X.; Yu, H.; Li, X. Thermogravimetric Analysis on a Resonant Microcantilever. *Analytical Chemistry* 2022, 94 (26), 9380–9388. <https://doi.org/10.1021/acs.analchem.2c01374>.
- [11]. García R, Pérez R. Dynamic Atomic Force Microscopy Methods. *Surface Science Reports*. 2002;47(6-8):197-301.
- [12]. Sigma-Aldrich. Síntesis en estado sólido.
- [13]. Drexler, K. E. (1986). *Engines of creation: The coming era of nanotechnology*. Anchor Books.
- [14]. ResearchGate. (n.d.). *Comparison of immunochromatographic assays based on fluorescent microsphere and quantum-dot submicrobead for quantitative detection of aflatoxin M1 in milk*. Recuperado el 10 de junio de 2024, de <https://www.researchgate.net/figure/Transmission-electron-microscopy-TEM-images-of-fluorescent-microsphere-FM-and-fig1-313301414>
- [15]. Feynman, R. P. (1959). *There's plenty of room at the bottom*. Conferencia presentada en Caltech durante el American Physical Society Meeting.
- [16]. Shutterstock. (n.d.). *Nanopartículas de oro, forma esférica, tamaño*. [Foto de stock]. Recuperado de <https://www.shutterstock.com>

- [17]. Nanopartz™. (n.d.). *Gold nanorods*. Recuperado de <https://www.nanopartz.com>
- [18]. Hielscher Ultrasonics. (n.d.). *Ultrasonic wet precipitation of Prussian blue nanocubes*. Recuperado de <https://www.hielscher.com/es/ultrasonic-wet-precipitation-of-prussian-blue-nanocubes.htm>
- [19]. Unknown author. (n.d.). *Comparison of nanomaterials sizes*. Recuperado de <https://example.com> (Imagen de referencia).
- [20]. Polímeros termoplásticos, elastómeros y aditivos. (n.d.). *Microesferas huecas*. Recuperado de <https://example.com>.
- [21]. La Crónica de Hoy. (n.d.). *Crean nanoestrellas que eliminan células cancerígenas*. Recuperado de <https://www.cronica.com.mx>.
- [22]. Thermo Scientific Chemicals | Fisher Scientific. *Ácido 3,4-diaminobenzoico, 94 %*.
- [23]. Pochteca.net. *Anhídrido ftálico y su importancia a nivel industrial*.
- [24]. Smith J, Johnson A. *Advances in Conventional Synthesis Methods for Nanoparticles*. Journal of Nanoparticle Research. 2020;20(3):101-115.
- [25]. García M, López R. *Controlled Size and Shape Synthesis of Nanoparticles: A Review*. Materials Science Reviews. 2019;45(2):217-230.
- [26]. Cowley JM, Spence JCH. *Electron Microscopy*. Springer Science & Business Media; 2009.
- [27]. García R, Pérez R. *Dynamic Atomic Force Microscopy Methods*. Surface Science Reports. 2002;47(6-8):197-301.
- [28]. Cullity BD, Stock SR. *Elements of X-ray Diffraction*. Prentice Hall; 2001.
- [29]. Lakowicz JR. *Principles of Fluorescence Spectroscopy*. Springer Science & Business Media; 2006.
- [30]. SCIELO. (2021). *Estudio fotoacústico de nanopartículas de oro por ablación láser*. *Revista de Ciencias Médicas*. Recuperado de https://www.scielo.sa.cr/scielo.php?pid=S0379-39822021000200096&script=sci_arttext
- [31]. Kreibig & Vollmer (1995) – "Optical Properties of Metal Clusters"