

# ESTUDIO ESTRUCTURAL Y MORFOLÓGICO IN SITU DE NANOESTRUCTURAS DE ORO MEDIANTE TÉCNICAS XAFS Y SAXS

F. Pschunder<sup>1\*</sup>, L. J. Giovanetti<sup>1</sup>, C. Huck-Iriart<sup>2</sup>, C. E. Hoppe<sup>3</sup>, F. G. Requejo<sup>1</sup> y J. M. Ramallo-López<sup>1</sup>.

1 - Instituto de Investigaciones Físico Químicas Teóricas y Aplicadas (INIFTA, CONICET/UNLP). 1900 La Plata, Argentina.

2 - Escuela de Ciencia y Tecnología, Universidad Nacional de San Martín (UNSAM), Campus Miguelete, 25 de

Mayo y Francia, 1650 San Martín, Provincia de Buenos Aires, Argentina

3 - INTEMA, UNMDP-CONICET, Av. Juan B. Justo 4302, B7608FDQ, Mar del Plata, Argentina.

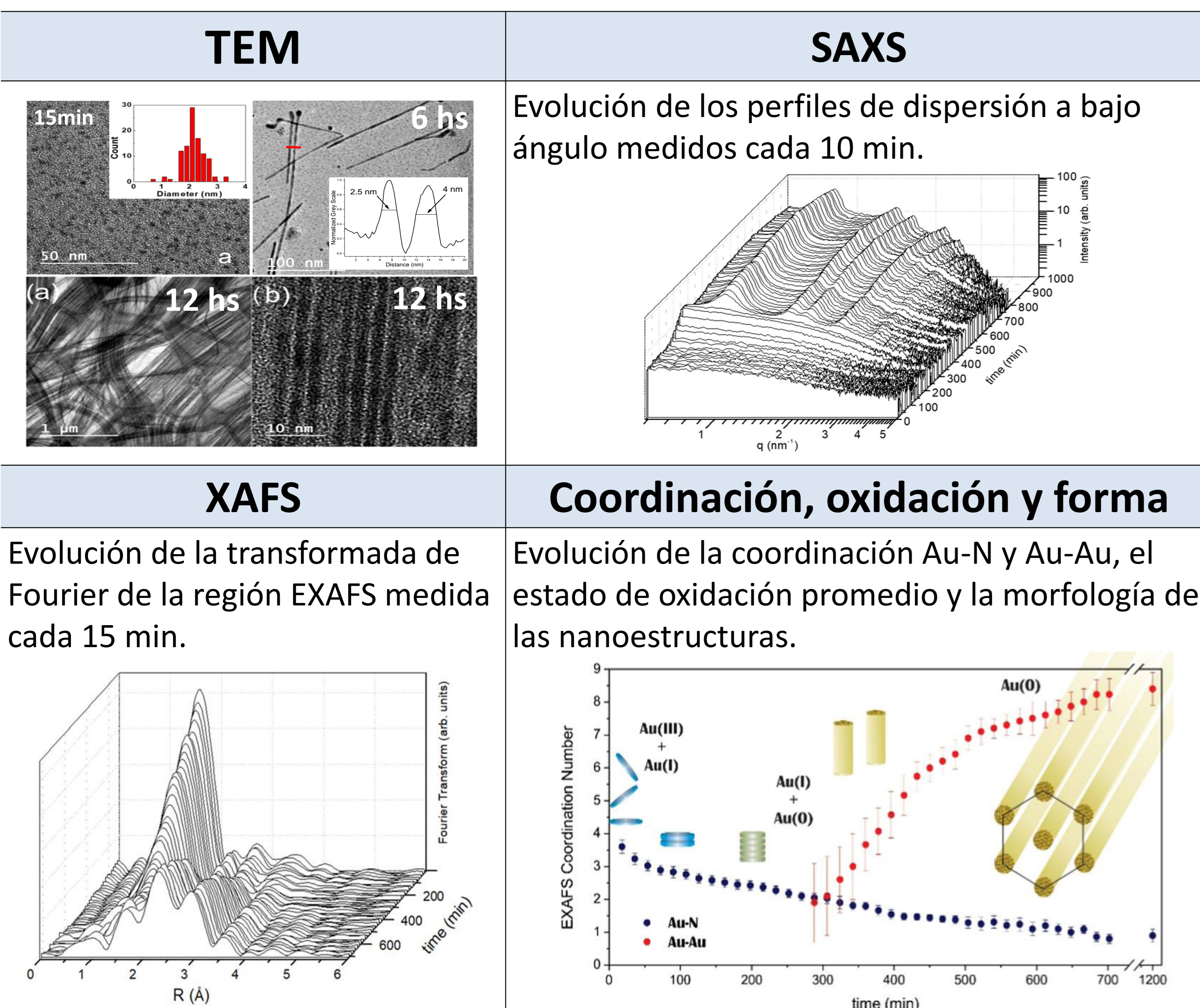
\* [fpschunder@inifta.unlp.edu.ar](mailto:fpschunder@inifta.unlp.edu.ar)

## ABSTRACT

Los nanohilos de Au ultradelgados (AuNW) han atraído gran interés por sus múltiples potenciales aplicaciones debido tanto a sus propiedades morfológicas como electrónicas. Además, distintos protocolos de síntesis de relativa simpleza se ha reportado utilizando sales de oro y surfactantes en medios orgánicos, generalmente  $\text{HAuCl}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$  y oleilamina (OAm) en hexano, resultando en nanohilos de varias micras de longitud y pocos nanómetros de diámetro (menos de 5 nm). Comparando los distintos protocolos de síntesis, la relación molar OAm/Au aparece como un factor fundamental que guía la síntesis hacia la generación de nanohilos con un alto rendimiento o hacia la producción de nanopartículas (NP). Además, el efecto de la temperatura (T) de síntesis es un factor a estudiar con mayor detalle como también la estabilidad de las nanoestructuras finales frente al aumento de la temperatura[1] [2].

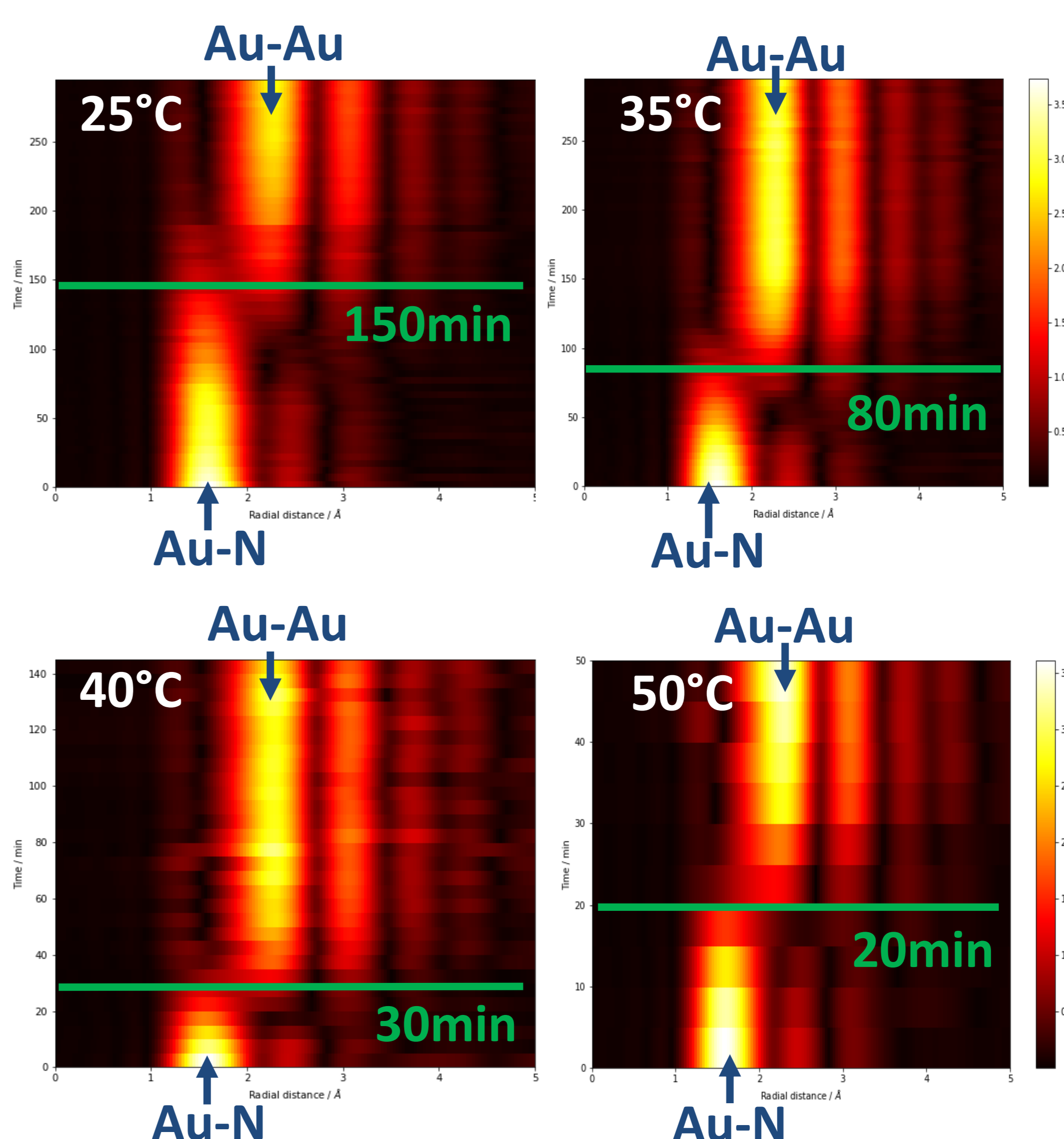
En este trabajo presentaremos un estudio in situ de las nanoestructuras de Au generadas durante la síntesis mediante técnicas de dispersión de rayos X a bajo ángulo (SAXS) y absorción de rayos X (XAFS) cambiando la temperatura de síntesis, y por último se probará la estabilidad de los AuNW frente al aumento de la temperatura.

### Síntesis en hexano a 25°C



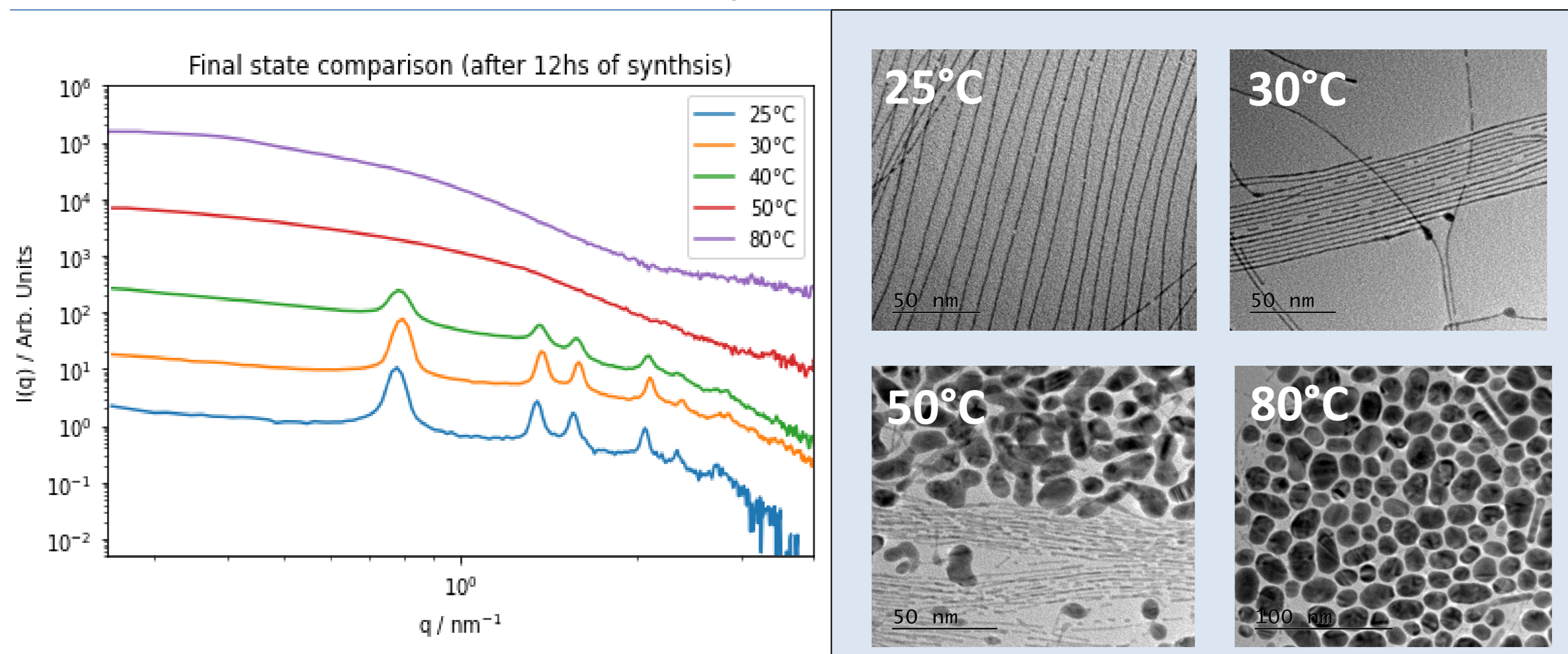
### Medidas XAFS in Situ en función de la temperatura

Transformada de Fourier de espectros EXAFS tomados cada 5 min para las síntesis en tetradecano a distintas temperaturas.



- Cada gráfico muestra la evolución de la coordinación Au-N y Au-Au a medida que cada síntesis evoluciona a temperatura fija.
- A medida que la temperatura de síntesis aumenta, la velocidad de reducción del Au aumenta y el cambio de la coordinación promedio de Au-N a Au-Au aparece antes.

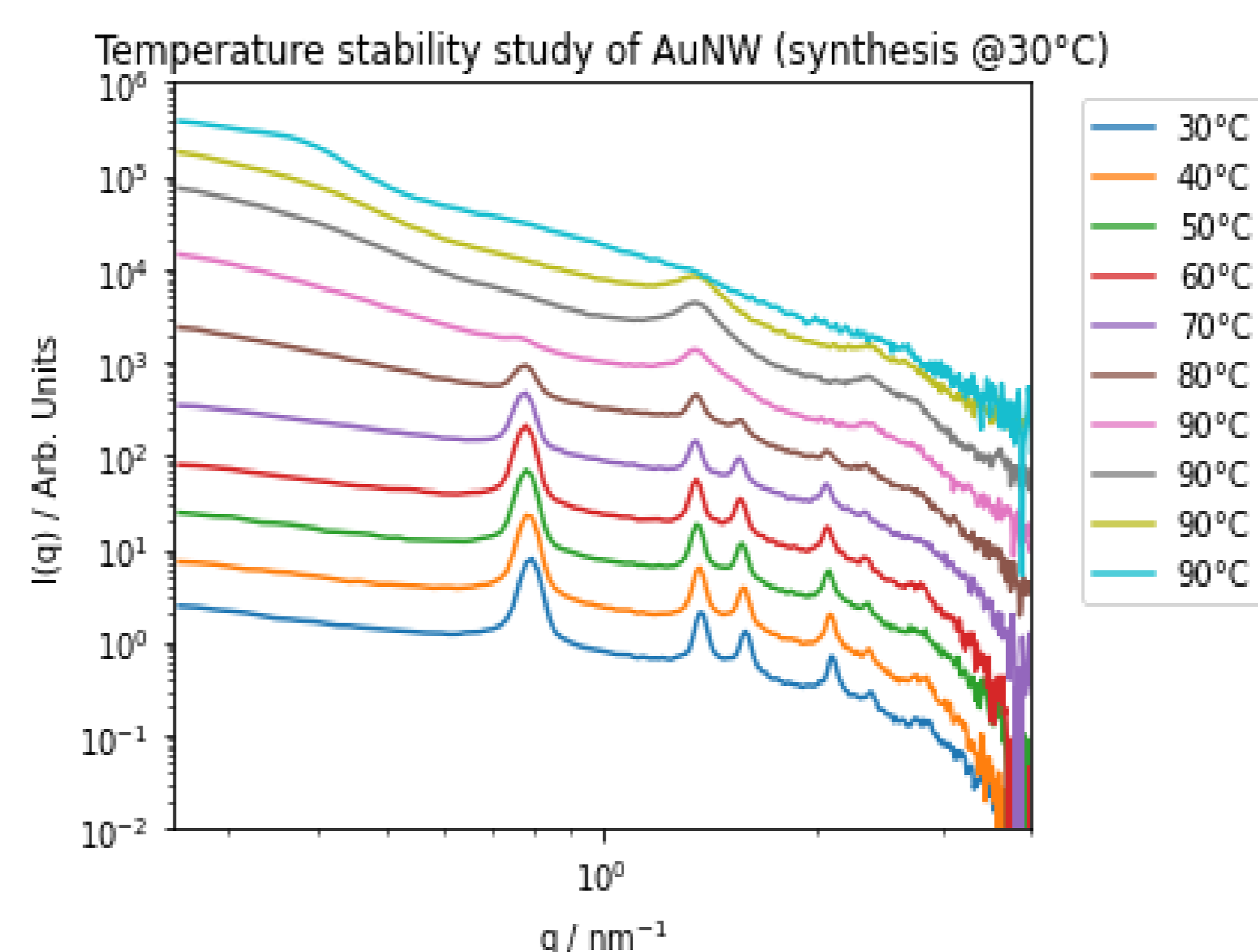
### Medidas SAXS y TEM del estado final de las síntesis a diferentes temperaturas



- Al aumentar la temperatura de reacción, la correlación hexagonal disminuye y la producción de NP de mayor tamaño crece.
- La producción de NP comienza a predominar a una temperatura de reacción de 40°C.

### Estabilidad de los AuNW frente al aumento de la temperatura (de 30 a 90°C)

Medidas SAXS luego de dejar estabilizar la muestra 30 min en cada temperatura



- Los AuNW son estables en solución (tetradecano y hexano) hasta los 70°C.
- A partir de los 70°C la correlación hexagonal entre los nanohilos decrece.
- A los 80°C los AuNW comienzan a romperse y se forman pequeñas nanopartículas aglomeradas.
- A los 90°C las nanopartículas se aglomeran con una distancia característica de  $\sim 4,6\text{nm}$  ( $\sim 4$  moléculas de OAm), consistente con una bicapa de OAm en la superficie de las NP.

## CONCLUSIONES

- La síntesis de nanoestructuras de oro a diferentes temperaturas fue estudiado a través de experimentos XAFS y SAXS in situ, y con el complemento de imágenes TEM ex-situ, dando un información estructural y morfológica promedio y local de las estructuras generadas.
- La producción de AuNW ultrafinos ( $\sim 1,6\text{nm}$  de diámetro y micras de longitud) es más eficiente cuando la temperatura de síntesis se mantiene por debajo de los 40°C.
- A partir de una temperatura de síntesis de 40°C, la generación de NP comienza a ser predominante.
- Una vez sintetizados y autoensamblados en la red hexagonal, los AuNW son estables en solución orgánica hasta los 70°C. A partir de los 80°C, la correlación disminuye, los hilos comienzan a romperse y se forman NP de  $\sim 10\text{nm}$  de diámetro manteniendo una bicapa de OAm en su superficie.

#### Referencias:

[1] Langmuir 2008, 24, 17, 9855-9860

[2] Journal of Applied Physics 2010, 107, 074310

**Agradecimientos:** Este trabajo fue financiado por ANPCyT (PICT 2015-2285, PICT 2017-1220) y UNLP (Proyecto 11/X790). Parcialmente financiado por Laboratorio Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), Brazil (proposals 20190166, 20180472, 20180363). Especial agradecimiento a los Dr. Carlos Escudero y Dr. Carlo Marini por su ayuda en las medidas en CLAES, ALBA (propuesta 2020024098-jramallo).

#### Encontranos en:

[www.nano.fisica.unlp.edu.ar](http://www.nano.fisica.unlp.edu.ar)

@sunsetinifta