

OBTENCIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDOS DE MAGNESIO Y COBRE POR RUTAS QUÍMICAS Y SU POSIBLE APLICACIÓN EN LA INACTIVACIÓN DEL HONGO (*OMPHALIA FLAVIDA*)

A. Agredo-Trochez, A. C. Molano

Facultad de Ciencias Naturales, Exactas y de la Educación, Universidad del Cauca, Colombia

RESUMEN

Se exponen los resultados obtenidos en un trabajo preliminar en el que se sintetizaron nanopartículas de óxido de magnesio y óxido de cobre mediante el método químico diol. Las nanopartículas fueron caracterizadas por medio de ATD/TG y espectroscopía infrarroja obteniendo resultados favorables para la investigación que se lleva a cabo. Además, se presenta el método implementado para cultivar el hongo *Omphalia flavida* (o gotera del café) con el fin de evaluar la efectividad de las nanopartículas en su inactivación biológica. Las muestras del hongo se crecieron haciendo uso de hojas enfermas en cultivos de café de la región agrícola del Departamento del Cauca. Estudios más avanzados de este tema se están llevando a cabo actualmente.

Palabras clave: Nanopartículas, diol, MgO, CuO, *Omphalia flavida*.

1. INTRODUCCIÓN

La nanotecnología es un campo de mucho interés en la actualidad, tanto desde el punto de vista científico como el tecnológico. Específicamente, las nanopartículas de óxido de magnesio y cobre se han utilizado en diferentes campos de investigación como la medicina y la industria electrónica. Además, se consideran potencialmente útiles en la remediación ambiental, por ejemplo, en la purificación de agua e inactivación de hongos y bacterias.

La remediación ambiental es uno de los campos de estudio más apetecidos por investigadores modernos. Es un proyecto interdisciplinar que tiene como objetivo el desarrollo de técnicas y nuevas tecnologías que permitan restaurar el equilibrio del medio ambiente, disminuir la contaminación de recursos como el agua, el aire, entre otros, al menos de manera local, y la utilización de productos de uso cotidiano, industrial y agrícola, que permitan reducir significativamente el impacto ambiental en su utilización.

En este trabajo se sintetizaron nanopartículas de óxidos de magnesio y cobre utilizando una ruta química (método diol). Los polvos cerámicos sintetizados se caracterizaron utilizando ATD/TG y espectroscopia IR. Los

resultados indicaron que las partículas sintetizadas contenían como fase única los óxidos de magnesio y cobre (estado de oxidación I y II), con un tamaño menor a 100 nm y una morfología esférica. Estas características las hace útiles para la posible inactivación biológica de hongos [3], como los que afectan los cultivos, por ejemplo, y de este modo evitar el uso de fungicidas orgánicos que causan daños al medio ambiente y, por ende, a los seres humanos y otros animales mediante la vía de la cadena alimenticia y los vectores de propagación biológica.

Dichos ensayos están actualmente en ejercicio bajo el marco de esta investigación y serán informados completamente en un artículo posterior.

2. MARCO TEÓRICO

Método de síntesis de nanopartículas (NPs)

Óxido de cobre: esta síntesis se realizó mediante la ruta química diol [1]. Para tal fin se utiliza como precursor el acetato de cobre monohidratado $\text{Cu}(\text{OOCCH}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. En la figura 1 se presenta un esquema gráfico del procedimiento de síntesis.

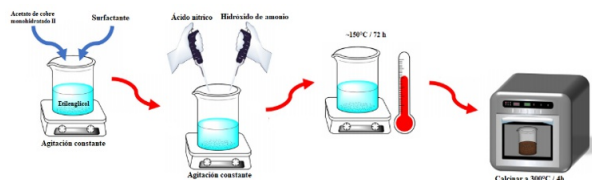


Figura 1. Proceso de síntesis utilizado para obtener las NPs de óxido de cobre.

Una vez realizados los cálculos previos para la cantidad de precursor y solvente a usar (etilenglicol) se prepara la solución y se somete a agitación magnética durante 20 minutos. Manteniendo la agitación se adiciona ácido nítrico, HNO_3 , monitoreando el pH de la solución hasta que obtenga un valor de 4, proceso realizado con un Metrohm 827 pH Lab. Posteriormente se adiciona, gota a gota, hidróxido de amonio, NH_3 , con el fin de obtener el suficiente número de datos como para realizar la curva de titulación hasta la saturación del sistema. La mezcla se calienta durante 72 horas en una plancha a 150°C y, pasado este tiempo, se introduce durante 4 horas en un horno a 300°C , obteniendo finalmente el precalcinado.

Óxido de Magnesio: utilizando como precursor el acetato de magnesio tetrahidratado $(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Mg}\cdot 4\text{H}_2\text{O}$, y al igual que para la síntesis del óxido de cobre, la ruta química que se utilizó es el método diol. El procedimiento es muy similar al anterior.



Figura 2. Montaje experimental para la realización de la curva de titulación

Cultivo del hongo *omphalia flavida*

Para llevar a cabo los ensayos de inactivación del hongo se hace necesario su cultivo en laboratorio. El método de cultivo se explica a continuación.

La recolección de muestras se realiza en el municipio del Tambo, región agrícola del Departamento del Cauca. Se obtienen hojas de café afectadas por el hongo en cuestión y su identificación fue posible gracias al trabajo interdisciplinario con biólogos expertos.



Figura 3. (Izquierda) Hojas enfermas en proceso de lavado. (Derecha) Gemas del hongo después de 12 días del lavado de las hojas.

En el laboratorio se realiza el lavado de las hojas con agua destilada previamente esterilizada con la olla autoclave, hipoclorito al 1% y etanol al 75%. En cámaras húmedas se colocan las hojas limpias y se aspersan con agua destilada, día a día por medio, durante 12 días aproximadamente y así garantizar el crecimiento de las gemas como se muestra en la figura 3.

Después del crecimiento de las gemas se procede a la preparación del medio de cultivo en cajas de Petri; dicho medio contiene agar de papa y almidón al 2%. Las gemas son extraídas de las hojas y plantadas en el medio. Pasadas 48 horas se revisan las gemas implantadas y se verifica si están o no contaminadas, se extraen las gemas que posean estructura micelial sin contaminación y se coloca en una caja de Petri con medio de cultivo limpio para hacer el seguimiento de crecimiento del hongo.

3. RESULTADOS Y ANÁLISIS

Los resultados de la caracterización ATD/TG de las NPs de CuO y MgO se muestran a continuación:

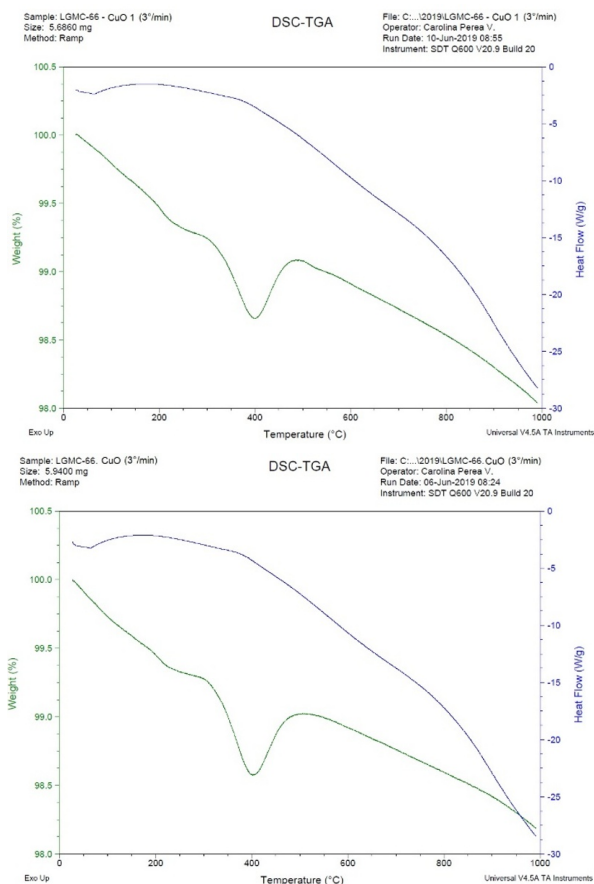


Figura 4. ATD/TG para las NPs del sistema de cobre, precalcinado a 300°C.

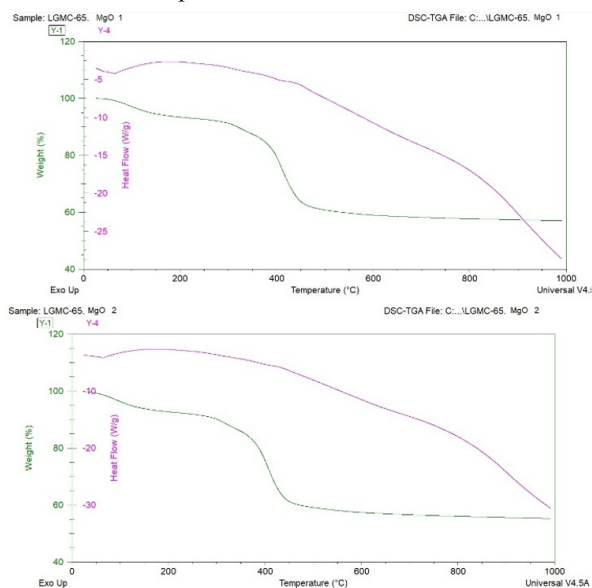


Figura 5. ATD/TG para las NPs del sistema de magnesio, precalcinado a 300°C.

La termogravimetría (TG) permite medir la variación respecto al tiempo de la masa de una muestra que ha sido sometida a un cambio de temperatura en atmósfera controlada. Es un método que permite

adquirir información sobre transiciones de fase, absorción, adsorción, desorción, descomposición térmica y reacciones de oxido-reducción, entre otras propiedades de la muestra.

Como se puede observar en la figura 4, el ATD/TG de la muestra fue realizado bajo una tasa de calentamiento uniforme de 3°C por minuto dentro de un rango de temperatura de 25-1000°C. El sistema de cobre al ser sometido a una variación de temperatura tiene un comportamiento singular: se tiene que aproximadamente a 400°C hay un cambio significativo de masa que indica deshidratación de la muestra y un posible cambio de estado de oxidación del sistema. Cabe resaltar que se parte de un precursor con Cu en estado de oxidación II el cual se ve afectado en el proceso de síntesis. Actualmente se encuentra en estudio cómo se comporta el material antes de los 400°C, esperándose que la reactividad del material sea mayor debido a la posible presencia de mezcla de óxido de cobre con estados de oxidación I y II.

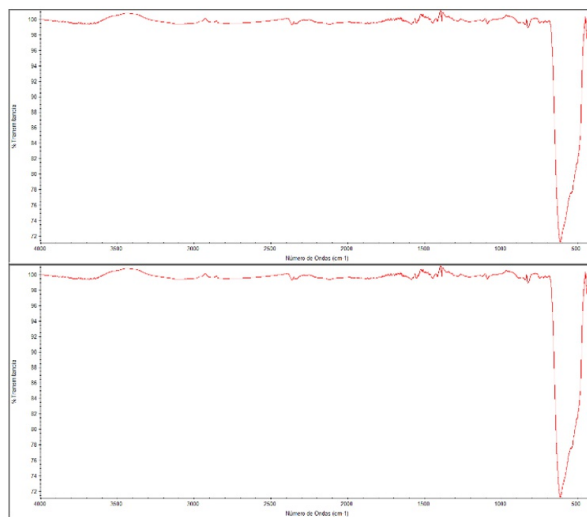


Figura 6. IR de la muestra de óxido de cobre tomadas en distinta fecha: (arriba) una semana después de la síntesis, (abajo) dos semanas después de la síntesis.

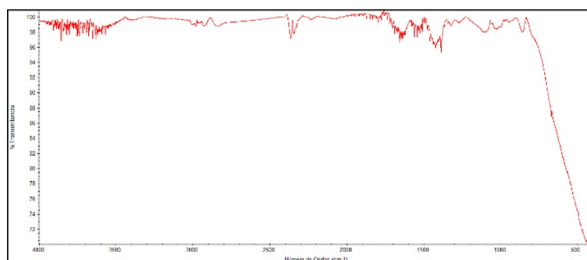


Figura 7. IR de la muestra de óxido de magnesio.

Para el sistema de magnesio se tiene un comportamiento más estable en donde el cambio de fase es muy marcado (ver, figura 5).

En ambos sistemas se puede asumir una estabilidad a partir de los 800°C aproximadamente. Para llevar ambas muestras hasta esta temperatura se hace necesario implementar una rampa con velocidad de 3°C/min.

Por otro lado, las curvas de caracterización por espectroscopía IR de las muestras son:

En la figura 6 se presentan los espectros infrarrojos de las muestras sintéticas el sistema nanométrico de cobre. Estos espectros presentan una banda de absorción fuerte entre 500 y 800 cm⁻¹. Además, se puede observar el “efecto camaleón” presente puesto que en el lapso de una semana el pico representativo del sistema tuvo una variación significativa. Este efecto es aún objeto de estudio debido a los problemas que desencadena en cuanto a la producción y aplicación de este tipo de materiales [2].

La figura 7 por su parte refleja el espectro típico del MgO lo que garantiza su trabajo con este material, pero esta vez a escala nanométrica. Tampoco se observan picos que marquen una relación con impurezas en el sistema de magnesio.

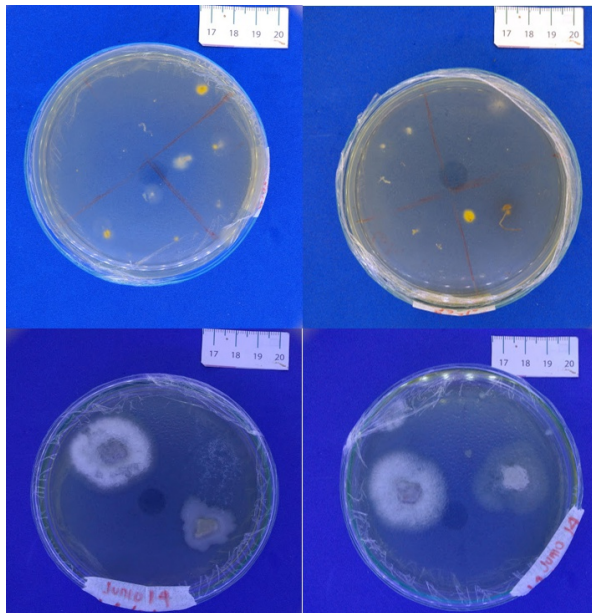


Figura 8. (Arriba) cultivos 48 horas después de sembradas las gemas, (abajo) Cultivos siete días después de sembradas las gemas.

Se debe tener en cuenta que a medida que el tamaño de las partículas disminuye los efectos cuánticos generan comportamientos que hacen que las propiedades de las nanopartículas cambien, como por ejemplo la relación inversa de la solubilidad con el tamaño de partícula, cambios en la estructura cristalina estable, mejor absorción, entre otras.

Finalmente, el medio de cultivo preparado para la replicación de las cepas del hongo fue favorable, como se puede apreciar en la figura 8. Las gemas sembradas efectivamente crecieron y fue posible realizar los estudios adecuados de los dos óxidos sintetizados como posibles fungicidas de bajo impacto ambiental. Estos estudios se están llevando a cabo actualmente en el laboratorio de microscopía de la Universidad del Cauca y se espera reportar estos resultados en un siguiente artículo.

4. CONCLUSIONES

Efectivamente se logra obtener nanopartículas de óxido de magnesio y cobre a partir del método químico (diol) con las cantidades y tiempos correspondientes que requiere el proceso. Además, el comportamiento del sistema del cobre sintetizado por este método abre una nueva etapa de la investigación para este proyecto.

El medio de cultivo preparado para el crecer hongo es favorable y permite la reproducibilidad de este. Es posible de esta forma obtener la sepa in vitro y poder evaluar el impacto biológico de las nanopartículas de magnesio y cobre sobre este hongo en ambiente controlado, evitando en esta etapa del proyecto cualquier contacto de las nanopartículas en los cultivos de café.

5. AGRADECIMIENTOS

Al Doctor Jorge Enrique Rodríguez Páez por la dirección de este proyecto, por su dedicación y empeño. A las Biólogas Paola Arciniegas Grijalba y Melisa Patiño Portela por su asesoría y guía en el cultivo de los hongos, y a la Universidad del Cauca por brindarnos un espacio para el desarrollo de este proyecto de investigación.

6. BIBLIOGRAFÍA

[1] Purushottam Kumar Singh, Pankaj Kumar, Manowar Hussain, Alok Kumar Das, Ganesh Chandra Nayak. Synthesis and characterization of CuO nanoparticles using strong base electrolyte through electrochemical discharge process. Indian Academy of Sciences, 2015

[2] Donald R. Baer. The Chamaleon Effect: Characterizacion Challenges due to the variability of nanoparticles and their surfaces. Frontiersin Chemistry, 2018.

[3] P. A. Arciniegas-Grijalba, M. C. Patiño-Portela, L. P. Mosquera-Sánchez, J. A. Guerrero-Vargas, J.E. Rodriguez-Páez. ZnO nanoparticles (ZnO-NPs) and their antifungal activity against coffee fungus Erythricium salmonicolor. CrossMark, 2017.