

Ispitivanje uvjeta sinteze nanočestica zlata uz glukozu

Hamilton, Stella

Undergraduate thesis / Završni rad

2019

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Chemical Engineering and Technology / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://um.nsk.hr/um:nbn:hr:149:996121>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2025-03-14**



Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Chemical Engineering and Technology University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE
SVEUČILIŠNI PREDDIPLOMSKI STUDIJ

Stella Hamilton

ZAVRŠNI RAD

Zagreb, rujan 2019.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET KEMIJSKOG INŽENJERSTVA I TEHNOLOGIJE
SVEUČILIŠNI PREDDIPLOMSKI STUDIJ

Stella Hamilton

ISPITIVANJE UVJETA SINTEZE NANOČESTICA ZLATA UZ GLUKOZU

Voditelj rada: prof. dr. sc. Ana Vrsalović Presečki

Članovi ispitnog povjerenstva:

1. prof. dr. sc. Ana Vrsalović Presečki
2. doc. dr. sc. Dajana Kučić Grgić
3. doc. dr. sc. Marin Kovačić

Zagreb, rujan 2019.

Zahvaljujem se svojoj mentorici prof. dr. sc. Ani Vrsalović Presečki na stručnom vodstvu, pomoći i razumijevanju prilikom izrade i pisanja završnog rada.

Veliko hvala asistentici, mag. ing. oecoing. Leli Martinaga na nesebičnoj pomoći, predanosti, brojnim savjetima i detaljnim uputama tijekom izvođenja eksperimentalnog dijela rada i prilikom pisanja ovog rada.

Također, veliko hvala od srca Renati na podršci, poticanju i usmjeravanju do sad.

Posebno se, od srca zahvaljujem svojim roditeljima, na neizmjerne podršci, razumijevanju i usmjeravanju na pravi put tijekom dosadašnjeg školovanja, bez kojih ne bih ostvarila sve svoje uspjehe.

SAŽETAK

Nanotehnologija ima veliki potencijal u mnogim područjima istraživanja te se sve više primjenjuje u raznim granama znanosti i tehnologije. Nanočestice zlata imaju svojstva koja im omogućuju široku primjenu, kao što je primjena u medicini, elektronici i drugim područjima. S obzirom da je potražnja za nanočesticama sve veća, metode sinteze nanočestica moraju biti ekonomičnije i ekološki prihvatljivije. Stoga je, u ovom radu, provedeno ispitivanje uvjeta sinteze nanočestica zlata uz glukozu kao ekonomski i ekološki prihvatljivu metodu njihove sinteze.

Ispitan je utjecaj različitih koncentracija glukoze i tetrakloroauratne kiseline u svrhu sinteze što veće koncentracije nanočestica zlata, a što manje veličine uz konstantnu koncentraciju škroba. Reakcije su provedene u fosfatnom puferu na sobnoj temperaturi te uz prisustvo svjetlosti i kisika. Provedeno ispitivanje pokazalo je da početna koncentracija glukoze ima blagi utjecaj na sintezu nanočestica zlata, dok koncentracija HAuCl_4 ima značajan utjecaj. Veličina sintetiziranih nanočestica zlata gotovo i ne ovisi o koncentraciji glukoze, dok koncentracija sintetiziranih nanočestica zlata ima blagi rast s porastom koncentracije glukoze.

Ključne riječi: nanočestice, zlato, glukoza, tetraklorauratna kiselina, ekološki prihvatljiva sinteza

ABSTRACT

Nanotechnology has an enormous potential in many fields of research and it is increasingly applied in various branches of science and technology. Gold nanoparticles have properties that allow them to be widely used, in medicine, electronics and other fields. As the demand for nanoparticles is increasing, nanoparticle synthesis methods should be economically and environmentally acceptable. Therefore, in this study, the influence of the reaction conditions on glucose-mediated gold nanoparticle synthesis was investigated, as economically and ecologically acceptable method for the synthesis of gold nanoparticles.

The influence of varied glucose and tetrachloroauric acid concentrations was examined on the concentration and size of gold nanoparticles. The starch concentration was constant and the synthesis was performed in a phosphate buffer at room temperature with the presence of light and oxygen. This research has shown that the initial glucose concentration had a slight influence on a synthesis of gold nanoparticles, while the influence of HAuCl_4 concentration was significant. The size of synthesized gold nanoparticles almost does not depend on glucose concentration and a slight increase in amount of gold nanoparticles with increase of glucose concentration is observed.

Keywords: nanoparticles, gold, glucose, tetrachloroauric acid, green synthesis

SADRŽAJ

| | |
|--|----|
| 1. UVOD | 1 |
| 2. OPĆI DIO | 2 |
| 2.1. Nanotehnologija | 2 |
| 2.2. Nanočestice | 2 |
| 2.3. Nanočestice zlata..... | 4 |
| 2.3.1. Metode sinteze nanočestica zlata | 5 |
| 2.3.2. Primjena nanočestica zlata..... | 9 |
| 3. EKSPERIMENTALNI DIO | 11 |
| 3.1. APARATURA..... | 11 |
| 3.1.1. pH-metar | 11 |
| 3.1.2. Analitička vaga..... | 11 |
| 3.1.3. Spektrofotometar | 11 |
| 3.1.4. <i>Malvern Nanosight LM10</i> | 13 |
| 3.1.5. Kotlasti reaktor | 13 |
| 3.2. ANALITIČKE METODE..... | 14 |
| 3.2.1. Određivanje koncentracije glukoze..... | 14 |
| 3.2.2. Određivanje koncentracije škroba | 15 |
| 3.2.3. Određivanje apsorpcijskog spektra nanočestica zlata | 15 |
| 3.2.4. NTA metoda..... | 16 |
| 3.3 REAKTORSKI EKSPERIMENTI | 16 |
| 3.3.1. Sinteza nanočestica zlata..... | 16 |
| 4. REZULTATI I RASPRAVA | 19 |
| 4.1. ISPITIVANJE UVJETA SINTEZE NANOČESTICA ZLATA | 19 |
| 4.1.1. Praćenje sinteze nanočestica zlata..... | 19 |
| 4.1.2. Utjecaj glukoze na sintezu | 24 |
| 4.1.3. Praćenje koncentracije škroba tijekom reakcije..... | 26 |
| 4.1.4. Praćenje pH tijekom reakcije..... | 27 |
| 4.2. KARAKTERIZACIJA SINTETIZIRANIH NANOČESTICA ZLATA | 28 |
| 5. ZAKLJUČAK..... | 32 |
| 6. POPIS SIMBOLA I KRATICA..... | 33 |
| 7. LITERATURA..... | 34 |
| 8. PRILOZI..... | 36 |
| 9. ŽIVOTOPIS..... | 38 |

1. UVOD

Nanotehnologija je skupna definicija koja obuhvaća svaku tehnologiju i znanost koja djeluje na nanoskali. Smatra se da nanotehnologija ima veliki potencijal u mnogim područjima istraživanja i primjene čime donosi mnoge koristi u raznim granama poslovnog sektora. Sve je to dovelo do visokih očekivanja kako će nanotehnologija biti ključna za poboljšanje standarda života ljudi. Očekuje se da će u kratkom roku dovesti do znatnih poboljšanja postojećih procesa i proizvoda te će dugoročno biti važan čimbenik u postizanju revolucionarnih dostignuća unutar raznih industrija, poput liječenja raka, proizvodnje lakih materijala i obnovljivih izvora energije.¹

Nanočestice su zbog svojih jedinstvenih i novih svojstava² od velikog znanstvenog interesa. Tvari standardnih veličina imaju stalna fizikalna i kemijska svojstva, dok na nanoskali, ta svojstva ovise o manje ili više diskretnim atomskim ili molekularnim fenomenima.³

Nanočestice zlata su najstabilnije metalne nanočestice, specifične zbog svojih elektroničkih, magnetskih i optičkih svojstava te mogućnosti primjene u katalizi i biologiji. Upravo zbog navedenog, smatraju se i jednim od ključnih materijala i sastavnih elemenata 21. stoljeća.⁴ Kako je sve veća potražnja, postoje razne metode sinteze nanočestica zlata koje se unaprjeđuju iz dana u dan, u svrhu pronalaska i razvoja ekološki i ekonomski prihvatljive te lako dostupne metode sinteze. Sve više metoda danas nude ekološki prihvatljiv i netoksičan postupak sinteze monodisperznih nanočestica zlata u neutralnom mediju s obećavajućim potencijalom za pH osjetljive biološke ili medicinski povezane primjene.⁵

U ovom radu provedeno je ispitivanje uvjeta sinteze nanočestica zlata uz glukozu. Dodatkom tetraklorauratne kiseline (HAuCl_4) u otopinu glukoze, škroba i fosfatnog pufera, došlo je do reakcije redukcije, odnosno sinteze nanočestica zlata raznih veličina i koncentracije.

2. OPĆI DIO

2.1. Nanotehnologija

Nanotehnologija danas, ima velik broj više ili manje prihvaćenih definicija. Jedna od onih koja najbliže opisuje pojam nanotehnologije glasi da je to namjerna i kontrolirana manipulacija, modeliranje i proizvodnja materijala na nanoskali u cilju stvaranja materijala, uređaja i sustava s novim, korisnim i jedinstvenim svojstvima i funkcijama. Cilj nanotehnologije je unaprijediti život ljudi u različitim područjima (zdravstvo, energetika, tehnologija materijala itd.) razvijanjem novih proizvoda i tehnologija. Temelj razvoja nanotehnologije je činjenica da čestice materijala veličine manje od 100 nm imaju drugačija svojstva od makročestica istog materijala te time izgrađeni nanomaterijali dobivaju nova svojstva i nove načine primjene.⁶

2.2. Nanočestice

Nanočestice su po strukturi čvrste čestice veličine u rasponu 1-100 nm te mogu biti monokristalne ili polikristalne strukture. Također, svojom veličinom u nanopodručje pripadaju nanoprašci te dvodimenzionalna nanovlakna (engl. *nanofibers*) koja možemo podijeliti na nanoštapiće (engl. *nanorod*), nanocjevčice (engl. *nanotube*) i nanožice (engl. *nanowire*). Iako je priprava nanočestica skuplja od priprave makročestica, razlog za proizvodnju nanočestica je promjena svojstva materijala na nanoskali poput promjene u apsorpcijskom spektru, talištu, kemijskoj reaktivnosti te strukturi. Odnosno, s obzirom da svojstva ovise o veličini čestice, moguće je pri izradi nanočestica, kontrolom veličine, podešavati njihova svojstva. Na primjer, zlato kao plemeniti metal je vrlo nereaktivan na makroskali, dok su nanoskupine zlata katalitički vrlo aktivne. Prema tome, smanjenjem čestica dolazi i do promjena u njihovoj elektronskoj strukturi uslijed čega one postaju katalitički aktivne.⁶

Nanomaterijali, odnosno nanočestice mogu djelovati vrlo toksično na organizam, mogu izazvati promjene u metabolizmu, te mogu reagirati s različitim biomolekulama, no s druge strane mogu biti neškodljive i biokompatibilne. Kako bi se mogao utvrditi utjecaj nanočestica na zdravlje, potrebno je saznati kakve se

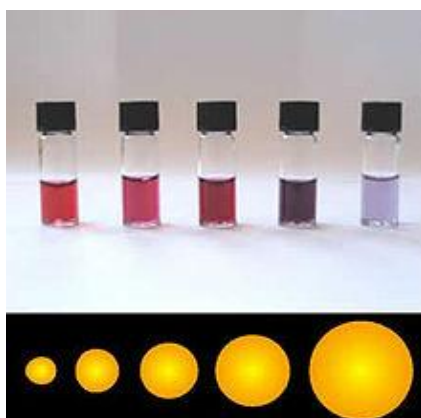
interakcije između nanočestica i organizma, odnosno nanomaterijala i stanica, biomolekula ili organa događaju.⁶

Tri su glavne metode sinteze nanočestica: fizikalna, kemijska i biološka metoda. Korištenje fizikalnih metoda u sintezi nanočestica je povoljno u smislu nastajanja jednoličnih monodisperznih nanočestica pri čemu ne dolazi do onečišćenja otapalom, no stvaraju se velike količine otpada zbog čega takve metode nisu ekonomične. U fizikalnim metodama primjenjuje se visoka energija zračenja, mehanički pritisak, električna ili toplinska energija kako bi se uzrokovalo taljenje, abrazija materijala, isparavanje ili kondenzacija. Neke od najčešćih fizikalnih metoda koje se koriste za sintezu nanočestica su kuglasto mljevenje visoke energije (engl. *high energy ball milling*), laserska ablacija (engl. *laser ablation*), elektroprskanje (engl. *electrospraying*), kondenzacija inertnog plina (engl. *inert gas condensation*), fizikalno taloženje para (engl. *physical vapour deposition*), laserska piroliza (engl. *laser pyrolysis*), piroliza raspršivanjem plamena (engl. *flame spray pyrolysis*) te miješanje taline (engl. *melt mixing*). Kod kemijskih metoda sinteze nanočestica primjenjuju se jednostavne tehnike; sinteze se rade pri nižim temperaturama te je moguća raznolikost veličine i oblika sintetiziranih nanočestica. Sol-gel metoda, tehnika mikroemulzije, hidrotermalna sinteza, sinteza poliola, kondenzacija kemijske pare i tehnika kemijskog taloženja isparenih para u plazmi (engl. *plasma enhanced chemical vapour deposition technique*) su neke od najčešće korištenih kemijskih metoda za sintezu nanočestica. Biološki potpomognute metode (biosinteza ili zelena sinteza) pružaju ekološki prihvatljiv, nisko-toksičan, isplativ i učinkovit protokol za sintezu i proizvodnju nanočestica. Biološke metode koriste biološke sustave, kao što su bakterije, gljivice, virusi, biljni ekstrakti, enzimi itd. za sintezu nanočestica metala i oksida metala.⁷

Nanočestice imaju široku primjenu u području farmacije i medicine, elektroničke, računalne i građevinske industrije, u proizvodnji visoke tehnologije, hrane, tekstila i sl. Za njihovu proizvodnju najčešće se koriste mehaničke i fizikalno kemijske metode kojima se mogu proizvesti velike količine nanočestica različitih oblika i veličina u kratkom vremenskom roku. Međutim, postale su zastarjele, skupe i komplicirane i s obzirom da koriste toksične kemikalije, te rezultiraju velikom količinom opasnog otpada.⁸

2.3. Nanočestice zlata

Nanočestice zlata u obliku sfere imaju korisna svojstva poput optičkih i elektroničkih svojstava povezanih s veličinom i oblikom, veliki omjer površina-volumen, izvrsnu biokompatibilnost i nisku toksičnost. Važno fizikalno svojstvo nanočestica zlata je i fenomen rezonancije površinskih plazmona (SPR, engl. *surface plasmon resonance*).⁹ SPR je optička tehnika koja se upotrebljava za otkrivanje molekularnih interakcija, a posljedica je kolektivnih oscilacija ili fluktuacija u elektronskoj gustoći s interaktivnim električnim poljem, koje su izrazito osjetljive na adsorpciju molekula na metalne površine.^{10, 11} Vodene otopine sfernih nanočestica zlata mogu biti različitih boja (na primjer crvena, ljubičasta, smeđa i narančasta) ovisno o veličini jezgre od 1 do 100 nm, a obično pokazuju maksimum apsorpcije u rasponu od 500 do 550 nm.⁹ Za male (~ 30 nm) nanočestice zlata, fenomen rezonancije površinskih plazmona uzrokuje apsorpciju svjetlosti u plavo-zelenom dijelu spektra (~ 450 nm), dok se reflektira crvena svjetlost (~ 700 nm), što daje bogatu crvenu boju.¹² Kako se povećava veličina čestica, valna duljina apsorpcije povezane s fenomenom površinske plazmonske rezonancije pomiče se prema većim valnim duljinama, odnosno u crveno područje. Tada se apsorbira crvena svjetlost, a plava reflektira, dajući otopini blijedo plavu ili ljubičastu boju (*Slika 2.1*).¹²

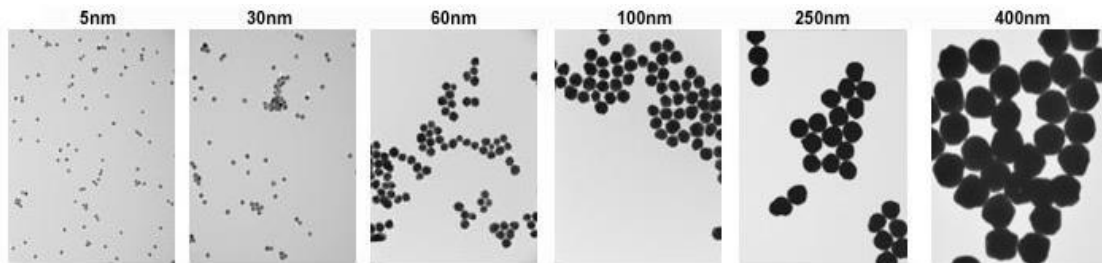


Slika 2.1 Boje monodisperznih nanočestica zlata različitih veličina

Povećanjem veličina čestica, valne duljine kreću se prema infracrvenom (IR) dijelu spektra te se većina vidljivih valnih duljina reflektira, dajući nanočesticama jasnu ili prozirnu boju. Fenomen rezonancije površinskih plazmona može se

prilagoditi promjenom veličine i oblika nanočestica, što dovodi do čestica prilagođenih optičkih svojstava za različite primjene.¹²

Na *slici 2.2* prikazane su nanočestice zlata različitih veličina snimljene pomoću transmisijskog elektronskog mikroskopa (TEM).



Slika 2.2 TEM prikazi nanočestica zlata veličina od 5 nm (lijevo) do 400 nm (desno)¹²

S obzirom na njihova svojstva, istražuje se mogućnost primjene nanočestica zlata u novim područjima, ponajviše za upotrebu u visokim tehnologijama kao što su senzorne sonde, elektronički vodiči, isporuka lijekova u biološke i medicinske svrhe, terapijski agensi te kataliza.¹³

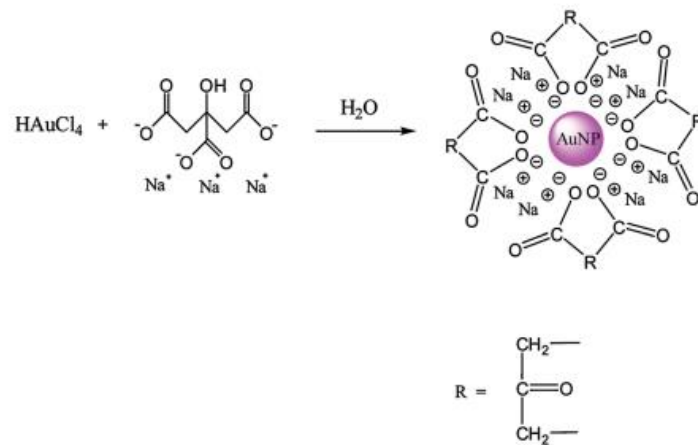
2.3.1. Metode sinteze nanočestica zlata

Do danas su otkrivene brojne metode sinteze nanočestica zlata, a neke od njih su kemijska metoda, Turkević metoda, Brust-Schiffrinova metoda, elektrokemijska metoda, *seeding growth* metoda, biološka metoda te metoda sinteze nanočestica zlata u ionskim kapljevinama.

Priprema nanočestica zlata kemijskom metodom redukcije uključuje dva glavna dijela: prvi dio odnosi se na redukciju sredstvima kao što su primjerice borohidridi, sulfidi, limunska i oksalna kiselina, polioli i drugi, te elektroničku redukciju agensom. Kako bi se izbjeglo nakupljanje nanočestica obično se dodaju stabilizirajuća sredstva. Drugi dio je stabilizacija upotrebom sredstava kao što su sumporni ligandi (posebno tioli), ligandi na bazi kisika, polimeri, površinski aktivne tvari te druga sredstva.¹⁴

Turkevićeva metoda jedna je od najpoznatijih tehnika sinteze zlatnih čestica (*Slika 2.3*), a temelji se na redukciji HAuCl_4 citratom u vodi. Ovu metodu prvi je dizajnirao Turkević 1951. godine. U ovoj metodi, otopina HAuCl_4 je prokuhana, zatim je u vrelu otopinu i uz snažno miješanje brzo dodan trinatrijev citrat dihidrat. Nakon određenog vremena, boja otopine se mijenja od svijetložute do vinske crvene.

Rezultat ove metode su nanočestice zlata promjera 20 nm. U ovoj metodi citratni ioni igraju dvostruku ulogu, kao sredstvo za stabilizaciju i kao sredstvo za redukciju.¹⁴



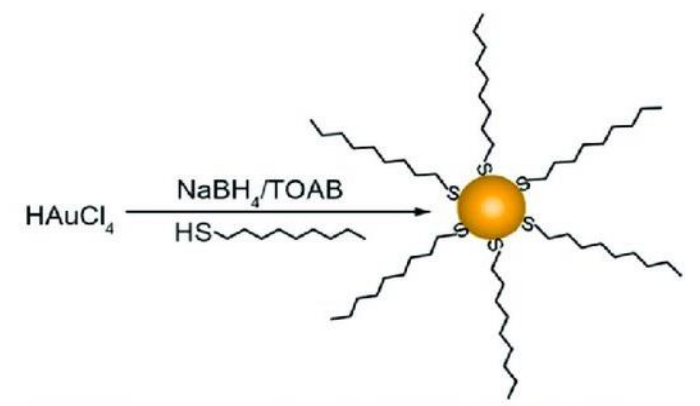
Slika 2.3 Prikaz postupka sinteze nanočestica zlata pomoću Turkević metode¹⁴

Frens je ovu metodu modificirao 1973. godine za dobivanje nanočestica zlata promjera od 15 do 150 nm kontroliranjem omjera redukcijskog sredstva/stabilizatora (trinatrijev citrat/zlato). Turkević-Frens metoda je kasnije modificirana od strane nekoliko istraživačkih skupina. Kimling i suradnici pokazali su da visoka koncentracija citrata brže stabilizira nanočestice zlata manjih veličina, dok manja koncentracija citrata dovodi do aglomeracije sitnih čestica u veće. Puntès i suradnici izvijestili su da dodavanje reagensa u obrnutom slijedu (dodavanje H_{AuCl}₄ u vrelu otopinu natrijevog citrata) dovodi do proizvodnje zlatnih nanočestica male veličine i uske raspodjele veličina čestica (*Slika 2.4*).¹⁴ Također, u literaturi se mogu pronaći informacije o utjecaju temperature, pH, koncentracije citrata i koncentracije tetrakloroauratne kiseline na karakteristična svojstva nanočestica zlata sintetiziranih pomoću citrata kao redukcijskog sredstva.¹⁴



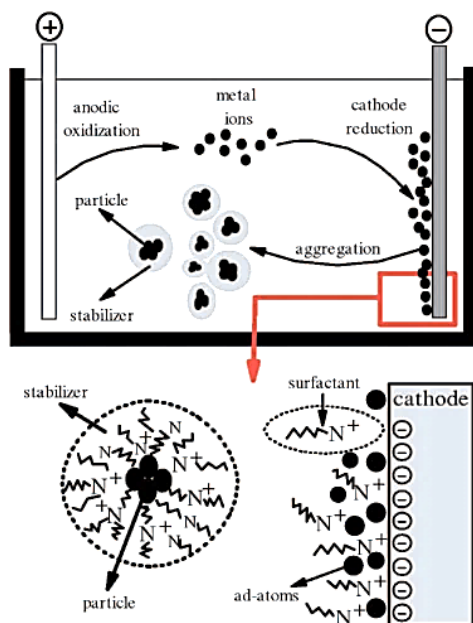
Slika 2.4 Prikaz obrnutog slijeda dodavanja reagensa i razlike kod nastalih nanočestica¹⁴

Brust-Schiffrinova metoda je otkrivena 1994. godine. Metoda je omogućila jednostavan pristup sintezi termički stabilnih nanočestica i nanočestica stabilnih na zraku kontrolirane veličine i niske disperzije od 1,5 do 5 nm.^{9, 14} U ovoj tehnici AuCl_4^- ion je prebačen u toluensku fazu iz vodene otopine pomoću tetraoktilamonijevog bromida (TOAB) kao sredstvo za prijenos faze, reduciran s natrijevim borohidridom (NaBH_4) u prisutnosti dodekanetiola (Slika 2.5). Dodavanjem reduciranog agensa došlo je do promjene boje organske faze, iz narančaste u tamnosmeđu boju. To jasno ukazuje na stvaranje nanočestica zlata.¹⁴ Nastale nanočestice mogu se temeljito osušiti i ponovno raspršiti u otopini, bez ikakvog agregiranja, što ih čini izvrsnim prekursorima za daljnju funkcionalizaciju.⁹



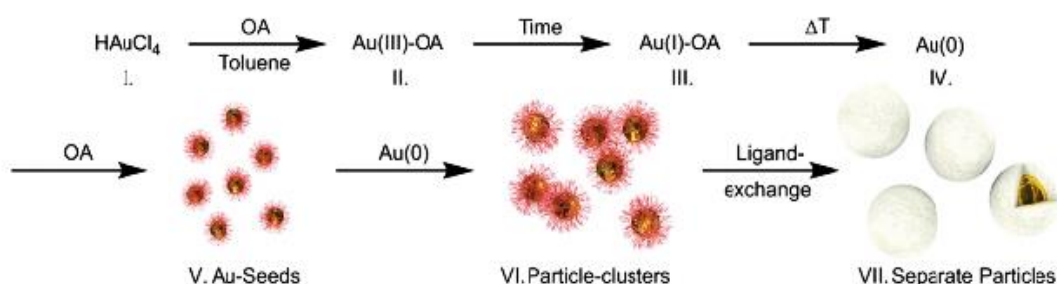
Slika 2.5 Brust-Schiffrinova metoda

Elektrokemijsku proizvodnju nanočestica prvi su istraživali Reetz i suradnici 1994. godine. Ovom tehnikom sintetizirane su primjerice zlatne nanočestice na površini ugljikovih nanocjevčica sa staklenim ugljikovim elektrodama. Ista tehnika primijenjena je i za sintezu nanočestica zlata koristeći jednostavnu ćeliju s dvije elektrode, oksidacijom anode i redukcijom katode. Dokazano je da je elektrokemijski proces bolji od drugih metoda proizvodnje nanočestica zbog skromne opreme, niske cijene, niže temperature obrade, visoke kvalitete i lakoće kontrole prinosa.¹⁴



Slika 2.6 Shema elektrokemijske sinteze nanočestica zlata¹⁴

Prema procesu *seeding growth* metode (Slika 2.7), sintetizirane nanočestice zlata su promjera od 5 do 40 nm i uske raspodjele veličina čestica. Veličina čestica može se kontrolirati promjenjivim omjerom koncentracije zrna i soli metala što omogućuje pripremu veličina nanočestica u rasponu od 5 do 40 nm. Na slici 2.7. je prikazan postupak u kojem se kao izvor OH iona upotrebljavao trinatrijev citrat u prvom koraku nuleacije, a koraku rasta kristala koristio se natrijev borhidrat (NaBH₄) kao reduksijsko sredstvo. Prednosti ove metode su u njoj jednostavnosti, brzini i niskim troškovima procesa.¹⁴



Slika 2.7 Seeding growth metoda¹⁴

Iako su kemijske metode najčešći pristup za sintezu metalnih nanočestica, upotreba skupih i toksičnih reagensa kao reduksijskih i stabilizirajućih sredstava ograničava njihovu primjenu. Uz to, kemijski sintetizirane nanočestice mogu imati

štetne učinke u biomedicinskim primjenama. Prema tome, sve je veća potreba za razvojem ekološki prihvatljivih i ekonomičnih postupaka za sintezu nanočestica koje ne koriste toksične kemikalije. U biološkim metodama nanočestice zlata se sintetiziraju pomoću mikroorganizama, enzima, biljaka ili biljnih ekstrakata koji su lako dostupni, relativno jeftini, te ekološki prihvatljivi zbog svoje netoksične prirode.¹⁴

Otkriveno je da ionske kapljevine također mogu biti izvanredan i jedinstven medij za sintezu i stabilizaciju metalnih nanočestica. To su soli s niskim talištem koje postaju sve važnije kao otapala zbog svojih jedinstvenih svojstava kao što su toplinska stabilnost, manja hlapivost i dobro miješanje s ostalim otapalima.¹⁴

2.3.2. Primjena nanočestica zlata

Primjena nanočestica zlata je vrlo rasprostranjena. Razlog tome su njihova jedinstvena svojstva te višestruke površinske funkcionalnosti.⁹ Najveća uporaba nanočestica zlata je u području medicine u dijagnostičkim ili terapijskim postupcima. Štoviše, njihova najpoznatija primjena je detektiranje pojedinih vrsta stanica budući da ih čine vidljivijima za lakšu detekciju.⁶

Prema tome, nanočestice zlata koriste se kao biomarkeri u dijagnostici srčanih bolesti, karcinoma i zaraznih uzročnika. Oni su također uobičajeni u imunološkom ispitivanju lateralnog protoka, što je uobičajeni primjer kućnog testa za trudnoću.¹²

Nanočestice zlata mogu se koristiti i za dostavljanje terapijskog agensa koje je na njih nanoseno na točno određeno mjesto. Veliki omjer površine i veličine nanočestica omogućava premazivanje njihove površine stotinama molekula.¹² Koriste se i kao antibiotici, protiv gljivica te kao antimikrobna sredstva kada se dodaju u plastiku, prevlake, nanovlakna i tekstil.¹³

Zlatne nanočestice u elektronici dizajnirane su za široku upotrebu, najčešće za upotrebu elektroničkih čipova. Kako svijet elektronike postaje sve manji, nanočestice su važne komponente u dizajnu čipova. Koriste se za povezivanje otpornika, vodiča i drugih elemenata elektroničkog čipa.¹²

Apsorpcijom zračenja valnih duljina u području od 700 do 800 nm, nanočestice zlata stvaraju toplinu. Točnije, primjenom svjetlosti spomenute valne duljine na tumor koji sadrži nanočestice zlata, doći će do brzog zagrijavanja nanočestica, a pritom i do uništavanja tumora što se naziva terapijom hipertermije.

Koriste se u raznim sensorima, primjerice kao kolorimetrijski senzor kojim se može utvrditi je li hrana pogodna za konzumaciju.¹²

Isto tako, nanočestice zlata mogu se ponašati kao katalizatori u većem broju kemijskih reakcija. Površina nanočestica zlata može se koristiti za selektivnu oksidaciju ili u određenim slučajevima ta površina može smanjiti reakciju (dušikovi oksidi). Zlatne nanočestice se razvijaju i za primjenu gorivih ćelija. Te bi tehnologije bile korisne u automobilskoj industriji i industriji proizvodnje zaslona uređaja.¹²

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1. APARATURA

3.1.1. pH-metar

Za praćenje pH reakcije i pripremu pufera korišten je pH metar *Schott* (Slika 3.1).



Slika 3.1 pH-metar *Schott*

3.1.2. Analitička vaga

Sve mase tvari u čvrstom agregatnom stanju potrebne za provođenje eksperimenata vagane su na analitičkoj vagi *Shimadzu* (Slika 3.2).

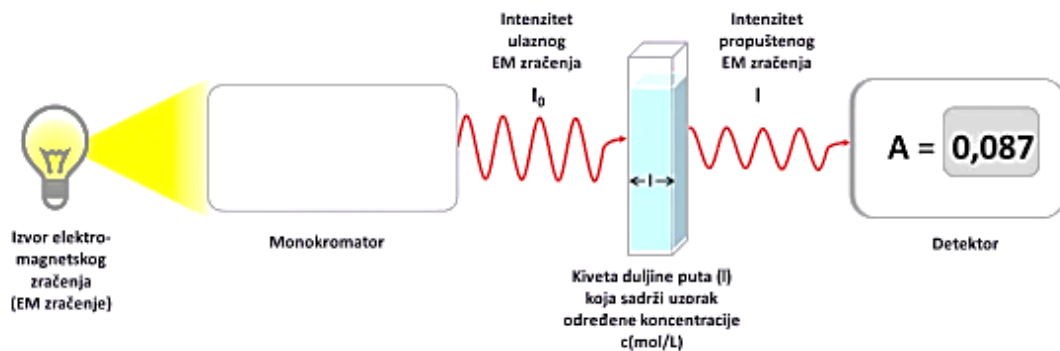


Slika 3.2 Analitička vaga *Shimadzu*

3.1.3. Spektrofotometar

Spektrofotometar je mjerni instrument za analizu spektra elektromagnetskog zračenja, koji mjeri količinu svjetla koju apsorbira određena vrsta molekula u otopini u vidljivom i UV području, odnosno apsorbanciju kao funkciju valne duljine svjetlosti.

Osnovne komponente sustava su volframova i UV lampa kao izvori svjetlosti, monokromator, nosač kivete s uzorkom i detektor (Slika 3.3).



Slika 3.3 Shematski prikaz spektrofotometra¹⁵

Zraka svjetlosti propušta se kroz uzorak te se mjeri intenzitet svjetla koje je prošlo kroz analizirani uzorak (I) i uspoređuje s intenzitetom ulaznog svjetla (I_0). Intenzitet apsorbiranog zračenja u uzorku je proporcionalan koncentraciji tvari koja se određuje.

Apsorpcija svjetlosti kroz otopinu opisuje se Lambert-Beer-ovim zakonom (jedn. 3.1.) pri čemu je ABS apsorbancija pri određenoj valnoj duljini svjetlosti, c koncentracija tvari u otopini [mol dm^{-3}], b duljina puta svjetlosti kroz uzorak [cm] i ϵ molarni apsorpcijski koeficijent [$\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$] karakterističan za svaku molekulsku vrstu i ovisan o valnoj duljini svjetlosti.

$$ABS = \log \frac{I_0}{I} = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (3.1)$$

U ovom radu korišten je spektrofotometar *Shimadzu UV-1800* (Slika 3.4) za praćenje koncentracija glukoze i škroba u reakciji te za praćenje nastanka nanočestica zlata.



Slika 3.4 Spektrofotometar *Shimadzu UV-1800*

3.1.4. Malvern Nanosight LM10

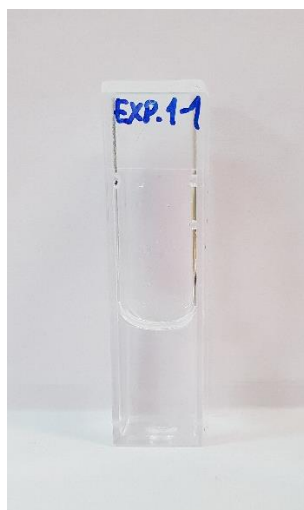
Malvern Nanosight LM10 (Slika 3.5) je uređaj koji se zasniva na NTA metodi (engl. *Nanoparticle Tracking Analysis*, NTA) kojom se karakteriziraju nanočestice od 10 do 2000 nm u otopini. Ova jedinstvena tehnologija koristi svojstva raspršivanja svjetla i Brownovog gibanja kako bi se osigurala analiza raspodjele veličine i koncentracije svih vrsta nanočestica u tekućoj suspenziji, na način da se na pojedinačne nanočestice usmjerava laserska zraka te pri tome nastaje svjetlost na površini otopine koja se raspršuje ovisno o veličini nanočestica i indeksu refrakcije. Raspršena svjetlost i kretanje nanočestica detektira se pomoću mikroskopa i kamere u dvije dimenzije u stvarnom vremenu. Primjenom Stoke-Einsteinove jednadžbe određuje se hidrodinamički promjer nanočestica na temelju praćene putanje pojedine nanočestice u dvije dimenzije te na osnovu srednje kvadratne udaljenosti koju nanočestica prijeđe, dok se koncentracija mjeri po broju čestica u mililitru otopine.



Slika 3.5 Uređaj *Malvern Nanosight LM10*

3.1.5. Kotlasti reaktor

U kotlastom reaktoru se ne izmjenjuju tvari s okolinom za vrijeme reakcije što znači da je kotlasti reaktor zatvoren sustav. U reaktoru se ostvaruje približno idealno miješanje što znači da su u bilo kojoj točki reaktorskog prostora vrijednosti svih parametara približno iste te je uvijek u nestacionarnom načinu rada. U ovom radu korišten je plastični kotlasti reaktor (*Slika 3.6*) volumena 2 mL za sintezu nanočestica zlata pri sobnoj temperaturi.



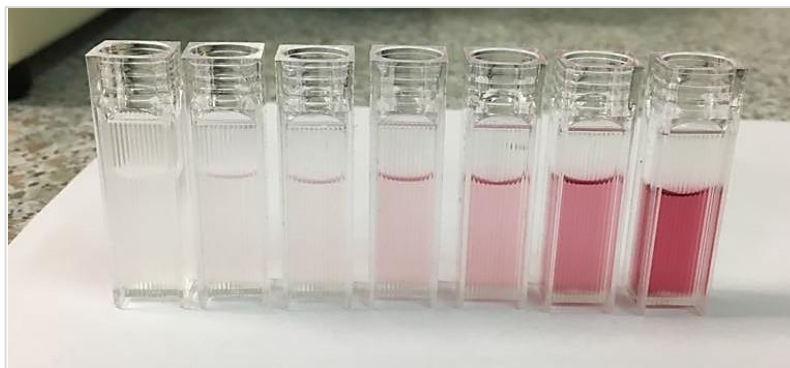
Slika 3.6 Kotlasti reaktor

3.2. ANALITIČKE METODE

3.2.1. Određivanje koncentracije glukoze

Koncentracija glukoze mjerena je spektrofotometrijski na valnoj duljini od 500 nm korištenjem reagensa pripremljenog prema Trinder metodi (Glukoza PAP). Navedeni reagens smjesa je 4-aminoantipirina, glukoza oksidaze (GOD) i peroksidaze (POD) otopljenih u 100 mM fosfatnog pufera s 10 mM fenolom pH $7,4 \pm 0,05$. Otopina reagensa pripremljena je na način da je sadržaj bočice reagensa TR-2000 otopljen u 250 mL pufera.

Za izradu baždarnog dijagrama (*Prilog 1, Slika 8.1*) korištene su standardne otopine glukoze točno određenih koncentracija (*Prilog 1, Tablica 8.1*) pripremljene iz temeljne otopine glukoze koncentracije 100 mM. Volumenu od 10 μL pojedine standardne otopine glukoze dodano je po 1000 μL reagensa i inkubirano 30 minuta nakon čega je izmjerena apsorbancija tako pripremljene otopine u plastičnim kivetama na valnoj duljini od 500 nm (*Slika 3.7*). Rezultat mjerenja je baždarni dijagram, odnosno ovisnost apsorbancije uzorka o koncentraciji glukoze, tj. jednadžba pravca korištena za određivanje koncentracije glukoze u uzorcima prilikom provođenja reakcija.



Slika 3.7 Prikaz plastičnih kivetata sa standardnim otopinama glukoze različitih koncentracija (0 - 30 mM) nakon 30 minuta inkubiranja

3.2.2. Određivanje koncentracije škroba

Koncentracija škroba određivana je pomoću jodnog reagensa na spektrofotometru pri valnoj duljini od 580 nm u kvarcnim kivetama. Jodni reagens je otopina joda koncentracije 5 mM i kalijevog jodida koncentracije 5 mM koja u prisustvu škroba poprima tamno plavo obojenje pri čemu je intenzitet obojenja proporcionalan koncentraciji škroba. Prije svakog korištenja, jodni reagens je 60 minuta termostatiran na sobnoj temperaturi i miješan na magnetskoj miješalici.

Baždarni pravac za određivanje koncentracije škroba dobiven je mjerenjem apsorbanacija otopina točno određenih koncentracija škroba pripremljenih prema *tablici 8.2 (Prilog 2)* iz temeljne otopine škroba koncentracije 20 g dm^{-3} . U kvarcne kivete dodani su određeni volumeni vode i otopine škroba točno određene koncentracije te 0,9 mL jodnog reagensa. Otopina je homogenizirana te je izmjerena apsorbanacija na 580 nm. Prema dobivenom baždarnom dijagramu (*Prilog 2, Slika 8.2*), tj. korištenjem dobivene jednadžbe pravca izračunate su i koncentracije škroba u uzorcima tijekom reakcija koje su provedene.

3.2.3. Određivanje apsorpcijskog spektra nanočestica zlata

U svrhu praćenja sinteze nanočestica zlata, tijekom reakcije su mjereni apsorpcijski spektri uzoraka izuzetih iz reaktora u rasponu od 450 do 700 nm korištenjem UV-VIS spektrofotometra. Karakteristični pikovi u području između 500 do 550 nm ukazuju na nastanak nanočestica zlata. Mjerenja su provedena u kvarcnim kivetama.

3.2.4. NTA metoda

Za određivanje veličine i koncentracije sintetiziranih nanočestica korištena je NTA metoda, odnosno uređaj *Malvern Nanosight LM10*.

Uzorci su razrijeđeni 100 puta i plastičnom injekcijom injektirani u komoru uređaja. Na uzorak se usmjerava laserska zraka pri čemu nastaje svjetlost na površini otopine koja se raspršuje ovisno o veličini nanočestica i indeksu refleksije.

3.3 REAKTORSKI EKSPERIMENTI

3.3.1. Sinteza nanočestica zlata

Nanočestice zlata sintetizirane su u plastičnim kotlastim reaktorima volumena 2 mL, reakcijom soli zlata HAuCl_4 , škroba i glukoze u 0,1 M fosfatnom puferu pH 7. Provedeno je ukupno dvanaest eksperimenata kroz koje je ispitivan utjecaj različitih koncentracija glukoze, odnosno različitih koncentracija soli zlata HAuCl_4 , na sintezu zlatnih nanočestica. Popis provedenih eksperimenata prikazan je u *tablici 3.1*.

Tablica 3.1 Plan provedenih eksperimenata

| EKSPERIMENT | $c(\text{HAuCl}_4)$ [mM] | $c(\text{glukoza})$ [mM] | γ (škrob) [mg/mL] |
|-------------|--------------------------|--------------------------|--------------------------|
| EXP.1-1 | 0.1 | 10 | 1% |
| EXP.1-2 | 0.3 | 10 | 1% |
| EXP.1-3 | 0.6 | 10 | 1% |
| EXP.1-4 | 1 | 10 | 1% |
| | | | |
| EXP.2-1 | 0.1 | 7 | 1% |
| EXP.2-2 | 0.3 | 7 | 1% |
| EXP.2-3 | 0.6 | 7 | 1% |
| EXP.2-4 | 1 | 7 | 1% |
| | | | |
| EXP.3-1 | 0.1 | 5 | 1% |
| EXP.3-2 | 0.3 | 5 | 1% |
| EXP.3-3 | 0.6 | 5 | 1% |
| EXP.3-4 | 1 | 5 | 1% |

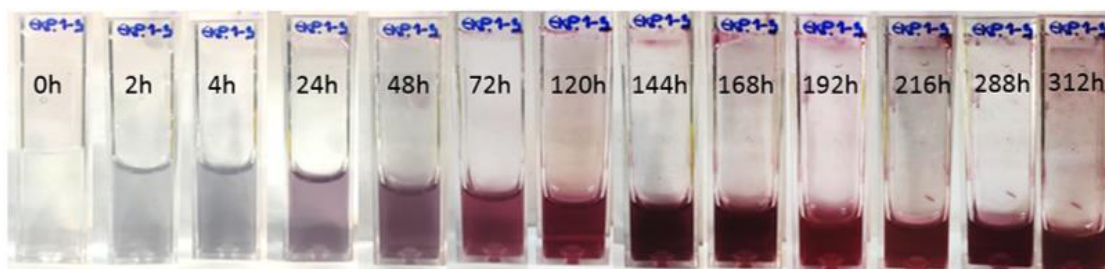
Postupak provedbe eksperimenata jednak je u sva tri seta. Za početak, prvo su pripremljene temeljne otopine soli zlata, glukoze i škroba. Temeljna otopina soli zlata koncentracije 10 mM, pripremljena je otapanjem 0,0020 g soli HAuCl_4 u 0,5 mL fosfatnog pufera. Temeljna otopina glukoze koncentracije 50 mM, pripremljena je otapanjem 0,018 g glukoze u 2 mL fosfatnog pufera, dok je temeljna otopina škroba koncentracije 20 g/L pripremljena je otapanjem 0,5 g škroba u 25 mL redestilirane vode.

Reakcije su pokrenute na način da je u reaktor stavljen određen volumen fosfatnog pufera, otopine glukoze i škroba čemu je konačno dodan točno određen volumen temeljne otopine HAuCl_4 . Sastav pojedinog reaktora prikazan je u *tablici 3.2*.

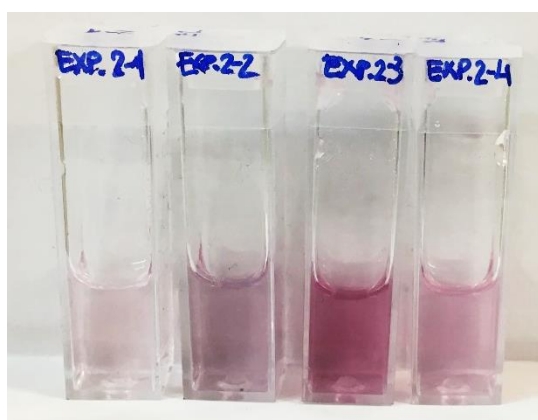
Tablica 3.2. Sastav reaktora pojedinog eksperimenta

| EKSPERIMENTI | V (HAuCl_4, t.o.) [μL] | V (glukoza, t.o.) [μL] | V (škrob, t.o.) [μL] | V (pufer) [μL] |
|---------------------|---|---|---|---|
| <i>EXP.1-1</i> | 20 | 400 | 1000 | 580 |
| <i>EXP.1-2</i> | 60 | 400 | 1000 | 540 |
| <i>EXP.1-3</i> | 120 | 400 | 1000 | 480 |
| <i>EXP.1-4</i> | 200 | 400 | 1000 | 400 |
| | | | | |
| <i>EXP.2-1</i> | 20 | 280 | 1000 | 580 |
| <i>EXP.2-2</i> | 60 | 280 | 1000 | 540 |
| <i>EXP.2-3</i> | 120 | 280 | 1000 | 480 |
| <i>EXP.2-4</i> | 200 | 280 | 1000 | 400 |
| | | | | |
| <i>EXP.3-1</i> | 20 | 200 | 1000 | 580 |
| <i>EXP.3-2</i> | 60 | 200 | 1000 | 540 |
| <i>EXP.3-3</i> | 120 | 200 | 1000 | 480 |
| <i>EXP.3-4</i> | 200 | 200 | 1000 | 400 |

U određenim vremenskim intervalima praćene su pH vrijednost otopine, apsorpcijski spektar otopine, koncentracija glukoze i koncentracija škroba (Slike 3.8 i 3.9). Vrijednost pH izmjerena je pomoću pH-metra, uranjanjem elektrode u reaktor te očitanjem pH vrijednosti na samome pH-metru. Spektar je izmjeren u području 450-700 nm analizom otopine na UV-VIS spektrofotometru na način da je iz reaktora pipetom uzeto 1000 μ L uzorka i prebačeno u kvarcnu kivetu koja je zatim postavljena u spektrofotometar. Koncentracija glukoze u otopini reaktora određena je *Glukoza PAP* testom, postupkom opisanim u poglavlju 3.2.1., dok je koncentracija škroba u otopini određena pomoću jednog reagensa postupkom opisanim u poglavlju 3.2.2. Koncentracije glukoze i škroba iz reaktora proračunate su korištenjem prethodno dobivenih jednadžbi pravaca uz glukozu, odnosno škrob.



Slika 3.8 Tijek reakcije eksperimenta 1-3



Slika 3.9 Reakcijske otopine 2. seta reakcije 24 sata nakon pokretanja reakcije

4. REZULTATI I RASPRAVA

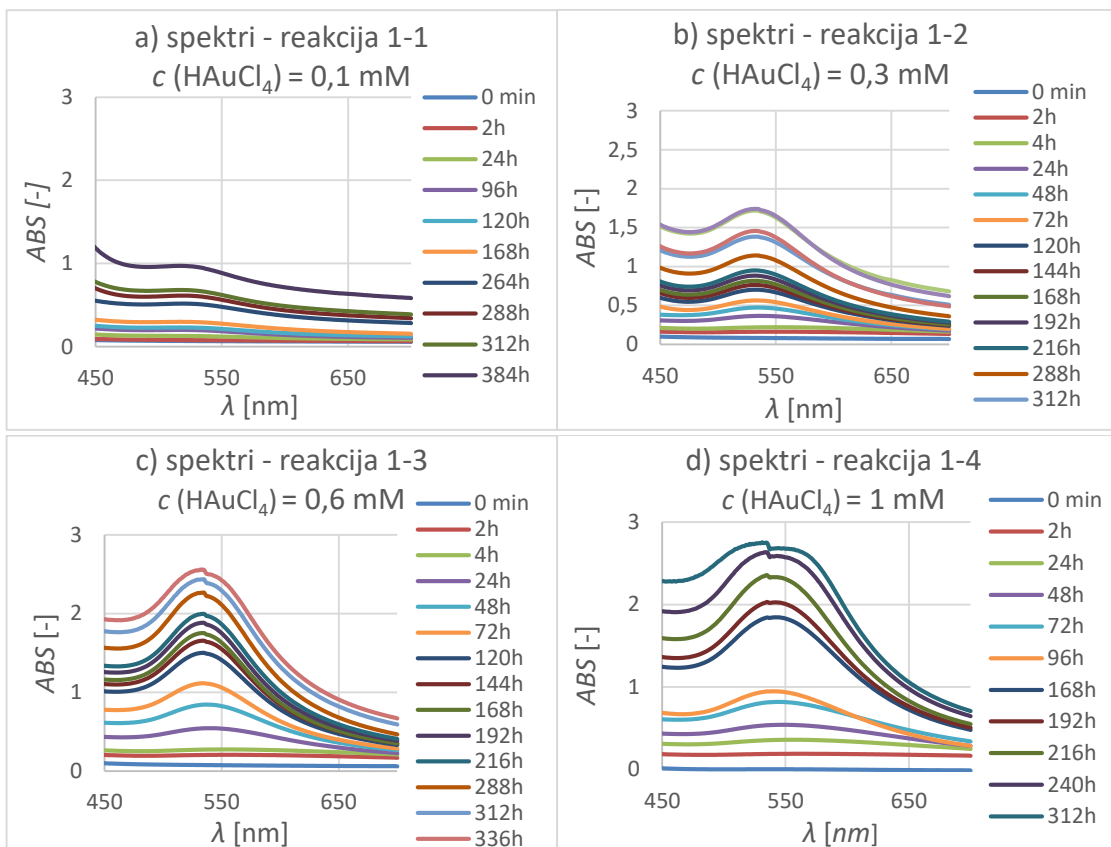
U ovom radu provedeno je ispitivanje uvjeta sinteze nanočestica zlata uz glukozu. Cilj je bio odrediti prikladne uvjete za sintezu nanočestica zlata što veće koncentracije i što manjih veličina te ispitati utjecaj koncentracije glukoze na brzinu nastajanja nanočestica zlata. Ispitivanje je provedeno na svjetlu, pri sobnoj temperaturi i u prisustvu kisika.

4.1. ISPITIVANJE UVJETA SINTEZE NANOČESTICA ZLATA

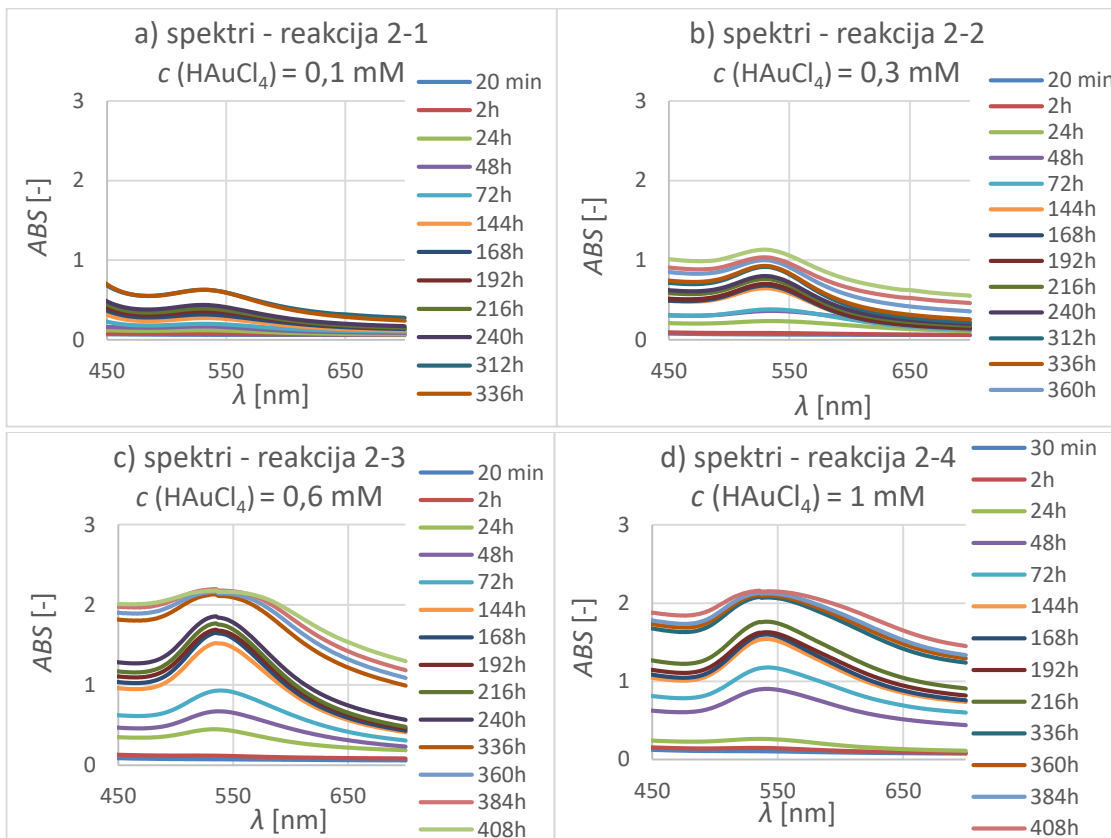
Provođenjem 12 eksperimenata (*Tablica 3.2*), sintetizirane su nanočestice zlata. Reakcije su praćene spektrofotometrijski, a sintetizirane nanočestice karakterizirane su NTA metodom.

4.1.1. Praćenje sinteze nanočestica zlata

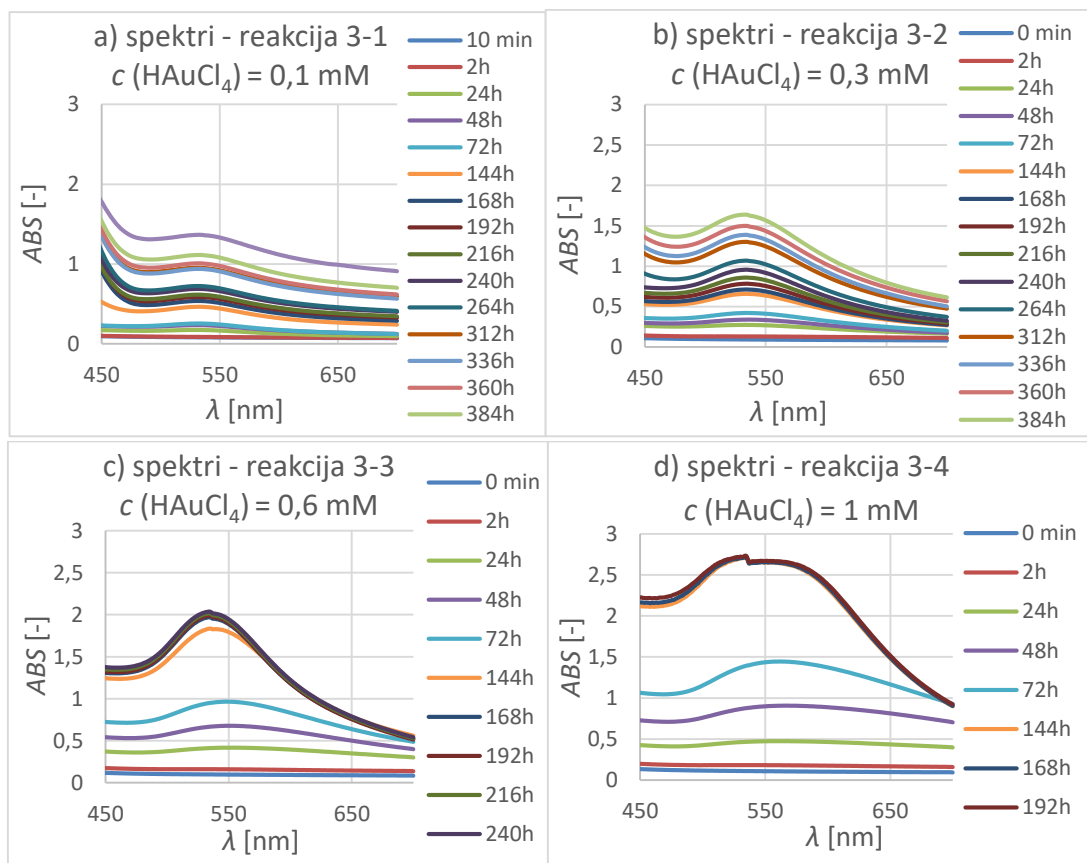
Nastajanje nanočestica zlata praćeno je snimanjem spektra u području od 450 do 700 nm te je u svim eksperimentima uočen porast apsorpcijskih spektara tijekom reakcije, odnosno nastanak i porast maksimuma apsorpcijskog pika u području između 500 i 550 nm koji, prema literaturno dostupnim podacima, odgovara nanočesticama zlata (*Slike 4.1-4.3 a-d*).



Slika 4.1 a-d Prikaz porasta apsorbancijskih spektara tijekom sinteze nanočestica zlata u pojedinoj reakciji seta 1 ($c(\text{glukoza}) = 10 \text{ mM}$)

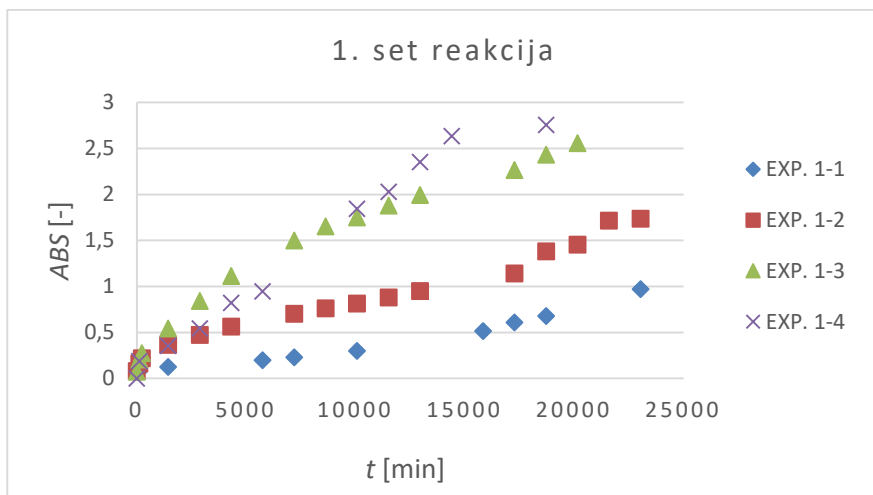


Slika 4.2 a-d Prikaz porasta apsorbancijskih spektara tijekom sinteze nanočestica zlata u pojedinoj reakciji seta 2 ($c(\text{glukoza}) = 7 \text{ mM}$)

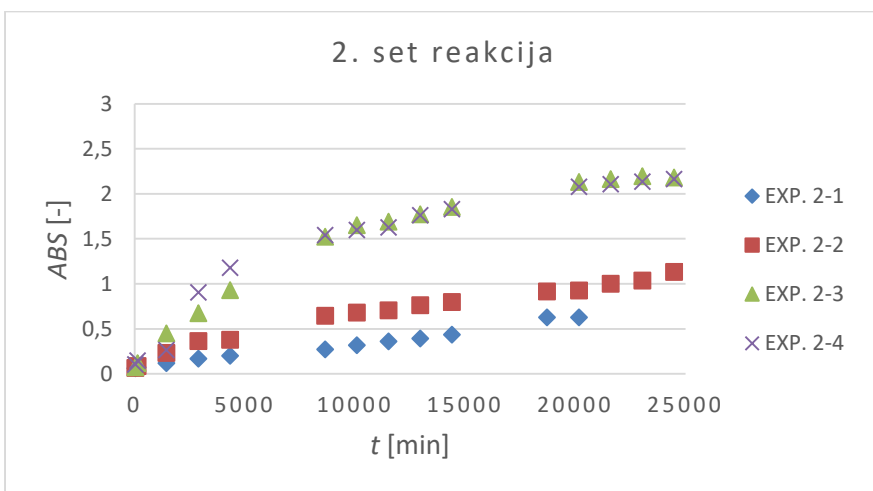


Slika 4.3 a-d Prikaz porasta apsorpcijskih spektara tijekom sinteze nanočestica zlata u pojedinoj reakciji seta 3 ($c(\text{glukoza}) = 5 \text{ mM}$)

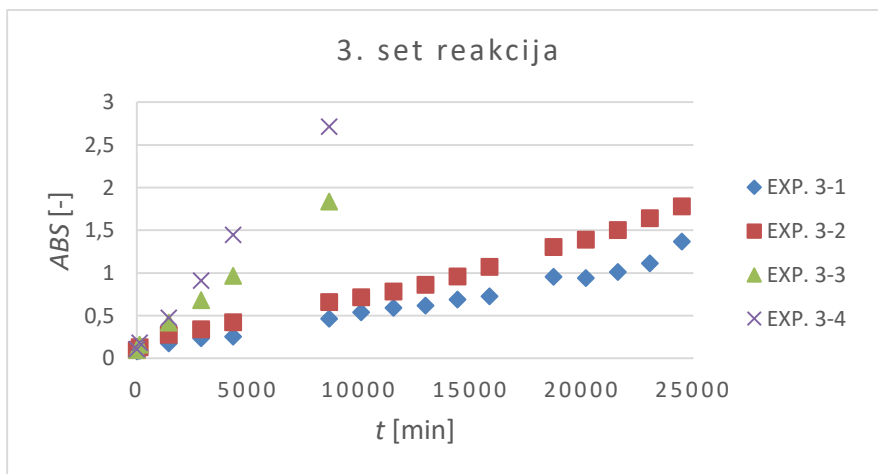
Iz prethodno prikazanih apsorpcijskih spektara, određeni su i apsorpcijski maksimumi u određenom vremenu za svaku reakciju te su prikazani u ovisnosti o vremenu trajanja reakcije (*Slika 4.4 – 4.6*). Vidljivo je kako je prisutan gotovo linearni porast maksimalne apsorpcije sintetiziranih nanočestica zlata s vremenom trajanja reakcije sinteze. Na *slici 4.7* prikazana je ovisnost konačne maksimalne apsorpcije postignute u pojedinom eksperimentu u ovisnosti o početnoj koncentraciji HAuCl_4 u reaktoru te se može zaključiti kako porastom koncentracije HAuCl_4 rastu i maksimalne apsorpcije snimljenih spektara što upućuje na sintezu više nanočestica zlata uz višu početnu koncentraciju HAuCl_4 . Porast apsorpcije je linearan do koncentracije HAuCl_4 od 0,6 mM nakon čega usporava.



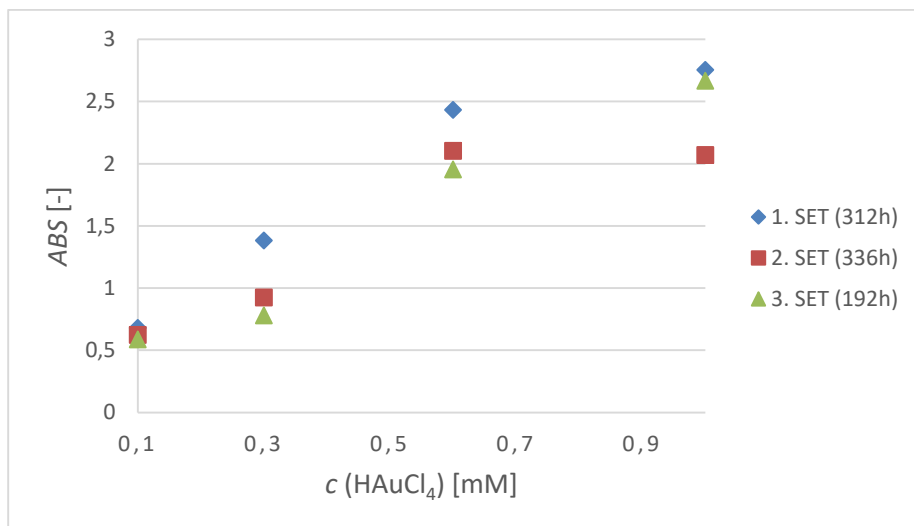
Slika 4.4 Porast maksimalnih apsorbancija u ovisnosti o vremenu trajanja reakcije u 1. setu eksperimenata ($c(\text{glukoza}) = 10 \text{ mM}$)



Slika 4.5 Porast maksimalnih apsorbancija u ovisnosti o vremenu trajanja reakcije u 2. setu eksperimenata ($c(\text{glukoza}) = 7 \text{ mM}$)

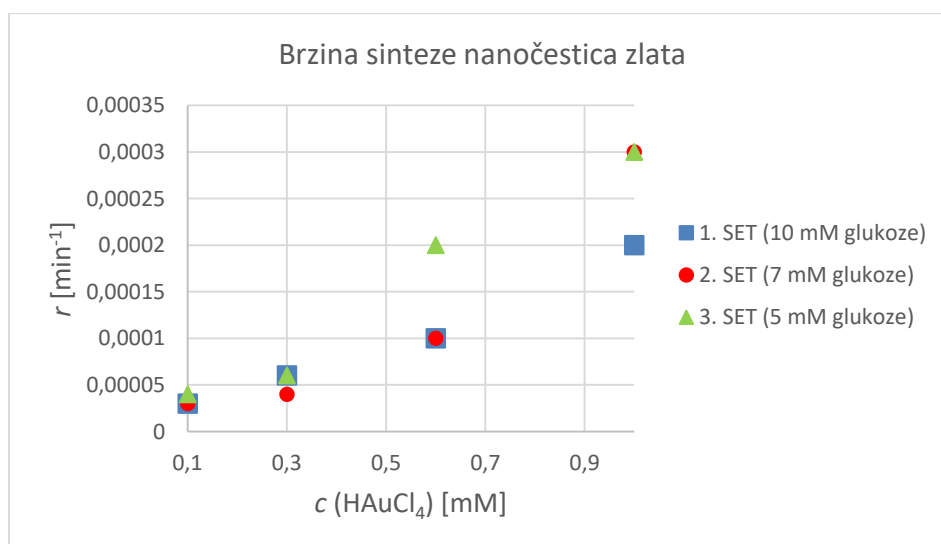


Slika 4.6 Porast maksimalnih apsorbancija u ovisnosti o vremenu trajanja reakcije u 3. setu eksperimenata ($c(\text{glukoza}) = 5 \text{ mM}$)



Slika 4.7 Ovisnost maksimalnih postignutih apsorbancija sintetiziranih nanočestica zlata o koncentraciji HAuCl₄

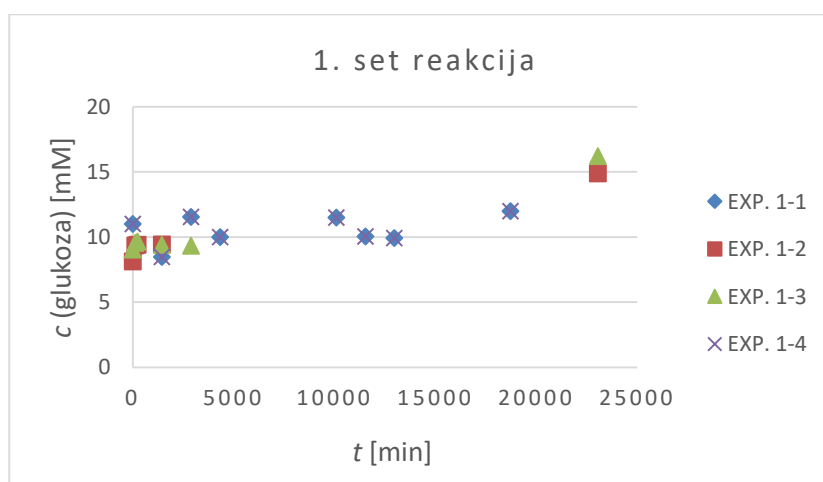
Na temelju promjene apsorbancije s vremenom (*Slika 4.4-4.6*), procijenjene su brzine reakcije sinteze nanočestica zlata. Rezultati su prikazani na *slici 4.8* te je vidljivo je kako je brzina nastajanja nanočestica veća što je veća koncentracija HAuCl₄. Isto tako, brzina promatranih reakcija nešto je veća pri nižim koncentracijama glukoze. Iz navedenog se može zaključiti da glukoza iako je reducens ima i inhibirajući učinak na brzinu reakcije redukcije zlata, odnosno sinteze nanočestica.



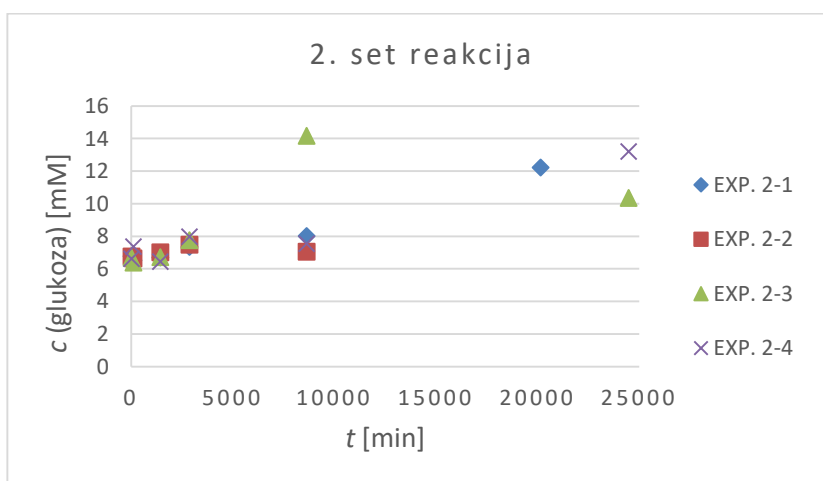
Slika 4.8 Procijenjene brzine nastajanja nanočestica zlata u ovisnosti o koncentraciji HAuCl₄ pri različitim koncentracijama glukoze

4.1.2. Utjecaj glukoze na sintezu

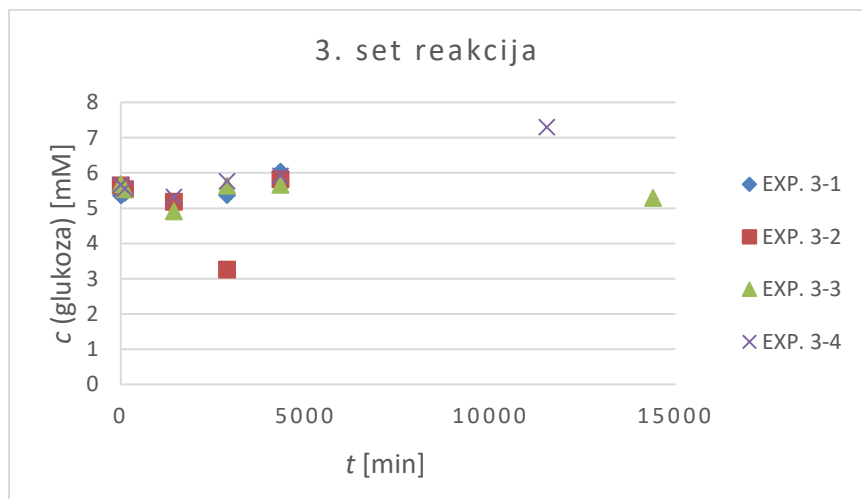
Koncentracija glukoze u pojedinom reaktoru praćena je spektrofotometrijski u određenim vremenskim intervalima tijekom reakcija sinteze nanočestica zlata. Dobiveni rezultati prikazani su na *slikama 4.9 – 4.11* kao ovisnost koncentracije glukoze o vremenu trajanja reakcije. Vidljivo je kako je uglavnom u svim reakcijama došlo do porasta koncentracije glukoze s vremenom trajanja reakcije što se može objasniti isparavanjem reakcijske otopine, odnosno njenim koncentriranjem tijekom trajanja reakcije. Na *slici 4.12* prikazana je ovisnost maksimalno dobivenih apsorbancija pojedine reakcije o početnoj koncentraciji glukoze u reakcijskoj otopini na temelju koje je zaključeno kako početna koncentracija glukoze ima blagi utjecaj na reakciju sinteze nanočestica zlata, odnosno kako se nešto veće maksimalne apsorbancije nanočestica zlata postižu pri višim početnim koncentracijama glukoze.



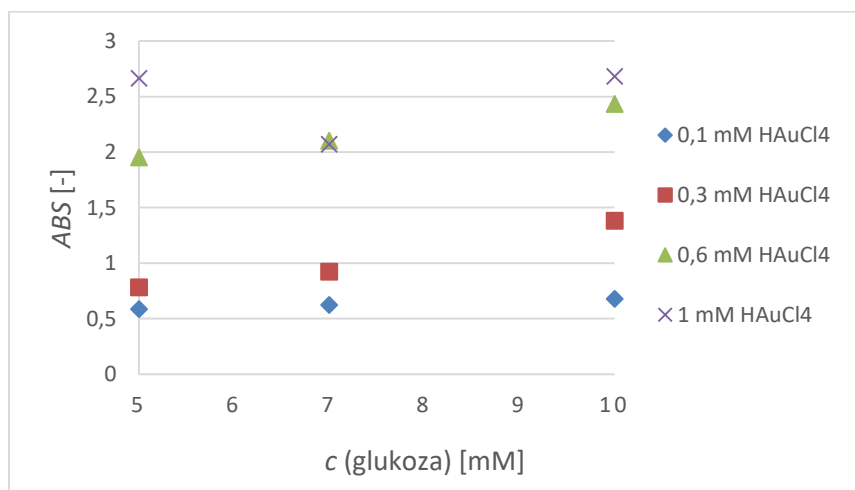
Slika 4.9 Promjena koncentracije glukoze s vremenom trajanja reakcije u 1. setu



Slika 4.10 Promjena koncentracije glukoze s vremenom trajanja reakcije u 2. setu



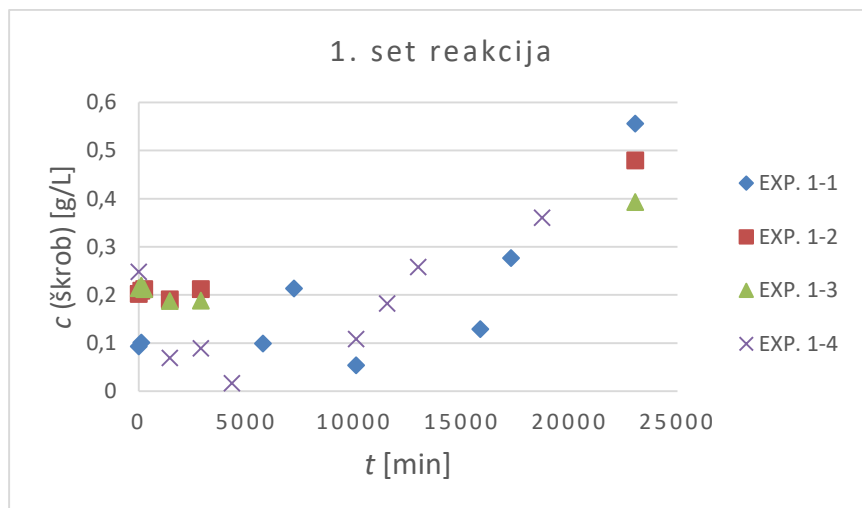
Slika 4.11 Promjena koncentracije glukoze s vremenom trajanja reakcije u 3. setu



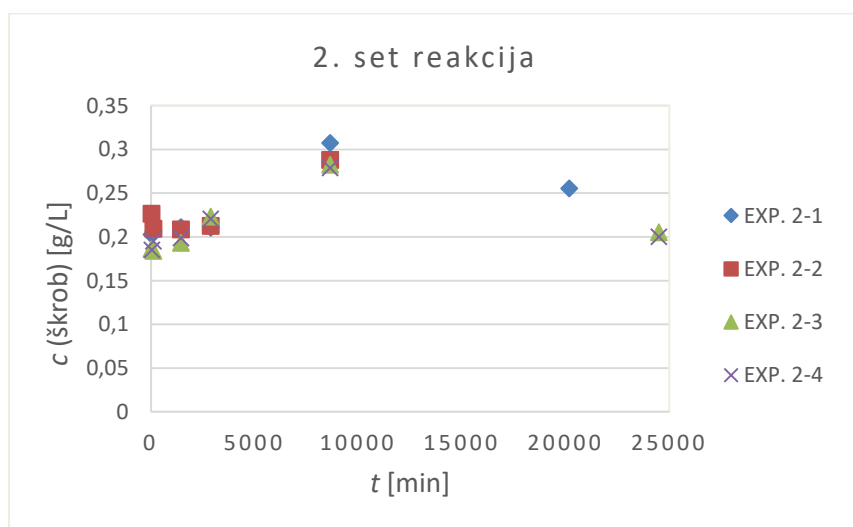
Slika 4.12 Ovisnost maksimalne apsorbancije nanočestica zlata o početnoj koncentraciji glukoze

4.1.3 Praćenje koncentracije škroba tijekom reakcije

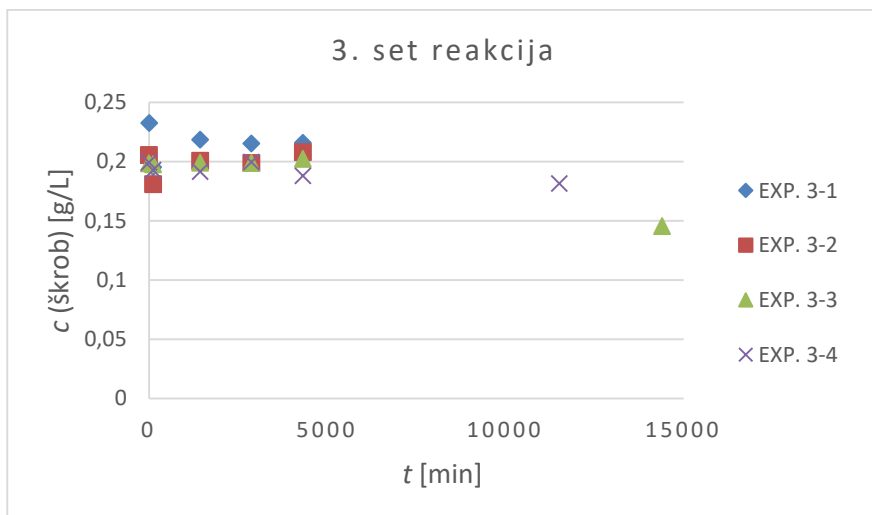
Koncentracija škroba u reakcijskoj otopini tijekom sinteze nanočestica zlata praćena je spektrofotometrijski, a rezultati su prikazani na *slikama 4.13-4.15* kao ovisnost određene koncentracije škroba o vremenu trajanja reakcije. Vidljivo je kako ne dolazi do značajne promjene koncentracije škroba tijekom reakcija.



Slika 4.13 Promjena koncentracije škroba s vremenom trajanja reakcije u 1. setu



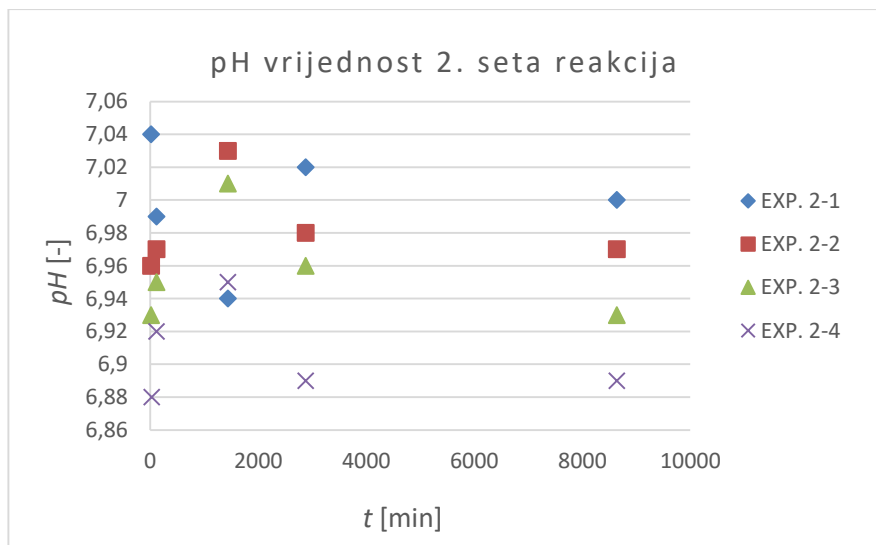
Slika 4.14 Promjena koncentracije škroba s vremenom trajanja reakcije u 2. setu



Slika 4.15 Promjena koncentracije škroba s vremenom trajanja reakcije u 3. setu

4.1.4. Praćenje pH tijekom reakcije

Tijekom sinteze nanočestica zlata, praćena je pH vrijednost, a rezultati jednog od seta eksperimenata prikazani su na *slici 4.16*. Vidljivo je kako ne dolazi do značajne promjene pH vrijednosti tijekom reakcija, isto kao i kod ostalih setova eksperimenata.



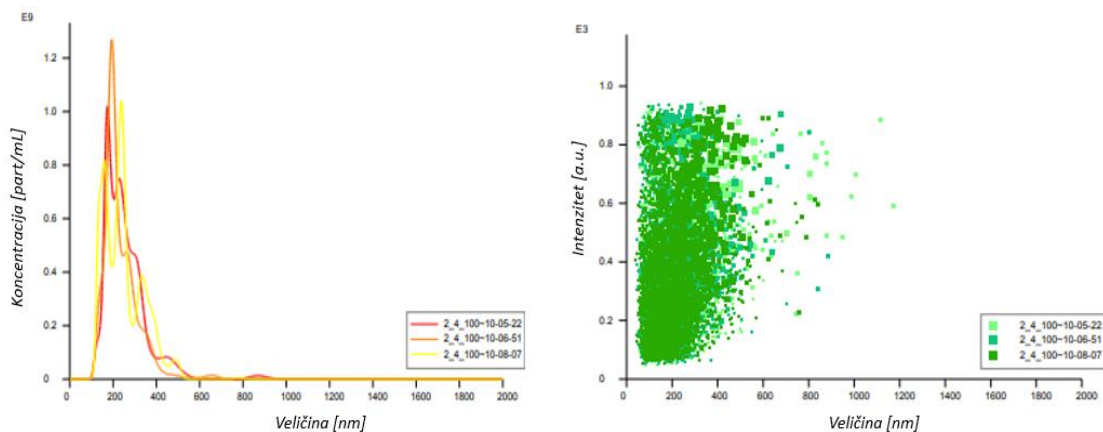
Slika 4.16 Promjena pH vrijednosti s vremenom trajanja reakcije u 2. setu

4.2. KARAKTERIZACIJA SINTETIZIRANIH NANOČESTICA ZLATA

Nanočestice zlata sintetizirane u ovom radu karakterizirane su NTA analizom. Kao rezultat analize, dobivene su veličine i koncentracije sintetiziranih čestica zlata prikazane u *tablici 4.1*. Na *slici 4.17* prikazana je raspodjela veličine sintetiziranih nanočestica zlata u eksperimentu 2-4 s obzirom na intenzitet raspršene svjetlosti i koncentraciju čestica, kao primjer rezultata dobivenog NTA analizom.

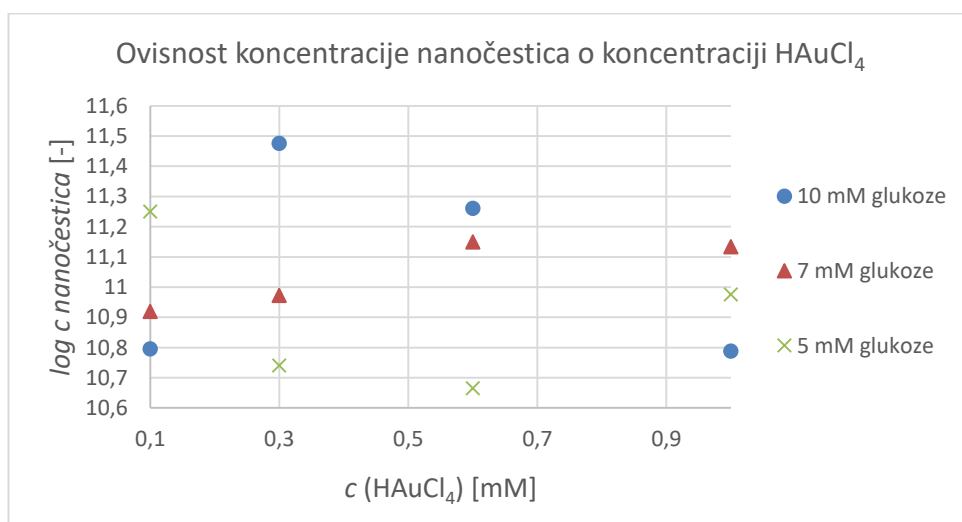
Tablica 4.1 Dobiveni rezultati NTA analize

| EXP. | c (HAuCl ₄) [mM] | c (glukoza) [mM] | škrob | veličina čestica (mod)[nm] | c (čestica) [part/mL] | log c [-] |
|------|------------------------------|------------------|-------|----------------------------|-----------------------|-----------|
| 1-1 | 0,1 | 10 | 1% | 216,2 | 6,25E+10 | 10,79588 |
| 1-2 | 0,3 | 10 | 1% | 191,7 | 2,99E+11 | 11,47567 |
| 1-3 | 0,6 | 10 | 1% | 193,4 | 1,82E+11 | 11,26007 |
| 1-4 | 1 | 10 | 1% | 207,3 | 6,14E+10 | 10,78817 |
| 2-1 | 0,1 | 7 | 1% | 184,7 | 8,30E+10 | 10,91908 |
| 2-2 | 0,3 | 7 | 1% | 202,6 | 9,38E+10 | 10,97220 |
| 2-3 | 0,6 | 7 | 1% | 199,8 | 1,41E+11 | 11,14922 |
| 2-4 | 1 | 7 | 1% | 183,9 | 1,36E+11 | 11,13354 |
| 3-1 | 0,1 | 5 | 1% | 198,6 | 1,78E+11 | 11,25042 |
| 3-2 | 0,3 | 5 | 1% | 183,9 | 5,50E+10 | 10,74036 |
| 3-3 | 0,6 | 5 | 1% | 218,3 | 4,62E+10 | 10,66464 |
| 3-4 | 1 | 5 | 1% | 212,9 | 9,46E+10 | 10,97589 |

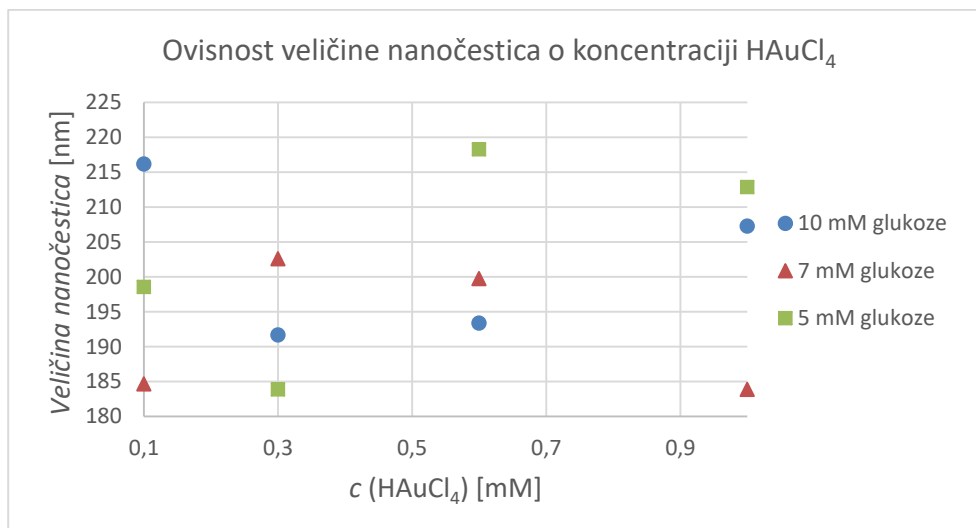


Slika 4.17 Prikaz raspodjele veličine sintetiziranih nanočestica zlata u eksperimentu 2-4 s obzirom na koncentraciju čestica i intenzitet raspršene svjetlosti

Iz ovisnosti dobivenih koncentracija sintetiziranih nanočestica o koncentraciji HAuCl_4 (Slika 4.18) može se uočiti kako nešto više čestica nastaje pri srednjim koncentracijama HAuCl_4 uz srednju i višu koncentraciju glukoze. Najmanje čestice sintetizirane su pri srednjim i nižim koncentracijama HAuCl_4 (Slika 4.19) bez obzira na koncentraciju glukoze u reaktoru.

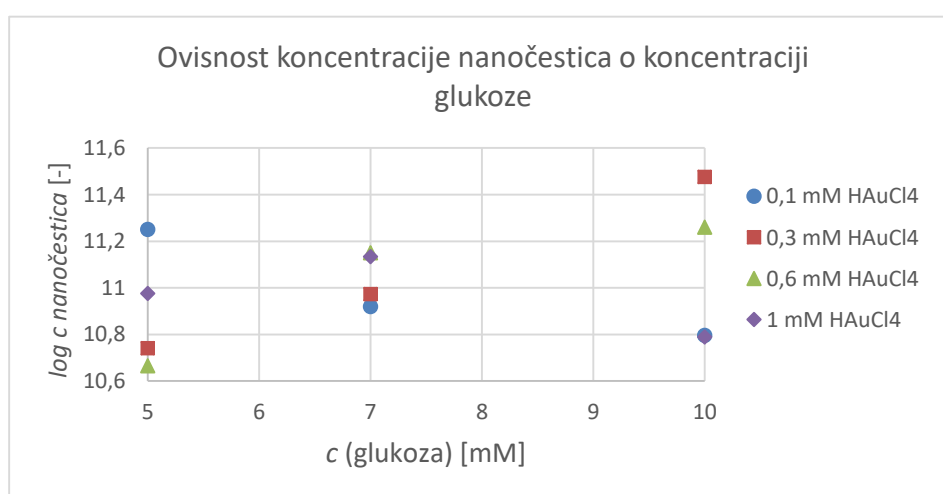


Slika 4.18 Prikaz ovisnosti koncentracije nanočestica o koncentraciji HAuCl_4

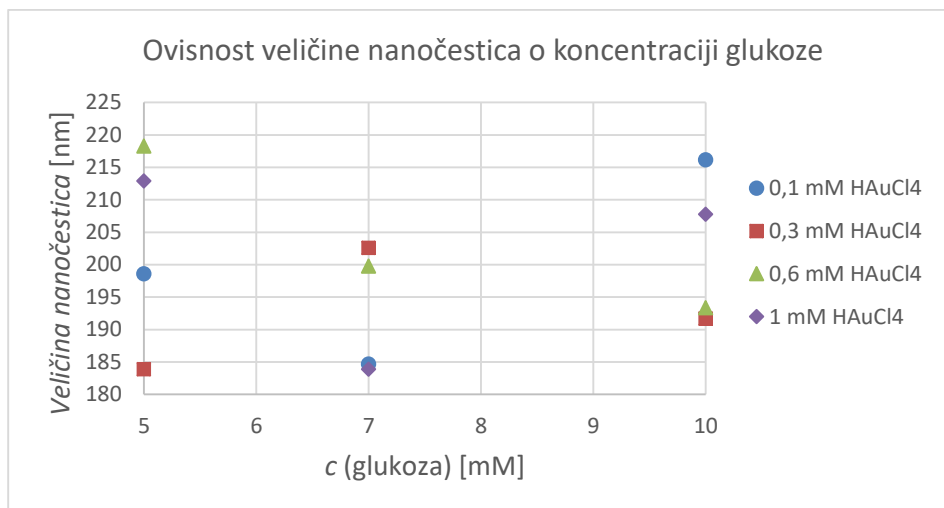


Slika 4.19 Prikaz ovisnosti veličine nanočestica o koncentraciji HAuCl₄

Utjecaj koncentracije glukoze u reaktoru na koncentraciju sintetiziranih nanočestica prikazan je na slici 4.20. Može se zaključiti kako je prisutan porast koncentracije sintetiziranih nanočestica s porastom koncentracije glukoze u slučaju njihove sinteze uz srednje koncentracije HAuCl₄. U slučaju kada je za sintezu korištena najmanja, odnosno najveća koncentracija HAuCl₄, najviše čestica nastalo je pri najnižoj, odnosno srednjoj ispitanoj koncentraciji glukoze. Prema prikazu ovisnosti veličine sintetiziranih nanočestica o koncentraciji glukoze (Slika 4.21), može se zaključiti kako veličina nanočestica gotovo i ne ovisi o koncentraciji glukoze. Iako ne postoji pravilna ovisnost, ipak su nešto manje nanočestice nastale pri manjim koncentracijama glukoze uz niže koncentracije HAuCl₄, odnosno višim koncentracijama glukoze uz više koncentracije HAuCl₄.



Slika 4.20 Prikaz ovisnosti koncentracije nanočestica o koncentraciji glukoze



Slika 4.21 Prikaz ovisnosti veličine nanočestica o koncentraciji glukoze

5. ZAKLJUČAK

U ovom radu sintetizirane su nanočestice zlata korištenjem glukoze kao reducensa. S ciljem sinteze što veće koncentracije što manje veličine, provedeno je 12 eksperimenata, odnosno ispitan je utjecaj različitih koncentracija glukoze i HAuCl_4 na reakciju sinteze nanočestica zlata na sobnoj temperaturi uz prisustvo svjetlosti i kisika.

Porastom koncentracije HAuCl_4 rastu i maksimalne apsorbancije snimljenih spektara što upućuje na sintezu više nanočestica zlata uz višu početnu koncentraciju HAuCl_4 . Pri višim početnim koncentracijama glukoze, nešto su veće maksimalne apsorbancije nanočestica zlata, odnosno početna koncentracija glukoze ima blagi utjecaj na reakciju sinteze nanočestica zlata. Brzina nastajanja nanočestica veća je pri većim koncentracijama HAuCl_4 i nižim koncentracijama glukoze.

Porast koncentracije sintetiziranih nanočestica zlata prisutan je s porastom koncentracije glukoze u slučaju njihove sinteze uz srednje koncentracije HAuCl_4 , dok je, pri najmanjoj i najvećoj koncentraciji HAuCl_4 , nastalo najviše čestica pri srednjoj ispitanoj koncentraciji glukoze. Veličina sintetiziranih nanočestica zlata gotovo i ne ovisi o koncentraciji glukoze, no pri manjim koncentracijama glukoze uz niže koncentracije HAuCl_4 , odnosno pri višim koncentracijama glukoze uz više koncentracije HAuCl_4 , nastale su nešto manje nanočestice zlata.

6. POPIS SIMBOLA I KRATICA

Simboli

| | |
|------------|---|
| b | duljina puta svjetlosti kroz uzorak [cm] |
| c | koncentracija tvari u otopini [mol dm^{-3}] |
| ϵ | molarni apsorpcijski koeficijent [$\text{dm}^3 \text{mol}^{-1} \text{cm}^{-1}$] |
| γ | masena koncentracija tvari u otopini [mg/mL] |
| I | intenzitet svjetla koje je prošlo kroz analizirani uzorak [-] |
| I_0 | intenzitet ulaznog svjetla [-] |
| λ | valna duljina zračenja [nm] |
| r | brzina reakcije [min^{-1}] |
| t | vrijeme [min] |
| V | volumen [μL] |

Kratice

| | |
|-----|--|
| ABS | apsorbancija |
| NTA | karakterizacija nanočestica (engl. <i>Nanoparticle Tracking Analysis</i>) |
| SPR | površinska plazmonska rezonanca (engl. <i>surface plasmon resonance</i>) |
| TEM | transmisijski elektronski mikroskop |

7. LITERATURA

1. Helland A., Kastenholz H., Development of nanotechnology in light of sustainability, *J. Clean. Prod.*, 16 (2008) 885-888.
2. Wongmaneea K., Khuanamkama S., Chairam S., Gold nanoparticles stabilized by starch polymer and their use as catalyst in homocoupling of phenylboronic acid, *Journal of King Saud University – Science*, 29 (2017) 547-552.
3. Strambeanu N., Demetrovici L., Dragos D., Lungu M., Nanoparticles: Definition, Classification and General Physical Properties,, *Nanoparticles' Promises and Risks*, Switzerland, Springer International Publishing, 1 (2015) 3-8.
4. Daniel M. C., Astruc D., *Gold Nanoparticles: Assembly, Supramolecular Chemistry, Quantum-Size-Related Properties, and Applications toward Biology, Catalysis, and Nanotechnology*, *Chem. Rev.*, 104 (2004) 293-346.
5. Engelbrekt C., Sørensen K. H., Zhang J., Welinder A. C., Jensen P. S., Ulstrup J., Green synthesis of gold nanoparticles with starch-glucose and application in bioelectrochemistry, *J. Mater. Chem.*, 19 (2009) 7839-7847.
6. Kurajica S., Lučić Blagojević S., *Uvod u nanotehnologiju*, Hrvatsko društvo kemijskih inženjera i tehnologa, Zagreb, 2017., str. 2-10.
7. Dhand C., Dwivedi N., Loh X. J., Jie Ying A. N., Verma N. K., Beuerman R. W., Lakshminarayanan R., Ramakrishna S., Methods and strategies for the synthesis of diverse nanoparticles and their applications: a comprehensive overview, *RSC. Adv.*, 5 (2015) 105003–105037.
8. Li X., Xu H., Chen Z.S., Chen G., Biosynthesis of Nanoparticles by Microorganisms and Their Applications, *J. Nanomater.*, 2011 (2011) 1-16.
9. Yeh Y. C., Creran B., Rotello V. M., *Gold Nanoparticles: Preparation, Properties, and Applications in Bionanotechnology*, *Nanoscale*, 4 (2012) 1871-1880.
10. Drescher D. G., Selvakumar D., Drescher M. J., Analysis of Protein Interactions by Surface Plasmon Resonance, *Adv. Protein Chem. Struct. Biol.*, 110 (2018) 1-30.
11. Pezo A., (2018), Karakterizacija nanočestica srebra i njihova interakcija s alfa kiselim glikoproteinom, Diplomski rad, Zagreb: Farmaceutsko-biokemijski fakultet, str. 1-2.
12. <https://www.sigmaaldrich.com/technical-documents/articles/materials-science/nanomaterials/gold-nanoparticles.html> (pristup 4. 8. 2019.)

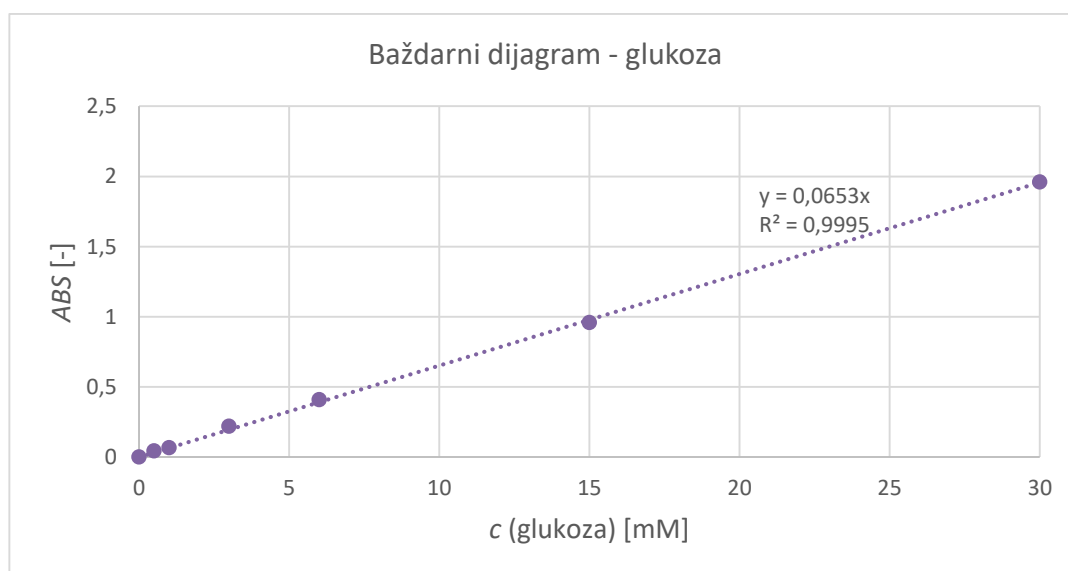
13. <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3284> (pristup 8. 5. 2019.)
14. Herizchi R., Abbasi E., Milani M., Akbarzadeh A., Current methods for synthesis of gold nanoparticles, *Artif. Cell. Nanomed. B.*, 44 (2016) 596-602.
15. Strelec I., Kovač T., (2013), *Praktikum iz biokemije*, Skripta, Osijek: Prehrambeno-tehnološki fakultet

8. PRILOZI

Prilog 1

Tablica 8.1 Sastav otopina za određivanje baždarnog dijagrama - glukoza

| | c (glukoza) [mM] | V (uzorak) [μL] | V (glukoza, t.o.) [μL] | V (pufer) [μL] | ABS [-] |
|----|---------------------|--------------------|---------------------------|-------------------|---------|
| SP | 0 | 1000 | 0 | 1000 | 0 |
| 2 | 0,5 | 1000 | 5 | 995 | 0,044 |
| 3 | 1 | 1000 | 10 | 990 | 0,067 |
| 4 | 3 | 1000 | 30 | 970 | 0,220 |
| 5 | 6 | 1000 | 60 | 940 | 0,409 |
| 6 | 15 | 1000 | 150 | 850 | 0,960 |
| 7 | 30 | 1000 | 300 | 700 | 1,961 |

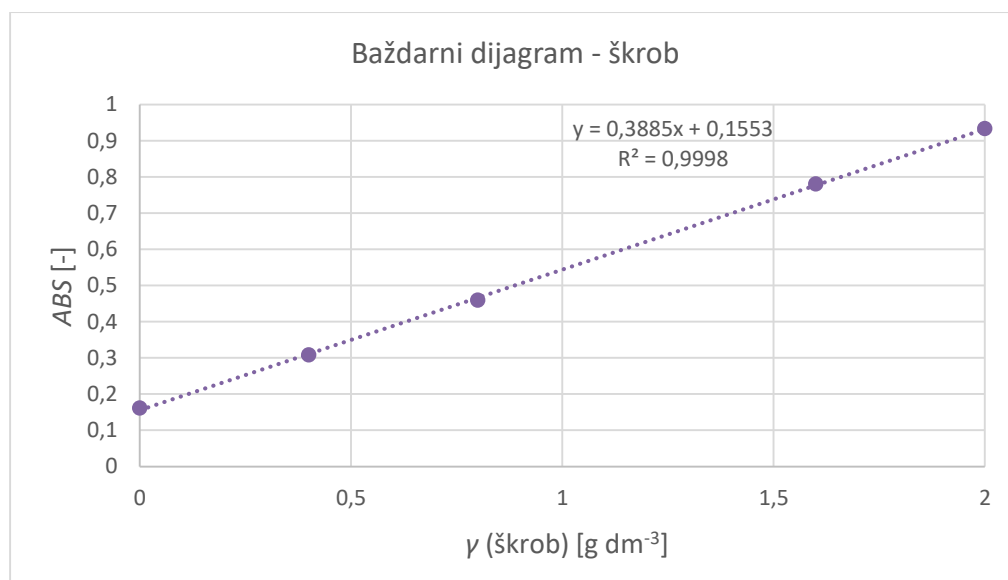


Slika 8.1 Baždarni dijagram za određivanje koncentracije glukoze
(c(glukoza) = 0 – 30 mM)

Prilog 2

Tablica 8.2 Sastav otopina za određivanje baždarnog dijagrama – škrob

| V (škrob) [mL] | V (pufer ili voda) [mL] | V (reagens) [mL] | γ (škrob) [g/L] | ABS [-] |
|------------------|---------------------------|--------------------|------------------------|---------|
| 0 | 0,1 | 0,9 | 0 | 0,161 |
| 0,02 | 0,08 | 0,9 | 0,4 | 0,308 |
| 0,04 | 0,06 | 0,9 | 0,8 | 0,459 |
| 0,08 | 0,02 | 0,9 | 1,6 | 0,780 |
| 0,1 | 0 | 0,9 | 2 | 0,933 |



Slika 8.2 Baždarni dijagram za određivanje koncentracije škroba

(γ (škrob) = 0 – 2 g dm⁻³)

9. ŽIVOTOPIS

Stella Hamilton [REDACTED] Osnovnu školu Jurja Habdelića završava 2011. godine te iste godine upisuje Gimnaziju Velika Gorica. Maturirala je 2015. godine te upisuje Fakultet kemijskog inženjerstva i tehnologije Sveučilišta u Zagrebu, smjer Ekoinženjerstvo. Stručnu praksu odradila je 2019. godine u Pliva d.o.o. u Kontroli kvalitete.