



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



FACULTAD DE QUÍMICO FARMACOBIOLOGÍA

USO DE MUCÍLAGO DE NOPAL (*Opuntia ficus-indica*) PARA LA
SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA

TESIS

PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
LICENCIADA EN QUÍMICO FARMACOBIOLOGÍA

PRESENTA:

MONSERRAT PAULINA RAMÍREZ SÁNCHEZ

ASESORA:

DRA. MA. GUADALUPE GARNICA ROMO

Morelia Michoacán, Julio 2017

CONTENIDO

| | |
|---|------|
| DEDICATORIA..... | VI |
| AGRADECIMIENTOS..... | VII |
| ÍNDICE DE FIGURAS..... | VIII |
| ÍNDICE DE TABLAS..... | X |
| LISTA DE ABREVIACIONES..... | XI |
| RESUMEN..... | 1 |
| ABSTRACT..... | 2 |
| 1. INTRODUCCIÓN..... | 3 |
| 2. ANTECEDENTES..... | 5 |
| 2.1 MUCÍLAGO DE NOPAL..... | 5 |
| 2.2 GENERALIDADES DEL MUCÍLAGO DE NOPAL..... | 5 |
| 2.3 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL MUCÍLAGO DE NOPAL..... | 5 |
| 2.4 BENEFICIOS DEL MUCÍLAGO DE NOPAL..... | 6 |
| 2.5 PROPIEDADES Y APLICACIONES DEL MUCÍLAGO DE NOPAL..... | 6 |
| 3. PLATA..... | 7 |
| 3.1 NITRATO DE PLATA..... | 8 |
| 3.2 NITRITO DE PLATA..... | 9 |
| 3.3 ÓXIDO DE PLATA..... | 9 |
| 4. SOLUCIONES COLOIDALES..... | 9 |
| 4.1 SOLUCIONES..... | 9 |
| 4.2 COLOIDES..... | 10 |
| 4.2.1 PROPIEDADES DE LOS COLOIDES..... | 11 |

| | |
|--|----|
| 4.2.1.1 EFECTO TYNDALL..... | 11 |
| 4.2.1.2 MOVIMIENTO BROWNIANO..... | 12 |
| 4.2.1.3 EFECTO DE LA CARGA | 13 |
| 4.3 SUSPENSIONES..... | 14 |
| 5. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS POR AUTORES..... | 16 |
| 6. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN..... | 20 |
| 6.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X POR CRISTALES..... | 20 |
| 6.2 LEY DE BRAGG..... | 21 |
| 6.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X EN POLVO..... | 22 |
| 6.4 ESTIMACIÓN DEL TAMAÑO DE CRISTAL..... | 23 |
| 6.5 TAMAÑO DE PARTÍCULA..... | 24 |
| 6.6 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA..... | 26 |
| 6.7 ABSORCIÓN ÓPTICA..... | 30 |
| 6.8 ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE..... | 31 |
| 6.9 ESPECTROSCOPIA RAMAN..... | 33 |
| 7. JUSTIFICACIÓN..... | 36 |
| 8. HIPOTESIS..... | 37 |
| 9. OBJETIVOS..... | 38 |
| 9.1 OBJETIVO GENERAL..... | 38 |
| 9.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS..... | 38 |
| 10. METODOLOGÍA..... | 39 |
| 10.1 REACTIVOS Y MATERIALES..... | 39 |
| 10.2 EQUIPOS DE TRABAJO..... | 39 |
| 10.3 EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO DE NOPAL..... | 39 |

| | |
|--|----|
| 10.4 PROCEDIMIENTO..... | 41 |
| 11. MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN..... | 43 |
| 11.1 ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA- VISIBLE..... | 43 |
| 11.2 ESPECTROSCOPIA INFRARROJO..... | 43 |
| 11.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X..... | 43 |
| 11.4 TAMAÑO DE PARTÍCULA..... | 43 |
| 11.5 ESPECTROSCOPIA RAMAN..... | 44 |
| 12. RESULTADOS..... | 45 |
| 12.1 ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE..... | 45 |
| 12.2 MEDICIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA..... | 46 |
| 12.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X..... | 47 |
| 12.4 ESPECTROSCOPIA INFRARROJO..... | 49 |
| 12.5 ESPECTROSCOPIA RAMAN..... | 54 |
| 12.6 TAMAÑO DE PARTÍCULA..... | 57 |
| 13. CONCLUSIONES..... | 58 |
| 14. BIBLIOGRAFÍA..... | 59 |

DEDICATORIA

A mis padres, Esther Sánchez y Javier Ramírez, por ser pilar fundamental en todo lo que soy. Por motivarme a alcanzar mis sueños, por su incondicional apoyo, su educación espiritual, su amor, confianza y orientación.

A mis hermanos, Betzayra y Javier, por compartir sus experiencias, alegrías y tristezas conmigo, por apoyarme siempre que los necesito, por su cariño y compañía.

A mi hermana Joselyn por cada momento de alegrías, tristezas, regaños, preocupaciones, etc., porque aprendí tanto de ti, siempre serás mi bebé.

A mi abuela Nélide por su amor y cuidados, por compartir mi alegría de ingresar a la universidad y a pesar que no estás conmigo al cumplir esta meta siempre te llevo en mi corazón.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar agradezco a Dios por poner en mi camino grandes pruebas que moldearon mi carácter; por la vida, por cuidarme y guiarme en cada decisión que me han llevado a donde estoy.

A la Dra. Ma. Guadalupe Garnica Romo, asesora de tesis, por su confianza, apoyo y dirección en este trabajo.

Todos mis amigos, Ana, Andrea, Guadalupe, Rosa, Diego, Sergio, Juan, Giovanna, Areli, Esmeralda, Gabriela, Yuliana e Izamar por llegar a mi vida para compartir buenos y malos momentos, mostrando su afecto, compañerismo y apoyo incondicional.

A mi familia por estar presente en todo momento, por su ayuda y siempre mostrar su cariño.

A mis compañeros en el laboratorio de síntesis y caracterización de nanomateriales por la compañía, consejos y buen trato durante este tiempo.

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|---|----|
| Figura 1. Efecto Tyndall..... | 12 |
| Figura 2. Movimiento Browniano..... | 12 |
| Figura 3. Efecto de carga en una partícula coloidal..... | 14 |
| Figura 4. Difracción de Rayos X para cristales..... | 21 |
| Figura 5. Efecto de tamaño de partícula en las curvas de difracción..... | 23 |
| Figura 6. Diagrama de funcionamiento del equipo tamaño de partícula..... | 25 |
| Figura 7. Modos de vibración por absorción infrarroja..... | 27 |
| Figura 8. Interferómetro de Michelson..... | 28 |
| Figura 9. Proceso de absorción en un metal..... | 30 |
| Figura 10. Funcionamiento del espectrofotómetro de UV-Vis..... | 32 |
| Figura 11. Diagrama energético de las transiciones para diferentes interacciones luz-materia..... | 34 |
| Figura 12. Metodología general..... | 40 |
| Figura 13. Soluciones a) mucílago, b) nitrato de plata y c) Ag/Mucílago 30 minutos a 60 °C..... | 42 |
| Figura 14. Muestras (a) secada a 100 °C y (b) tratada a 500 °C..... | 42 |
| Figura 15. Espectro UV-Vis de solución acuosa Ag/Mucílago..... | 45 |
| Figura 16. Tamaño de partícula en muestra coloidal Ag/Mucílago..... | 46 |
| Figura 17. Difractograma de muestra secada a 100 °C..... | 48 |
| Figura 18. Difractograma de muestra tratada a 500 °C..... | 49 |
| Figura 19. Espectro infrarrojo de mucílago de nopal (<i>Opuntia ficus-indica</i>) líquido..... | 50 |
| Figura 20. Espectro infrarrojo de muestra Ag/Mucílago líquida..... | 51 |

| | |
|---|----|
| Figura 21. Espectro infrarrojo de mucílago de nopal (<i>Opuntia ficus-indica</i>) en polvo..... | 52 |
| Figura 22. Espectro infrarrojo de muestra secada a 100 °C..... | 53 |
| Figura 23. Espectro infrarrojo de muestra tratada a 500 °C..... | 54 |
| Figura 24. Espectro Raman de mucílago en polvo..... | 55 |
| Figura 25. Espectro Raman de mucílago en polvo..... | 55 |
| Figura 26. Espectros Raman de mucílago líquido a) y nanopartículas de plata muestra líquida b)..... | 56 |
| Figura 27. Determinación del tamaño de partícula..... | 57 |

ÍNDICE DE TABLAS

| | |
|--|----|
| Tabla 1. Ejemplos de tipos de soluciones..... | 10 |
| Tabla 2. Tipos de coloides y ejemplos..... | 11 |
| Tabla 3. Comparación de soluciones, coloides y suspensiones..... | 15 |
| Tabla 4. Distribución del tamaño de partícula..... | 57 |

LISTA DE ABREVIACIONES

Ag⁰: Plata metálica.

AgNO₂: Nitrito de plata.

AgNO₃: Nitrato de plata.

AgNP: Nanopartícula de plata.

Ag₂O: Óxido de plata.

CaCO₃: Calcita y carbonato de calcio.

CaH₂: Hidruro de calcio.

C₄H₃KO₈ · 2H₂O: Hidrato de oxalato de hidrógeno de potasio.

Cd: Cadmio.

CO₂: Dióxido de carbono.

Cr: Cromo.

Cu: Cobre.

Hg: Mercurio.

H₂O: Agua.

IR: Infrarrojo.

K₂Ca(CO₃)₂: Fairchildita

N₂: Nitrógeno.

NaCl: Cloruro de sodio.

NaOH: Hidróxido de sodio.

Ni: Níquel.

nm: Nanómetro.

O₂: Oxígeno.

TP: Tamaño de partícula.

UV-VIS: Ultravioleta-visible.

Zn: Zinc.

RESUMEN

En el presente trabajo se sintetizaron nanopartículas de plata con mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*). El mucílago de nopal utilizado fue polvo, por lo cual se rehidrató y se filtró, como precursor de las nanopartículas se utilizó una solución 5 mM de nitrato de plata y se mantuvo la solución Ag/Mucílago a una temperatura de 60 °C por media hora. La solución tornó a color marrón lo cual indica la formación de las nanopartículas de plata. Posteriormente se secó la muestra a 100 °C obteniendo un polvo negro al cual se le dio un tratamiento térmico de 500 °C y el polvo obtenido fue de color crema. Se caracterizaron las nanopartículas tanto en solución acuosa como en polvo con tratamiento y sin tratamiento por espectroscopia UV-Vis, difracción de rayos X, espectroscopía de infrarrojo, espectroscopía Raman y análisis de tamaño de partícula.

La solución coloidal presenta dos tamaños de partícula de 36.5 nm y mayor a 100 nm y para la muestra con tratamiento térmico a 500 °C fue alrededor de 15 nm. En la medición de difracción de rayos X para la muestra de 100 °C el difractograma muestra picos de plata como también de nitrito de plata, óxido de plata y otros componentes del mucílago. En el difractograma para la muestra con tratamiento a 500 °C se muestra únicamente picos de plata. El espectro de IR muestra vibraciones características de grupos presentes en las moléculas del mucílago. Los resultados de espectroscopía Raman muestran vibraciones correspondientes a plata-plata en 160 cm^{-1} para la muestra de nanopartículas de plata, y en la muestra de mucílago polvo se observan picos característicos para L-arabinosa, D-xilosa, D-glucosa, D-galactosa y ácido ascórbico.

Palabras clave: Síntesis verde, mucílago de nopal, ácido ascórbico, nanopartículas de plata, bactericida.

ABSTRACT

In the present assignment were synthesized nanoparticles of silver with nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*). The nopal mucilage used, was powder, where by it was rehydrated and filtered, as precursor of the nanoparticles it was used a solution of 5mM of silver nitrate and it was kept the solution Ag/mucilage at a temperature of 60 °C. The solution got a Brown colour which indicate the formation of nanoparticles of silver. After the sample was dried at 100 °C obtaining a black powder which was given a termic treatment at 500 °C and the powder obtained was cream colour. The nanoparticles in the aqueous solution and in the powders with and without treatment were characterized by UV-Vis spectroscopy, X-ray diffraction, infrared spectroscopy, Raman spectroscopy and particle size analysis.

The colloidal solution presents 2 particle size 36.5 nm and over 100 nm, and for the sample with termic treatment at 500 °C were about 15 nm. In X-ray diffraction measurement, the sample of 100 °C the diffractogram showed silver peaks as well for silver nitrite, silver oxide and others mucilage components. In the diffractogram of the sample with termic treatment at 500 °C it only shows silver peaks. The IR spectrum shows characteristic vibrations of groups in the mucilage molecules. The results of the raman spectroscopy showed vibrations corresponding to silver-silver at 160cm^{-1} for the simple of silver nanoparticles, meanwhile in the sample of mucilage powder we can see the characteristic peaks for L-arabinose, D-xylose, D-glucose, D-galactose and ascorbic acid.

1. INTRODUCCIÓN

La nanociencia es una de las áreas más activas de la ingeniería en materiales. La palabra nano es un término griego que refiere algo muy pequeño, actualmente es usado para indicar la billonésima parte de un metro (10^{-9}). Los nanomateriales pueden ser producidos por diversos materiales y de variadas formas (esferas, tubos, etc.). Se investigan métodos sencillos y económicos para la síntesis de nanopartículas especialmente de metales por sus propiedades ópticas, catalíticas, electrónicas, magnéticas, etc., teniendo amplias aplicaciones en diversos campos.

La síntesis verde o biosíntesis está siendo ampliamente estudiada por ser eficaz, simple y de bajo costo, dejando un impacto ambiental amigable. En ella se utilizan hongos, plantas o sus extractos para la reducción de iones metálicos por su contenido de vitaminas, proteínas, o varias otras moléculas orgánicas presentes.

El extracto de nopal es utilizado por su contenido de ácido ascórbico, el cual es conocido como un agente reductor (Bocarando, 2014). El género *Opuntia* conocido comúnmente como nopal, se caracteriza por contener una proporción alta de mucílago. El contenido de mucílago encontrado en los cladodios (nopal) depende de factores como la variedad, el manejo del cultivo, factores ambientales y de cosecha.

Las nanopartículas de plata (AgNP) han sido objeto de estudio por su potente uso como bactericida y fungicida, debido a esto se han utilizado en el control de infecciones, recubrimientos de materiales textiles, además de ser usadas en el tratamiento de heridas y quemaduras (Robles-García 2014). Diferentes investigaciones demuestran la síntesis de estas nanopartículas por medio de

extractos como *Opuntia ficus-indica* (nopal), *Dillenia indica* (manzana de elefante), *Chenopodium ambrosioides* (epazote).

En el presente trabajo se reporta la síntesis de nanopartículas de plata por medio de síntesis biológica o verde utilizando el extracto de nopal como agente reductor en solución acuosa. La caracterización estructural de las nanopartículas de plata se realizó por difracción de Rayos X, espectroscopía UV-vis, espectroscopía de infrarrojo, espectroscopía Raman y análisis de tamaño de partícula.

2. ANTECEDENTES

2.1 MUCÍLAGO DE NOPAL

2.1.2 GENERALIDADES DEL MUCÍLAGO DE NOPAL

El nopal es el nombre común que reciben las cactáceas del género *Opuntia*; este género y su familia son originarios de América (Granados y Castañeda, 1997). El nopal excreta la baba, también conocido como mucílago, está distribuido en diversas partes de la planta de *Opuntia*, como en los cladodios y la fruta (Sáenz y col., 2004). Dicho hidrocoloide presenta gran capacidad de absorber agua, estas características tienen un rol muy importante en la fisiología de la planta, considerando que la Cactácea retiene agua bajo condiciones climatológicas desfavorables (Saag y col., 1975).

2.1.3 COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL MUCÍLAGO DE NOPAL

El mucílago del nopal posee una estructura larga, compleja y altamente ramificada en azúcares (Ruiz y Guerrero, 2009). Esta cadena posee los siguientes monómeros: L-arabinosa, L-ramnosa, D-xilosa y ácido galacturónico. La proporción de estos monómeros en la molécula varía de acuerdo a diversos factores como la variedad, la edad, las condiciones ambientales y el método de extracción, entre otros (Abraján, 2008).

Su composición glucosídica es de L-arabinosa 35.36 %, D-galactosa 27.26 %, D-xilosa 16.32 %, D-glucosa 5.18 %, L-ramnosa 1.93 % y ácidos urónicos 13.91 % (Rodríguez-González y col., 2014); dicha composición fue la obtenida en nuestro trabajo. Así como valores de humedad 5.39%, fibra dietética total 57.23 % de la cual la fibra soluble es de 51.79 % y la fibra insoluble es de 5.43%, ceniza

15.13 %, calcio (g/100g) 4.53 g, proteína 5.24 %, grasa 0.09 % y carbohidratos totales 16.92 %.

2.1.4 BENEFICIOS DEL MUCÍLAGO DE NOPAL

El mucílago forma parte de la fibra dietética y se encuentra clasificado como fibra soluble. La fibra dietética está asociada con varios efectos fisiológicos tales como disminuir el nivel de colesterol y controlar el nivel de glucosa en la sangre (ayuda en la diabetes), contribuye con la secreción de ácidos biliares (Sáenz y col., 2004). Además, ayuda a prevenir ciertos tipos de cáncer, como el de colon, reducción de síntomas de constipación crónica y hemorroides (McPherson, 1992; Atalah y Pak, 1997).

2.1.5 PROPIEDADES Y APLICACIONES DEL MUCÍLAGO DE NOPAL

El mucílago es un componente con excelentes perspectivas como un aditivo no solo en la industria alimentaria, también para otros usos en la industria. La especie *Opuntia ficus-indica* es la más estudiada en el mundo (Ruiz y Guerrero, 2009); se ha reportado el uso del mucílago de esta especie para la obtención de películas comestibles (Abraján, 2008), además de su empleo como aditivos mejoradores de la textura en los alimentos (Álvarez y col., 2007; Ruiz y Guerrero, 2009), así como agente espesante, gelificante y emulsificante (Álvarez y col., 2007). La capacidad de emulsificación es una propiedad esencial del material para el encapsulamiento de aceites.

En México y Chile, el mucílago ha sido utilizado como un purificador de agua y como adhesivo para cal (Sáenz y col., 2004). Otra propiedad del mucílago de nopal es su uso en alimentos como sustituto de grasas y como ligante de sabor (McCarthy citado por Cárdenas y col., 1997).

Además, Medina-Torres y col. (2013) demostraron la efectividad del mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*) como agente encapsulante del ácido gálico mediante el secado por aspersión. Por otro lado, el mucílago puede ser explotado comercialmente como un agente encapsulante como alternativa en los países donde la Cactácea crece en abundancia (Zamora-Vega y col., 2012).

3. PLATA

La plata cuyo número atómico es 47, con un peso atómico de 107.880, está en el grupo I de la tabla periódica y el subgrupo B que contiene además al Cobre y el Oro. Una característica importante de la plata proviene del hecho de que la capa electrónica d es incompleta. Este atributo le confiere diversas propiedades como son: su coloración, la capacidad para formar compuestos paramagnéticos, poseer actividad catalítica y, en especial, una gran tendencia a formar iones complejos (Chang R., Chemistry, (Mc Graw Hill, New Cork, 1998). Su número de valencia es +1. Los isotopos naturales son 107 (51.35%) y 109 (48.65%). La plata tiene una red cristalina cubica de caras centradas con un parámetro de red de 4.0774 Å, a 18 °C. La plata es el más reflejante de todos los metales y tiene la más alta reflectividad óptica. Se utiliza principalmente para fotografía galvanoplastia, aleaciones industriales, materiales fotosensibles, etc. Pero su uso es más amplio como nanopartículas en la industria alimenticia, farmacéutica y clínica por sus propiedades antibactericidas y antifúngicas. En la industria alimenticia se aplica en recubrimientos para varias frutas que tienen una vida de anaquel muy corta, dando así su efecto antibactericida y antifungico (Sandoval-Muñoz, 2017).

En el ámbito médico, existen apósitos para heridas, instrumental quirúrgico, soluciones tópicas y prótesis óseas, todos ellos recubiertos o integrados con nanopartículas de plata (AgNPs) para así evitar el crecimiento bacteriano.

Las constantes físicas de la plata son: punto de fusión 960.5 °C (este es uno de los puntos fijos básicos de la escala internacional de temperatura); punto de ebullición de 1950 °C. La plata es muy resistente a la oxidación atmosférica cualquiera que sea el contenido de humedad, y resiste a la corrosión por los ácidos diluidos (con excepción del ácido nítrico). Se disuelve con facilidad en el ácido nítrico, y con ayuda de calor, en el ácido sulfúrico concentrado. La plata forma haluros, los cuales, con excepción del fluoruro, son insolubles en agua. La resistencia de la plata a los halógenos secos es buena (Perry, H. J. 1980).

El número de valencia usual de la plata es +1, pero se conoce el número de valencia +2 (argéntico) y se ha referido la existencia en solución de la plata con un número de valencia +3. Los potenciales de electrodo normales de los estados de valencia son:



Se ha demostrado que el ion divalente de plata puede ser producido en una solución de nitrato de plata (AgNO₃).

3.1 NITRATO DE PLATA

El nitrato de plata (AgNO₃), de peso molecular 169.89, es la sal más importante de plata y es la materia de partida para la preparación de casi todos los demás compuestos de plata. Se obtiene disolviendo la plata en ácido nítrico y evaporando la solución. Los cristales rómbicos incoloros se separan por enfriamiento. Esta sal se funde a 212 °C, y da un líquido incoloro. Por enfriamiento cristaliza en el sistema trigonal. Calentada la sal fundida, se descompone principalmente en nitrito y oxígeno y finalmente en plata y óxido de nitrógeno (Perry, H. J. 1980).

3.2 NITRITO DE PLATA

El nitrito de plata (AgNO_2), de peso molecular de 153.89, se prepara por precipitación de una solución de nitrato de plata con nitrito de sodio. Se descompone por ebullición en el agua y por calentamiento a $140\text{ }^\circ\text{C}$ (Perry, H. J. 1980).

3.3 ÓXIDO DE PLATA

El óxido de plata (Ag_2O), de peso molecular de 231.76, es un polvo. El compuesto libera oxígeno por calentamiento, la descomposición completa es a $300\text{-}340\text{ }^\circ\text{C}$.

4. SOLUCIONES COLOIDALES

4.1 SOLUCIONES

Las soluciones son mezclas homogéneas, formadas por un soluto y un solvente. Regularmente el soluto suele encontrarse en menor cantidad aunque no siempre es así. Una característica importante en las soluciones es que el soluto se encuentra distribuido uniformemente en la solución y no sedimenta con el tiempo. Las soluciones más comunes son las acuosas (el solvente es el agua), sin embargo, el soluto y el solvente de las soluciones puede presentarse en cualquier estado (sólido, líquido o gas). Algunos ejemplos los encontramos en la tabla 1.

Tabla 1. Ejemplos de tipos de soluciones.

(<http://genesis.uag.mx/edmedia/material/quimicaII/pdf2/II.%20Sistemas%20dispersos.pdf>).

| Soluto | Solvente | Solución | Ejemplo |
|---------|----------|----------|---|
| Gas | Gas | Gas | Aire (O ₂ en N ₂) |
| Gas | Líquido | Líquido | Refrescos (CO ₂ en agua) |
| Líquido | Líquido | Líquido | Vino (etanol en agua) |
| Líquido | Sólido | Sólido | Empastes dentales (Hg líq. en plata sólida) |
| Sólido | Líquido | Líquido | Salmuera (NaCl en agua) |
| Sólido | Sólido | Sólido | Acero (carbono en hierro) |

4.2 COLOIDES

Los coloides son sistemas heterogéneos en el que las fases no se separan. El tamaño de las partículas coloidales va desde 1 nanómetro (nm) hasta 100 nm. Los coloides que están formados por partículas coloidales en agua se denominan hidrocoloides. Estos pueden tomar la forma de sol o gel. En la forma sol presenta características de una solución común y en la forma gel sus características son más parecidas a un sólido. Existen hidrocoloides reversibles, que pueden estar en cualquiera de los dos estados o alternar.

Los coloides en los cuales un líquido o sólido se encuentra disperso en un gas se conocen como aerosoles, ejemplo de esto es la niebla o el humo. En la tabla 2 se muestran los tipos de coloides y ejemplos de ellos.

Tabla 2. Tipos de coloides y ejemplos.

(<http://genesis.uag.mx/edmedia/material/quimicaII/pdf2/II.%20Sistemas%20dispersos.pdf>).

| Fase dispersa | Fase dispersante | Nombre común | Ejemplos |
|---------------|------------------|-----------------|---|
| Sólido | Sólido | Sol sólido | Algunas aleaciones (como acero y duraluminio), plásticos pigmentados. |
| Líquido | Sólido | Emulsión sólida | Queso, mantequilla, jaleas. |
| Gas | Sólido | Espuma sólida | Goma, esponja, piedra pómez. |
| Sólido | Líquido | Soles y geles | Leche de magnesio, pinturas. |
| Líquido | Líquido | Emulsión | Leche, mayonesa. |
| Gas | Líquido | Espuma | Espuma de afeitar, crema batida. |
| Sólido | Gas | Aerosol sólido | Humo. |
| Líquido | Gas | Aerosol líquido | Niebla, nubes, |

4.2.1 PROPIEDADES DE LOS COLOIDES

4.2.1.1 EFECTO TYNDALL

Una solución coloidal, por lo general, a simple vista se ve opalescente pero no se distinguen las partículas coloidales. El efecto Tyndall es un fenómeno físico, en el cual, al hacer pasar un haz de luz a través de una solución coloidal permite que las partículas sean visibles al dispersar la luz (figura 1). Un ejemplo claro de esto es cuando un rayo de sol entra en una habitación oscura se observan pequeñas partículas suspendidas en el aire que sin ese rayo no podríamos ver.

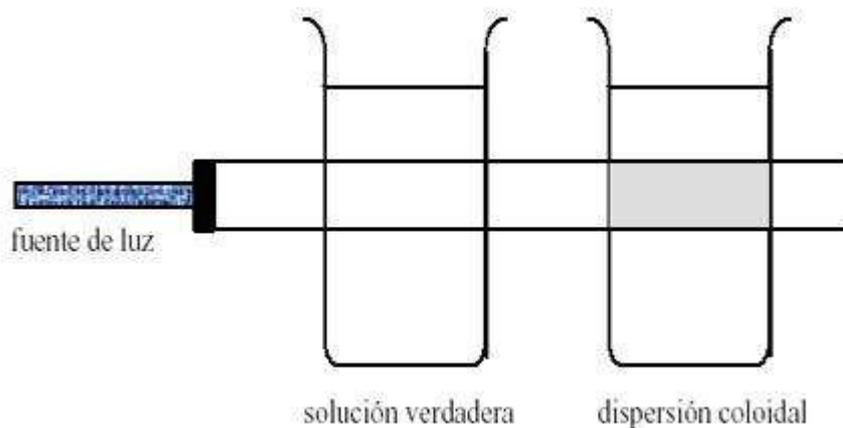


Figura 1. Efecto Tyndall. (<https://www.saberdeciencias.com/apuntes-de-quimica/133-quimica-sistemas-dispersos-soluciones-coloides>).

4.2.1.2 MOVIMIENTO BROWNIANO

Las partículas coloidales tienen continuamente movimientos que son irregulares (movimiento Browniano), los cuales dependen de los choques de las moléculas del disolvente contra las partículas de la fase dispersa (figura 2). De este movimiento depende, en parte, la estabilidad de la solución ya que representa una fuerza de repulsión entre las partículas y por lo tanto resisten la precipitación (Jiménez-Vargas, M. 1979).

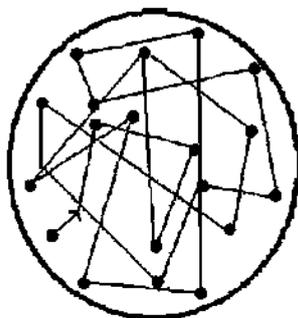


Figura 2. Movimiento Browniano. (<http://genesis.uag.mx/edmedia/material/quimicall/sisdisper.cfm>).

4.2.1.3 EFECTO DE LA CARGA

Una partícula coloidal puede adherir a partículas con carga eléctrica en su superficie (iones), las cuales pueden ser positivas o negativas. En un inicio la atracción del coloide negativo hará que se adhieran iones positivos alrededor de él, esta capa de contra iones es conocida como capa de Stern. Adicionalmente iones positivos son atraídos por el coloide negativo pero rechazados por la capa Stern. Los contra iones tendrán una alta concentración cerca de la superficie que disminuye con la distancia hasta lograr un equilibrio en el seno de la solución.

De manera similar, pero opuesta en carga, en la capa difusa hay déficit de iones negativos (co- iones) y su concentración aumenta al alejarse del coloide. De esta manera, la densidad de carga es mayor cerca del coloide y conforme se aleja se alcanza un equilibrio entre las cargas negativas y positivas (Jiménez-Vargas, M. 1979).

Estas interacciones entre las partículas coloidales y los iones en solución son importantes ya que si disminuye la barrera de esta interacción se llegan a aglomerar las partículas. En la figura 3 se muestra la interacción de una partícula coloidal con los iones en solución y las capas que se forman.

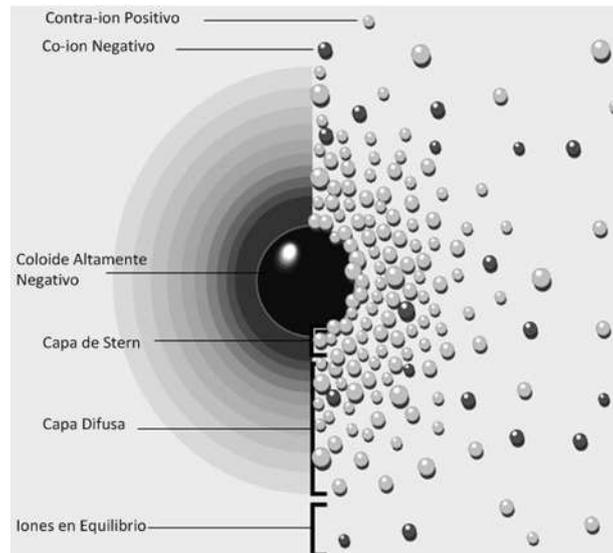


Figura 3. Efecto de carga en una partícula coloidal. (<http://apuntescientificos.org/preparacion-colo-qbp.html>).

4.3 SUSPENSIONES

En las suspensiones el tamaño de partícula es mayor a 100 nm por lo cual sedimenta en reposo, distinguiéndose dos fases, decimos entonces que es una mezcla heterogénea. Como ejemplo se puede mencionar una mezcla de agua y arena, al dejar en reposo después de agitación se observa que se separa en dos fases.

En la tabla 3 se pueden observar las diferencias entre soluciones, coloides y suspensiones.

Tabla 3. Comparación de soluciones, coloides y suspensiones.

(<http://genesis.uag.mx/edmedia/material/quimicaII/pdf2/II.%20Sistemas%20dispersos.pdf>).

| Propiedad | Solución | Coloide | Suspensión |
|----------------------|--|--|---|
| Tamaño de partícula | 0.1 – 1.0 nm | 1 – 100 nm | >100 nm |
| Homogeneidad | Homogénea | En el límite | Heterogénea |
| Sedimentación | No sedimenta | No sedimenta | Sedimenta en reposo |
| Filtrabilidad | Pasa a través del papel filtro ordinario | Pasa a través del papel filtro ordinario | Se separa mediante papel filtro ordinario |
| Dispersión de la luz | No dispersa la luz | Dispersa la luz | Dispersa la luz |
| Ejemplos | Urea | Albúmina | Glóbulos rojos |

5. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS POR AUTORES

La síntesis de nanopartículas ha sido de importancia para muchos investigadores, por las propiedades que presentan y el amplio uso que tienen en la actualidad. Estas propiedades son producto en gran medida de la gran área superficial que poseen. La nanotecnología requiere la síntesis de nanomateriales de diferentes composiciones químicas, tamaños y morfología con un excelente control sobre estas características.

Para sintetizar estas nanopartículas existen métodos físicos y químicos. En los métodos físicos se pueden encontrar ablación laser, termólisis, irradiación con microondas y síntesis electroquímica. Dentro de los métodos químicos destaca la reducción química de sales metálicas en solución, en ella se usan como agentes reductores borohidruro de sodio, hidracina y dimetilformamida, reactivos que son muy tóxicos. En ocasiones estas moléculas tóxicas llegan a adherirse a la superficie de la nanopartícula durante la síntesis y es posible que no se eliminen por completo aun repitiendo el procedimiento de lavado. Por tales motivos es que se buscó una manera más sencilla e igualmente efectiva para la síntesis de nanopartículas metálicas.

El desarrollo de procesos confiables, respetuosos del medio ambiente para la síntesis de nanomateriales es un aspecto importante de la nanotecnología. Es por eso que surge una alternativa para la síntesis de nanopartículas denominada síntesis biológica, la cual hace uso de microorganismos, plantas y sus extractos como fuentes reductoras.

Esta síntesis biológica es también conocida como síntesis verde, Paul J. Anastas es considerado el padre de la química verde por su trabajo en este campo. Paul define química verde como aquella filosofía de trabajo que implica la utilización de herramientas y caminos alternativos que prevengan la contaminación; hay

doce principios básicos en los que se basa la química verde, de los cuales el tercero dice: la metodología de síntesis debe procurar generar el número mínimo de sustancias tóxicas para el ser humano y el medio ambiente (Salinas-Estevané, 2012).

La síntesis verde, es una síntesis que representa una alternativa presumiblemente no tóxica, amigable con el medio ambiente y que además su uso en algunas ocasiones iguala o sobrepasa las expectativas de las nanopartículas sintetizadas por métodos físicos y químicos, en cuanto a costo y características de las nanopartículas obtenidas.

Por lo anterior, en la síntesis por los métodos, así denominados verdes o de química verde, la síntesis y purificación de nanopartículas metálicas es simple, económicamente costeable, conveniente, compatible y ambientalmente segura. Razón por la cual varios grupos se han enfocado hacia el uso de la síntesis verde para la fabricación de nanopartículas metálicas con diferente tamaño y morfología. Además se cuenta con una enorme cantidad de recursos biológicos para elegir el que mejor convenga a las necesidades o importancia para la síntesis.

Partiendo de una síntesis verde, el tamaño de la partícula puede variar dependiendo de factores tales como temperatura, pH, tipo y concentración de extracto etc., los cuales se deben tener en cuenta antes de realizar la síntesis de nanopartículas. Carrillo y col. (2014) utilizaron el extracto de epazote (*Chenopodium ambrosioides*) para sintetizar nanopartículas de plata a temperatura ambiente, el tamaño de partícula osciló entre 4.9 y 8.5 nm.

A diferencia de Bocarando y col. (2014) con *Opuntia ficus-indica* y una temperatura de 60 °C bajo agitación constante, obtuvo nanopartículas de plata con un diámetro cerca de los 15 nm. En 2016 Álvarez y col., sintetizaron con *Opuntia ficus-indica* nanopartículas de oro con tamaños de 10-20 nm utilizando

una temperatura de 90 °C por 1 hora. La cantidad de *Opuntia* y el tiempo de reacción influyen determinantemente en la síntesis, tal como lo menciona Rico-Moctezuma (2010), quien sintetizó nanopartículas de oro a diferentes concentraciones del extracto.

Para sintetizar nanopartículas de plata con extracto de corteza de *Dillenia indica* Alfa y Babhani 2017, combinan dos factores (temperatura y pH del medio), utilizaron una temperatura constante de 45°C en un medio alcalino obteniendo AgNPs con tamaño de 29 nm (Alfa y Babhani, 2017). Y Silva y col., (2012) registraron la síntesis de nanopartículas de plata combinando el pH de la solución y la concentración del extracto, haciendo uso de *Opuntia ficus-indica*, teniendo como precursor de las nanopartículas una solución de AgNO_3 10^{-3} M y alcalinizando el medio con una solución de amoníaco al 30%. Cuando utilizaron 1 mL de extracto obtuvieron en el espectro UV-Vis una banda insignificante, esto debido a una cantidad insuficiente de biomoléculas reductoras para el Ag^{+1} . Concluyeron que la cantidad de agente y de la temperatura utilizada durante la síntesis tuvo un efecto profundo en el tamaño y morfología de las nanopartículas.

Así mismo Rocha y col., (2016) utilizando *Opuntia ficus-indica* sintetizaron nanopartículas Ag/Cu, aplicando dos métodos de síntesis, obteniendo nanopartículas con morfologías núcleo-cáscara y Janus invirtiendo el orden de los precursores. El uso de microscopía electrónica de transmisión reveló tamaño de 10 nm y 20 nm, respectivamente.

La planta tiene la capacidad de captar activamente y bio-reducir los iones metálicos de suelos y soluciones. Como el caso de la planta de alfalfa que desde su crecimiento (Gardea y col., 2002) formó nanopartículas de oro. Manteniendo las condiciones necesarias para crecer las semillas, como lo fue el control de la temperatura de día y de noche, y en su segunda semana de germinación se cosecharon y se analizaron resultando la reducción del oro. De igual manera

Peralta usó semillas de alfalfa añadiendo 5 metales pesados (Cd, Cr, Cu, Ni y Zn).

En 2007 Manceau y col., muestran la formación de nanopartículas en las plantas *Phragmites australis* e *Iris pseudoacorus* de un suelo contaminado con Cu. Señalan que las plantas producen más ácido ascórbico cuando se cultivan en suelos contaminados con metales pesados incluyendo el cobre, aunque estos metales pueden ser reducidos por agentes reductores más débiles que el ácido ascórbico.

Por otro lado, se ha encontrado también la formación de nanopartículas por medio del hongo *Verticillium* (Mukherjee y col., 2001). Exponiendo la biomasa fúngica en una solución acuosa a iones Ag^+ , resultó la reducción intracelular de los iones de metal y la formación de nanopartículas de plata de dimensiones 25 ± 12 nm. Realzan que los hongos secretan grandes cantidades de proteínas, aumentando de ese modo significativamente la productividad de este enfoque biosintético.

Como se muestra, la síntesis de nanopartículas siguiendo un método verde es posible, fácil, económico y sencillo. No se necesita de equipos costosos, ni de excesivos tiempos de reacción para lograr un resultado satisfactorio. En cuanto a la elección del extracto de planta a utilizar deberá ser considerada su composición química, ya que depende mucho de la concentración de compuestos como el ácido ascórbico, polifenoles, proteínas, etc., que actúan como agentes reductores.

6. TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN

6.1 DIFRACCIÓN DE RAYOS X POR CRISTALES

El fundamento de esta técnica reside en los fenómenos que se producen cuando la radiación X incide sobre la materia (Albella y col., 1996). El primer fenómeno que se puede observar es que la radiación incidente es parcialmente atenuada por el material irradiado; es decir, solo una cierta fracción de la intensidad de esta radiación la atraviesa sin que se produzcan cambios en su energía o longitud de onda. La medida de esta intensidad transmitida es la base de la técnica de absorción de rayos X. La atenuación de la radiación se produce por dos mecanismos principales: absorción fotoeléctrica y dispersión (scattering); la absorción fotoeléctrica se traduce en la emisión, por la muestra irradiada, de radiación X y de electrones; el estudio, tanto del espectro de rayos X como de los electrones emitidos, conduce a una serie de técnicas de análisis químico, etc., (Albella y col., 1996).

Uno de los mecanismos en que los rayos X interactúan con la materia es la dispersión, por el cual una parte de la radiación incidente, es desviada de su dirección original por la interacción con el material irradiado. En este fenómeno está basada la difracción de rayos X.

Cuando sobre un átomo incide un haz de rayos X, puede considerarse, desde el punto de vista geométrico, que éste se comporta como un radiador puntual que dispersa elásticamente (sin modificar su longitud de onda) la radiación en todas las direcciones del espacio. Ahora, si el haz de rayos X incide sobre un cristal, es decir, sobre una agrupación de átomos periódicamente ordenados en el espacio, entre las ondas dispersadas por cada uno de ellos se producen fenómenos de interferencia que (normalmente), en la mayor parte de las direcciones será de tipo destructivo, cancelándose la resultante en mayor o

menor proporción. Sin embargo, en determinadas direcciones, y debido a la ordenación periódica de los átomos, puede ocurrir que las ondas dispersadas estén en fase y se refuercen mutuamente, obteniéndose interferencia constructiva.

6.2 LEY DE BRAGG

Las condiciones necesarias para que se produzca interferencia constructiva vienen determinadas por la Ley de Bragg. Consideremos una familia de planos cristalinos con índices de Miller (hkl) y espaciado d_{hkl} . Si sobre estos planos (figura 4) incide un haz de rayos X monocromático, en una dirección que forma un ángulo θ con la superficie de los planos, sólo se producirá interferencia constructiva cuando el ángulo de incidencia, la longitud de onda de la radiación, y el espacio de la familia de planos cumplan la siguiente relación conocida como Ley de Bragg: $n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta$.

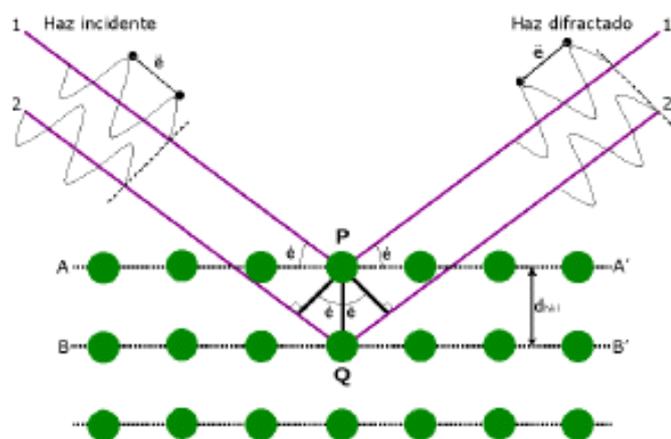


Figura 4. Difracción de Rayos X para cristales. (Albella y col., 1996).

La dirección en la que emerge el haz difractado forma también un ángulo θ con la superficie de la familia de planos que difractan, es decir, un ángulo 2θ con la dirección de incidencia del haz de rayos X. Además, la dirección del haz incidente y la dirección de haz difractado están contenidas en un plano que es perpendicular a las familias de planos que difractan.

En la obtención de la información que proporciona la difracción de los rayos X pueden distinguirse dos aspectos claramente diferenciados y complementarios: por una parte, la geometría de las líneas de difracción, que está condicionada únicamente por el tamaño y la forma de la celda elemental del cristal. Conociendo estas líneas será posible averiguar el sistema cristalino y las dimensiones de la celda. El otro aspecto viene dado por las intensidades de estos rayos difractados, que están íntimamente relacionadas con la naturaleza de los átomos y con las posiciones que éstos ocupan en la red cristalina, de forma que su medida constituye un procedimiento para obtener información tridimensional acerca de la estructura interna del cristal.

6.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X EN POLVO

Un material cristalino en forma de polvo, está formado por cristalitas orientados en todas las posibles direcciones, por esta razón el patrón de difracción que se obtiene, contiene todas las líneas de difracción con las intensidades relativas que les corresponden de acuerdo con la estructura cristalina del material (Culity, B.D. 1978). Por lo tanto, para identificar un material utilizando rayos X, la forma de preparación de la muestra más conveniente es el polvo, ya que de esta manera se obtiene una mayor cantidad de líneas de difracción del material analizado, con lo que se obtiene información suficiente sobre la posición (espaciamientos interplanares) e intensidades relativas, parámetros suficientes para identificar el material. Este método nos permitirá identificar sustancias cristalinas, determinación del tamaño de los cristales.

6.4 ESTIMACIÓN DEL TAMAÑO DEL CRISTAL

Para obtener máximos de interferencia, las condiciones son que dos ondas involucradas deben estar desfasadas por un número entero de longitudes de onda. Si la diferencia en trayectoria de los rayos dispersados por los primeros dos planos es ligeramente distinta de un número entero de longitud de onda, entonces el plano que dispersa un rayo, con la diferencia de fase adecuada con el rayo del primer plano, se encontrará a una mayor profundidad en el cristal. Si el cristal es lo suficientemente pequeño, para que este plano no exista, entonces no tendrá una coincidencia completa de todos los rayos dispersados, por lo que no se tendrá el efecto de cancelación o reforzamiento de todos los rayos difractados.

Se observa entonces que existe una conexión entre la diferencia total de fase que puede ser tolerada y el tamaño del cristal. Se ha encontrado que cristales muy pequeños causan un ensanchamiento (una pequeña divergencia angular) del rayo difractado, es decir, dispersión alrededor de ángulos cercanos, pero no iguales, al ángulo de Bragg. El ancho de la curva de difracción se incrementa cuando el tamaño del cristal disminuye (figura 5).

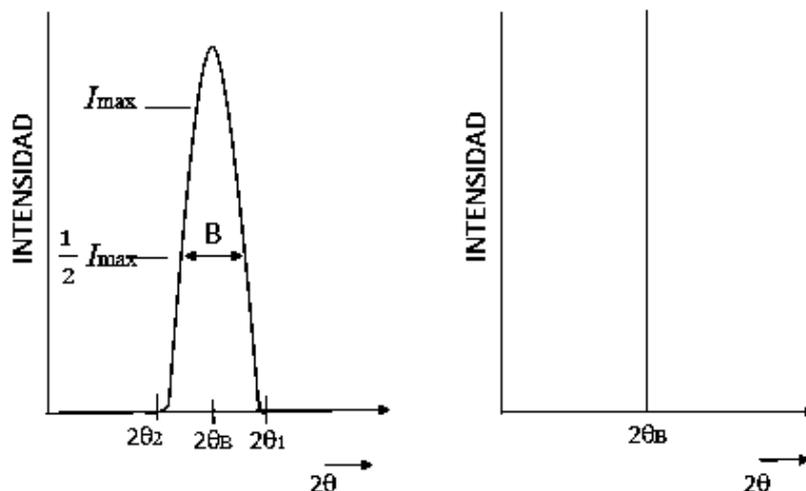


Figura 5. Efecto de tamaño de partícula en las curvas de difracción. (Albella y col., 1996).

El ancho B es usualmente medido en radianes a una intensidad igual a la mitad de la intensidad máxima. Para una medida aproximada de B, se toma la mitad de la diferencia entre los dos ángulos extremos en los que la intensidad es cero, entonces:

$$B = \frac{1}{2}(2\theta_1 - 2\theta_2) = \theta_1 - \theta_2$$

Se puede demostrar por la ley de Bragg que para estos ángulos, considerando que el cristal está formado por $m + 1$ planos (ancho total), la relación entre el tamaño del cristal T y el ancho de la dispersión B, está dado por:

$$T = \frac{0.9\lambda}{B \cos \theta_B}$$

6.5 TAMAÑO DE PARTÍCULA

El tamaño de partícula (TP) es medido por la dispersión dinámica de la luz. Se introduce una fuente de luz en la celda y la luz dispersa se recoge a 90° o 173° como se muestra en el diagrama. El sistema selecciona automáticamente el ángulo óptimo de dispersión y la posición de la celda, dependiendo de la concentración e intensidad de la muestra.

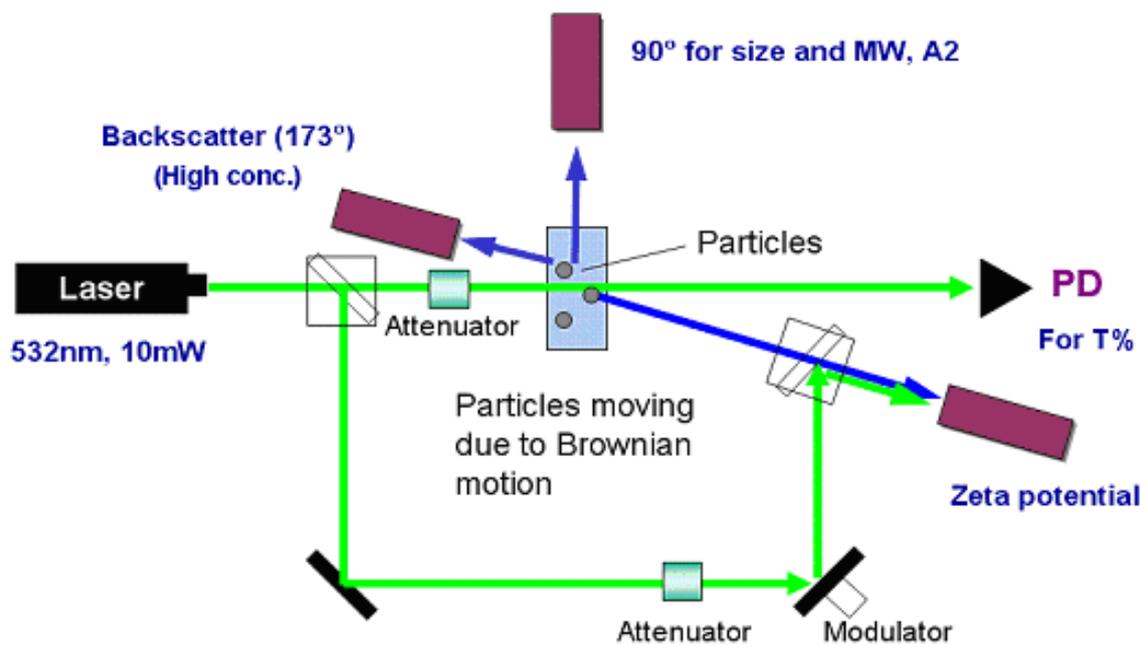


Figura 6. Diagrama de funcionamiento del equipo tamaño de partícula. (Velázquez-González, C. S. (2017))

La señal obtenida de la luz difundida se alimenta a un correlador multicanal que genera una función utilizada para determinar el coeficiente de difusión traslacional de las partículas analizadas. La ecuación de Stokes-Einstein se utiliza entonces para calcular el tamaño de partícula. Se dispone de un rango de células de muestra y los objetivos de medición, como se muestra en la figura 6.

El análisis de tamaño de partículas (TP) se realiza mediante dispersión de la luz. Dependiendo de las propiedades físicas de la muestra, el rango dinámico es de 0.3 nm a 8 μm . El límite inferior está influenciado por la concentración de la muestra y la presencia de partículas grandes no deseadas. Mientras que el límite superior de la muestra está influenciado por la densidad de la muestra, ya que la dispersión dinámica de la luz esta modelada en todo el movimiento procedente del movimiento browniano, y no del asentamiento gravitatorio.

6.6 ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

En la espectroscopía de infrarrojo (IR) se mide la absorción de las ondas caloríficas que se debe a movimientos intramoleculares; es decir, la estructura interna de la molécula determina el tipo de absorción.

Los átomos que constituyen a una molécula están unidos entre sí por fuerzas de origen electrostático, que asemejan uniones elásticas y sus movimientos son periódicos o cuasiperiódicos. Todos los movimientos relativos de los átomos en una molécula son la superposición de los llamados modos normales de vibración, en los cuales todos los átomos se encuentran vibrando con la misma fase y frecuencia normal. El número de modos normales de vibración define el espectro vibracional de cada molécula. Estos espectros también dependen de las masas de los átomos involucrados, su arreglo geométrico dentro de la molécula y la elasticidad de los enlaces químicos. Un IR se obtiene al pasar radiación a través de una muestra y determinar que fracción de esta radiación incidente ha sido absorbida. La energía particular a la que aparece cada pico en un espectro guarda relación con la frecuencia de vibración de una parte de la molécula.

La espectroscopía de infrarrojo mide los cambios vibracionales que experimentan las moléculas al absorber la energía electromagnética, estos cambios o movimientos pueden clasificarse en modos de estiramiento, donde la longitud del enlace cambia de manera periódica durante la vibración; o modos de doblamiento, donde el ángulo entre los enlaces cambia de forma periódica durante las vibraciones.

La figura 7 muestra los modos de tensión que se dividen en simétrica y antisimétrica, mientras que los modos de flexión se dividen en:

Balanceo en plano: esto ocurre cuando la unidad estructural se balancea en el plano de simetría de la molécula.

Tijereteo en plano: sucede cuando los átomos unidos a un átomo central se alejan y se acercan uno respecto de otro, deformando el ángulo de valencia.

Aleteo fuera de plano: se presenta cuando la unidad estructural se balancea en el plano perpendicular al de simetría de la molécula.

Torsión fuera de plano: se manifiesta cuando la unidad estructural gira en vaivén alrededor del enlace que la une con el resto de la molécula.

Acoplamiento vibracional: se puede dar el caso de una interacción entre algunas de las vibraciones mencionadas, si los enlaces vibrantes están unidos a un átomo central.

Vibraciones de tensión



Vibraciones de flexión



Figura 7. Modos de vibración por absorción infrarroja.
(<http://www.ehu.eus/imacris/PIE06/web/IR.htm>).

Para la obtención de los espectros infrarrojos, se utilizan interferómetros y transformada de Fourier. La radiación de infrarrojo es analizada en este caso por medio de un interferómetro de Michelson, como se observa en la figura 8, que consiste en un montaje óptico en el que se produce el fenómeno de interferencia de ondas electromagnéticas. El principio del IR es que la radiación policromática de la fuente de infrarrojo, es colimada por un espejo semireflectante y el haz resultante es dividido y pasado a dos espejos uno fijo y el otro móvil, después de reflejarse los dos haces se recombinan nuevamente en el espejo semireflectante. Cuando el espejo móvil está posicionado, de tal manera que los dos caminos ópticos sean iguales, simultáneamente todas las longitudes de onda de la luz proporcionan una interferencia constructiva y si se encuentran desfasados, la interferencia es destructiva (Velázquez-González, C. S. 2017).

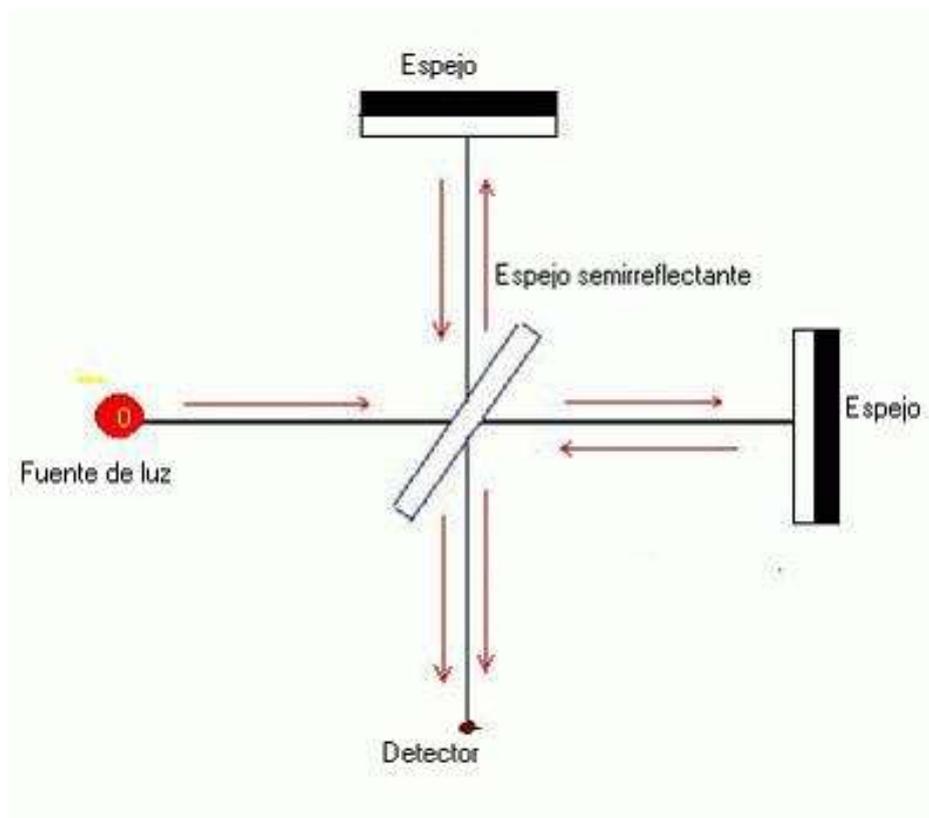


Figura 8. Interferómetro de Michelson. (Velázquez-González, C. S. (2017).

Las características más relevantes de esta espectroscopia son:

- ✓ Si dos moléculas están constituidas por átomos distintos, o tienen distinta distribución isotópica, o se encuentran en ambientes distintos, los espectros infrarrojos serán distintos.
- ✓ Una sustancia definida puede identificarse por su espectro infrarrojo. Estos espectros pueden ser considerados como las huellas digitales de dicha sustancia.
- ✓ Los espectros muestran bandas que son típicas de grupos funcionales particulares (C-H, C=C, O-H, etc.) y que tienen localizaciones e intensidades específicas dentro de los espectros infrarrojos.
- ✓ A partir de los espectros se pueden inferir las estructuras moleculares.
- ✓ Las intensidades en las bandas del espectro de una mezcla, son por lo regular proporcionales a las concentraciones de los componentes individuales. Por ello, es posible determinar la concentración de una sustancia y realizar análisis de muestras con varias componentes.
- ✓ La espectroscopia infrarroja es una técnica de análisis no destructiva y rápida ya que se pueden obtener y almacenar los espectros en cuestión de minutos.

6.7 ABSORCIÓN ÓPTICA

La absorción es la transformación de la energía asociada a la luz incidente en un material a otras formas tales como energía calorífica, luminosa, química, etc.

La energía asociada en la diferencia de intensidades ($I_0 - I$) se transforma en otro tipo de energía del material (figura 9).

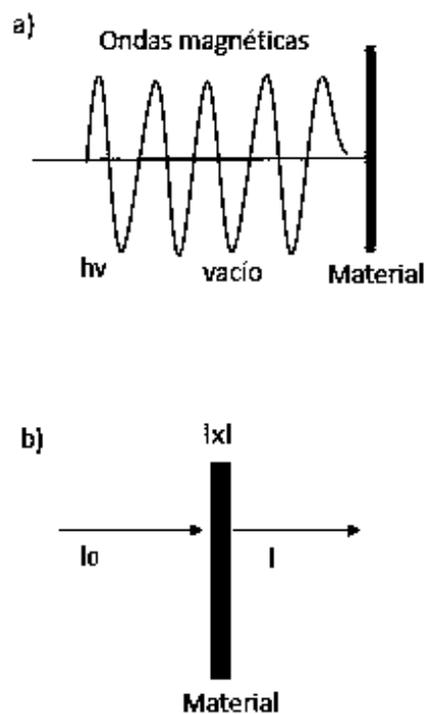


Figura 9. Proceso de absorción en un metal. (Velázquez-González, C. S. (2017)).

Cuando la luz se propaga en un medio diferente al vacío su intensidad decrece con la distancia (figura 9), es decir:

$$dI = -\alpha dx$$

Donde $\alpha = \alpha(\lambda)$ se conoce como coeficiente de absorción óptica. A partir de la expresión anterior es posible obtener una ecuación que nos relacione la intensidad de la luz absorbida por un material (I) al incidir en él un haz de luz de intensidad conocida (I_0), el cual pase a través de una distancia x dentro del material (figura 9).

$$dI = -\alpha dx$$

$$dI\alpha - I_0$$

$$dI = -\alpha I_0 dx$$

Integrando desde 0 hasta x queda:

$$\int_{I_0}^I \frac{dI}{I} = - \int_0^x \alpha dx$$

$$\ln \frac{I_0}{I} = -\alpha x$$

Resolviendo para la intensidad final, obtenemos la ley de Lambert y Beer.

$$I(x) = I_0 e^{-\alpha x}$$

Con ella se puede determinar la intensidad de luz absorbida por un material con coeficiente de absorción óptica α sobre el cual incide un haz de intensidad I_0 y atraviesa una longitud x (Wooten, 1972).

6.8 ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE

La espectroscopia ultravioleta-visible (UV-Vis), se realiza en el espectrofotómetro, el cual es un instrumento que permite a partir de una fuente de radiación hacer pasar un haz de luz dirigido por un monocromador a una solución para comparar la radiación absorbida o transmitida por la solución o sustrato que contiene una cantidad desconocida de soluto y una cantidad conocida de la misma sustancia, para medir la diferencia en la emisión o

absorción de la muestra, medir las transiciones electrónicas y cuantificarlas, como se muestra en la figura 10.

La espectroscopia ultravioleta-visible utiliza radiación electromagnética (luz) de las regiones ultravioleta (200-380 nm), visible (380-800 nm) y cercano infrarrojo (800-2500 nm). La radiación absorbida por las moléculas desde esta región del espectro provoca transiciones electrónicas que pueden ser cuantificadas.

El principio de la espectroscopia ultravioleta-visible involucra la absorción de radiación ultravioleta-visible por una molécula, causando la promoción de un electrón de un estado basal a su estado excitado, liberándose el exceso de energía en forma de calor. La longitud de onda comprende entre 190-700 nm.

La luz visible o ultravioleta es absorbida por los electrones de valencia, éstos son promovidos a estados excitados (de energía mayor). Al absorber radiación electromagnética de una frecuencia correcta, ocurre una transición desde uno de estos orbitales. Algunos enlaces, como los dobles, provocan coloración en las moléculas ya que absorben energía en el visible, así como en el ultravioleta.

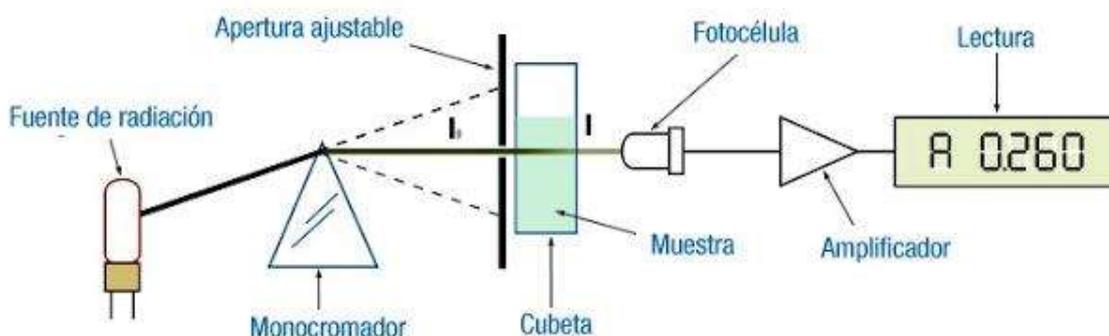


Figura 10. Funcionamiento del espectrofotómetro de UV-Vis. (Velázquez-González, C. S. (2017).

6.9 ESPECTROSCOPIA RAMAN

La espectroscopia Raman es una técnica fotónica de alta resolución que proporciona en pocos segundos información química y estructural de casi cualquier material o compuesto orgánico y/o inorgánico permitiendo así su identificación. Se trata de una técnica de análisis que se realiza directamente sobre el material a analizar sin necesitar ningún tipo de preparación especial y que no conlleva ninguna alteración de la superficie sobre la que se realiza el análisis, es decir, no es destructiva.

El análisis mediante Raman se basa en el análisis de la luz dispersada por un material al incidir sobre él un haz de luz monocromático de frecuencia ν_0 sobre una muestra cuyas características moleculares se desean determinar, y examinar la luz dispersada por dicha muestra. La mayor parte de la luz dispersada presenta un cambio frecuencial y una pequeña porción de la luz es dispersada inelásticamente experimentando ligeros cambios de frecuencia que son característicos del material analizado e independiente de la frecuencia de la luz incidente. La luz que mantiene la misma frecuencia ν_0 que la luz incidente se conoce como dispersión de Rayleigh y no aporta ninguna información sobre la composición de la muestra analizada. La luz dispersada que presenta frecuencias distintas a la de la radiación incidente, es la que proporciona información sobre la composición molecular de la muestra y es la que se conoce como dispersión Raman. Las nuevas frecuencias $+\nu_r$ y $-\nu_r$, son las frecuencias Raman, características de la naturaleza química y el estado físico de la muestra e independientes de la radiación incidente.

Las vibraciones de frecuencia observadas en el fenómeno de dispersión Raman, son equivalentes a variaciones de energía. Los iones y átomos enlazados químicamente para formar moléculas y redes cristalinas, están sometidos a constantes movimientos vibracionales y rotacionales; estas oscilaciones se realizan a frecuencias bien determinadas en funciones de la masa de las

partículas que intervienen y del comportamiento dinámico de los enlaces existentes. A cada uno de los movimientos vibracionales y rotacionales de la molécula le corresponderá un valor determinado de la energía molecular. Un diagrama energético se muestra en la figura 11, en el cual cada línea horizontal representa distintos estados vibracionales y en él se muestran las transiciones entre estados energéticos para diferentes interacciones luz-materia.

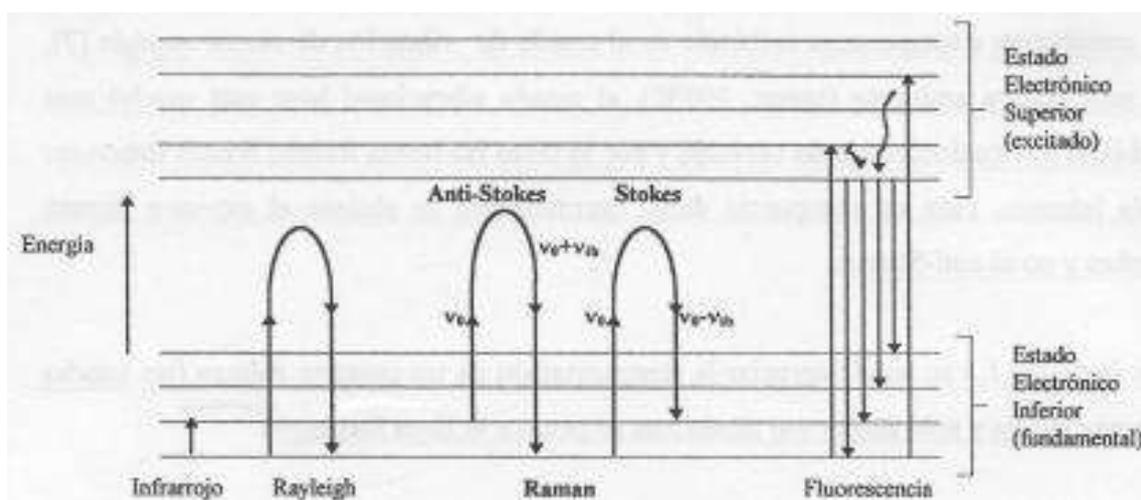


Figura 11. Diagrama energético de las transiciones para diferentes interacciones luz-materia. (<http://www.ebah.com.br/content/ABAAAsoAAL/espectroscopia-raman>).

Cuando los fotones del haz de luz incidente, con energía $h\nu_0$ (siendo h la constante de Planck) mucho mayor a la diferencia de energía entre dos niveles vibracionales (o rotacionales) de la molécula, chocan con ella la mayor parte la atraviesan, pero una pequeña fracción son dispersados (del orden de 1 fotón dispersado por cada 10^{11} incidentes). Esta dispersión puede ser interpretada como el proceso siguiente: el fotón incidente lleva a la molécula transitoriamente a un nivel de energía vibracional (o rotacional) superior no permitido, el cual abandona rápidamente para pasar a uno de los niveles de energía permitidos emitiendo un fotón; la frecuencia a la cual es liberado este fotón dependerá del salto energético realizado por la molécula. (Velázquez-González, C. S. 2017).

Pueden distinguirse los siguientes casos:

- ✓ Si el resultado de la interacción fotón-molécula es un fotón dispersado a la misma frecuencia que el fotón incidente, se dice que el choque es elástico ya que ni el fotón ni la molécula sufren variaciones en su estado energético; la molécula vuelve al mismo nivel de energía que tenía antes del choque y el fotón dispersado tiene la misma frecuencia ν_0 que el incidente, dando lugar a la dispersión de Rayleigh.
- ✓ Si el resultado de la interacción fotón-molécula es un fotón dispersado a una frecuencia distinta del incidente, se dice que el choque es inelástico (existe transferencia de energía entre la molécula y el fotón); en este caso pueden darse dos fenómenos:

1.- Si el fotón dispersado tiene frecuencia menor a la del incidente, se produce una transferencia de energía del fotón a la molécula que, después de saltar de estado de energía no permitido, vuelve a uno permitido mayor al que tenía inicialmente; el fotón es dispersado con frecuencia $\nu_0 - \nu_r$ y se produce la dispersión Raman Stokes.

2.- Si el fotón dispersado tiene una frecuencia mayor a la del incidente, se produce una transferencia de energía de la molécula al fotón; esto significa que la molécula, inicialmente antes del choque no se encontraba en su estado vibracional fundamental sino en uno de mayor energía y después el choque pasa a este estado; el fotón es dispersado con frecuencia $\nu_0 + \nu_r$ y se produce la dispersión Raman anti-Stokes.

Cada material tendrá un conjunto de valores ν característicos de su estructura poliatómica y de la naturaleza de los enlaces químicos que la forman. El espectro Raman recoge estos fenómenos representando la intensidad óptica dispersada en función del número de onda normalizado ν al que se produce. El número de onda normalizado es una magnitud proporcional a la frecuencia e inversamente proporcional a la longitud de onda, que se expresa en cm^{-1} .

$$\nu = \frac{\nu}{c} = \frac{1}{\lambda} [\text{cm}^{-1}]$$

7. JUSTIFICACIÓN

En los últimos años la síntesis de nanopartículas metálicas tiene importancia en áreas como medicina, química, electrónica, etc., siendo usadas como catalizadores, sensores químicos y biológicos, en dispositivos magnéticos, ópticos y electrónicos. La síntesis verde es actualmente usada para sintetizar nanopartículas por ser ecológica, fácil y económica. Este método hace uso de extractos de plantas, en este trabajo se utiliza el mucílago de nopal para sintetizar nanopartículas de plata. En particular las nanopartículas de plata tienen aplicaciones bactericidas y fungicidas en la industria alimentaria, farmacéutica y en el área médica.

El mucílago de nopal es un polisacárido con propiedades de interés en la industria alimentaria, sin embargo ha sido muy poco estudiado en el campo de la síntesis de nanopartículas metálicas. El mucílago de nopal contiene ácido ascórbico, el cual es conocido como agente reductor. Por lo cual el uso del mucílago es de interés en la síntesis de nanopartículas debido a que existe una interacción electrostática entre los iones metálicos y los grupos carboxilo, esta interacción sugiere ser la causa principal de la estabilización de las nanopartículas de plata.

8. HIPÓTESIS

Es posible sintetizar nanopartículas de plata utilizando mucílago de nopal.

9. OBJETIVOS

9.1 Objetivo general

Síntesis y obtención de nanopartículas de plata utilizando mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*).

9.2 Objetivos específicos

- ✓ Determinar las condiciones adecuadas para la síntesis de nanopartículas de plata
- ✓ Caracterizar estructural y morfológicamente las nanopartículas de plata obtenidas

10. METODOLOGÍA

10.1 REACTIVOS Y MATERIALES

Mucílago de nopal (polvo)

Nitrato de plata (AgNO_3), J.T. Baker

Hidróxido de sodio (NaOH), 98.7%, Fermont

Agua desionizada (H_2O)

10.2 EQUIPOS DE TRABAJO

Horno de secado Ecoshell 9023^a

Mufla Felisa

Balanza analítica

Parrilla de agitación magnética

Mortero de ágata

Magneto permanente

Microprocessor pH meter, Hanna Instruments, pH 210.

10.3 EXTRACCIÓN DEL MUCÍLAGO DE NOPAL

Se utilizó polvo de mucílago previamente extraído. La extracción del mucílago de *Opuntia ficus-indica* se realizó con base en la técnica reportada por Rodríguez (2010). Su composición glucosídica es de L-arabinosa 35.36 %, D-galactosa 27.26 %, D-xilosa 16.32 %, D-glucosa 5.18 %, L-ramnosa 1.93 % y

ácidos urónicos 13.91 %. Así mismo, los valores de humedad 5.39%, fibra dietética total 57.23 %, de la cual la fibra soluble es de 51.79 % y la fibra insoluble es de 5.43%, ceniza 15.13 %, calcio (g/100g) 4.53 g, proteína 5.24 %, grasa 0.09 % y carbohidratos totales 16.92 %.

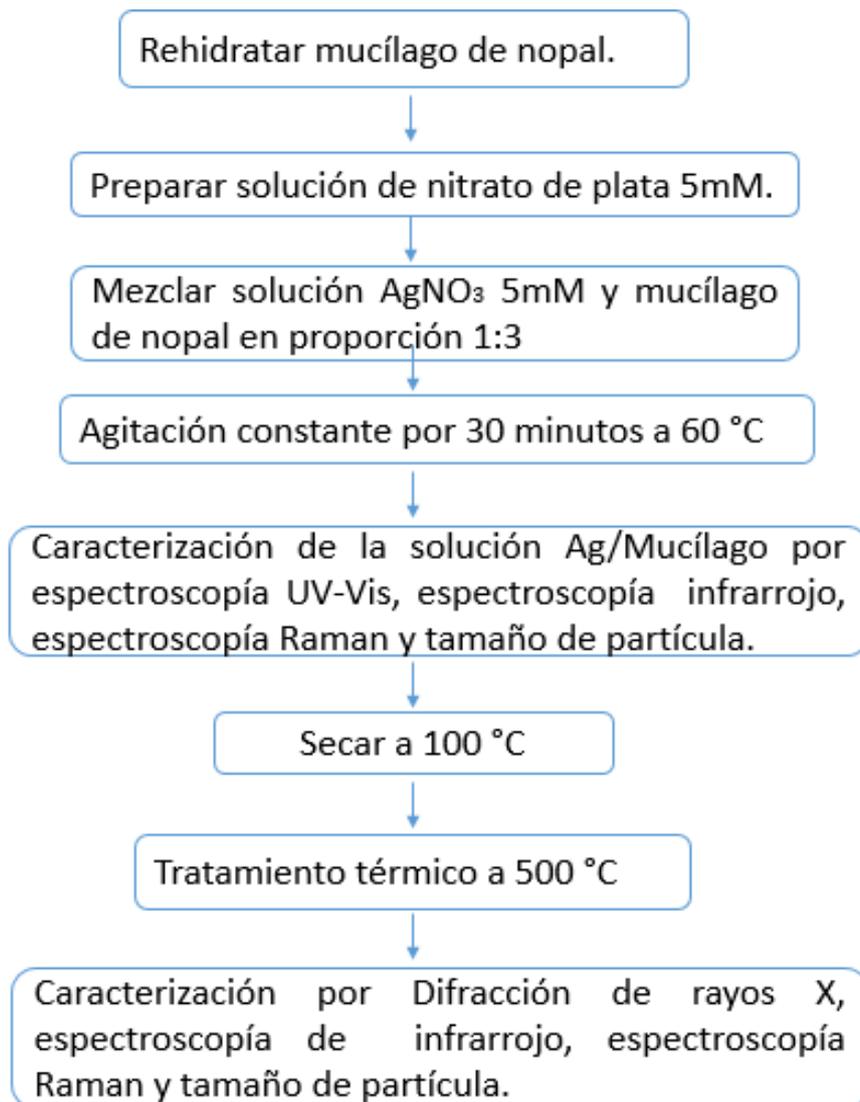


Figura 12. Metodología general.

10.4 PROCEDIMIENTO

La figura 12 describe la metodología general para la síntesis de nanopartículas de plata que se utilizó en este trabajo. De manera detallada se menciona a continuación el procedimiento.

Para la síntesis se ocuparon 0.2g de extracto de nopal (*Opuntia ficus-indica*), los cuales se disolvieron en 80mL de agua desionizada. Posteriormente, fue filtrado con papel filtro de poro abierto y se ajustó el pH a 10 con una solución de NaOH 0.1M. La solución de nitrato de plata fue preparada a una concentración 5mM.

La reacción se llevó a cabo en un vaso de precipitados en proporción 8:3 nitrato de plata y mucílago respectivamente. Se mantuvo en agitación constante por 30 minutos a 60 °C. Pasados 10-15 minutos de reacción, el color marrón apareció indicando la formación de nanopartículas de plata tal como lo reporta Mukherjee y col., (2001). En la figura 13 a) se muestran las soluciones a) mucílago, b) nitrato de plata y c) Ag/Mucílago 30 minutos a 60 °C.

Enseguida, se repitió la prueba cuantas veces fue necesario bajo las mismas condiciones para obtener 1.2 g de material, secándose a 100 °C. De manera consecutiva se tomaron 0.6 g y se les dio tratamiento térmico adicional a 500 °C. Obteniéndose polvos color café oscuro y crema (figura 14 a y b).

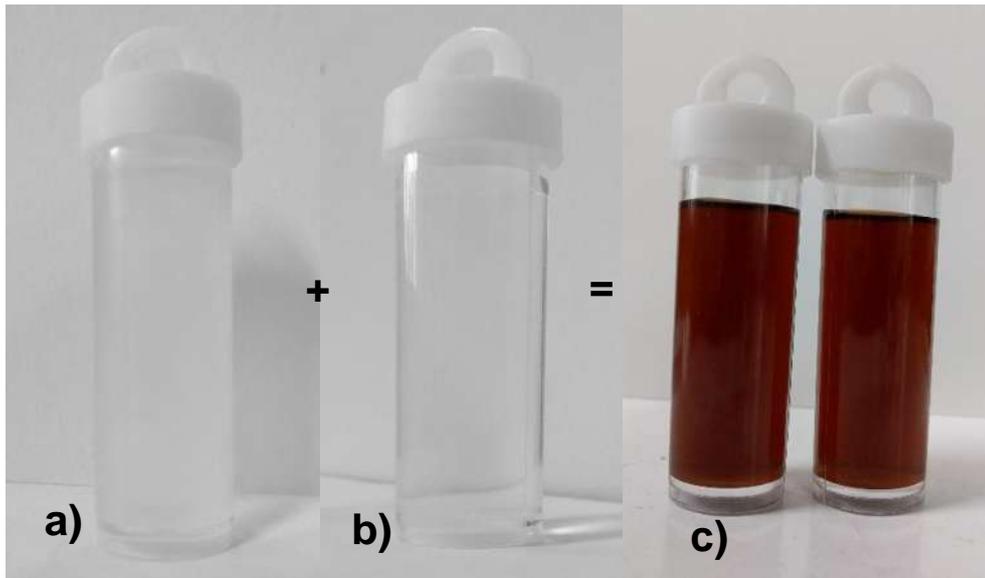


Figura 13. Soluciones a) mucílago, b) nitrato de plata y c) Ag/Mucílago 30 minutos a 60 °C.

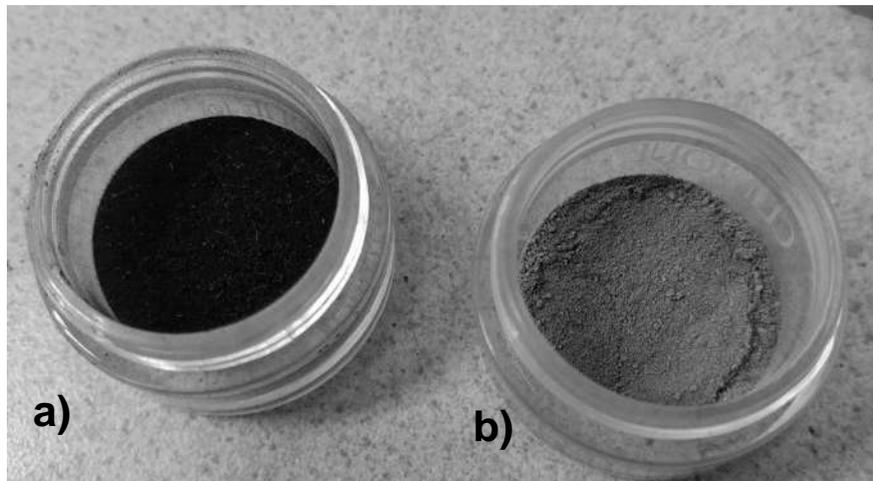


Figura 14. Muestras (a) secada a 100 °C y (b) tratada a 500 °C por 1 hr.

11. MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN

11.1 ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE

La solución se caracterizó utilizando un espectroscopio marca Lambda 365 Perkin Elmer obteniendo los espectros de absorbancia dentro del rango visible, corriéndose de 300 a 600 nm.

11.2 ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

En la caracterización de infrarrojo, se utilizó el equipo FTIR BRUKER VERTEX 70/70V; las condiciones de análisis son a 40 ciclos de barrido, 2 cm^{-1} de resolución y en el rango de 500 – 4000 cm^{-1} .

11.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

El análisis de rayos X se realizó con el difractómetro Bruker-D8 ADVANCE ECO equipado con ánodo de cobre con radiación $K\alpha$ y un monocromador de grafito. Las muestras fueron escaneadas con un rango de 25-80°.

11.4 TAMAÑO DE PARTÍCULA

Para este análisis se utilizó el Analizador de Nanopartículas SZ-100 de HORIBA SCIENTIFIC. Las condiciones de análisis fueron temperatura de 25 °C, con índice de refracción de la plata 0.16, duración de la corrida 3s, celda de plástico, sistema monodisperso.

11.5 ESPECTROSCOPIA RAMAN

Para el análisis de las muestras por Raman, se llevó a cabo por el sistema de Alta Resolución marca Horiba, modelo Lab Ram HR Evolution, usando una línea de excitación 632.8 nm (laser de He Ne 5mW), objetivo de 50X donde el Spot es de 2 micras.

12. RESULTADOS

12.1 ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA-VISIBLE

En la figura 15 se puede observar el espectro de absorbancia de la solución acuosa Ag/Mucílago, el cual muestra una intensidad de absorbancia alrededor de 430 nm, lo cual indica una resonancia del plasmón que es atribuida a la absorción de Ag dipolar, mientras que a los 399 nm se asocia a una resonancia cuadrupolar. Se puede asumir que su tamaño de partícula es de alrededor de 40 nm para la resonancia del plasmón en longitud de onda 399 nm y de 430 nm a tamaño de partícula del orden de 100 nm (Hlaing y col. 2016), lo anterior concuerda con lo reportado por Silva y col., (2012) que usando mucílago de nopal (*Opuntia*), reportaron la absorción de nanopartículas de plata alrededor de los 400 nm. Y en 430 nm Ajitha y col., (2016) usando extracto de *Lawsonia inermis* obtuvieron nanopartículas de plata.

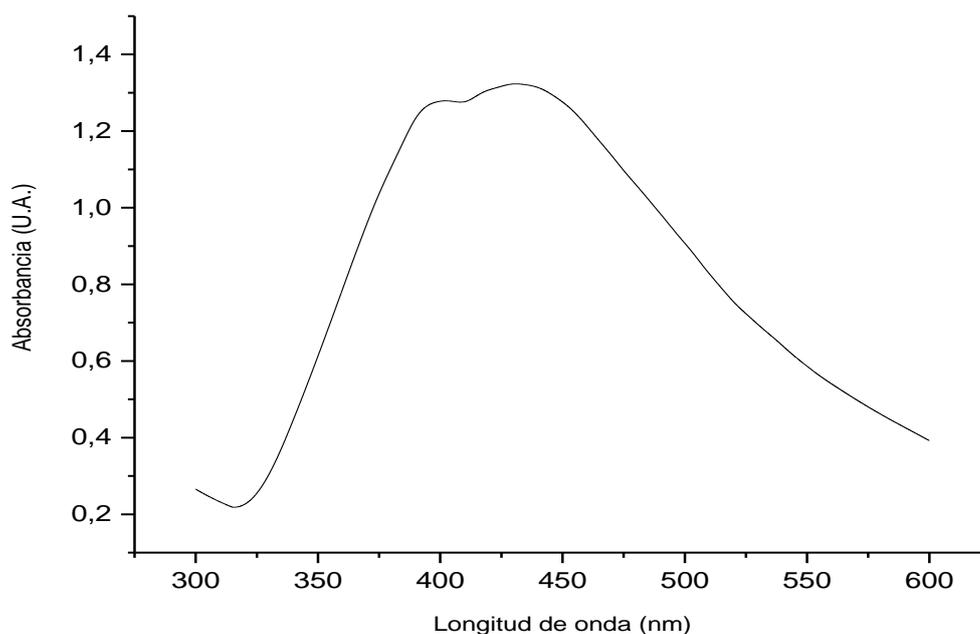


Figura 15. Espectro UV-Vis de solución acuosa Ag/Mucílago.

12.2 MEDICIÓN DE TAMAÑO DE PARTÍCULA

La medición de tamaño de partícula se realizó en la muestra coloidal de Ag/mucílago, la cual presentó valores de 36.5 nm y valores entre 135-158 nm (figura 16).

Dichos resultados concuerdan con los datos obtenidos por espectroscopía de absorción de UV-Vis.

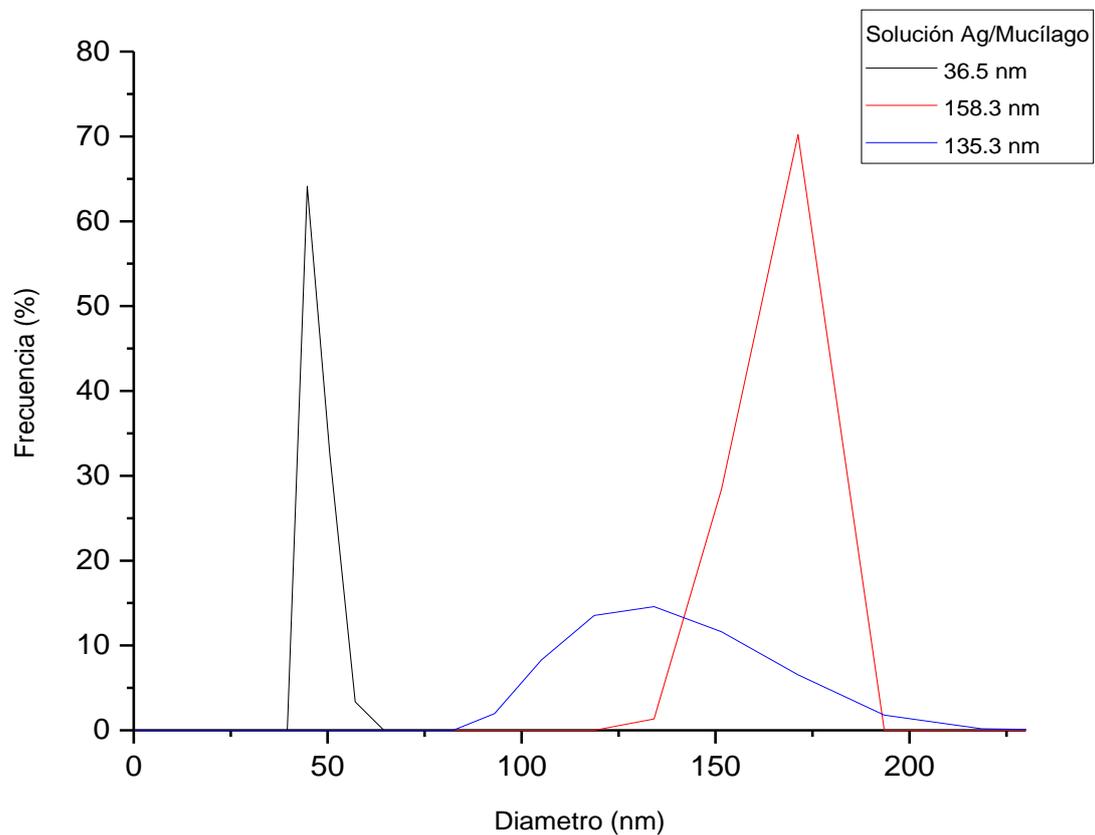


Figura 16. Tamaño de partícula en muestra coloidal Ag/Mucílago.

12.3 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

En la figura 17 se presenta el espectro de difracción de rayos X de la muestra secada 100 °C. Se pueden observar los picos de difracción de la Plata (marcados con número 1) en ángulos 2θ : 38.1°, 64.5° y 77.38°, con planos cristalinos (200), (221) y (311), respectivamente, que corresponden a los planos de difracción de la estructura cúbica centrada en la cara (FCC siglas en Inglés). Como se puede ver, además de la Plata metálica (Ag^0) se presentan algunos otros componentes de la plata los cuales son Nitrito de Plata (marcados con número 2) en ángulos 2θ : 26.7°, 29.3°, 31.9°, 35.1°, 46.3°, 48.2°, 49.5° y 56.1°; picos de difracción de Óxido de Plata (marcados con número 3) en ángulos 2θ : 32.9°, 42.3° y presencia de los componentes del extracto de nopal.

Los componentes del nopal presentes en el difractograma son carbonato de calcio en dos formas cristalinas: calcita y carbonato de calcio [CaCO_3] (siendo en mayor cantidad calcita); además de otros compuestos en menor cantidad como hidruro de calcio [CaH_2], hidrato de oxalato de hidrógeno de potasio [$\text{C}_4\text{H}_3\text{KO}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$], fairchildita [$\text{K}_2\text{Ca}(\text{CO}_3)_2$]. La importancia reside en que el calcio de estos compuestos esta biodisponible para el cuerpo humano (Contreras-Padilla y col., 2016).

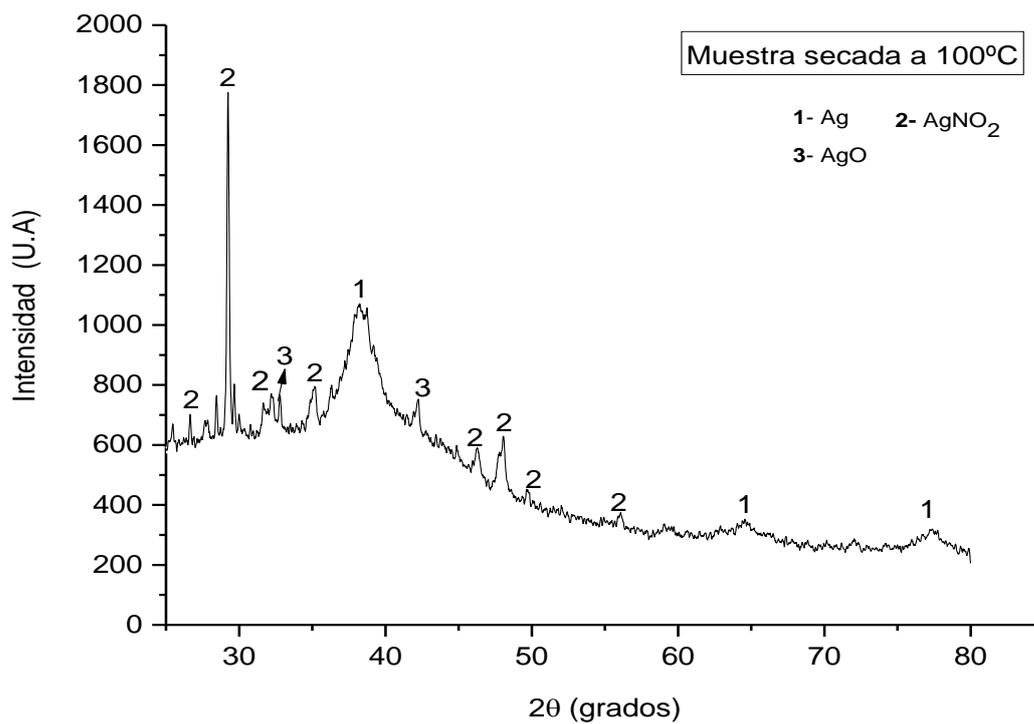


Figura 17. Difractograma de muestra secada a 100 °C.

Enseguida de secar a 100 ° C, se calcinó la muestra a 500 °C. Esto con la finalidad de eliminar los residuos de los compuestos presentes en la muestra como nitritos u óxidos de plata, así como obtener un tamaño de cristal de Ag más pequeño. El espectro de difracción de rayos X, observado en la figura 18, evidencia los picos de difracción que corresponden a Plata en ángulos 2θ : 38.1°, 38.2, 44.28°, 64.43° y 77.38°.

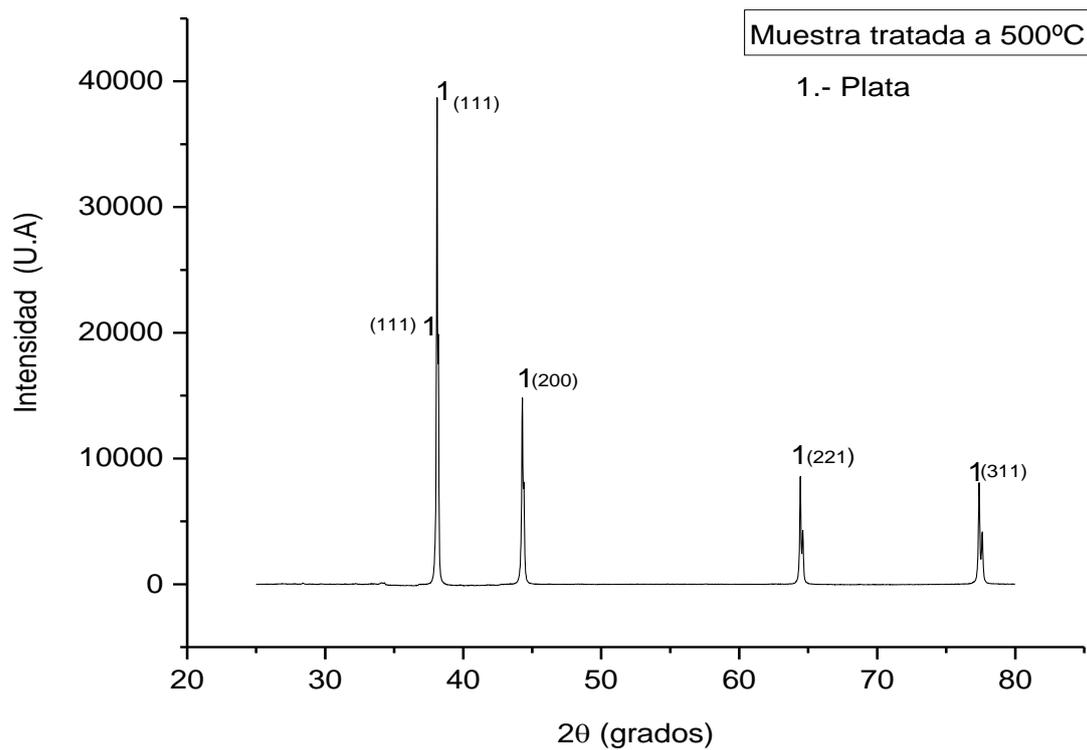


Figura 18. Difractograma de muestra tratada a 500 °C.

12.4 ESPECTROSCOPÍA DE INFRARROJO

Este análisis se realizó en la muestra líquida de mucílago de nopal, Ag/Mucílago recién preparada, también en forma de polvo secada a 100 °C y tratada térmicamente 500 °C, y mucílago en polvo.

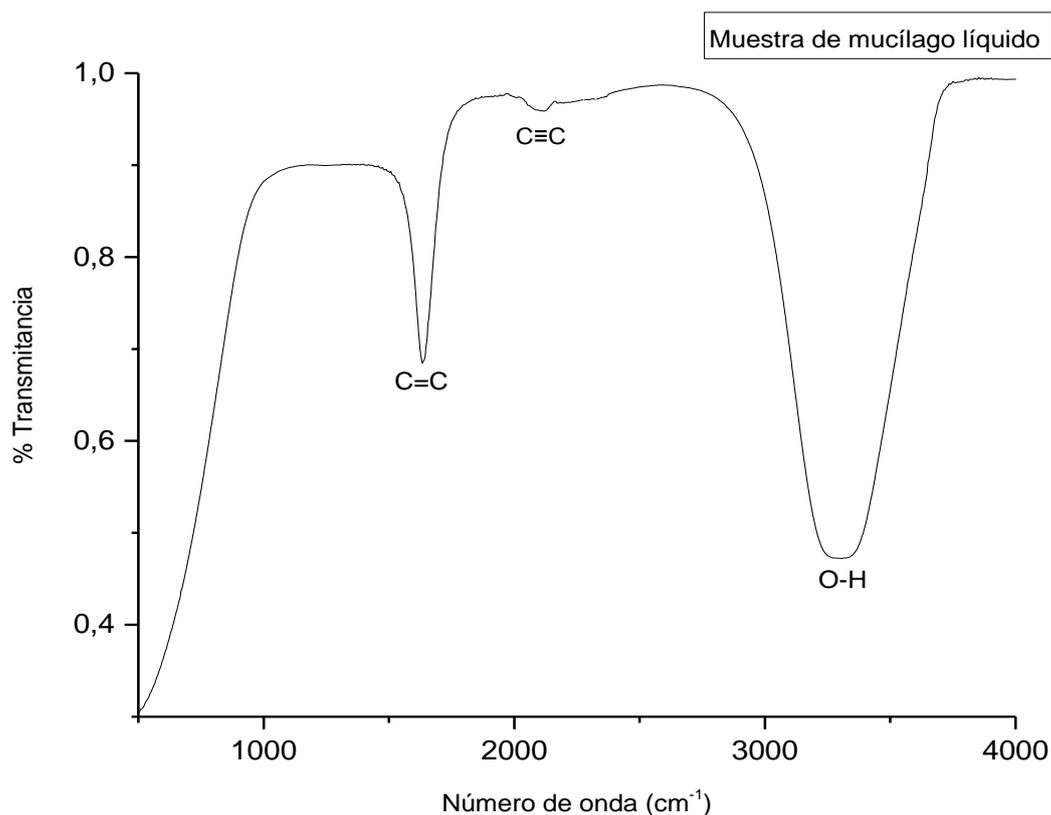


Figura 19. Espectro infrarrojo de mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*) líquido.

La figura 19 muestra espectro de infrarrojo de la muestra líquida del mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*), en el que se presentan vibraciones O-H en 3295.05 cm^{-1} , C=C en 1639.32 cm^{-1} y C≡C en 2097.7 cm^{-1} .

El espectro infrarrojo de la muestra líquida Ag/Mucílago (figura 20) presentó bandas de transmisión en 1638.51 cm^{-1} , 2099.1 cm^{-1} y 3288.31 cm^{-1} . La banda en 3288.31 cm^{-1} , se asocia a grupos O-H, la banda en 2099.1 cm^{-1} es asociada a grupos C≡C y la banda a 1638.51 cm^{-1} a grupos C=C del mucílago de nopal.

Se puede observar que el espectro de infrarrojo tanto de mucílago líquido como de Ag/mucílago se observan las mismas bandas asociadas a los dobles y triples enlaces carbono (C=C y C≡C) y la asociada al grupo O-H, y no se ve la presencia

de plata, debido a que no forma enlace en el sistema Ag/mucílago y se encuentra en forma intersticial en la red del mucílago.

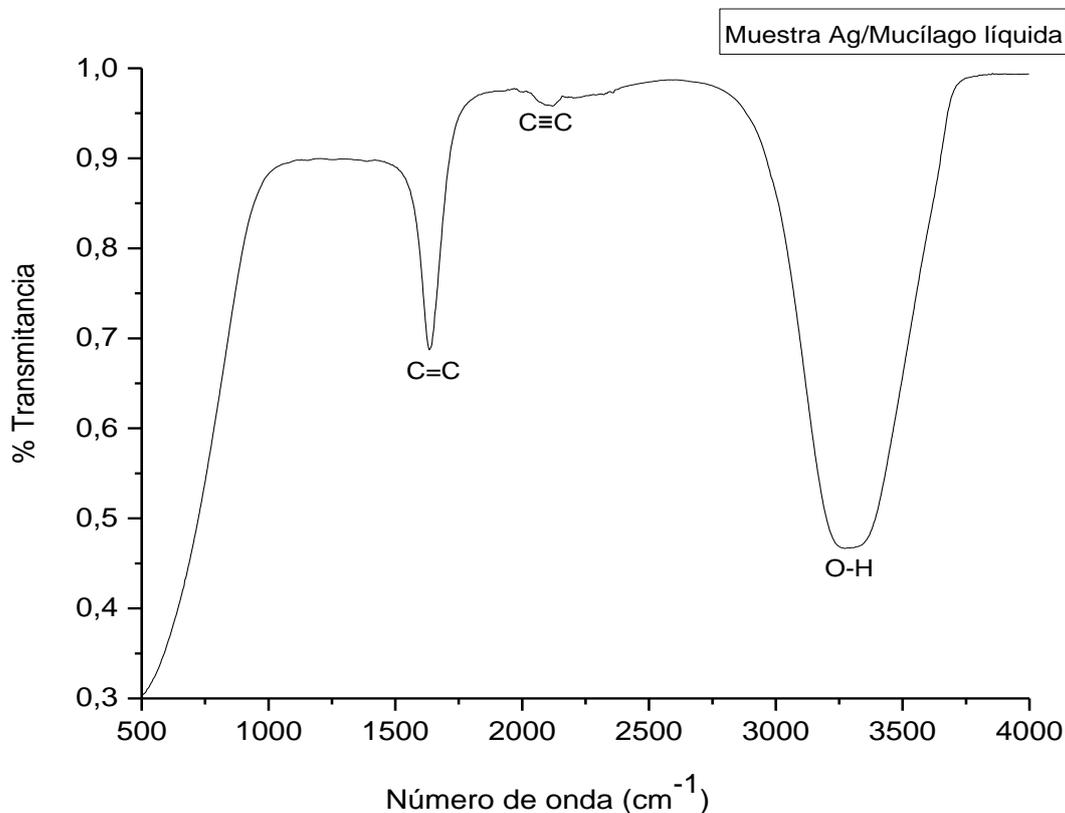


Figura 20. Espectro infrarrojo de muestra Ag/Mucílago líquida.

En la figura 21 se presenta el espectro infrarrojo del mucílago en polvo (*Opuntia ficus-indica*), el cual presentó bandas de absorción destacables en 3326.72 cm^{-1} correspondiente a vibraciones de estiramiento O-H de alcoholes involucrados en enlaces de hidrógeno intermoleculares de moléculas presentes en el mucílago (Rodríguez-González 2014).

Las bandas en 2907.55 cm^{-1} corresponde a vibraciones C-H presentes en la molécula del mucílago, en 2344.57 cm^{-1} (vibraciones $\text{C} \equiv \text{N}$), en 2102.34 cm^{-1} (vibraciones $\text{C} \equiv \text{C}$), en 1885.67 cm^{-1} (vibraciones $\text{C}=\text{O}$), 1607.15 cm^{-1} y 1386.08

cm^{-1} que pueden corresponder a la ionización de las moléculas de ácidos y grupos carboxílicos no esterificados. Esto indica que la molécula de mucílago de *Opuntia* es de bajo grado de esterificación, de acuerdo con Sáenz (2004) y Cárdenas y col., (2007) y, en 1273.48 cm^{-1} (vibraciones C-C) y en 1032.2 cm^{-1} que corresponde a las vibraciones de C-O de las moléculas contenidas en el mucílago.

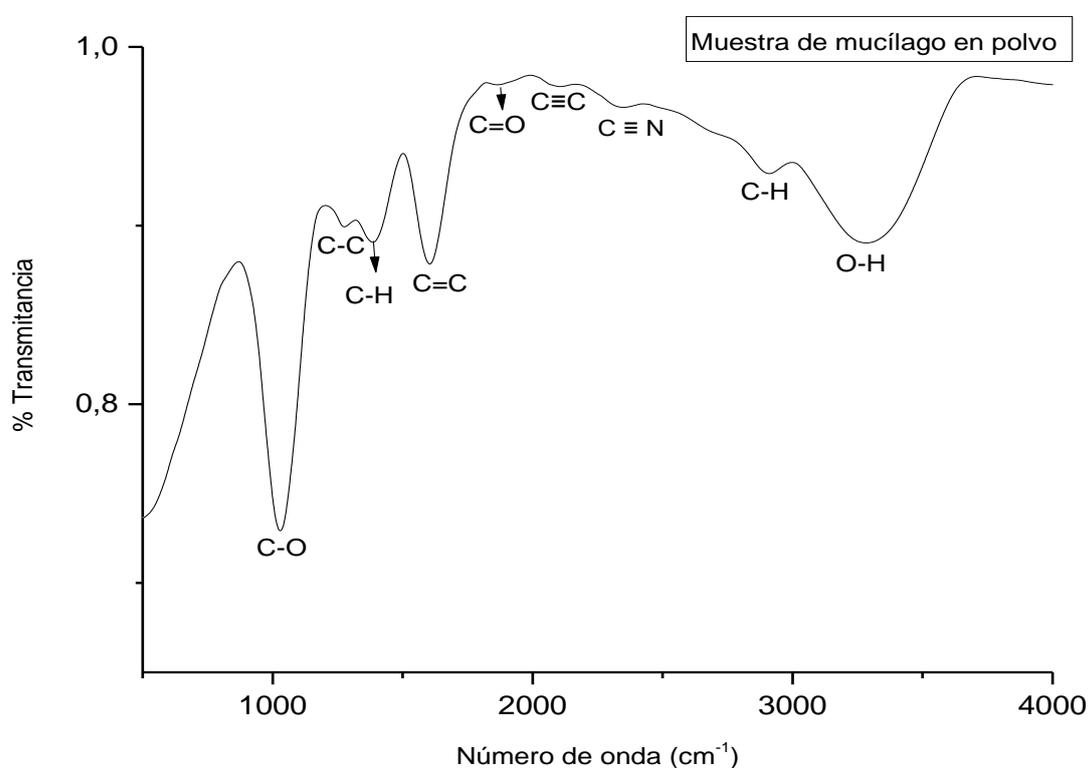


Figura 21. Espectro infrarrojo de mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*) en polvo.

El espectro infrarrojo de la muestra Ag/mucílago, secada a $100 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (figura 22), presentó bandas de transmisión en 1007.6 cm^{-1} , 1321.73 cm^{-1} , 1595.18 cm^{-1} , 2100.8 cm^{-1} , 2344.5 cm^{-1} , 3293 cm^{-1} , que están asociadas a grupos C-O, C-N, C=C, C≡C, C≡N y N-H respectivamente. En ella se puede observar aun la presencia de enlaces asociados con el mucílago y a las disociaciones nitrato de plata, donde el nitrógeno y oxígeno contribuyen a la formación o estabilización de grupos N-H o grupos carboxilo.

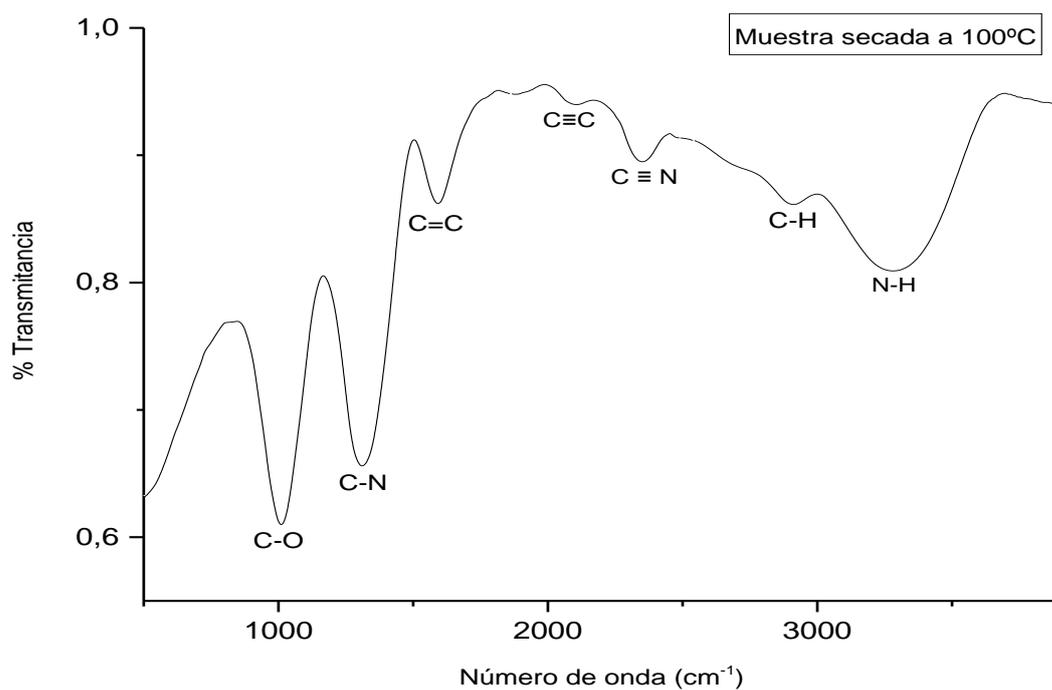


Figura 22. Espectro infrarrojo de muestra secada a 100 °C.

El espectro infrarrojo de la muestra tratada a 500 °C presentó bandas de transmisión en 1009.25 cm^{-1} , 1389.83 cm^{-1} , 1628.6 cm^{-1} , 2097.67 cm^{-1} , 2338.66 cm^{-1} como se muestra la figura 23. Estas bandas corresponden a grupos C-O, C-H, C=C, C≡C, C≡N.

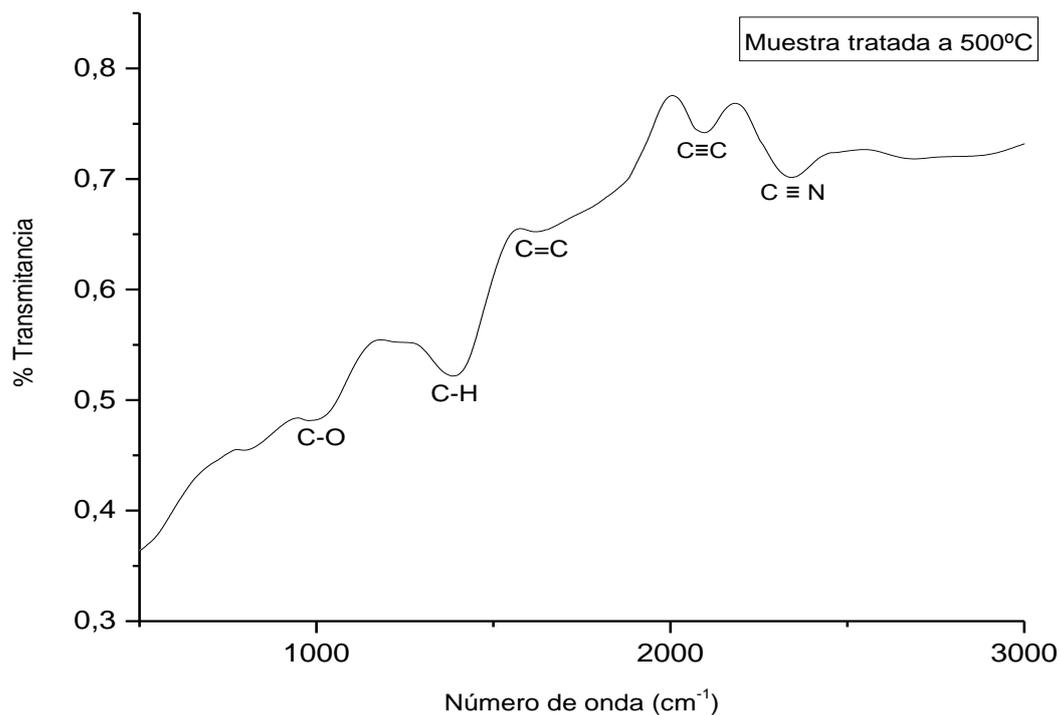


Figura 23. Espectro infrarrojo de muestra tratada a 500 °C.

12.5 ESPECTROSCOPIA RAMAN

Las figuras 24 y 25 muestran el espectro Raman de la muestra de mucílago de nopal en polvo. Se observan bandas que corresponden a L-arabinosa, D-xilosa, D-glucosa, D-galactosa y ácido ascórbico (Cerchiaro y col. 2005, Singh G. y col. 2016, Wiercigroch, E y col. 2017).

El mucílago de nopal presenta dos bandas en 172.5 y 240.4 cm^{-1} , las cuales corresponden únicamente al ácido ascórbico como lo reporta Singh G. y col. 2016.

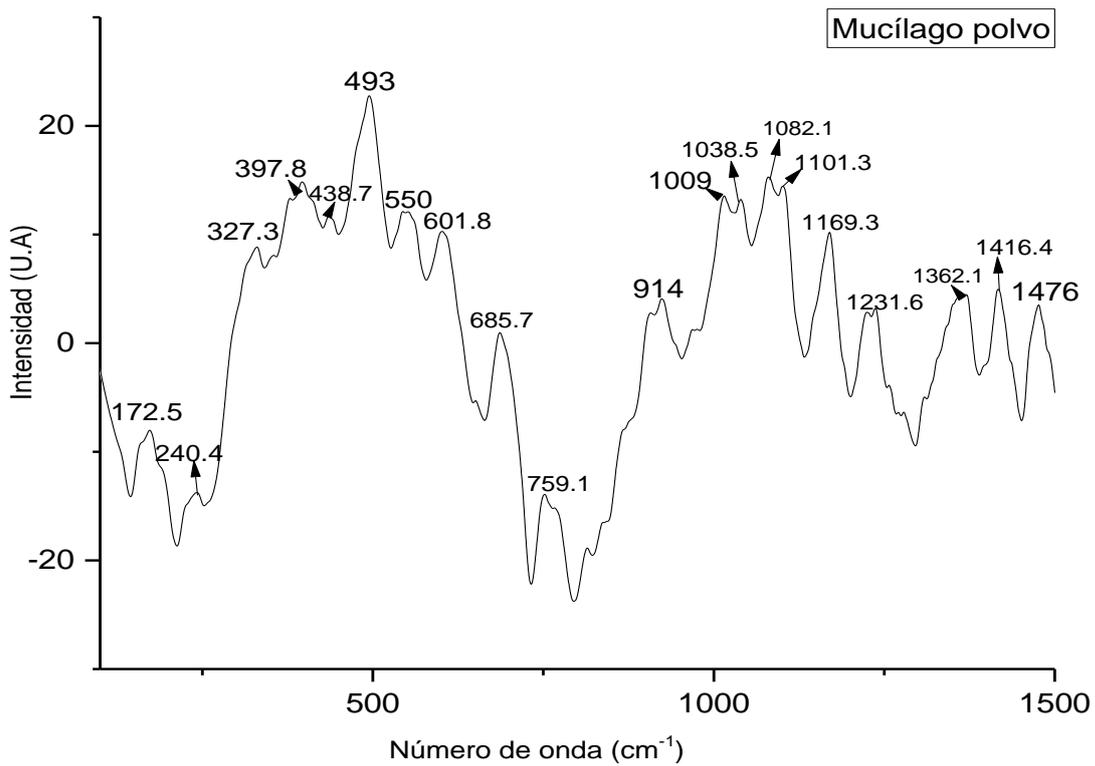


Figura 24. Espectro Raman de mucílago en polvo.

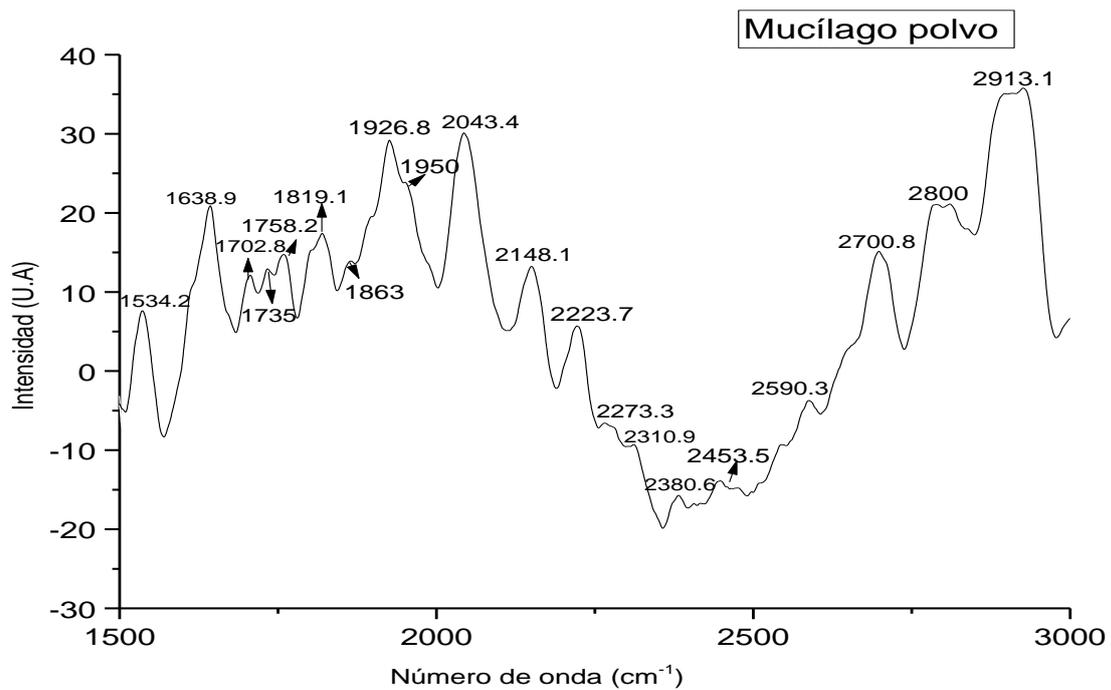


Figura 25. Espectro Raman de mucílago en polvo.

La figura 26 muestra el espectro de Raman para el mucílago en polvo a) y el espectro para la síntesis de nanopartículas de plata con *Opuntia ficus-indica* b). El mucílago de nopal líquido no tiene bandas Raman características, sin embargo, se observa que la muestra de nanopartículas de plata presenta un pico en 160 cm^{-1} que de acuerdo con Bocarando y col. (2014) corresponde a vibraciones plata-plata.

La banda presente en 172.5 correspondiente al ácido ascórbico tuvo un corrimiento como se observa en la figura 26 b), esto es atribuido por la acción de reducción de los iones plata.

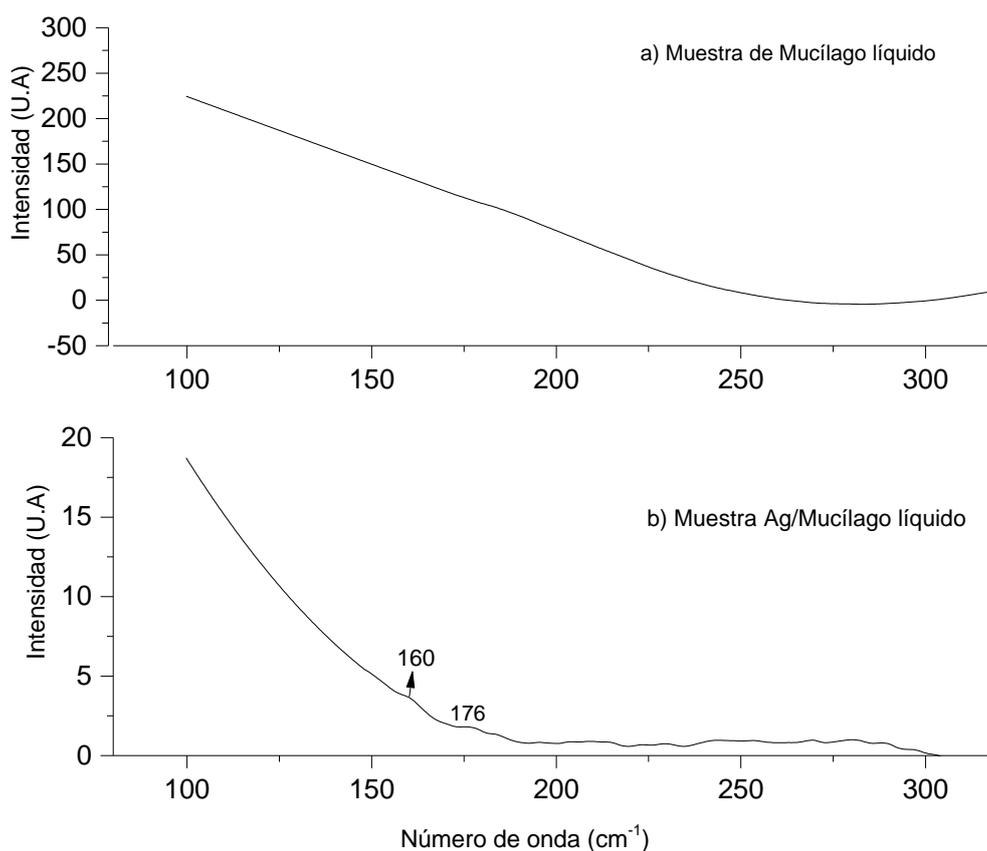


Figura 26. Espectros Raman de mucílago líquido a) y nanopartículas de plata muestra líquida b).

12.6 TAMAÑO DE PARTÍCULA

A continuación, se muestra la gráfica de estimación del tamaño de partícula en la muestra en polvo tratada a 500 °C. En la tabla 4, se observa la distribución de tamaño de partícula de la muestra, y a su vez se asume que el tamaño de partícula es aproximadamente 15 nm (figura 27). Este resultado es similar al reportado por Bocarando (2014) que de igual manera utiliza el mucílago de nopal como agente reductor.

Tabla 4. Distribución del tamaño de partícula.

| Diámetro (nm) | Frecuencia % |
|---------------|--------------|
| 13.2 | 48.27 |
| 14.91 | 51.1 |
| 16.84 | 0.63 |

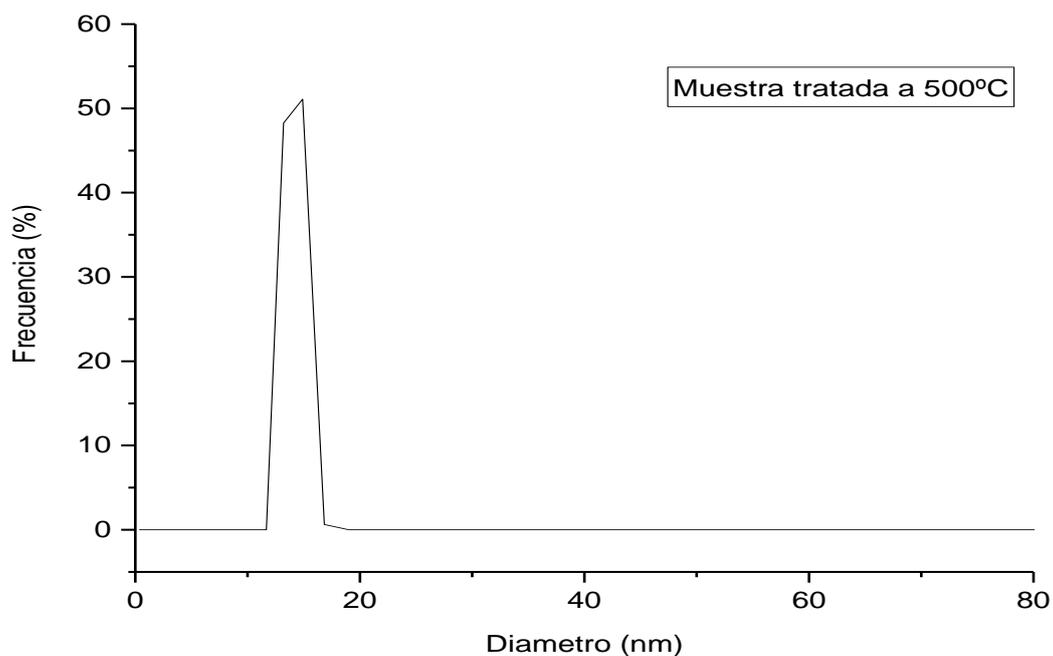


Figura 27. Determinación del tamaño de partícula.

13. CONCLUSIONES

Utilizando mucílago de nopal (*Opuntia ficus-indica*) como agente reductor de los iones plata fue posible obtener nanopartículas de plata coloidal con un tamaño que oscila entre 30 y 100 nm. Mediante espectroscopia UV-VIS fue posible detectar la presencia del plasmón con una absorción alrededor de 399 y 430 nm, la cuales correspondieron a partículas dipolares y cuadrupolares respectivamente. Mediante difracción de rayos X se obtuvieron patrones de difracción en muestras secadas a 100 °C, observándose la presencia de Ag metálica y remanentes de la plata y mucílago. Cuando la muestra fue tratada a 500 °C se eliminaron los residuos para obtener solo plata metálica.

En los espectros de Raman para el mucílago en polvo se muestran picos que corresponden a L-arabinosa, D-xilosa, D-glucosa, D-galactosa y ácido ascórbico. Para la muestra de nanopartículas de plata recién sintetizadas se observa una banda en 160 cm⁻¹ que corresponde a vibraciones plata-plata.

14. BIBLIOGRAFÍA

Abraján, V.M.A. (2008). Efecto del método de extracción en las características químicas y físicas del mucílago del nopal (*Opuntia ficus-indica*) y estudio de su aplicación como recubrimiento comestible. Tesis de doctorado. Departamento de Tecnología de Alimentos. Universidad Politécnica de Valencia. Valencia, España, pp 22-25.

Ajitha, B., Ashok Kumar Reddy, Y., Sreedhara Reddy, P., Suneetha, Y., Hwan-Jin, J., Chi won Ahna. (2016). Instant biosynthesis of silver nanoparticles using *Lawsonia inermis* leaf extract: Innate catalytic, antimicrobial and antioxidant activities. *Journal of Molecular Liquids*, pp 474-481.

Albella J.M., A.M. Cintas, T. Miranda, J.M. Serratosa, (1996). *Introducción a la Ciencia de Materiales*, Consejo Superior de Investigaciones Científicas, España.

Alfa S. Mohanty, Bhabani S. Jena (2017). Innate catalytic and free radical scavenging activities of silver nanoparticles synthesized using *Dillenia indica* bark extract. *Journal of Colloid and Interface Science*, 496, pp 513-521.

Álvarez, A.B. R., Cortez-Valdez, M., Neira-Bueno, L. O., Britto-Hurtado, R., Rocha-Rocha, O., delgado-Beleño, Y., Martínez-Nuñez, C. E., Serrano – Corrales, L. I., Arizpe-Chávez, H., Flores-Acosta, M. (2016). Vibrational properties of gold nanoparticles obtained by green synthesis. *Physica E*, 84, pp 191-195.

Álvarez, O.C., Díaz, S.C., Ramírez, V.D., Yáñez, F.J. (2007). Secado por Aspersión de Mucílago de Nopal. Memorias en extenso del IX Congreso de Ciencia de los Alimentos y V foro de Ciencia y Tecnología de Alimentos. Departamento de Bioingeniería. Unidad Profesional Interdisciplinaria de Biotecnología. IPN. Guanajuato, México, pp 277.

Atalah, E., Pak, N. (1997). Aumente el consumo de verduras, frutas y legumbres. En: Castillo, C., Uauy, R., Atalah, E. (Eds.), *Guías de alimentación para la población Chilena*. Santiago, Chile, pp 164.

Bocarando-Chacón, J.G., Cortez-Valadez, M., Vargas-Vázquez, D., Rodríguez Melgarejo, F., Flores-Acosta, M., Mani-Gonzalez, P.G., León-Sarabia, E., Navarro-Badilla, A., Ramírez-Bon, R. (2014). Raman bands in Ag nanoparticles obtained in extract of *Opuntia ficus-indica* plant. *Physica E* 59, pp 15-18.

Cárdenas, A., Higuera-Ciaparra, I., Goycoolea, F. (1997). Rheology and aggregation of cactus (*Opuntia ficus indica*) mucilage in solution. *Journal of the Professional Association for Cactus Development* 2, pp 152-159.

Carrillo-López, L.M., Zavaleta- Mancera, H.A., Vilchis-Néstor, A., Soto-Hernández, R.M., Arenas-Alatorre, J., Trejo-Téllez, L y Gómez-Merino, F (2014). Biosynthesis of Silver Nanoparticles Using *Chenopodium ambrosioides*. *Journal of Nanomaterials*. 2014, pp 1-9.

Cerchiaro, G., sant´Ana, A. C., Arruda-Temperini, M. L., Da Costa-Ferreira, A. M. (2005). Investigations of different carbohydrate anomers in copper (II) complexes with D-glucose, D-fructose and D-galactose by Raman and EPR spectroscopy. *Carbohydrate Research*. 340, pp 2352-2359.

Contreras-Padilla, M., Rodríguez-García, M. E., Gutiérrez-Cortez, E., Valderrama-Bravo, M.C., Rojas-Molina, J. I., Rivera-Muñoz, E. M. (2016). Physicochemical and rheological characterization of *Opuntia ficus* mucilage at three different maturity stages of cladode. *European Polymer Journal*. 78, pp 226-234.

Culity, B. D. (1956). *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company.

Gardea-Torresdey, J. L., Parsons, J. G., Gómez, E., Peralta-Videa, J., Troiani, H. E., Santiago, P., Yacaman, J. M. (2002). Formation and Growth of Au Nanoparticles inside Live Alfalfa Plants. *Nano Letters*. 2,4, pp 397-401.

Granados-Sánchez, D., Castañeda-Pérez, A.D. (1997). El nopal. Historia, fisiología, genética e importancia frutícola. *Trillas, México*, página 21.

Hlaing, M., Gebear-Eigzabher, B., Roa, A., Marcano, A., Radu, D., Lai, C-Y. (2016). Absorption and scattering cross-section extinction values of silver nanoparticles. *Optical Materials*, pp 439-444.

Jiménez-Vargas, M. (1979). *Fisicoquímica fisiológica: coloides*. Ed. Interamericana (5ª edición). Obtenido de: <http://cidta.usal.es/residuales/libros/logo/pdf/coloides.pdf>

Manceau, A., Nagy, K.L., Marcus, M. A., Lanson, M., Geoffroy, N., Jacquet, T., Kirpichtchicova, T. (2008). Formation of Metallic Copper Nanoparticles at the Soil-Root Interface. *Environmental Science Technology*, 42, pp 1766–1772.

McPherson, R. (1992). Dietary fiber-a perspective. In: Gene A. Spiller (Ed.), *Dietary Fiber in Human Nutrition*, 2nd Edition. CRC Handbook, Boca Raton, FL, pp 7-11.

Medina-Torres, L., García-cruz, E.E., Calderas, F., González Laredo, R.F., Sánchez-Olivares, G., Gallegos-Infante, J.A., Rocha-Guzmán, N.E., Rodríguez-Ramírez, J. (2013). Microencapsulation by spray drying of gallic acid with nopal mucilage (*Opuntia ficus indica*). *LWT – Food Science and Technology* 50(2), pp 642-650.

Mukherjee, P., Ahmad, A., Mandal, D., Senapati, S., Sainkar, R.S., Khan, M.I., Parishcha, R., Ajaykumar, P.V., Alam, M., Kumar, R., Sastry, M. (2001). Fungus-Mediated Synthesis of Silver Nanoparticles and Their Immobilization in the Mycelial Matrix: A Novel Biological Approach to Nanoparticle Synthesis. *Nano Letters*, 1, 10, pp 515-519.

Perry, H. J. (1980). *Manual del Ingeniero Químico*. Ed. Hispanoamericana, pp 165, 305.

Peralta, J. R., Gardea-Torresdey, J. L., Tiemann, K. J., Gómez, E., Arteaga, S., Rascon, E., Parsons, J. G. (2001). Uptake and Effects of Five Heavy Metals on Seed Germination and Plant Growth in Alfalfa (*Medicago sativa L.*). *Environmental Contamination and Toxicology*.66, pp 727–734.

Rico-Moctezuma, A., Vilchis-Néstor, A. R., Sánchez-Mendieta, V. (2010). Biosíntesis de nanopartículas de oro mediante el extracto de *Opuntia ficus-indica*. *Superficies y vacío*, 23, pp 94-97.

Robles-García, M. A., Rodríguez-Félix, F., Márquez-Ríos, E., Barrera-Rodríguez, A., Aguilar-Martínez, J., Del-Toro-Sánchez, C. L. (2014). Aplicaciones biomédicas, textiles y alimentarias de nanoestructuras elaboradas por electrohilado. *Revista de Ciencias Biológicas y de la Salud*. 16, pp 44-52.

Rocha-Rocha, O., Cortez-Valadez, M., Hernández-Martínez, A. R., Gámez-Corrales, M., Álvarez, A. B. R., Britto-hurtado, R., Delgado-Beleño, Y., Martínez-Núñez, C. E., Pérez-Rodríguez, A., Arizpe-Chávez, H., Flores-Acosta, M. (2017). Green Synthesis of Ag-Cu Nanoalloys Using *Opuntia ficus-indica*. *Journal of Electronic Materials*. 46,2, pp 802-807.

Rodríguez-González, S., Martínez-Flores, H. E., Chávez-Moreno, C. K., Macías-rodríguez, L.I., Zavala-Mendoza, E., Garnica-romo, M. G., Chacón-García, L. (2014). Extraction and Characterization of Mucilage from wild Species of *Opuntia*. *Journal of Food Process Engineering*, pp1745-4530.

Ruiz, H.F., Guerrero, B.J.A. (2009). Aplicación de las películas comestibles a base de quimostato y mucílago de nopal en fresa (*Fragaria ananasa*) en refrigeración. Tesis de maestría. Ciencia en alimentos. Universidad de las Américas Puebla. Puebla, pp 21-23.

Saag, K.M.L., Sanderson, G., Moyna, P., Ramos, G. (1975). Cactaceae mucilage composition. *Journal of the Science of Food and Agriculture* 26, pp 993-1000.

Sáenz, C., Sepúlveda, E., Matsuhira, B. (2004). *Opuntia* ssp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. *Journal of Arid Environments* 57, pp 275-290.

Salinas-Estevané, P., Sánchez-cervantes, E. M. (2012). La química verde en la síntesis de nanoestructuras. *Ingenierías*. 54, pp 7-16.

Sandoval-Muñoz, R. P., Romo-Zamarrón, K. F., Ortiz-Duarte, G., Medina-Ramírez, L. E., Pérez-Cabrera, L.E. (2017). Síntesis de nanocompositos (Ag-Quitosano) y su inclusión en recubrimientos comestibles a base de quitosano y mucílago de linaza. *Investigación y Desarrollo en Ciencia y Tecnología de Alimentos*. 2, pp 397-403.

Silva-de-Hoyos L. E., Sánchez-Mendieta V., Rico-Moctezuma A., Vilchis-Néstor A. R. (2012). Silver nanoparticles biosynthesized using *Opuntia ficus* aqueous extract. *Superficies y Vacío*. 25, pp 31-35.

Singh, Gurpreet., Mohanty, B. P., Saini, G. S. S. (2016). Structure, spectra and antioxidant action of ascorbic acid studied by density functional theory, Raman spectroscopic and nuclear magnetic resonance techniques. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular spectroscopy*. 155, pp 61-74.

Velázquez-González, C. S. (2017). Síntesis y caracterización de películas delgadas de TiO₂ dopado con w obtenidas por spin-coater. Tesis de maestría. Facultad de ciencias físico matemáticas. Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. Morelia, Michoacán. pp16-27.

Wiercigroch, E., Szafraniec, E., Czamara, K., Pacia, M. Z., Majzner, K., Kochan, K., Kaczor, A., Baranska, M., Melek, K. Raman and infrared spectroscopy of carbohydrates: A review. (2017). *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular spectroscopy*. 185, pp 317-335.

Wooten, F. (1972). *Optical properties of solids*. Academic press: New York.

Zamora-Vega, R., Montañéz-Soto, J.L., Martínez-Flores, H.E., Flores-Magallón, R., Muñoz-Ruiz, C.V., Venegas-González, J., Ariza-Ortega, T. (2012). Effect of incorporating prebiotics in coating materials for the microencapsulation of *Sacharomyces boulardii*. *International Journal of Food Sciences and Nutrition*. 63, pp 930-935.