



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN

Síntesis de Nanopartículas de plata empleando extracto de *Matricaria recutita* L. (Manzanilla) y su uso como agente reductor en una reacción química

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE QUÍMICO

P R E S E N T A

MIRIAM IVETTE JIMÉNEZ HUERTA

ASESOR:

Q.F.B. BRÍGIDA DEL CARMEN CAMACHO ENRÍQUEZ

CUAUTITLÁN IZCALLI, ESTADO DE MÉXICO, 2018



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN
UNIDAD DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR
DEPARTAMENTO DE EXÁMENES PROFESIONALES

ASUNTO: VOTO APROBATORIO

M. en C. JORGE ALFREDO CUÉLLAR ORDAZ
DIRECTOR DE LA FES CUAUTITLÁN
PRESENTE

ATN: I.A. LAURA MARGARITA CORTAZAR FIGUEROA
Jefa del Departamento de Exámenes Profesionales
de la FES Cuautitlán.

Con base en el Reglamento General de Exámenes, y la Dirección de la Facultad, nos permitimos comunicar a usted que revisamos el: Trabajo de Tesis

Síntesis de Nanopartículas de plata empleando extracto de Matricaria recutita L. (Manzanilla) y su uso como agente reductor en una reacción química.

Que presenta la pasante: **Miriam Ivette Jiménez Huerta**

Con número de cuenta: **411011332** para obtener el Título de la carrera: **Licenciatura en Química**

Considerando que dicho trabajo reúne los requisitos necesarios para ser discutido en el EXAMEN PROFESIONAL correspondiente, otorgamos nuestro **VOTO APROBATORIO**.

ATENTAMENTE

“POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU”

Cuautitlán Izcalli, Méx. a 10 de Abril de 2018.

PROFESORES QUE INTEGRAN EL JURADO

	NOMBRE	FIRMA
PRESIDENTE	Dra. María Guadalupe Pérez Caballero	
VOCAL	Dra. Yolanda Marina Vargas Rodríguez	
SECRETARIO	Q.F.B. Brígida del Carmen Camacho Enríquez	
1er. SUPLENTE	Dr. Gabriel Arturo Arroyo Razo	
2do. SUPLENTE	Dr. Benjamín Velasco Bejarano	

NOTA: los sinodales suplentes están obligados a presentarse el día y hora del Examen Profesional (art. 127).

LMCF/javg

AGRADECIMIENTOS

Proyecto PAPIME PE204118. “Actualización y fortalecimiento de la enseñanza de las asignaturas: Fitoquímica, Farmacognosia y Fitofármacos, de la Licenciatura en Química Industrial”.

Le agradezco de forma infinita a la UNAM y por consiguiente a la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, por brindarme una formación académica de calidad y las bases para servir a la sociedad como persona y profesional.

De forma personal, le agradezco a toda mi familia; mamá, papá y mis 2 hermanos (Gabriel y Gustavo) por ser mi apoyo y motivación en todos los sentidos. Espero, que si logran percibir virtudes en mí, sepan que todo lo bueno lo aprendí de ustedes.

A la profesora Brígida y al Profesor Mario, por ser excelentes guías y maestros, no sólo en lo académico, por hacer evidente lo que es ser un buen profesional y una buena persona.

A mis amigas (Gaby, Montse y Ely) que compartieron dificultades y retos conmigo al atravesar juntas momentos difíciles y alegrías.

A mis amigos que conocí en el camino de este trabajo, Alejandra, Lidia, Sarita y Sergio, que me ayudaron y guiaron para poder finalizar lo.

Espero algún día, poder retribuir a la UNAM y a todas las personas que mencioné de diferentes formas y por supuesto, deseo mejorar día a día como profesional y como persona para nunca defraudarlos.

ÍNDICE

ÍNDICE	5
ÍNDICE DE FIGURAS	7
ÍNDICE DE TABLAS	8
1.0. INTRODUCCIÓN	9
2.0. OBJETIVOS	10
2.1. Objetivo general.....	10
2.2. Objetivos particulares.....	10
3.0. MARCO TEÓRICO.....	11
3.1. NANOCIENCIA Y NANOTECNOLOGÍA	12
3.3. NANOPARTÍCULAS	13
3.6. SÍNTESIS VERDE DE NANOPARTÍCULAS.....	15
3.7. MANZANILLA.....	15
3.8. USOS Y APROVECHAMIENTO	15
3.11. PLATA	17
4.0. METODOLOGÍA.....	21
4.1.1. CONSERVACIÓN DE LA MATERIA PRIMA VEGETAL.....	24
4.1.2. SELECCIÓN DE LA ESPECIE VEGETAL Y ÓRGANO A UTILIZAR	24
4.1.3. EXTRACCIÓN.....	25
4.1.4. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA.....	25
4.1.4.1. MONITOREO DE LA SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS	25
4.2.1. IDENTIFICACIÓN TAXONÓMICA	25
4.2.2. CONTROL DE CALIDAD	25
4.2.2.1. ANÁLISIS FITOQUÍMICO	26
4.2.2.2. MOLIENDA Y TAMAÑO DE PARTÍCULA	26
4.2.2.3. DETERMINACIÓN DE AGUA Y MATERIAL VOLÁTIL.....	27
4.2.2.4. MATERIAL EXTRAÍBLE, VARIANDO LA FUENTE DE ENERGÍA.....	27
4.3. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA CON EXTRACTO DE MANZANILLA.....	27
4.3.3. RELACIÓN EXTRACTO/PLATA	28
4.3.4. VARIACIÓN DE VOLUMEN DE NITRATO DE PLATA.....	28
4.3.5. VARIACIÓN DE pH DEL EXTRACTO DE MANZANILLA	29
	5

4.4.	SEPARACIÓN.....	29
4.5.	CARACTERIZACIÓN.....	29
4.5.2.	CUANTIFICACIÓN DE PLATA (I).....	30
4.6.	APLICACIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS DE PLATA	30
5.	RESULTADOS Y ANÁLISIS	31
5.2.	ELECCIÓN DEL AGENTE REDUCTOR	31
5.3.	IDENTIFICACIÓN DE LA ESPECIE VEGETAL EMPLEADA.....	32
5.4.	CONTROL DE CALIDAD	32
5.4.2.	ANÁLISIS FITOQUÍMICO	33
5.4.4.	DETERMINACIÓN DE AGUA Y MATERIAL VOLÁTIL.....	35
5.4.5.	OBTENCION DE EXTRACTO USANDO DIFERENTE FUENTE DE ENERGÍA	36
5.6.	SINTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA.....	37
5.6.2.	VARIACIÓN DE EXTRACTO/PLATA.....	38
5.6.3.	VARIACIÓN DE VOLUMEN DE NITRATO DE PLATA.....	39
5.6.4.	VARIACIÓN DE pH DEL EXTRACTO DE MANZANILLA	41
5.7.	CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA	43
5.7.2.	SEPARACIÓN.....	43
5.7.3.	MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO.....	44
5.7.4.	CUANTIFICACIÓN DE PLATA (I).....	46
	CONCLUSIONES.....	51
	ANEXOS	52
	ANEXO 1	52
	ANEXO 2	53
	ANEXO 3	54
	ANEXO 4	55
	Bibliografía	56

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Copa <i>Lycurgus</i> bajo diferentes tipos de luz. (Montero, Laboratorio de Pablo Olavide).....	10
Figura 2 Síntesis de Nanopartículas, método químico (Bottom-up) y método químico físico (Top-down).....	14
Figura 3 <i>Matricaria recutita</i> L. (manzanilla).....	16
Figura 4 Oscilaciones del campo eléctrico sobre la superficie de las Nanopartículas. Nota: Obtenida de Montero, 2012. La oscilación de las nanopartículas sobre el campo eléctrico es conocido como plasmón de superficie.....	19
Figura 5 Estructura química Azul de Metileno.....	20
Figura 6 Metodología general de la Síntesis de nanopartículas de plata usando extracto acuoso de manzanilla como agente reductor.....	23
Figura 7 Espectro UV-Vis correspondiente al Plasmón de superficie con cada órgano de diferentes especies vegetales seleccionadas.....	31
Figura 8 Flavonoides característicos en flores de manzanilla, apigenina y quercetina.....	34
Figura 9 Reacción redox de quercetina con plata.....	34
Figura 10 Espectro de absorción UV-Vis nanopartículas obtenidas con extracto obtenido por diferentes fuentes de energía.....	37
Figura 11 Espectro de absorción UV-Vis variando el volumen de extracto.....	38
Figura 12 Espectro de absorción sobre la variación de volumen de Nitrato de plata en la síntesis de nanopartículas.....	39
Figura 13 Gráfica de Absorbancia vs Volumen de AgNO_3	40
Figura 14 Variación de características según la variación de pH.....	41
Figura 15 Reducción de plata a pH's básicos.....	42
Figura 16 Nucleación de átomos de plata para la formación de Nanopartículas (García, 2015).....	43
Figura 17 Micrografía de nanopartículas de plata 10000X.....	44
Figura 18 Micrografía de nanopartículas de plata 10000X.....	45
Figura 19 Micrografía de nanopartículas de plata 10000X.....	45
Figura 20 Sobrenadante acuoso de la síntesis de nanopartículas de plata.....	46
Figura 21 Solución acuosa posterior a la precipitación de Ag^{1+}	46
Figura 22 Precipitado de Cloruro de plata.....	47
Figura 23 Estructuras químicas del Azul de metileno oxidado y reducido (azul de leucometileno).....	48
Figura 24 Características físicas de diferentes reductores sobre la reducción del Azul de metileno.....	48
Figura 25 Espectro de absorciones UV-Vis sobre la reducción de Azul de metileno, empleando diferentes reductores.....	49

Figura 26 Regiones que cambian por la reacción redox	50
Figura 27 Carta de identificación taxonómica	52
Figura 28 Variación en la síntesis de nanopartículas en base al tiempo de vida del extracto acuoso de flores de manzanilla, Sistema (1) extracto acuoso con 1 hora de preparación, Sistema (2) extracto acuoso preparado previamente	53
Figura 29 Distribución del tamaño por intensidad	54

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Composición química de las 5 especies vegetales a estudiar por su contenido de polifenoles.....	24
Tabla 2 Prueba fitoquímica sobre las flores de manzanilla	26
Tabla 3 Variación de volumen de extracto de manzanilla para la síntesis de nanopartículas de plata	28
Tabla 4 Variación de nitrato de plata en la síntesis de nanopartículas	28
Tabla 5 Variación de pH del extracto de manzanilla para la síntesis de nanopartículas de plata	29
Tabla 6 Preparación de sistemas en la reducción de Azul de metileno	30
Tabla 7 Análisis fitoquímico flores de manzanilla	33
Tabla 8 Tamaño de partícula retenida en el tamizaje.....	35
Tabla 9 Determinación de agua y material volátil en las flores de manzanilla	35
Tabla 10 Material extraíble variando la fuente de energía utilizada	36
Tabla 11 Variación de la relación Extracto/Ag ⁺ y su relación con absorbancia y longitud de onda máx.....	38
Tabla 12 Variación de volumen de Nitrato de plata en la síntesis de nanopartículas	39
Tabla 13 Absorbancia y longitud de onda máxima.....	40
Tabla 14 Observaciones experimentales en la variación de pH.....	41
Tabla 15 Propiedades de las nanopartículas en base a su pH	43
Tabla 16 Longitud y absorbancia de los espectros UV-Vis de azul de metileno y sistemas	49
Tabla 17 Parámetros de síntesis de Nanopartículas de plata	51

1.0. INTRODUCCIÓN

Desde tiempos remotos la humanidad, sin darse cuenta, ha utilizado en distintas áreas de su existencia los nanomateriales. El hombre ha integrado con el transcurrir del tiempo a los nanomateriales en más áreas de su existencia, dejando vestigios que proporcionan información de este hecho. Los egipcios usaban sulfuro de plomo para teñirse el cabello; en Roma, existe un claro ejemplo de la existencia y aplicación de estos materiales; la copa de Lycurgus (figura 1), pieza de vidrio que refleja la luz verde y transmite la luz roja debido a las interacciones de ésta con los metales oro, plata y cobre, metales que la conforman.

A pesar de que la aplicación de los nanomateriales se remonta a tiempos ancestrales, no fue sino hasta 1990 que se descubrió la causa específica del color. Se analizó por Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) y revelaron que el dichroísmo que presenta es debido a las nanopartículas de plata (66.2%), de oro (31.2%) y cobre (2.6%) con un tamaño de hasta 100 nm, a pesar de que en su mayoría se encontraba en un rango de entre 20 a 40 nm. El color rojo es provocado por absorción de la luz por el oro a una longitud de onda de 520 nm, el color púrpura es debido a la absorción de las nanopartículas más grandes y finalmente el color verde es atribuido a la dispersión de las nanopartículas más grandes de plata >40 nm. El vidrio está constituido por 73.5% sílice, 14% Na₂O, 6% cal y 0.9% K₂O y además juega un papel importante en la actividad óptica del vidrio (Hornyak, 2008).

Como es posible apreciar, el uso y aprovechamiento de las nanopartículas metálicas ha tenido importancia desde la antigüedad, por lo tanto, actualmente al contar con más herramientas científicas para su estudio y aprovechamiento se han buscado encontrar más alternativas para generar nanopartículas metálicas que puedan ser aprovechadas en diversos rubros de la investigación e industria. Estas alternativas se buscan de forma continua para genera así un beneficio directo al poder obtener nanopartículas minimizando el uso de reactivos reductores altamente contaminantes al medio ambiente, así al obtener nanopartículas por medio de un proceso menos agresivo se logre establecer un beneficio al encaminar su uso a la resolución de problemas latentes en la sociedad y en la industria textil, química, farmacéutica, alimenticia, etc.



Figura 1 Copa Lycurgus bajo diferentes tipos de luz. (Montero, Laboratorio de Pablo Olavide)
Nota: las propiedades de esta copa fueron de los primeros indicios sobre las características de las nanopartículas.

2.0. OBJETIVOS

2.1. Objetivo general

Desarrollar una metodología de síntesis de nanopartículas de plata usando como agente reductor extracto acuoso de *Matricaria recutita* L., para su caracterización por UV-Vis, Dispersión dinámica de la luz y Microscopía electrónica de barrido (MEB) para su posterior aplicación en una reacción química.

2.2. Objetivos particulares

- Realizar una investigación bibliográfica a través de la revisión en las principales fuentes de información para conocer los fundamentos y avances en el área.
- Ensayar diferentes métodos de extracción por disolventes a través de la variación de condiciones para encontrar el que tenga una mejor respuesta en la síntesis de nanopartículas.
- Desarrollar una metodología para sintetizar nanopartículas que cumplan con parámetros de calidad ensayando diferentes condiciones.

- Identificar la planta medicinal utilizada en el proyecto por el Herbario Etnobotánico IZTA de la FES Iztacala para conocer su taxonomía.
- Analizar la materia prima vegetal utilizando los criterios de la Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos para conocer la calidad de la planta.
- Determinar las características de las nanopartículas obtenidas mediante espectrofotometría UV-Vis, dispersión dinámica de la luz y MEB para conocer sus propiedades.
- Analizar el comportamiento de Azul de metileno, mediante la acción reductora de las nanopartículas y un reductor químico convencional para comparar su comportamiento en ambos casos.

3.0. MARCO TEÓRICO

El conocimiento sobre las Nanopartículas data de mucho tiempo atrás, sin embargo, el conocimiento sobre éstas sólo fue posible a través del desarrollo de técnicas instrumentales que brindaron la posibilidad de estudiar la estructura de los materiales a nivel atómico, lo cual significó conocer un mundo jamás detectado con anterioridad. Se considera que la base de la investigación de Nanopartículas o en específico de la Nanociencia fue establecida por Michael Faraday a mediados de 1800's después de sus revolucionarias observaciones de las propiedades ópticas de los coloides de oro. Este descubrimiento significó el punto clave para que se demostrara experimentalmente cómo el confinamiento espacial transforma las propiedades fundamentales de la materia.

Francesco Selmi en 1845 publicó el primer estudio sistemático de coloides inorgánicos, particularmente de cloruro de plata; él encontró que un cambio detectable en la temperatura de una solución puede propiciar la ausencia de coagulación y concluir en la imposibilidad de formar una difusión molecular. En 1864, Tomas Graham desarrolló la "Ley de difusión de Graham" y por lo tanto es considerado el padre de la química de coloides; descubrió que la poca difusión exhibida por los coloides en solución resulta por partículas de mayor tamaño.

Sin embargo, fue Michael Faraday en 1857; el primer científico que estudió de forma rigurosa la preparación y propiedades de los coloides, particularmente de oro. En su estudio de los coloides de oro se presentó una coloración púrpura la cual presentó en The Royal Society of London en 1857, en ésta aseveró "El oro es reducido en partículas finas que comienzan a difundirse produciendo un hermoso fluido de rubí, así mismo, al estudiar diferentes preparaciones de coloides de oro, se logró observar colores como: verde, violeta o azul", los cuales aseguró eran generados por los estados metálicos divididos. Faraday, no sólo postuló correctamente acerca

del estado físico de los coloides, además, encontró que la adición de sales transforma el color rubí a color azul. Él demostró que la transformación o cambio de color puede ser prevenida por la adición de materiales orgánicos tales como, gelatina. Con estos y otros experimentos Faraday contribuyó indirectamente a la Química Orgánica Unimolecular, además de ser el primero en relacionar a los coloides metálicos con propiedades ópticas (Hornyak, 2008).

Posterior a M. Faraday, a inicios del siglo XX, Gustav Mie presentó su teoría “Teoría de Mie”, un tratado matemático de la dispersión de la luz, éste tratado describe la relación entre el tamaño de los coloides metálicos y las propiedades ópticas de la solución que los contiene. Mie fue uno de los primeros matemáticos en demostrar la relación entre las propiedades ópticas de coloides esféricos y el tamaño de partícula. A inicios de 1920, J.C. Maxwell-Garnett desarrolló una de las primeras teorías del medio efectivo; ésta relaciona el tamaño de partícula, forma, orientación, composición y funciones dieléctricas con el medio y cómo éstas intervienen en las propiedades ópticas.

3.1. NANOCIENCIA Y NANOTECNOLOGÍA

La Nanociencia es el estudio de los procesos fundamentales que ocurren en las estructuras de un tamaño entre 1 y 100 nanómetros; mientras que la nanotecnología, es el área de investigación que estudia, diseña y fabrica materiales o sistemas a escalas nanoscópicas con una aplicación práctica (Takeuchi, 2009).

3.2. NANOTECNOLOGÍA

Nanomaterial hace referencia a todo material cerámico, metálico, polimérico o combinación de estos, en donde por lo menos alguna de sus dimensiones es inferior a 100 nm. De acuerdo con el número de dimensiones que se encuentra en la escala nanométrica, los nanomateriales se pueden clasificar en cuatro tipos:

- Tres dimensiones (<100nm): las tres dimensiones se ubican en el régimen nanométrico a los que corresponden las nanopartículas, nanoceldas, puntos cuánticos, etc.
- Dos dimensiones (<100nm): las dos dimensiones se encuentran en el régimen nanométrico, como es el caso de los nanotubos y nanofibras.
- Una dimensión (<100nm): a pesar de que sólo conserva una dimensión en el régimen de los nanómetros aún pueden considerarse como nanomaterial como es el caso de las películas delgadas.

3.3. NANOPARTÍCULAS

El término Nanopartícula, proviene del latín *nanus* y del griego *nan(n)os* que significa o proviene de la denominación que se le daba a un “pequeño hombre viejo”, sin embargo, actualmente hace referencia a una partícula con un tamaño de 100nm o menos (Takeuchi, 2009).

La mejor manera de conocer y entender la relación entre la forma de la muestra y sus propiedades magnéticas es considerar que un material magnético está compuesto por polos positivos y negativos, que pueden cancelarse unos con otros. También es necesario recordar que existen polos libres en la superficie que pueden crear un campo magnético; de modo que tiende a oponerse a la dirección externa del campo (campo desmagnetizado), esto depende exclusivamente de la forma de la nanopartícula. Por lo tanto, se puede enfatizar que la morfología de las nanopartículas tiene una influencia directa en la estabilidad de éstas y su interacción con el medio.

De manera general las nanopartículas pueden clasificarse en dos grupos de acuerdo con su origen:

- Orgánicas: Son nanopartículas a base de carbono, como los fullerenos y los nanotubos.
- Inorgánicas: Este tipo de nanopartículas no están compuestas de carbono. Entre las nanopartículas inorgánicas se encuentran los óxidos metálicos, sales metálicas y puntos cuánticos.

3.4. SINTESIS DE NANOPARTÍCULAS

Los procedimientos para la síntesis de nanopartículas corresponden a 2 procesos principales, Top-down y Bottom-up basados en el aprovechamiento de la materia de partida del proceso de síntesis.

- Top-down (método físico): a partir de precursores en “bulto” o “sólido”, se generan las nanopartículas a través de métodos físicos, como la molienda, desgaste o abrasión e incluso litografía.
- Bottom-up (método químico): utilizando precursores atómicos o moleculares y reacciones químicas, es posible sintetizar las nanopartículas con un control

de tamaño y forma. En el esquema 1, se muestran los dos métodos y sus diferentes aplicaciones.

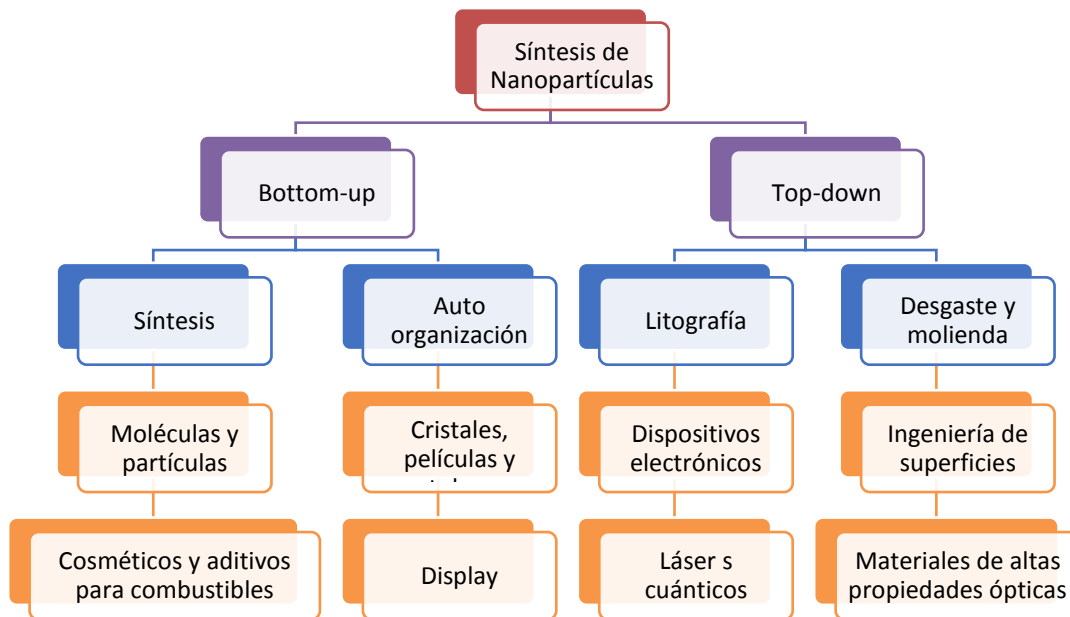


Figura 2 Síntesis de Nanopartículas, método químico (Bottom-up) y método químico físico (Top-down).

Nota: Adaptado de Sharpe, Alan, 1993. En el que se describen 2 métodos para la obtención de nanopartículas y sus diferentes aplicaciones.

3.5. MÉTODO COLOIDAL

Coloide del griego *kolla*, que significa “pegamento”; los coloides son partículas individuales que son más grandes que las dimensiones atómicas, pero suficientemente pequeños para exhibir movimiento browniano. Si las partículas son suficientemente grandes, entonces su comportamiento es dinámico en suspensión en función del tiempo y se regirá por la fuerza de gravedad, causando el fenómeno de sedimentación. Si las partículas son lo suficientemente pequeñas para ser coloides, entonces su movimiento es irregular en suspensión y puede ser atribuido a bombardeos colectivos de una multitud molecular térmicamente agitada en una suspensión líquida. El rango de tamaño de partículas en una solución coloidal suele oscilar dentro de la escala nanométrica, siendo el método coloidal eficiente para la producción de nanopartículas (Zanella, 2012).

Este método consiste en disolver una sal del precursor metálico o del óxido, un reductor, principalmente borohidruro de sodio (NaBH_4), hidruro de litio y aluminio

(LiAlH₄) o citrato de sodio y un estabilizante en una fase continua o dispersante, éste último puede jugar el papel de reductor, estabilizante o ambos.

3.6. SÍNTESIS VERDE DE NANOPARTÍCULAS

La síntesis de nanopartículas está asociada a un proceso que requiere un alto consumo de reactivos, coligado directamente a la producción de residuos químicos, principalmente de reductores fuertes. Como una alternativa de síntesis amigable con el medio ambiente, actualmente se están utilizando extractos vegetales con alto poder reductor. Este proceso consiste en la reducción del catión metálico por compuestos como: polifenoles, azúcares reductores, bases nitrogenadas, aminoácidos entre otros contenidos en el extracto vegetal (Srikar, Giri, Pal, Mishra, & Upadhyay, 2016).

La reducción inicial de los iones metálicos induce a la formación de centros de nucleación, éstos secuestran iones metálicos adicionales e incorporan lugares vecinos de nucleación que conducen a la formación de nanopartículas. Estas partículas están asociadas a restos orgánicos de los extractos de plantas que en ocasiones se consigue estabilizar e impedir que se agreguen.

3.7. MANZANILLA

Matricaria recutita L. es el nombre de la especie conocida popularmente como manzanilla; es una de las más importantes plantas medicinales, nativas del sudeste de Europa y oeste de Asia. Culturas como la egipcia, griega y romana han reconocido, desde hace siglos, las propiedades medicinales de esta planta. La manzanilla es una planta introducida en nuestro país, que se ha usado desde antiguo para diversas afectaciones como cólicos, infecciones, sedante, febrífugo, antidiarreico, emenagogo, entre otras. Esta droga vegetal está incluida en 26 farmacopeas de diferentes países; siendo reconocida por sus propiedades curativas (UNAM, 2009) (Fonegra & Jiménez, 2006).

3.8. USOS Y APROVECHAMIENTO

La manzanilla es usada como antiinflamatorio y antiséptico además de antiespasmódico, diaforético y para malestares estomacales asociados con dolor,

diarrea, flatulencias y náuseas, asimismo se le atribuyen propiedades contra afecciones del tracto urinario y cólicos menstruales (Fonegra & Jiménez, 2006).

Actualmente el aprovechamiento de las propiedades de la manzanilla está dirigido para diferentes afecciones y por consiguiente para diferentes industrias: en la cosmética; como emoliente, útil en erupciones e infecciones del cutis, farmacéutica; efectiva contra conjuntivitis ocular. Del mismo modo que estas industrias han aprovechado las propiedades de la manzanilla también la industria alimentaria ha reconocido su importancia para productos específicos y considerados como exclusivos, empleando ésta para la elaboración de algunos licores.

3.9. DESCRIPCIÓN

La *Matricaria recutita* L. es una planta herbácea anual, aromática con tallo erecto muy ramificado, una altura de entre 10-80 cm. Hojas alternas, segmentadas. Flores, capítulos florales de 2.5 cm. de diámetro; lígulas blancas que cuelgan a medida que maduran; flósculos amarillos pentalobulados dispuestos en un receptáculo cónico. La planta emite un olor penetrante y placentero (Fonegra & Jiménez, 2006).



Figura 3 *Matricaria recutita* L. (manzanilla)

Nota: Imagen obtenida de YINYANGPERU, 2014

3.10. COMPOSICIÓN QUÍMICA

En las flores de manzanilla se han encontrado muchos compuestos químicos, entre los que destaca el aceite esencial formado por una mezcla de sesquiterpenos como el α -bisabolol, camazuleno, 1,8-cineol, entre otros.

Otros componentes de las flores son los flavonoides como apigenina, crisocriol, crisolplenitina, sus glicósidos y la cumarina umbeliferona. Principios amargos y otras sustancias (UNAM, 2009).

La manzanilla es una planta medicinal ampliamente utilizada en la medicina tradicional mexicana. La droga vegetal consiste en los capítulos florales de la planta, hecho que coincide con la selección del órgano vegetal a utilizar para la síntesis de nanopartículas de plata.

3.11. PLATA

Del latín *plattus*, el símbolo Ag procede de *Argentum*, es un elemento químico que se representa con el símbolo Ag, es un metal de transición correspondiente al grupo 11 del periodo 5, posee un número atómico 47 y masa atómica de 107.8786, éste es un metal blando y maleable con una electronegatividad de Pauling de 1.93. La plata es un metal de transición que puede existir en 4 formas dependiendo del medio en el que se encuentre, Ag^0 como plata metálica, Ag (I), Ag (II) y Ag (III), siendo éstas dos últimas extremadamente inestables (Merck, 2016).

Este metal de transición se encuentra en la corteza terrestre ($10^{-5}\%$) de manera libre o asociado a diferentes elementos como Argentita (Ag_2S), Plata córnea ($AgCl$) y Arseniuro de Plata (Ag_3As).

La plata en forma Ag^{1+} forma complejos de coordinación lineales con índice de coordinación 2, sin embargo, se conocen complejos con niveles de coordinación mayores de 3 e incluso de 6 (Sharpe, 1993).

3.12. CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS

Las técnicas analíticas aplicadas para materiales nanoestructurados han avanzado, actualmente existen aproximadamente 700 técnicas de una sola señal y aproximadamente 100 que son consideradas multiseñal.

Este número está basado en la combinación de tres tipos de fenómenos físicos:

- Primarios o detectores analíticos: se basan en el estudio de electrones, fotones, neutrones, iones, etc., adicionando factores de estrés como calor, presión, campos eléctricos, campos magnéticos y fuerza mecánica. Durante este proceso se estudia cómo el electrón o el fotón interactúan con la materia, y cómo ésta responde hasta llegar al equilibrio, culminando en un efecto en el proceso secundario de estudio

- Secundarios o de medida de efectos secundarios: basados en el estudio de electrones, radiación electromagnética, calor, presión, cambio de volumen y deformaciones mecánicas.
- Terciarios o monitoreo de medio seleccionado: fundamentado en el estudio del cambio de energía, temperatura, masa intensidad, tiempo, ángulo o fase en la que se trabaja (Hornyak, 2008).

3.13. ESPECTROFOTOMETRÍA

Se puede definir la espectrofotometría como el estudio de la interacción entre la radiación electromagnética y la materia, siendo una herramienta importante para el estudio de algunas propiedades de las nanoestructuras. La región del espectro electromagnético útil para el estudio de las nanopartículas es la ultravioleta y visible, en este caso la frecuencia de la luz incidente no coincide con la frecuencia de vibración de las moléculas, sin embargo, la radiación puede excitar electrones hacia niveles de energía más altos. A partir de la diferencia entre las frecuencias inicial y final se obtiene información acerca del material estudiado (Takeuchi, 2009).

Los métodos ópticos están basados en el aprovechamiento de la longitud de onda visible en un intervalo de 400 a 800 nm. Los ojos humanos poseen una gran capacidad para enfocar y observar diferentes fenómenos, sin embargo, no están capacitados para la apreciación de materiales nanoestructurados, por lo que es necesario el uso de diversos equipos y procesos para su caracterización.

3.14. PLASMÓN DE SUPERFICIE

Las nanopartículas fabricadas con metales nobles o semiconductores están entre los materiales dieléctricos, como los polímeros o materiales porosos (alúmina), debido a sus propiedades magnéticas. Los experimentos realizados por Michael Faraday con nanopartículas esféricas de oro en medio acuoso, con un característico color rubí debido a la respuesta óptica en la región UV-Vis de la nanopartícula por una combinación de la constante dieléctrica del metal en el medio y la orientación de la partícula; a este fenómeno se le denominó “plasmón de superficie”.

Plasmón del griego *plasma* “algo moldeable o forma” y del latín *mons* “montaña, cuerpo”, describe a una partícula que es definida por una colección de interacciones, en este caso de los electrones. El plasmón de superficie ocurre cuando la superficie del metal es cuantizada y consiste en una colectividad longitudinal o transversal de oscilaciones de la nube de electrones (gas) lo cual propicia la conducción de electrones (figura 4). Las oscilaciones del plasmón son inducidas por diferentes

factores por lo tanto la localización de la longitud de onda máxima y la fuerza de absorción de la oscilación depende de la longitud de onda, radiación incidente, composición de partícula, constante dieléctrica, tamaño, forma y orientación de la partícula (Hornyak, 2008).

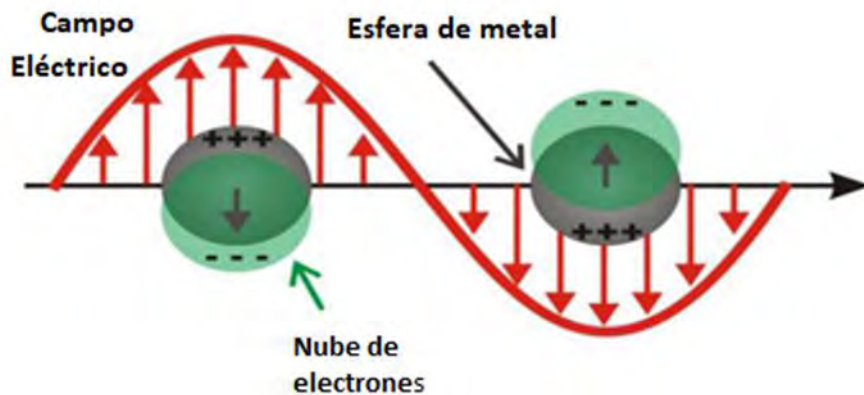


Figura 4 Oscilaciones del campo eléctrico sobre la superficie de las Nanopartículas. Nota: Obtenida de Montero, 2012. La oscilación de las nanopartículas sobre el campo eléctrico es conocido como plasmón de superficie.

La posición, anchura y amplitud del plasmón de superficie depende de la naturaleza de las nanopartículas; las de metales nobles poseen un tamaño muy pequeño, con una absorción en la región visible y propiedades de conducción considerables.

Por ejemplo, las nanopartículas de oro que tienen un tamaño de diámetro <20 nm poseen una longitud de onda máxima de 518 nm, pero presentan una absorción en longitudes de onda entre 300 y 560 nm., dependiendo del color y el tamaño que éstas presenten (Hornyak, 2008).

3.15. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)

La Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) es una de las técnicas más empleadas para la caracterización de nanomateriales y nanoestructuras. El equipo puede operar a magnificaciones que se ajustan entre 10-300000, además de permitir observar las nanopartículas, genera información topográfica como los microscopios ópticos lo hacen. En un típico microscopio electrónico de barrido, la fuente de electrones está concentrada en un haz con un punto fijo de un tamaño aproximado de 5 nm que posee energía de 50 KeV, esta energía es arrastrada fuera de la superficie de la muestra por desvío de los coloides, es así como los electrones golpean y penetran la superficie, generando interacciones que resultan en la emisión de electrones y fotones de la muestra, por lo tanto las imágenes de MEB

son producidas por la acumulación de electrones emitidos por el tubo del cátodo (Cao, 2011).

Con esta clase de microscopios se puede tener una idea muy buena de la forma que tienen las muestras estudiadas. En el microscopio electrónico de barrido, el haz de electrones no está fijo en un solo lugar, sino que recorre la muestra punto por punto. De la interacción entre los electrones incidentes y los átomos que componen la muestra se generan señales que pueden ser captadas con detectores y observadas en una computadora. Aunque la mayoría de estos microscopios no se pueden ver los átomos individuales es posible estudiar las propiedades de los materiales que se han fabricado usando la nanotecnología (Takeuchi, 2009).

3.16. COLORANTE

Colorante es un compuesto orgánico que absorbe a determinadas longitudes de onda; capaz de teñir fibras vegetales o animales. Sin embargo, para que un colorante se considere útil, éste deberá ser químicamente estable y fijarse a la fibra.

3.17. AZUL DE METILENO

Azul de metileno también llamado cloruro de fenazationio o cloruro de tetrametilitionina, con una fórmula química $C_{16}H_{18}N_3ClS$ (figura 5) y una masa molecular de 319.85 g/mol, se presenta en forma de cristales o polvo cristalino color verde oscuro, es inodoro y estable.

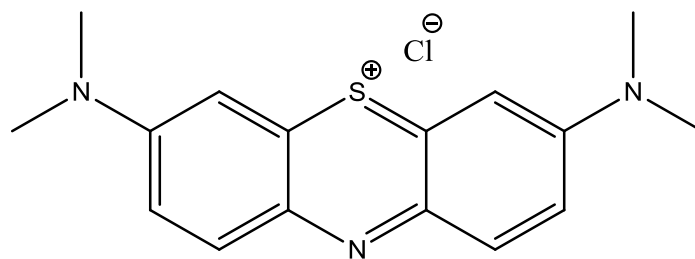


Figura 5 Estructura química Azul de Metileno

Nota: Adaptado de Hormaza & Suárez, 2009

Este colorante se emplea en diferentes áreas industriales y de investigación, en laboratorios como indicador óxido-reducción (oxidada-azul/reducida-incolora), en bacteriología para teñir selectivamente los tejidos normales de diferentes bacterias y en la industria textil como colorante de algodón y seda. El uso de este colorante en estas áreas hace que se generen residuos poco controlados que contaminan los mantos acuíferos, afectando a los seres vivos que lo habitan (Klages, 1968).

3.18. REACCIONES DE ÓXIDO-REDUCCIÓN

El proceso de oxidación hace referencia a la ganancia de oxígeno por parte de una molécula o por consiguiente a la pérdida de hidrógeno, por lo tanto, también a la pérdida de electrones que sufre un átomo o grupo de átomos aumentando como consecuencia su número de oxidación.

Por el contrario, el proceso de reducción se refiere a la pérdida de oxígeno o ganancia de hidrógeno en una molécula; la reducción se caracteriza por la ganancia de electrones que sufre un átomo o grupo de átomos, además presentan disminución en su número de oxidación. Ambos procesos, oxidación y reducción suceden simultáneamente y es imposible que ocurran de manera aislada; por lo que se denominan reacciones redox o de óxido-reducción.

3.19. CATALIZADOR

En 1836 J.J. Berzelius acuñó la palabra catálisis del griego *katálysis* (καταλυσις), que significa “disolución” del *kata* “bajar” y *lysis* “liberar”. Este proceso describe la aceleración de una reacción química por una sustancia conocida como catalizador, que es una sustancia o material que no es consumido en la reacción e idealmente es reutilizable (Thanh, 2012).

Un catalizador es una sustancia, compuesto o elemento que acelera una reacción química. Generalmente el catalizador, reduce la cantidad de energía necesaria para producir la reacción. El efecto de los catalizadores está muy relacionado con las superficies, factor a considerar para mejorar la eficiencia de una reacción química. Si el catalizador tiene más área superficial, entonces hay más lugares donde los otros agentes químicos pueden enlazarse y reaccionar. Entre más pequeños son los objetos, su relación área superficial/volumen se incrementa y aumenta también la proporción de átomos cerca o en la superficie; como consecuencia al disminuir el tamaño de las partículas crece su reactividad, objetivo de los catalizadores.

La catálisis juega un papel muy importante en la conversión del petróleo en materias útiles siendo la industria petroquímica una de las más beneficiadas al usar nanocatalizadores en los procesos de refinación.

Asimismo, la nanocatálisis es importante en la búsqueda de fuentes de energía distintas al petróleo, actualmente se usan nano-catalizadores para remover impurezas como azufre o nitrógeno del carbón sólido de una manera más eficiente y barata.

3.20. APLICACIONES DE LAS NANOPARTÍCULAS

Las nanopartículas metálicas actualmente tienen una gran aplicación en áreas como: desarrollo de nuevos materiales, medicina, farmacia, cosmética, catalizadores químicos, química ambiental entre otras. Esta gran gama de aplicación obedece a su tamaño, forma y naturaleza del metal.

La actividad biológica de las nanopartículas metálicas es muy variada, entre las que destaca la actividad antimicrobiana. Al ser la nanopartícula más pequeña que el microorganismo, pueden penetrar con mayor facilidad la pared celular. También destaca su uso como catalizadores y reductores siendo las nanopartículas un excelente recurso para diferentes campos de estudio (Takeuchi, 2009).

4.0. METODOLOGÍA

Esta investigación corresponde a un estudio de carácter experimental para la síntesis de Nanopartículas de plata empleando extracto acuoso de *Matricaria recutita* L. estudiando la influencia de diferentes variables. Las nanopartículas sintetizadas se aplicaron en la reducción de azul de metileno. El desarrollo experimental se dispuso en las etapas mostradas en la figura 6.

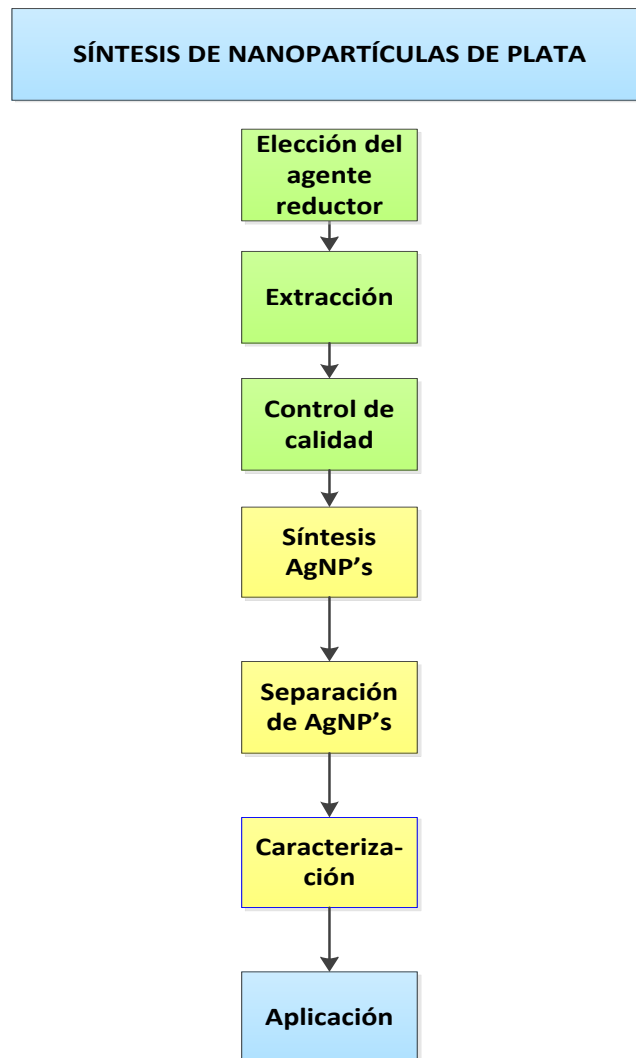


Figura 6 Metodología general de la Síntesis de nanopartículas de plata usando extracto acuoso de manzanilla como agente reductor

4.1. ELECCIÓN DEL AGENTE REDUCTOR

El material vegetal fresco se adquirió en el Mercado del Carmen, Cuautitlán Izcalli, Estado de México durante el mes de Julio. Se seleccionaron plantas de las familias labiadas y compuestas que tuvieran polifenoles en su composición química (Tabla 1), todas ellas utilizadas en la medicina tradicional mexicana. En primer lugar se estudió el comportamiento de las especies para así determinar cuál sería la planta a utilizar y por consiguiente la que se llevaría al herbario a identificar.

Tabla 1 Composición química de las 5 especies vegetales a estudiar por su contenido de polifenoles

Nombre Común	Composición Química
manzanilla	Apigenina, luteolina, quercetina y patuletina
santa maría	Flavonol santina
tumba vaqueros o rompe saragüey	Catequina y ácido tánico
toronjil morado	Flavonoides: apigeninina, luteolina y crisina
albahaca	Fenilpropano: estragol. Flavonoides: erioditiol y su glucósido, camferol y su rutinósido; quercetina y su diglucósido, rutina, vicenina, xantomicrol.

4.1.1. CONSERVACIÓN DE LA MATERIA PRIMA VEGETAL

La materia prima vegetal fresca se sometió a un proceso de desecación natural, a la sombra. Para este propósito se colocó el material sobre papel secante en capas delgadas distribuidas uniformemente, el proceso se realizó a temperatura ambiente, protegido del polvo y de la luz. Cada especie vegetal se dispuso por separado.

4.1.2. SELECCIÓN DE LA ESPECIE VEGETAL Y ÓRGANO A UTILIZAR

Se trabajó la parte aérea, por lo que la materia prima vegetal seca se separó en tres órganos diferentes: tallos, hojas y flores. La síntesis se practicó con cada órgano por separado de cada una de las especies a evaluar. Sólo se trituró ligeramente el material vegetal seco hasta lograr un polvo grueso.

4.1.3. EXTRACCIÓN

Se pesaron 2.5 g de materia prima vegetal y se adicionaron 25 mL de agua desionizada a una temperatura de 60°C y se agitó el sistema por dos minutos. Se separó el marco agotado y se conservó el extracto protegido de la luz.

4.1.4. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA

Para la síntesis de AgNP's se colocaron en un tubo de ensayo 2 mL del extracto acuoso de cada órgano de las planta. Posteriormente se adicionaron 12 mL de nitrato de plata 1×10^{-3} M. La síntesis se llevó a cabo a temperatura ambiente y protegido de la luz.

4.1.4.1. MONITOREO DE LA SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS

Para comprobar la presencia de las nanopartículas de plata se obtuvo el espectro UV-Vis con el propósito de verificar la presencia de una banda alrededor de los 400 nm, característica del fenómeno de resonancia de plasmón de superficie presente en este tipo de nanopartículas. Solo se seleccionó el órgano y la planta en la que la banda era evidente y más pronunciada.

4.2. MATERIA PRIMA SELECCIONADA

4.2.1. IDENTIFICACIÓN TAXONÓMICA

Una vez que se seleccionó la planta (manzanilla), se escogió un ejemplar completo y se sometió a un proceso de secado y prensado. Para lo que se colocó el ejemplar vegetal entre dos capas de papel secante, cuidando que cada órgano de la planta se observe sin daño, para posteriormente prensarlo. El material herborizado se envió al Herbario Etnobotánico IZTA de la Facultad de Estudios Superiores Iztacala UNAM, para su identificación taxonómica (Figura 27. Anexo 1).

4.2.2. CONTROL DE CALIDAD

Para llevar a cabo el control de calidad, fue necesario separar las flores de manzanilla de los otros órganos del material vegetal, ya que el órgano que se empleó para el proceso experimental fueron las flores.

Para el control de calidad de la droga vegetal se consideró pertinente el realizar un análisis químico presuntivo que corrobore la presencia de metabolitos con capacidad reductora, necesarios para la síntesis de las nanopartículas de plata. Por lo que se lleva a cabo un análisis fitoquímico preliminar al extracto acuoso de los capítulos florales de la manzanilla.

4.2.2.1. ANÁLISIS FITOQUÍMICO

Para conocer de manera presuntiva los grupos químicos presentes en la materia prima vegetal se realizó una serie de pruebas a la gota al extracto acuoso obtenido de la planta seleccionada (manzanilla); en las que, por un cambio de coloración o la formación de un precipitado se verifica la presencia del tipo de metabolito presente en el extracto.

Tabla 2 Prueba fitoquímica sobre las flores de manzanilla

Prueba	Metabolito
Fehling	Azúcares reductores
Baljet	Agrupamientos lactónicos
Espuma	Saponinas
Cloruro férrico	Fenoles y/o Taninos
Ninhidrina	Proteínas y Aminoácidos
Börntrager	Quinonas
Lieberman-Burchard	Triterpenos y/o Esteroides
Dragendorff	Alcaloides
Aluminio	Flavonoides
Kedde	Glicósidos cardioactivos
Sudan	Aceites esenciales

4.2.2.2. MOLIENDA Y TAMAÑO DE PARTÍCULA

Inicialmente, se trituraron 200 g flores de manzanilla en un procesador de alimentos Marca Moulimex por 3 minutos. Se clasificó el polvo pasándolo por una serie de tamices para determinar el tamaño de partícula.

4.2.2.3. DETERMINACIÓN DE AGUA Y MATERIAL VOLÁTIL

Para determinar la cantidad de agua y material volátil se pesaron 1.25 g de materia prima vegetal y se colocaron en la termobalanza marca Ohaus durante 10 min, posteriormente se calculó el porcentaje.

4.2.2.4. MATERIAL EXTRAÍBLE, VARIANDO LA FUENTE DE ENERGÍA.

Para determinar la cantidad de material extraíble se varió la fuente de energía; calor convencional, ultrasonido y microondas. El extracto obtenido con cada método se colocó en una caja Petri (previamente a peso constante) se evaporó el disolvente y después se colocó en una estufa a 45°C por tres horas. Se calculó el porcentaje de masa obtenida.

4.3. SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA CON EXTRACTO DE MANZANILLA

Para la síntesis de AgNP's utilizando el extracto acuoso de los capítulos florales de manzanilla se consideraron las siguientes variables que pudieran tener alguna influencia en el proceso: fuente de energía utilizada en la obtención del extracto, relación extracto /Ag⁺, volumen de nitrato de plata y pH. A continuación, se describe cómo se consideró cada variable.

4.3.1. FUENTES DE ENERGÍA UTILIZADA EN LA OBTENCIÓN DEL EXTRACTO

Se llevó a cabo la obtención del extracto utilizando calor convencional, microondas y ultrasonido como fuentes de energía. Se tomó en consideración los criterios de cantidad de material extraíble y banda de plasmón de superficie para seleccionar la fuente de energía de obtención de extracto que dé la mejor respuesta en la síntesis de AgNP's.

4.3.2. EXTRACTO/PLATA

El extracto se preparó de la siguiente manera; se pesaron 2.5 g de materia prima vegetal y se adicionaron 25 mL de agua desionizada a una temperatura de 60°C y se agitó el sistema por dos minutos. Se separó el marco agotado y se conservó el extracto protegido de la luz. En la síntesis de AgNP's se pretendió encontrar la mejor relación de extracto/Ag como se muestra en la tabla 3.

4.3.3. RELACIÓN EXTRACTO/PLATA

Se prepararon 5 sistemas con volúmenes de extracto entre 0.25 mL – 1.25 mL, se adicionó AgNO_3 [$1 \times 10^{-3} \text{M}$] necesario para obtener un volumen total de 10 mL y se obtuvo un espectro en la región UV-Vis.

Tabla 3 Variación de volumen de extracto de manzanilla para la síntesis de nanopartículas de plata

Sistema	Volumen de extracto (mL)	Volumen de AgNO_3 [$1 \times 10^{-3} \text{M}$] (mL)	Masa orgánica disuelta (g)	Masa Ag^+ (g)	Relación masa-masa (g)
1	0.25	9.75	4.5×10^{-3}	1.0508×10^{-3}	0.2335
2	0.5	9.5	9×10^{-3}	1.0246×10^{-3}	0.2276
3	0.75	9.25	0.0135	9.9764×10^{-4}	0.2216
4	1	9	0.018	9.6430×10^{-4}	0.2142
5	1.25	8.75	0.0225	9.4373×10^{-4}	0.2097

4.3.4. VARIACIÓN DE VOLUMEN DE NITRATO DE PLATA

Se prepararon 10 sistemas con diferentes volúmenes de AgNO_3 [$1 \times 10^{-3} \text{M}$] manteniendo constante el volumen de extracto recién preparado, para después obtener el espectro UV-Vis.

Tabla 4 Variación de nitrato de plata en la síntesis de nanopartículas

Sistema	Volumen de extracto (mL)	Volumen de AgNO_3 [$1 \times 10^{-3} \text{M}$] (mL)
1	1	6
2	1	7
3	1	8
4	1	9
5	1	10
6	1	11
7	1	12
8	1	13
9	1	14
10	1	15

4.3.5. VARIACIÓN DE pH DEL EXTRACTO DE MANZANILLA

Se prepararon 8 sistemas manteniendo el volumen de extracto en 1 mL y 12 mL de AgNO_3 [$1 \times 10^{-3} \text{M}$]. Primeramente, se ajustó el pH del extracto con HNO_3 5% (ácidos) o con NaOH 5% (alcalinos) según corresponda el pH, finalmente se adicionó el nitrato de plata.

Tabla 5 Variación de pH del extracto de manzanilla para la síntesis de nanopartículas de plata

Sistema	pH	Volumen de extracto (mL)	Volumen de AgNO_3 [$1 \times 10^{-3} \text{M}$] (mL)
1	1	1	12
2	3	1	12
3	5	1	12
4	6	1	12
5	8	1	12
6	10	1	12
7	12	1	12
8	14	1	12

4.4. SEPARACIÓN

La separación de las nanopartículas de plata se realizó en una ultracentrifugadora Optima XL-100K, Beckman Coulter, rotor SW28 a 230000 rpm por una hora. Este proceso se repitió dos veces, en la segunda separación se agregó al pellet agua desionizada manteniendo el resto de las condiciones. Se conservaron los sobrenadantes para la cuantificación de plata (S1).

4.5. CARACTERIZACIÓN

Las nanopartículas de plata obtenidas se caracterizaron mediante espectrofotometría UV-Vis, dispersión dinámica de la luz y microscopía electrónica de barrido.

4.5.2. CUANTIFICACIÓN DE PLATA (I)

Se tomó una alícuota de 20 mL del sobrenadante (S1) del proceso de separación, se ajustó a pH 3 con HNO₃; se adicionó NaCl [0.01M], se filtró y se llevó a peso constante el sólido obtenido.

4.6. APLICACIÓN DE LAS NANOPARTÍCULAS DE PLATA

Las nanopartículas obtenidas se utilizaron en la degradación del colorante azul de metileno, para lo que se prepararon los sistemas mostrados en la Tabla 6. La reacción se efectuó a temperatura ambiente y con agitación constante. El seguimiento de la reacción se realizó por espectrofotometría UV-Vis.

Tabla 6 Preparación de sistemas en la reducción de Azul de metileno

Sistema	Azul de metileno (mL)	NaBH ₄ [1X10 ⁻³ M] (mL)	AgNP's (mL)
1	1	----	2
2	1	0.5	2
3	1	2	----

Nota: Cada sistema con agitación constante.

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

La conservación de la materia prima vegetal se realizó por desecación natural, para eliminar el agua y conseguir una concentración menor al 10% (Kuklinski, 2000) para evitar la proliferación de microorganismos. Así mismo, se aseguró que la materia prima no tuviera una exposición excesiva a la luz ultravioleta y temperaturas superiores a 25°C que pudieran inducir la descomposición de los compuestos químicos presentes y, por tanto, una alteración general de la muestra. Esto se evitó colocando el material vegetal en frascos de vidrio cubiertos con papel aluminio y almacenándolos en un sitio fresco.

5.2. ELECCIÓN DEL AGENTE REDUCTOR

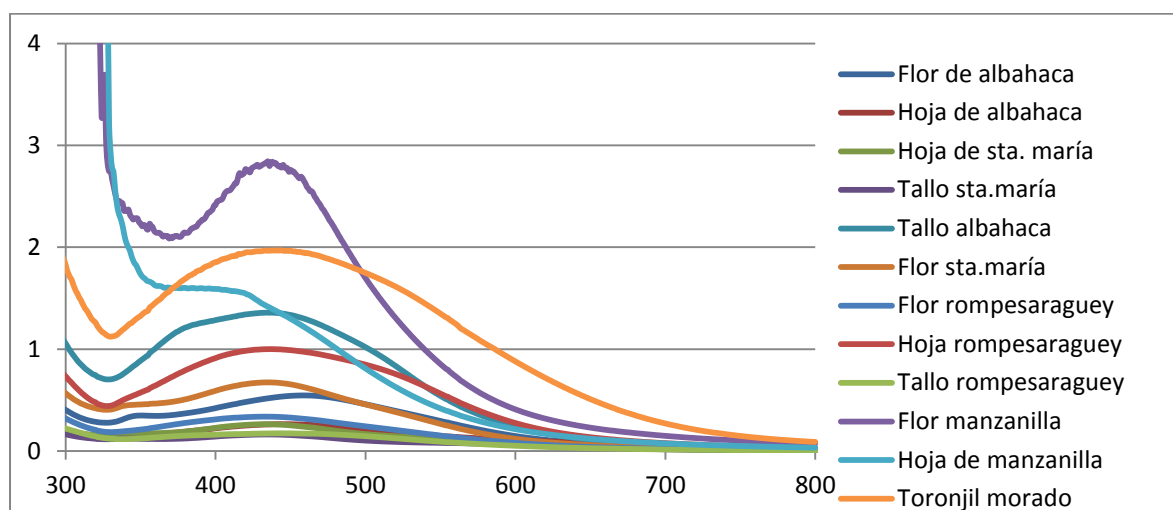


Figura 7 Espectro UV-Vis correspondiente al Plasmón de superficie con cada órgano de diferentes especies vegetales seleccionadas

Como se detalló en la parte de metodología se ensayó la síntesis de nanopartículas con diferentes plantas: albahaca, Santa María, rompesaragüey, toronjil y manzanilla, separándolas en sus diferentes órganos.

En la Figura 7 se muestran los espectros UV-Vis obtenidos de la síntesis de nanopartículas de plata con cada planta separada por órganos. En el espectro se busca la banda en alrededor de 400 nm correspondiente al plasmón de superficie, característica de las nanopartículas de plata. Esta banda se da en respuesta a la absorción de radiación por parte de nanopartículas a una longitud correspondiente a la resonancia del plasmón de superficie, es decir, cuando la luz que se incide sobre la superficie metálica de la nanopartícula genera una oscilación en la densidad de carga. Este fenómeno se presenta cuando la longitud de onda que se incide sobre la partícula es mayor que el tamaño de ésta. En una pequeña partícula de metal, el dipolo creado por el campo eléctrico de la onda de luz establece una carga de

polarización de superficie, que actúa efectivamente como una fuerza restauradora para los "electrones libres". La absorción de longitud de onda larga por parte del metal se condensa en una única banda de plasmón de superficie (Mulvaney, 1996). Como se puede observar en la figura 7; la flor de albahaca, flor de Santa María, hoja de rompesaraguey, hoja de manzanilla y el toronjil morado presentan este evento y podrían ser buenos candidatos para la síntesis de nanopartículas de plata, las que se podrían considerar para trabajos posteriores. Este hecho justifica que aquellas plantas que poseen polifenoles pueden reaccionar como reductores de la plata y producir las nanopartículas deseadas. En el caso de la flor de manzanilla se puede observar que presenta una banda ancha, intensa, bien definida con una longitud de onda máxima de 438 nm por lo que se seleccionó como materia prima vegetal para la síntesis de nanopartículas de este proyecto. Este hecho se relacionó directamente al contenido de polifenoles en las flores de manzanilla que le proporcionan su característico color amarillo.

Para la síntesis de nanopartículas se consideró la pertinencia de separar los órganos aéreos de cada especie a trabajar, ya que la concentración de metabolitos secundarios en cada órgano difiere significativamente, además de que la interacción entre el contenido de metabolitos secundarios en todos los órganos podría influir negativamente en el proceso de síntesis. Cabe subrayar que en el caso de la manzanilla se observa que es en la flor y no en las hojas en las que se presenta la banda con una mayor intensidad lo que nos lleva a decir que es en este órgano en el que se concentran las sustancias reductoras (antioxidantes), hecho que corrobora el por qué esa parte se considera como la droga vegetal.

5.3. IDENTIFICACIÓN DE LA ESPECIE VEGETAL EMPLEADA

Un punto muy importante en el estudio de las plantas medicinales es su identidad botánica con el fin de establecer un nombre que funcione como código universal. Para este propósito un ejemplar de la planta que se seleccionó (manzanilla) se envió al Herbario Etnobotánico IZTA de la Facultad de Estudios Superiores Iztacala. Identificándola como *Matricaria recutita* L. conocida popularmente como manzanilla, perteneciente a la familia Asteraceae. El ejemplar de herbario se quedó en resguardo con el número de registro 2458IZTA. Por lo que el resto de la experimentación se efectuó con esta planta. El documento se puede observar en el Anexo 1.

5.4. CONTROL DE CALIDAD

Como se observa en la figura 7, la mejor especie para la síntesis de nanopartículas de plata es la flor de manzanilla, por lo tanto, corresponde al órgano aéreo que se

empleó durante el proceso experimental. De esta forma, como su nombre lo indica, el propósito del control de calidad es reconocer la naturaleza de la materia vegetal utilizada en este proyecto. La calidad de una droga vegetal implica realizar una serie de determinaciones como: material extraño, cenizas, determinación de pesticidas, cantidad de aceite esencial, etc. (SSA, 2013). Este trabajo está enfocado en la síntesis de nanopartículas de plata por lo que únicamente se realizaron las siguientes determinaciones: características sensoriales, análisis fitoquímico, determinación del tamaño de partícula como resultado de la molienda, cantidad de agua y material volátil y por último material extraíble, datos que útiles para la realización del proyecto. En el análisis fitoquímico se realizaron una serie de pruebas a la gota para determinar la presencia de los grupos químicos presentes en el extracto vegetal para comprobar que los reductores estén presentes en el mismo. En la tabla 7 se muestran los resultados obtenidos

5.4.1. CARACTERÍSTICAS SENSORIALES DEL EXTRACTO

En primera instancia se procedió a definir las características sensoriales del extracto acuoso de manzanilla, líquido translucido de color amarillo y olor agradable. El olor se atribuye a la presencia de terpenos como bisabolol, camazuleno, farnesol, β -farneseno, etc. (Singh, Khanam, Misra, & Kumar Srivastava, 2011), que también presentan capacidad reductora.

5.4.2. ANÁLISIS FITOQUÍMICO

El extracto se sometió a las siguientes pruebas y se obtuvieron los resultados presentados en la tabla 7.

Tabla 7 Análisis fitoquímico flores de manzanilla

Prueba	Metabolito	Resultado
Börntrager	quinonas	-
Lieberman Burchard	triterpenos y esteroides	-
Dragendorff	alcaloides	-
Kedde	glicósidos cardioactivos	-
Espuma	saponinas	-
Cloruro férrico	fenoles y/o taninos	+++
Fehling	azúcares reductores	+++
Baljet	agrupamientos lactónicos	+
Aluminio	flavonoides	+++
Sudan	aceites esenciales	+++

Nota: Los resultados se registraron como (+++) abundante; (++) moderado; (+) escaso (+/-) dudoso y (-) negativo (Domínguez, 1988)

Los resultados obtenidos muestran que los metabolitos presentes en el extracto de las flores de manzanilla son: azúcares reductores, flavonoides y aceites esenciales. Todos con reconocidas propiedades antioxidantes. Entre los flavonoides que pudieran estar presentes se encuentran: glicósidos de luteolina, quercetina e isoramnetina (flavonoles) junto con la apigenina y quercetina (figura 8). Azúcares reductores, que son metabolitos ampliamente distribuidos en el reino vegetal, entre los que se encuentra, la glucosa y almidón. El aceite esencial presente en el extracto acuoso es rico en terpenos como bisabolol, camazuleno, farnesol, entre otros (Singh, Khanam, Misra, & Kumar Srivastava, 2011).

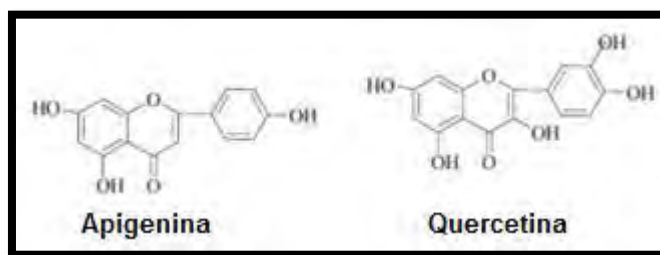


Figura 8 Flavonoides característicos en flores de manzanilla, apigenina y quercetina

Como se aprecia en la figura 8, la apigenina es una flavona mientras que la quercetina es un flavonol, presentes en la manzanilla, ambas moléculas poseen una estructura derivada de un núcleo aromático flavano o 2-fenilbenzopirano (Valencia, 1995). Los flavonoides son reconocidos por sus propiedades antioxidantes por lo que es lógico deducir que pueden reducir al catión Ag^+ por lo que serían una de las moléculas responsables de la formación de Ag^0 además de los azúcares reductores (ambos presentes en el extracto acuoso de manzanilla) para la obtención de la nanopartícula correspondiente. En la figura 9 se muestra la reacción de reducción; propuesta por Durán y Cols, (2011) entre la quercetina y el catión plata.

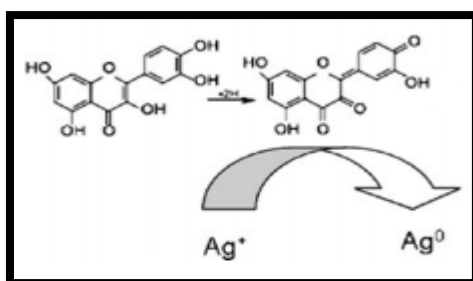


Figura 9 Reacción redox de quercetina con plata

Nota: Se propone como proceso de reducción de la plata por acción de la quercetina del extracto acuoso de flores de manzanilla. Modificada de (Durán, 2011).

5.4.3. MOLIENDA Y TAMAÑO DE PARTÍCULA

El material previamente secado se trituró y se determinó el tipo de polvo obtenido. Los resultados del tamizaje son presentados en la tabla 8.

Tabla 8 Tamaño de partícula retenida en el tamizaje

Malla	Masa 1 (g)	Masa 2 (g)	Diferencia (g)
200	334.88	335.09	0.21
100	217.22	317.22	0
80	346.00	347.42	0.42
60	421.21	421.66	0.45
50	405.52	406.31	0.79
40	372.48	373.69	1.21
30	370.28	374.92	4.64
20	382.26	386.60	4.34
10	446.44	486.59	40.15
Base	292.49	292.76	0.27

Masa total= 52.48 g

Con el propósito de estandarizar las condiciones de obtención del extracto de manzanilla se consideró uno de los parámetros que influye, que es el tamaño de partícula, que establece que a menor tamaño de partícula mayor superficie de contacto y por tanto mayor eficiencia del proceso de extracción. Por lo que la droga vegetal se sometió a un proceso de molienda y al polvo obtenido se le determinó el tamaño de partícula, obteniendo los resultados mostrados en la tabla 8. En la tabla se muestra que el mayor porcentaje de retención está en las mallas 30 y 10 lo que de acuerdo con la FHEUM (2013), el polvo obtenido es grueso. Sin embargo, al realizar la síntesis con el extracto obtenido de este polvo fue muy difícil eliminar del extracto, el marco agotado procedente, quedando residuos que no favorecían la obtención de las nanopartículas de plata. Por lo que se tomó la decisión de preparar el extracto con la droga vegetal fraccionada con las manos.

5.4.4. DETERMINACIÓN DE AGUA Y MATERIAL VOLÁTIL

Tabla 9 Determinación de agua y material volátil en las flores de manzanilla

Masa (g)	1.218
Temperatura (°C)	100
Tiempo (min)	10
Material volátil (%)	9.52

Finalmente, se determinó la cantidad de material volátil con la termobalanza, dando por resultado 9.52%, este valor es menor al 10% (Villar, 1999). Por lo tanto, la droga vegetal se sometió a un proceso de conservación adecuado.

5.4.5. OBTENCION DE EXTRACTO USANDO DIFERENTE FUENTE DE ENERGÍA

Se obtuvieron diferentes extractos utilizando diferentes fuentes de energía: calor convencional, microondas y ultrasonido. En la tabla 10 se muestran los resultados obtenidos de material extraíble con cada fuente de energía. Como se puede apreciar, el menor valor se obtuvo utilizando ultrasonido. Uno de los criterios que se consideró para selección de la fuente de energía fue la cantidad de material extraíble, por lo que se descartó el ultrasonido y solo se probaron los extractos obtenidos por calor convencional y microondas en la síntesis de nanopartículas de plata.

Tabla 10 Material extraíble variando la fuente de energía utilizada

Caja	# Partícula	Fuente de energía	Diferencia
1	10	CC	0.43
2	30	CC	0.45
3	10	Microondas	0.2
4	30	Microondas	0.21
5	10	Ultrasonido	0.12
6	30	Ultrasonido	0.18

Nota: CC: calor convencional

5.5. FUENTE DE ENERGÍA UTILIZADA PARA LA OBTENCIÓN DEL EXTRACTO

El método de material extraíble determina la cantidad de constituyentes químicos extraídos con disolventes de una cantidad dada de material de plantas medicinales. Se emplea para materiales en los que aún no existe ningún ensayo químico o biológico adecuado (WHO, 1998). De acuerdo con lo anteriormente expuesto se tomó la decisión de utilizar los extractos que dieron por resultado la mayor cantidad de material extraíble como se observa en la tabla 10 (CC y microondas) en la síntesis de AgNP's. La síntesis se efectuó con 12 mL de nitrato de plata y 1mL de extracto a temperatura ambiente. En la figura 10 se observan los espectros UV-Vis de la síntesis de AgNP's utilizando los extractos de CC y microondas.

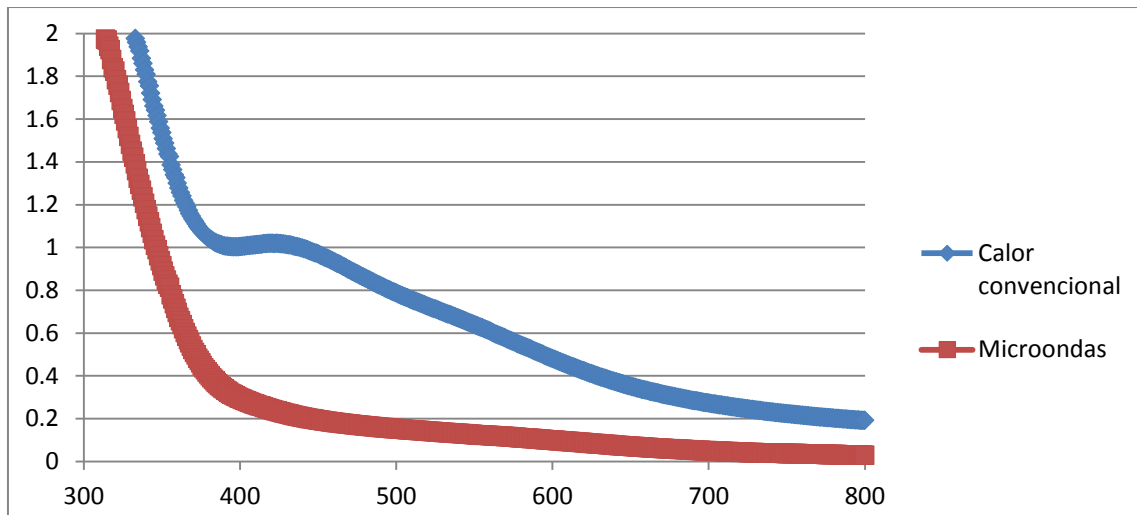


Figura 10 Espectro de absorción UV-Vis nanopartículas obtenidas con extracto obtenido por diferentes fuentes de energía

Como se observa en la figura 10, el espectro correspondiente a las AgNP's del extracto obtenido por microondas no muestra la banda alrededor de los 400 nm, mientras que el de calor convencional sí, en 421 nm con una absorbancia de 1.014. Por lo que se tomó la decisión de utilizar el extracto derivado de calor convencional para la síntesis de AgNP's.

5.6. SINTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA

Por medio de la manipulación de diferentes variables en el proceso de síntesis de nanopartículas de plata, se pretende determinar las condiciones que beneficien más este proceso, es decir; fijar un volumen de extracto, volumen de nitrato de plata y pH para así establecer mejores condiciones para la obtención de nanopartículas útiles en procesos experimentales posteriores.

5.6.2. VARIACIÓN DE EXTRACTO/PLATA

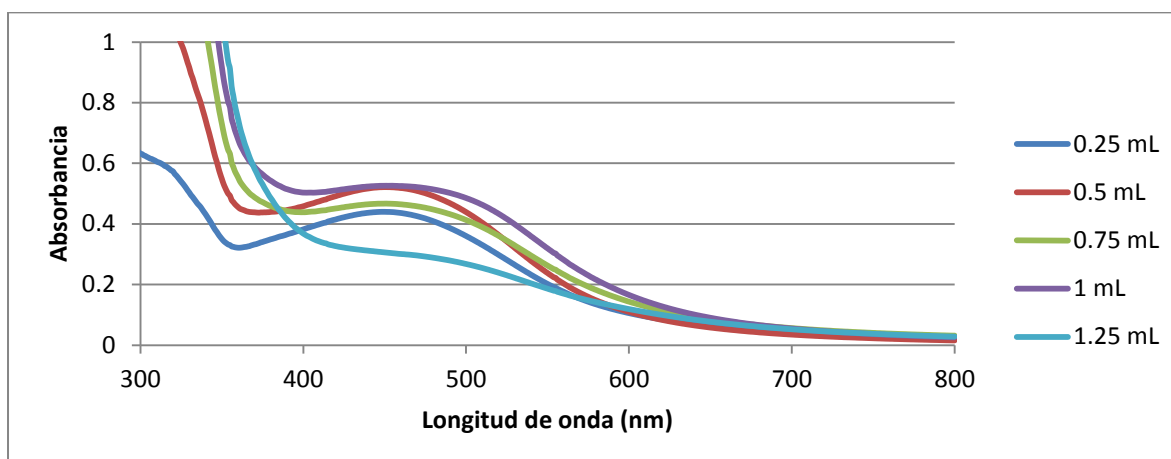


Figura 11 Espectro de absorción UV-Vis variando el volumen de extracto

Como se muestra en la figura 11, cuando se consideró como variable el volumen de extracto utilizado se observa que cuando se utiliza 1 mL de extracto, la absorbancia de la banda obtenida es de 0.5259 mientras que cuando se utiliza 1.25 mL la absorbancia disminuye a 0.2915. Se pudiera pensar que a mayor cantidad de extracto se obtendría una absorbancia mayor indicativa de una mayor formación de nanopartículas de plata, sin embargo, en las condiciones de síntesis de las AgNp's del extracto acuoso de manzanilla; una mayor cantidad de biomasa produce una inestabilidad en el sistema provocado por una variación de cargas y llevando a una disminución de la absorbancia y una probable aglomeración de las nanopartículas formadas.

Tabla 11 Variación de la relación Extracto/Ag⁺ y su relación con absorbancia y longitud de onda máx

Sistema	Volumen extracto (mL)	Vol. AgNO ₃ (mL)	Masa extracto (g)	Masa Ag ⁺ (g)	λ máx. (nm)	Absorbancia
1	0.25	9.75	4.5x10 ⁻³	1.050x10 ⁻³	464	0.4624
2	0.5	9.5	9x10 ⁻³	1.024x10 ⁻³	446	0.5253
3	0.75	9.25	1.35x10 ⁻²	9.976x10 ⁻⁴	465	0.4617
4	1	9	1.8x10 ⁻²	9.643x10 ⁻⁴	456	0.5256
5	1.25	8.75	2.25x10 ⁻²	9.437x10 ⁻⁴	465	0.2986

En la figura 11 cuando se consideró variar la proporción extracto/Ag⁺ las absorbancias mayores se obtuvieron en los sistemas 2 y 4; con las relaciones 0.5/9.5 y 1/9. La mayor absorbancia se obtuvo en el sistema 4. Estas dos proporciones presentan buenos valores, pero en este trabajo se consideró únicamente la que presentó la mayor absorbancia (en trabajos posteriores sería conveniente

considerar la otra proporción). Estas condiciones son adecuadas para la reducción de plata y estabilización de la nanopartícula, ya que como se observa en el sistema 5 un aumento en la proporción de reductor y disminución de plata no favorece la síntesis.

5.6.3. VARIACIÓN DE VOLUMEN DE NITRATO DE PLATA

Para determinar cómo influye la variación en el volumen de nitrato de plata se consideró mantener el volumen de extracto en 1 mL y modificar el volumen de nitrato de plata 1 mM, tiempo de reacción de 75 minutos. En la tabla 12 se muestran las condiciones de preparación de cada sistema.

Tabla 12 Variación de volumen de Nitrato de plata en la síntesis de nanopartículas

Sistema	Volumen extracto (mL)	Volumen AgNO_3 [$1 \times 10^{-3} \text{M}$] (mL)
1	1	6
2	1	7
3	1	8
4	1	9
5	1	10
6	1	11
7	1	12
8	1	13
9	1	14

Nota: Tiempo de formación de AgNP's 75 minutos en el que se presentó el cambio de coloración

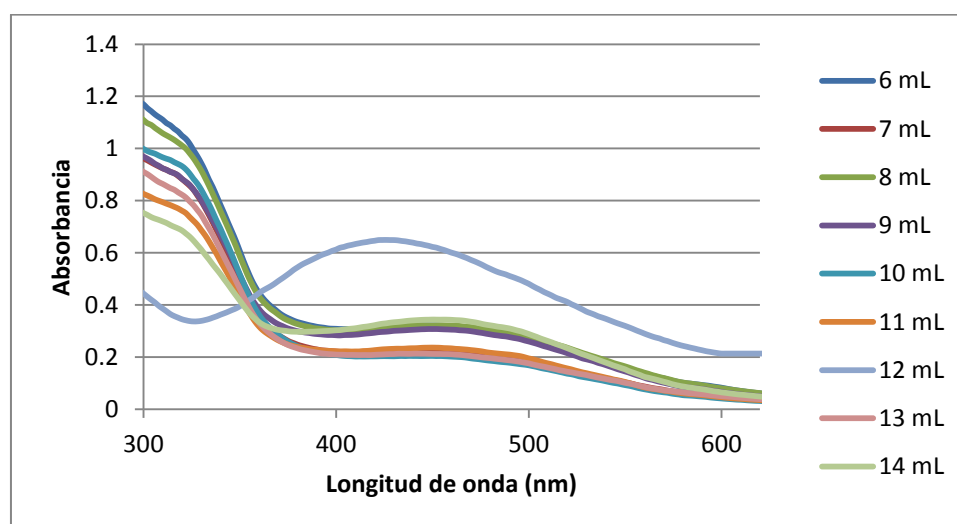


Figura 12 Espectro de absorción sobre la variación de volumen de Nitrato de plata en la síntesis de nanopartículas

En la tabla 13 y figura 12 se muestran los valores obtenidos de la banda de plasmón para cada sistema, así como los espectros UV-Vis correspondientes. Como se observa, el sistema que presenta una banda con una mayor definición y un mayor valor de absorbancia es el sistema 7. Se señala además que los sistemas se agrupan en tres conjuntos, sistema 7 con la mayor absorbancia, sistemas 1,3,4, y 9 con las absorbancias intermedias y sistemas 2,5, 6 y 8 con las menores.

Tabla 13 Absorbancia y longitud de onda máxima

Sistema	Vol. extracto (mL)	Vol. AgNO ₃ [1x10 ⁻³ M] (mL)	λ máx. (nm)	Absorbancia
1	1	6	464	0.3433
2	1	7	444	0.2345
3	1	8	454	0.3225
4	1	9	450	0.3079
5	1	10	462	0.2015
6	1	11	450	0.2368
7	1	12	426	0.6496
8	1	13	458	0.2119
9	1	14	458	0.3438

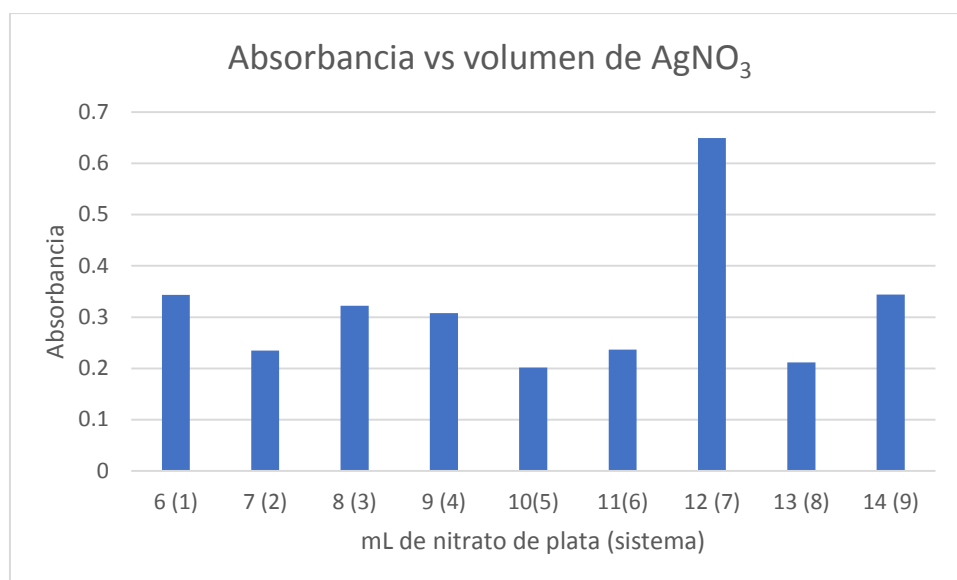


Figura 13 Gráfica de Absorbancia vs Volumen de AgNO₃

Como se puede observar en la figura 13 hay una variación entre las absorbancias obtenidas y la cantidad de nitrato de plata utilizada, siendo el sistema 7 con un

volumen de 12 mL de nitrato el que obtuvo una mejor respuesta. Los sistemas 2,5,6 y 8 son los menos estables.

5.6.4. VARIACIÓN DE pH DEL EXTRACTO DE MANZANILLA

Investigadores (Mohd Sayeed, Jitendra, Yeoung-Sang, & Yun, 2013) reportan que nanopartículas más grandes se forman a un pH más bajo (2-4) en comparación con un pH más alto, para obtener una mayor eficiencia en el proceso de síntesis se deberá considerar hacer variaciones de pH.

Las condiciones alcalinas juegan un papel muy importante para la formación de intermediarios específicos en la reducción de Ag^+ a Ag^0 , así como su facilidad para incrementar la velocidad en el proceso de reducción. En este caso, con el uso del extracto y por consiguiente con su marcada presencia de fenoles, se relaciona que la oxidación de fenoles es más rápida, cuanto más elevado es el pH. A pH 4 habrá aproximadamente 9 veces más iones fenolato que a pH 3, por consiguiente, a pH alcalino se favorece la reducción de plata y por lo tanto la formación de nanopartículas.

Tabla 14 Observaciones experimentales en la variación de pH

pH	Observación inicial	observación final
1	amarillo	blanco opaco
3	amarillo	blanco opaco
5	amarillo	blanco opaco
6	amarillo	amarillo-verde
8	amarillo-naranja	amarillo-verde
10	amarillo naranja	amarillo-verde
12	naranja-amarillo	café
14	naranja	café-rojo

Nota: tiempo de reacción 7 minutos para observar el cambio de coloración

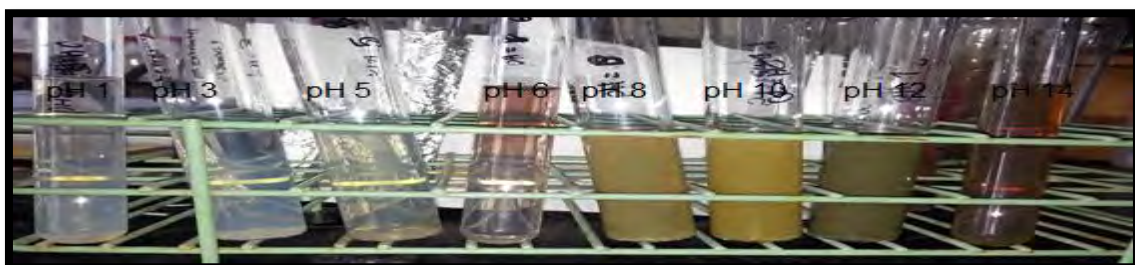


Figura 14 Variación de características según la variación de pH

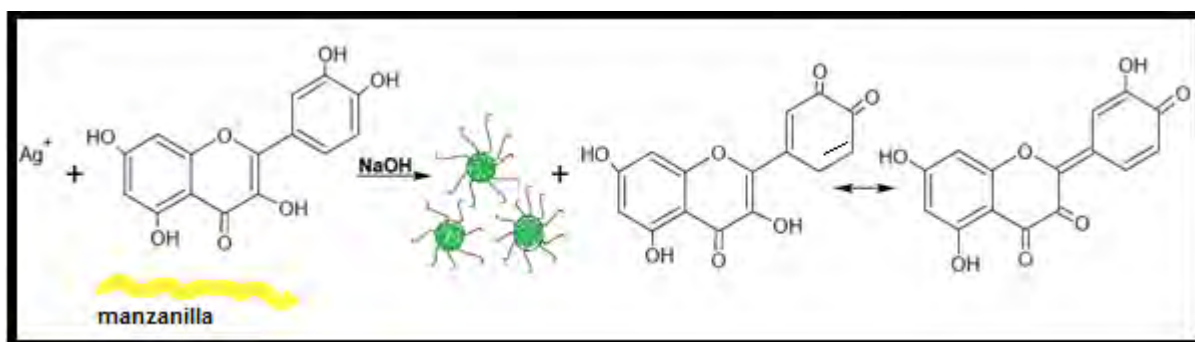


Figura 15 Reducción de plata a pH's básicos

Nota: Imagen adaptada de (Terenteva, Apyari, Dmitrienko, & Zolotov, 2015)

La reacción se realizó en un medio alcalino, porque los flavonoides muestran su capacidad reductora máxima a pH alto. De acuerdo con los datos de la literatura, la oxidación del flavonoide da como resultado una estructura quinoide, que se forma por oxidación de grupos hidroxilo en las posiciones 3' y 4' o en las posiciones 4 y 4'. Los puntos estructurales que determinan la reactividad de un flavonoide a pH alcalino son principalmente el OH en el carbono 3 y el doble enlace entre el carbono 2 y carbono 3.

Se debe especificar que el pH es un factor muy importante en la síntesis de nanopartículas de plata. De acuerdo con Singh y cols., el extracto de manzanilla tiene dentro de su composición flavonoides (el análisis fitoquímico así lo confirma), por lo que consideraremos a éstos para explicar la variación de pH. Los flavonoides muestran su máximo poder reductor a pH altos (Terenteva, Apyari, Dmitrienko, & Zolotov, 2015) y considerando a la quercetina como ejemplo, las nanopartículas de plata se pueden formar como se muestra en la figura 15. Los agentes estabilizadores (representados en la figura como manzanilla) podrían ser algunos compuestos con nitrógeno como proteínas o aminoácidos (los flavonoides se forman por la ruta del ácido shikímico y su precursor inmediato es la fenilalanina lo que sugiere la presencia de aminoácidos en el extracto), los electrones son liberados por el flavonoide y reducen a la plata. El flavonoide oxidado, por el pH puede perder un protón produciendo una estructura de resonancia en la que se observa un sistema conjugado.

Al realizar una inspección visual de los colores obtenidos en los diferentes sistemas se observa que los colores cambian gradualmente desde blanco-opaco, amarillo hasta un café rojizo, con un incremento en el pH. Como se observa en la figura 14 los sistemas de pH 1,3 y 5 no muestran el color característico por lo que no hay reacción. A partir de pH 6 se muestra color que va incrementándose desde amarillo

a café en los pH 8,10,12 y 14. Se procedió a medir el tamaño de partícula y la polidispersión de sistemas entre pH 12, y 14, considerando como valor intermedio también el de 13. Los resultados obtenidos se muestran en la tabla 14 y se observa que el menor tamaño de partícula se obtuvo con el sistema a pH 12 con una muy buena polidispersión 0.258 (deber ser menor de 1).

Cabe señalar que a pH's alcalinos la velocidad de reacción se incrementa, esto se puede constatar a que sin pH el tiempo es de 75 min mientras que a pH alcalino el tiempo se redujo a 7 min. Esto sugiere que el NaOH acelera la reacción de reducción de los iones de Ag^+ o la nucleación de las AgNP's (García, 2015).

Tabla 15 Propiedades de las nanopartículas en base a su pH

pH	PDI	Tamaño (nm)	% Intensidad
12	0.258	64.06	100
13	0.464	108.8	96
13		41.27	4
14	1	103.4	48.6
14		80.37	43.6
14		9.182	7.8

Nota: Síntesis de AgNP's en 7 minutos

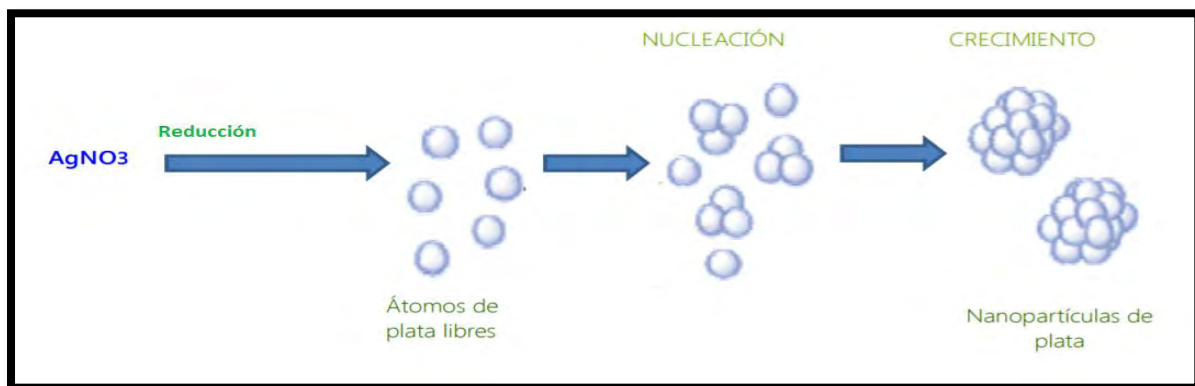


Figura 16 Nucleación de átomos de plata para la formación de Nanopartículas (García, 2015)

5.7. CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE PLATA

5.7.2. SEPARACIÓN

Con las condiciones establecidas de cantidad de extracto (1 mL) volumen de nitrato (12 mL), pH (12) tiempo de reacción 7 minutos. Se procedió a separar las nanopartículas de plata por ultracentrifugación. Las nanopartículas separadas se suspendieron con agua desionizada, para su caracterización y aplicación.

5.7.3. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

A continuación, se muestran las micrografías obtenidas de las nanopartículas de plata separadas.

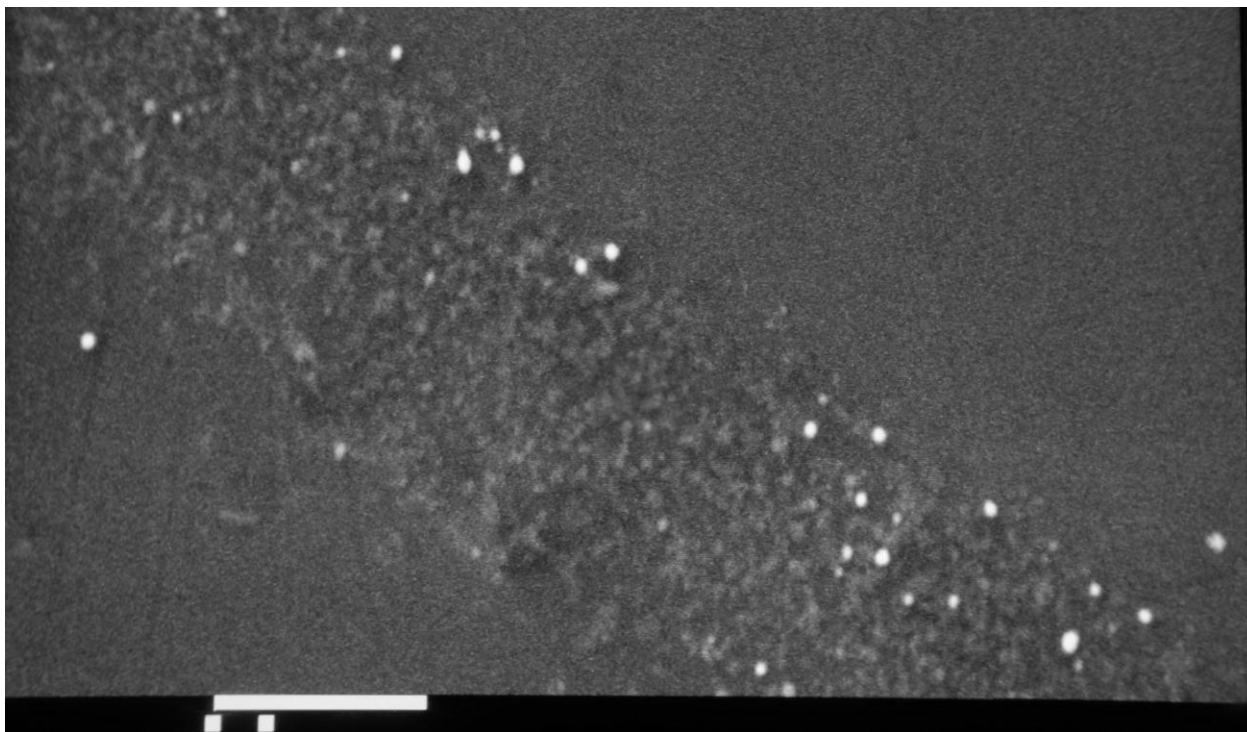


Figura 17 Micrografía de nanopartículas de plata 10000X dilución 1 gota de AgNP's en 3 mL de agua desionizada. Imagen capturada por: Q.F.B. Alejandra Sánchez Barrera.

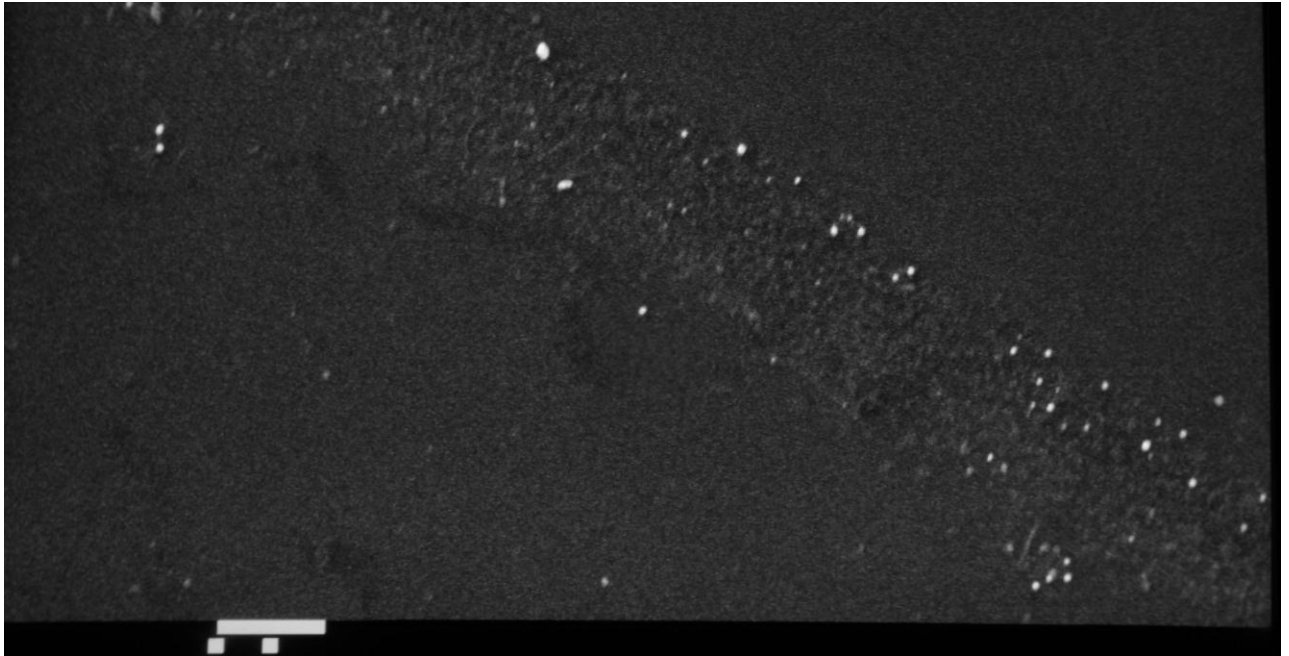


Figura 18 Micrografía de nanopartículas de plata 10000X. Imagen capturada por: Q.F.B. Alejandra Sánchez Barrera



Figura 19 Micrografía de nanopartículas de plata 10000X. Imagen capturada por: Q.F.B. Alejandra Sánchez Barrera

Como se observa en las micrográficas anteriores, las características físicas que se aprecian sobre las nanopartículas, es que poseen una morfología esférica, la cual coincide con las características esperadas que corresponden de manera apreciable en el coloide característico en la formación de nanopartículas de plata.

5.7.4. CUANTIFICACIÓN DE PLATA (I)



Figura 20 Sobrenadante acuoso de la síntesis de nanopartículas de plata

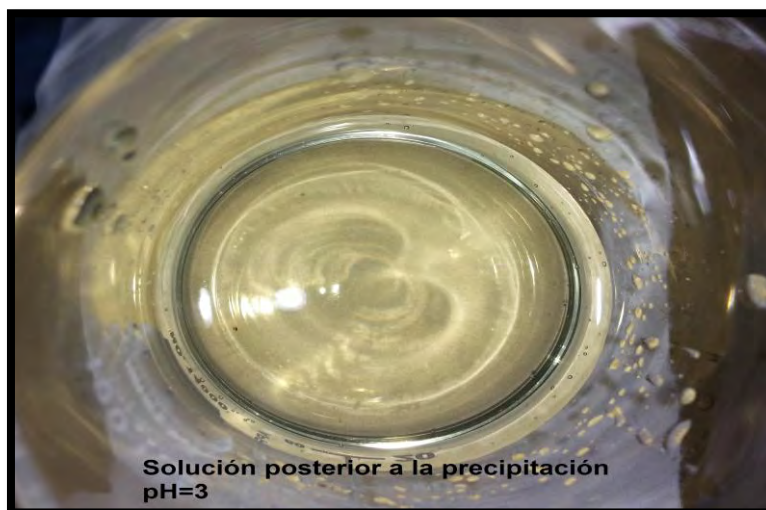


Figura 21 Solución acuosa posterior a la precipitación de Ag^{1+}

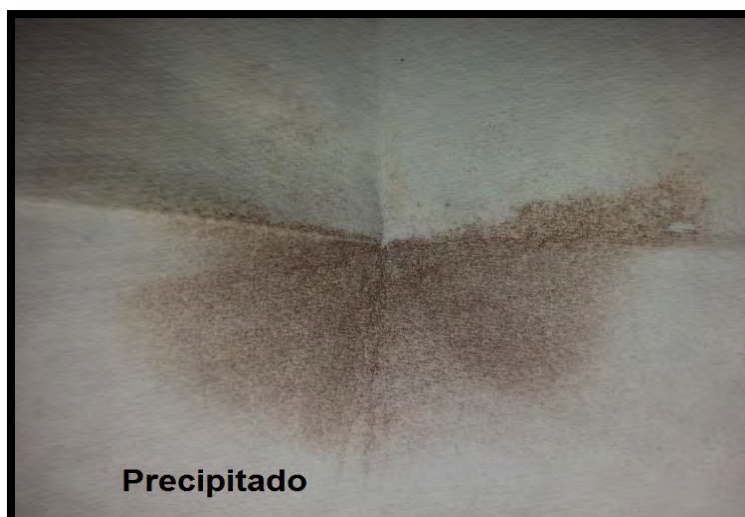


Figura 22 Precipitado de Cloruro de plata

La cuantificación de Ag^{1+} se realizó por medio de un proceso de gravimetría, y aprovechando de esta forma las propiedades de la Plata en solución, inicialmente se optó por aprovechar el sobrenadante del ultracentrifugado debido a que de esta forma era posible determinar la cantidad de plata sin reaccionar y consecuentemente determinar la eficiencia del extracto al reducir la plata. Como paso inicial se aprovecharon las características de la plata al tener la capacidad de ser precipitada como complejo $\text{AgCl}\downarrow$ en medio ácido, de este modo al establecer el medio ácido, se procedió a precipitar la Ag^{1+} en solución con el ion Cl^- el sólido obtenido fue un polvo fino color café característico del complejo esperado.

De esta forma se precipitó el complejo estable de plata para su posterior proceso de secado y determinación de masa, en el que la plata se redujo en un 40.8% lo cual se considera como un valor alto al tomar en cuenta que el poder reductor proviene de un extracto vegetal poco aprovechado en la actualidad (anexo 4).

5.8. APLICACIÓN

5.8.1. REDUCCIÓN DE AZUL DE METILENO

Con el fin de probar en una reacción la capacidad reductora de las nanopartículas sintetizadas, se seleccionó la reducción del azul de metileno, colorante sintético heterocíclico aromático. En la figura 23 se muestran las estructuras del azul de metileno en su forma oxidada (azul) y reducida (incolora).

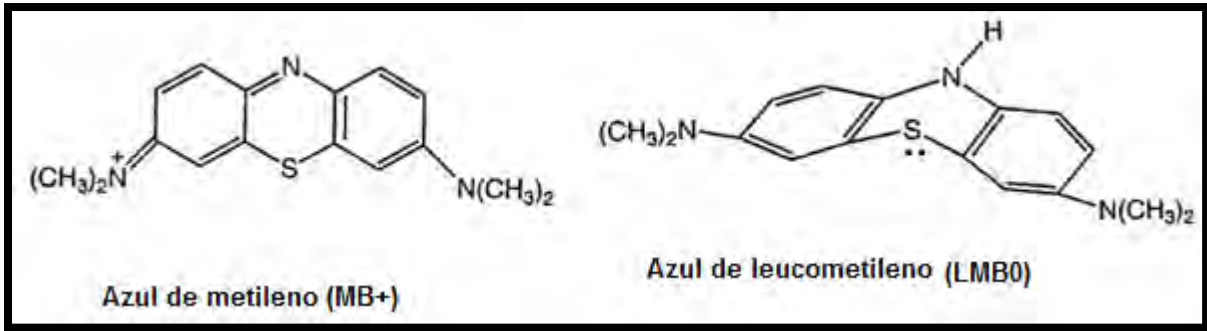


Figura 23 Estructuras químicas del azul de metileno oxidado y reducido (azul de leucometileno)

Se prepararon 3 sistemas como se indicó en la metodología. En la figura 24 se muestran los colores obtenidos, y todavía se advierte una coloración azul tenue en cada sistema, pero el sistema que se ve más decolorado es el sistema 1, el de las nanopartículas de plata.

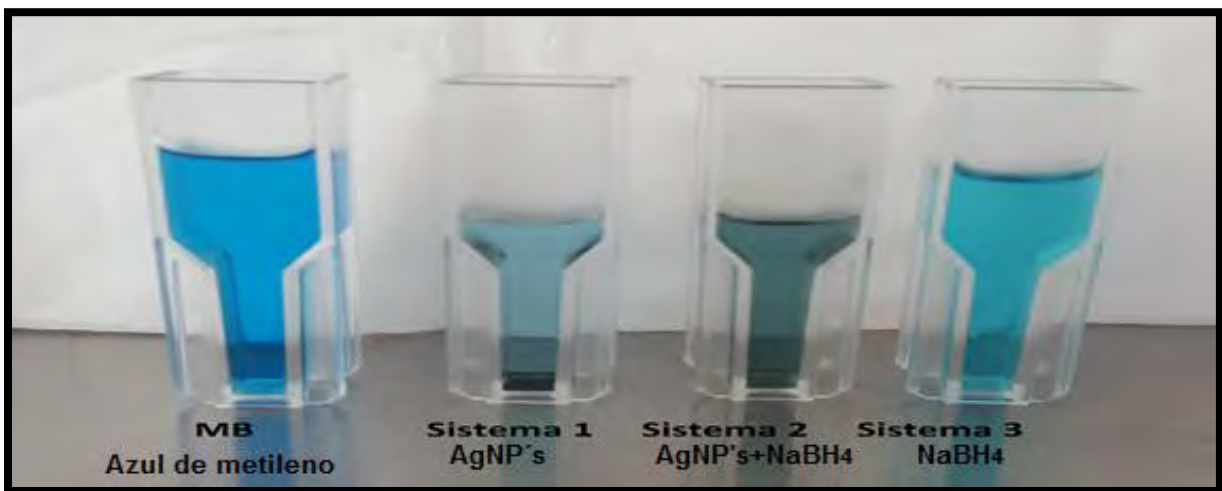


Figura 24 Características físicas de diferentes reductores sobre la reducción del Azul de metileno

Posteriormente se obtuvieron los espectros UV-Vis de cada sistema (figura 25), incluido el azul de metileno.

El espectro de azul de metileno presenta tres bandas con longitudes de onda máximas a 287, 602, 651 nm (tabla 16) que corresponden a los anillos aromáticos, a la conjugación de los heteroátomos con los anillos aromáticos y a los nitrógenos exocíclicos respectivamente. Si se compara con los tres sistemas se observa que la banda de 602 nm desaparece.

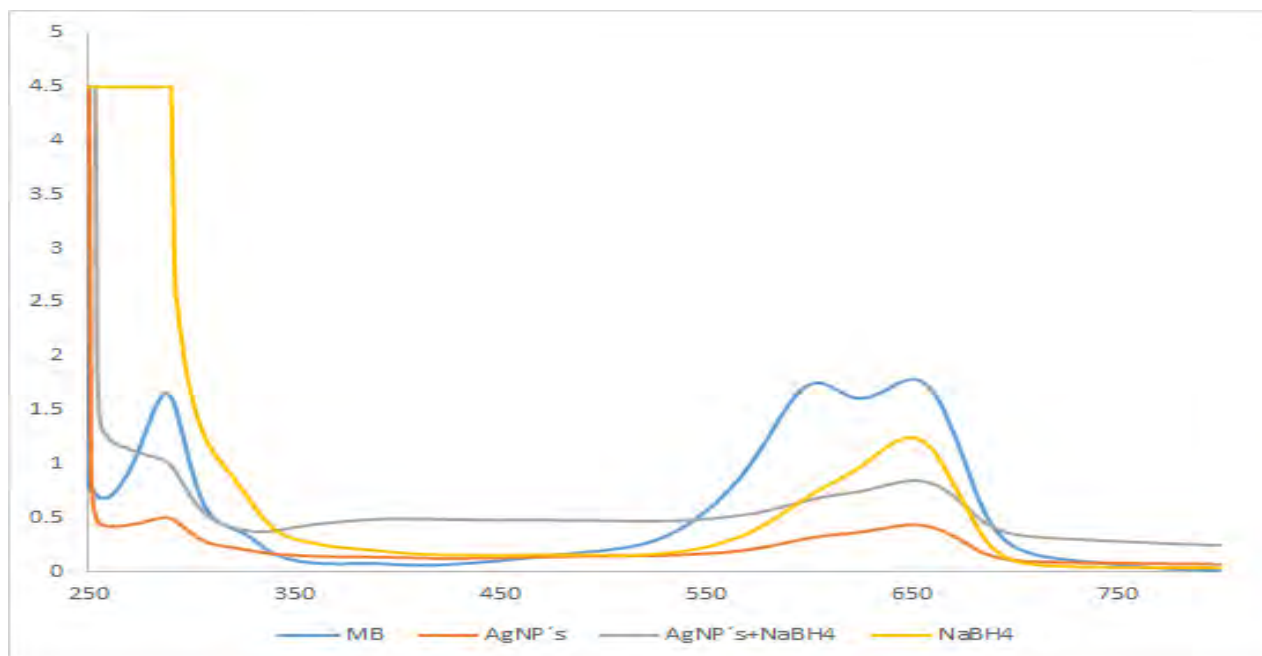


Figura 25 Espectro de absorciones UV-Vis sobre la reducción de Azul de metileno, empleando diferentes reductores

Nota: La reacción en todos los sistemas se llevó a cabo durante el mismo tiempo

Tabla 16 Longitud y absorbancia de los espectros UV-Vis de azul de metileno y sistemas

Sistema	λ_1 nm.	Abs 1	λ_2 nm	Abs 2	λ_3 nm	Abs. 3
Azul de metileno	287	1.6691	602	1.602	651	1.788
AgNP's	301	0.6764	-	-	667	0.7541
AgNP's + NaBH ₄	288	1.0355	-	-	655	0.8481
NaBH ₄	-	-	-	-	642	1.1516

Si se analizan las estructuras de la forma oxidada y reducida del azul de metileno la diferencia se encuentra en las regiones marcadas en la figura 26.

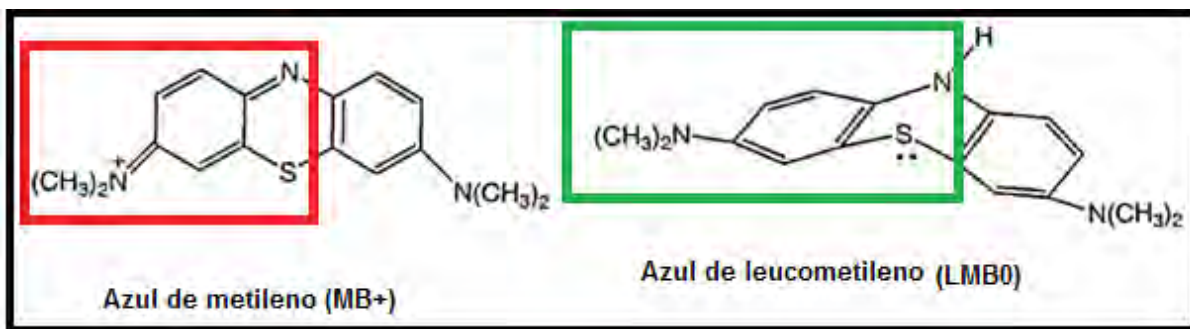


Figura 26 Regiones que cambian por la reacción redox

Enfatizando en que el nitrógeno cambia de hibridación de sp^2 a sp^3 y la ganancia de hidrógeno. La banda correspondiente a esta región es la que desaparece en el espectro por lo que en los tres sistemas se llevó a cabo la reducción. Sin embargo, se ve que las tres bandas en el sistema de las nanopartículas disminuyeron considerablemente.

Se puede deducir que las nanopartículas de plata obtenidas tienen capacidad reductora y que se podría considerar como una opción para la reducción de este colorante.

6. CONCLUSIONES

Se identificó la especie utilizada durante el proceso experimental en el Herbario Etnobotánico IZTA de la FES-Iztacala, UNAM como *Matricaria recutita* L. (manzanilla).

Se estableció que los metabolitos presentes en el extracto acuoso de flores de manzanilla fueron azúcares reductores, flavonoides, fenoles y aceite esencial.

Se determinaron las condiciones favorables para la síntesis de nanopartículas, teniendo como resultado:

Tabla 17 Parámetros de síntesis de Nanopartículas de plata

Fuente de energía	Calor convencional
Volumen de extracto (mL)	1
Volumen de AgNO ₃ (mL)	12
pH	12

Se obtuvieron nanopartículas de plata con un tamaño de 64.06 nm y una intensidad del 100% con un tiempo de reacción de 7 minutos.

Se caracterizaron las nanopartículas de plata mediante Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) en la cual se observó una morfología esférica.

Se evaluó la cantidad de Plata reducida mediante gravimetría con un 40.8% de porcentaje de reducción.

Se evaluó la capacidad reductora y catalítica de las nanopartículas, al confrontarlas con la acción de NaBH₄ en una reacción de reducción de Azul de metileno precisando a las nanopartículas de plata como mejor reductor de este colorante al compararlo con el NaBH₄.

ANEXOS

ANEXO 1



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
IZTACALA
HERBARIO IZTACALA



FESI/IZTA/51/2015

MIRIAM IVETTE JIMÉNEZ HUERTA
Alumna de la Carrera de Química
Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, UNAM
P r e s e n t e

Por este conducto me permito proporcionar a usted la identificación taxonómica del material botánico de respaldo del Proyecto de Tesis: “Síntesis de Nanopartículas de Plata y Oro empleando como agente reductor extracto de la planta *Matricaria recutita* L. (ASTERACEAE) (Manzanilla)”, que se realiza en el Laboratorio de Farmacognosia y Fitoquímica de la Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán UNAM, bajo la dirección de la QFB. Brígida del Carmen Camacho Enríquez.

Así mismo, le informo que la planta ha sido integrada en la Colección Etnobotánica del Herbario Iztacala con el siguiente número de registro:

NOMBRE CIENTÍFICO	FAMILIA	NOMBRE POPULAR	NO. REGISTRO
<i>Matricaria recutita</i> L.	ASTERACEAE	“Manzanilla”	2458 IZTA

Sin otro particular, le envío un cordial saludo.

Atentamente
“POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU”
Los Reyes Iztacala, Estado de México, 8 de octubre de 2015


M. EN C. MA. EDITH LOPEZ VILLAFRANCO
Responsable del Herbario IZTA



Av. De los Barrios No. 1, Los Reyes Iztacala, Tlalnepanla, Estado de México.
C.P. 54090, A. P. 314. Tel/Fax: 5623-1378.
herbario_iztai@campus.iztacala.unam.mx

Figura 27 Carta de identificación taxonómica

ANEXO 2

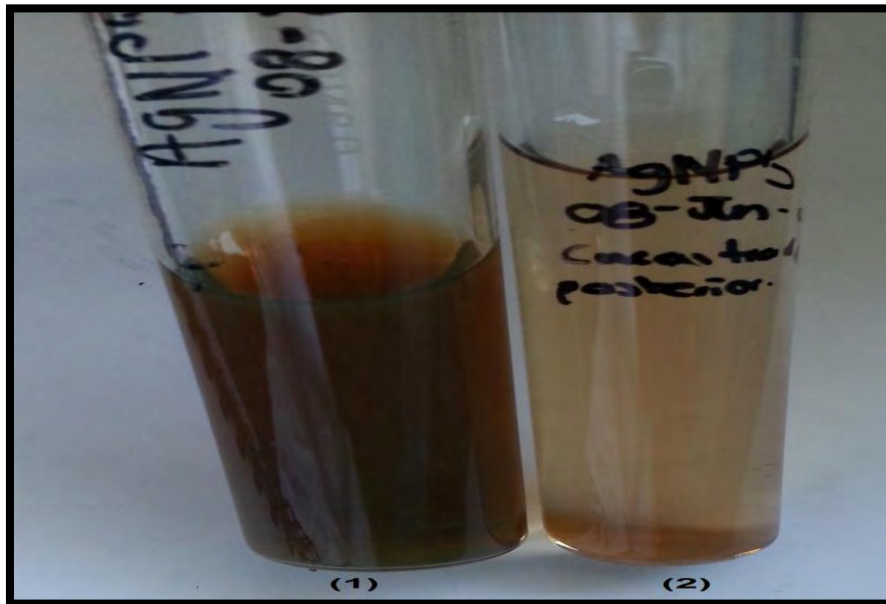


Figura 28 Variación en la síntesis de nanopartículas en base al tiempo de vida del extracto acuoso de flores de manzanilla, Sistema (1) extracto acuoso con 1 hora de preparación, Sistema (2) extracto acuoso preparado previamente

Se evaluó la capacidad reductora del extracto, según el tiempo de preparación, se observó que el extracto con más de 24 horas de después de su preparación pierde propiedades reductoras importantes imputadas a la estabilidad de los metabolitos secundarios del extracto de flores de manzanilla, siendo estos los principales responsables de las propiedades reductoras del extracto.

ANEXO 3

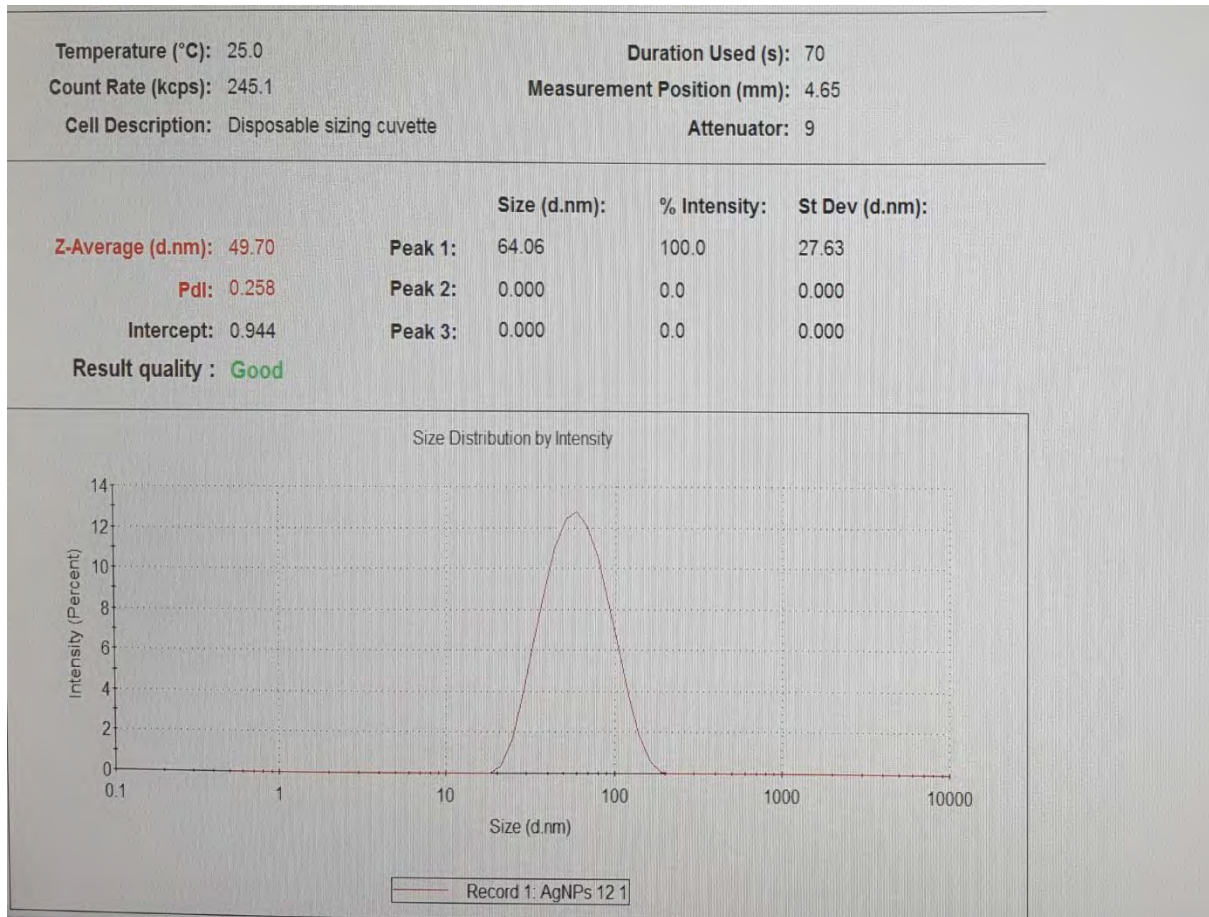


Figura 29 Grafico de distribución del tamaño por intensidad (Z sizer)

Nota: Se aprecia que, de acuerdo con el criterio de calidad de las nanopartículas, las nanopartículas sintetizadas son de buena calidad con un tamaño de 64.06nm y una polidispersión de 0.258 que indica que es un sistema monodisperso.

ANEXO 4

CUANTIFICACIÓN DE PLATA I SIN REACCIONAR

$$X = \frac{0.01 \text{ g AgCl}}{143.321 \text{ g AgCl}} \times \frac{1 \text{ mol AgCl}}{1 \text{ mol AgCl}} \times \frac{1 \text{ mol Ag}}{1 \text{ mol Ag}} \times \frac{107.868 \text{ g Ag}}{1 \text{ mol Ag}} = 7.52632 \times 10^{-3} \text{ g Ag}^+ \text{ sin reaccionar.}$$

$$X = \frac{0.00752 \text{ g Ag}}{107.863 \text{ g Ag}} \times \frac{1 \text{ mol Ag}}{1 \text{ mol Ag}} \times \frac{1 \text{ mol AgNO}_3}{1 \text{ mol Ag}} \times \frac{169.873 \text{ g AgNO}_3}{1 \text{ mol AgNO}_3} = 0.01184 \text{ g AgNO}_3$$

Solución inicial = 0.02 g AgNO₃

% = 59.2.

A través de la precipitación del complejo de Plata I, se obtuvo una masa total de 0.01 g, ya que esta masa correspondía a la formación del complejo se determinó la masa total de Plata I presente en este, posteriormente al conocer la masa de Plata I se recurrió a la conversión correspondiente para determinar la totalidad de AgNO₃ en el sobrenadante y por lo tanto establecer la cantidad de AgNO₃ que no reaccionó por acción del extracto acuoso; se llegó a la conclusión de que el 59.2% de AgNO₃ permaneció sin reaccionar estableciendo de forma directa la reducción de Plata I en un 40.8%.

Bibliografía

- Blogger. (1 de Septiembre de 2017). *La misteriosa copa romana que cambia de color*. Obtenido de Huzmeando por la red.com: <http://www.huzmeandoporlared.com/2017/05/la-misteriosa-copa-romana-que-cambia-de-color.html>
- Bruneton, J. (2001). *Farmacognosia, Fitoquímica, Plantas medicinales*. Zaragoza: Acribia, S.A.
- Cao, G. (2011). *Nanostructures and Nanomaterials: Synthesis, properties and applications*. Singapore: World Scientific.
- Díaz, L. B. (2003). *Farmacognosia*. Madrid: ELSEVIER.
- Domínguez, X. A. (1988). *Métodos de Investigación Fitoquímica*. México D.F: Limusa S.A de C.V.
- Durán, N. (12 de Abril de 2011). Mechanistic aspects in the biogenic synthesis of extracellular metal nanoparticles by peptides, bacteria, fungi and plants. *Springer*, 90, 1619-1624.
- Farmacia. (2001). *Educación farmacéutica*. Recuperado el Mayo de 2017, de Educación farmacéutica: <http://farmacia.udea.edu.co/~ff/flavonoides2001.pdf>
- Filipponi, L. (Mayo de 2010). *Nanoscience and Nanotechnology*. Recuperado el 28 de Mayo de 2016, de http://nanoyou.eu/attachments/188_Module-1-chapter-1.pdf
- Fonegra, R., & Jiménez, S. (2006). *Plantas medicinales aprobadas en Colombia*. Antioquia, Colombia: Editorial UNiversidad de Antioquia.
- Fresno, Á. M. (1999). *Farmacognosia General*. España: SINTESIS.
- García, I. N. (Junio de 2015). *Universidad de Coruña*. Recuperado el 22 de Noviembre de 2016, de <http://190.25.234.130:8080/jspui/bitstream/11227/73/1/Tesis%20Entrega%20Final.pdf>
- Hormaza, A., & Suárez, E. (2009). Estudio del proceso de biosorción de dos colorantes estructuralmente diferentes sobre residuos avícolas. *Revista de la Sociedad Química de Perú*, 329-338.
- Hornyak, G. L. (2008). *Introduction to nanoscience*. New York: CRC Press.
- Immanuel, T. (05 de Mayo de 2012). ELSEVIER. *Process Biochemistry*(47), 1351-1357. Recuperado el 25 de Febrero de 2017, de ScienceDirect: <http://www.sciencedirect.com.pbid.unam.mx:8080/science/article/pii/S1672251507600499>

- Klages, F. (1968). *Tratado de Química Orgánica*. Barcelona: Reverté S.A. de C.V.
- Kuklinski, C. (2000). *Farmacognosia. Estudio de las drogas y sustancias medicamentosas de origen natural*. Barcelona, España: Ediciones Omega S.A.
- Lee, S. K. (2003). *Royal Society of Chemistry*. Recuperado el 22 de Enero de 2017, de <http://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/2003/cc/b307228b>
- María, M. O. (02 de Octubre de 2011). *Google*. Recuperado el 8 de Diciembre de 2016, de https://www.upo.es/moleq1a/export/sites/moleq1a/documentos/JM_Oliva.pdf
- Montero, J. M. (02 de Octubre de 2012). *Laboratorio de Pablo Olavide*. Recuperado el 28 de Febrero de 2017, de https://www.upo.es/moleq1a/export/sites/moleq1a/documentos/JM_Oliva.pdf
- Mulvaney, P. (1996). Surface Plasmon Spectroscopy of Nanosized Metal Particles. *Langmuir*, 12, 788-800.
- Ortiz, C. V. (1995). *Fundamentos de Fitoquímica*. México: Trillas.
- Sharpe, A. G. (1993). *Química Inorgánica*. Barcelona: Reverté S.A. de C.V.
- Siddiqui, M., Al-Whaibi, M., & Mohammad, F. (2015). *Nanotechnology and Plant Sciences: Nanoparticles and their impact on plants*. Switzerland: Springer.
- Singh, O., Khanam, Z., Misra, N., & Kumar Srivastava, M. (2011). Chamomile (*Matricaria chamomilla* L.): An overview. *Pharmacognosy Review*, 82–95. doi:10.4103/0973-7847.79103
- Srikar, S. K., Giri, D. D., Pal, D., Mishra, P. K., & Upadhyay, S. N. (2016). Green Synthesis of Silver Nanoparticles: A review. *Green and Sustainable Chemistry*, 34-56. doi:10.4236/gsc.2016.61004
- SSA. (2013). *Farmacopea Herbolaria de los Estados Unidos Mexicanos*. Ciudad de México: Secretaria de Salud.
- Sutariya, V. B. (2015). *Biointeractions of Nanomaterials*. Florida: CRC Press.
- T.K.Thanh. (2012). *Magnetic Nanoparticles from fabrication to clinical applications*. New York: CRC Press.
- Takeuchi, N. (2009). *Los puntos cuánticos en nanociencia y nanotecnología*. México: Fondo de cultura Económica.
- Terenteva, E., Apyari, V., Dmitrienko, S., & Zolotov, Y. (2015). Formation of plasmonic silver nanoparticles by flavonoid reduction: A comparative study and application for determination of these substances. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 151, 89–95.
- UNAM. (2009). *Biblioteca Digital de la Medicina Tradicional Mexicana*. Recuperado el 2 de Junio de 2017, de Biblioteca Digital de la Medicina Tradicional Mexicana: <http://www.medicinatradicionalmexicana.unam.mx/>
- WHO. (1998). *Quality conytrol methods for medicinal plants materials*. Geneve: WHO Library Cataloging in Publication Data.

Yinyangperu. (19 de Marzo de 2014). Recuperado el 21 de Octubre de 2017, de Manzanilla: <http://www.yinyangperu.com/manzanilla.html>

Zanella, R. (2012). *UNAM*. Recuperado el 2016 de Mayo de 31, de <http://revistas.unam.mx/index.php/nano/article/viewFile/45167/40717>

Zhang, F. (2015). *Photon Upconversion Nanomaterials*. New York: Springer.