UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN ANTONIO ABAD DEL CUSCO

FACULTAD DE CIENCIAS QUÍMICAS, FÍSICAS Y MATEMÁTICAS

ESCUELA PROFESIONAL DE QUÍMICA

TESIS

SÍNTESIS VERDE Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO OBTENIDAS CON EXTRACTO ETANÓLICO EN HOJAS DE *Eucalyptus globulus*

PRESENTADO POR:
Br. LAURA GONGORA PORTUGAL
Br. ANA MARIA ZARATE CHOQUENAIRA

PARA OPTAR AL TITULO PROFESIONAL DE QUÍMICO

ASESOR:
Mg. CORINA FERNANDA ALVAREZ NUÑEZ

CUSCO-PERÚ
2024

INFORME DE ORIGINALIDAD

(Aprobado por Resolución Nro.CU-303-2020-UNSAAC)

El que suscribe, **Asesor** del trabajo deinvestigación/tesis titulada: SÍNTESIS VERDE Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTICULAS DE OXIDO DE HIERRO OBTENIDAS CON EXTRACTO ETANOLICO EN HOJAS DE Eucalyptus globulus

presentado por: Ana María Zarate Choquenaira con DNI Nro.: 74056560 presentado por: Laura Gongora Portugal con DNI Nro.: 76219153 para optar el título profesional/grado académico de Químico

Informo que el trabajo de investigación ha sido sometido a revisión por 2 veces, mediante el Software Antiplagio, conforme al Art. 6° del ***Reglamento para Uso de Sistema Antiplagio de la UNSAAC*** y de la evaluación de originalidad se tiene un porcentaje de 6 **%.**

Evaluación y acciones del reporte de coincidencia para trabajos de investigación conducentes a grado académico o título profesional, tesis

Porcentaje	Evaluación y Acciones	Marque con una (X)
Del 1 al 10%	No se considera plagio.	X
Del 11 al 30 %	Devolver al usuario para las correcciones.	
Mayor a 31%	El responsable de la revisión del documento emite un informe al inmediato jerárquico, quien a su vez eleva el informe a la autoridad académica para que tome las acciones correspondientes. Sin perjuicio de las sanciones administrativas que correspondan de acuerdo a Ley.	

Por tanto, en mi condición de asesor, firmo el presente informe en señal de conformidad y **adjunto** la primera página del reporte del Sistema Antiplagio.

Cusco, 27 de Febrero de 2025

Firma

Post firma Carina F. Alvarez Núñez

Nro. de DNI 25310702

ORCID del Asesor 0000-0002-5476-7640

Se adjunta:

1. Reporte generado por el Sistema Antiplagio.
2. Enlace del Reporte Generado por el Sistema Antiplagio: **oid:** 27259 : 416816654

Ana María Zarate Choquenaira Laura Góngora Port...

SÍNTESIS VERDE Y CARACTERIZACIÓN DE NANOPARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO OBTENIDAS CON E...

Universidad Nacional San Antonio Abad del Cusco

Detalles del documento

Identificador de la entrega
trn:oid:::27259:416816654

Fecha de entrega
16 dic 2024, 11:33 p.m. GMT-5

Fecha de descarga
23 dic 2024, 12:48 p.m. GMT-5

Nombre de archivo
TESIS ANA MARIA Y LAURA - 15-12-2024.pdf

Tamaño de archivo
1.8 MB

108 Páginas

17,726 Palabras

104,613 Caracteres

6% Similitud general

El total combinado de todas las coincidencias, incluidas las fuentes superpuestas, para ca...

Filtrado desde el informe

- Bibliografía
- Texto citado
- Texto mencionado
- Coincidencias menores (menos de 15 palabras)

Exclusiones

- N.º de fuentes excluidas
- N.º de coincidencias excluidas

Fuentes principales

6% Fuentes de Internet
1% Publicaciones
1% Trabajos entregados (trabajos del estudiante)

Marcas de integridad

N.º de alerta de integridad para revisión

Texto oculto
329 caracteres sospechosos en N.º de páginas
El texto es alterado para mezclarse con el fondo blanco del documento.

Los algoritmos de nuestro sistema analizan un documento en profundidad para buscar inconsistencias que permitirían distinguirlo de una entrega normal. Si advertimos algo extraño, lo marcamos como una alerta para que pueda revisarlo.

Una marca de alerta no es necesariamente un indicador de problemas. Sin embargo, recomendamos que preste atención y la revise.

DEDICATORIA

A mi familia, en especial a mis padres amados Prof. Andrés Zarate Mamani y Sra. Francisca Choquenaira **+,** por ser mi apoyo moral, económico y desde el cielo darme las fortalezas necesarias; sé que siempre cuento con ustedes, por más que no estén aquí a mi lado y son mi fuerza.

A mis hermanos Jhon, Marco y Elvis por incentivarme a lograr muchos de mis objetivos, incluido este trabajo y enseñarme que todo se logra con esfuerzo y voluntad.

A toda la Familia Choquenaira, especialmente a mi tío Santiago por haberme abierto las puertas de su casa y acogido como parte de su familia, y haber hecho de mi vida más llevadera y feliz en los tiempos cuando más los necesitaba estaban ahí.

Ana María.

DEDICATORIA

A mis queridos padres Juan y Aida por ser pilar fundamental en mi desarrollo personal y profesional, que con sabiduría, dedicación y paciencia lograron conducirme por este sendero que se llama vida.

A mis hermanos Carlos, Marianela y Moisés a quienes admiro con el alma y agradezco a la vida por tenerlos.

A Juan Carlos por su apoyo constante durante este proceso.

A Edwin Arturo, por tantos años de amistad. ¡Qué haría yo sin ustedes!

Laura.

AGRADECIMIENTOS

A los docentes, amigos y compañeros que contribuyeron en nuestra formación profesional y, al concluir esta etapa maravillosa de nuestras vidas, queremos extender un profundo agradecimiento.

A nuestra asesora, Mgt. Corina Álvarez Núñez, quien, gracias a su profesionalismo, amplia experiencia, paciencia y grandiosa amistad, nos ayudó a culminar este trabajo de tesis. También queremos expresar nuestro agradecimiento a la Mgt. Sonia Aragón quien siempre estuvo apoyándonos antes, durante y después de nuestra vida universitaria.

A la Dra. Catalina Ruiz Pérez +, al Dr. Jorge Pasan García y Ana Belén Lago Blanco, por habernos brindado la oportunidad y facilitado su Laboratorio de Rayos X y Materiales Moleculares en la Universidad La Laguna – España, para realizar caracterizaciones espectroscópicas. Por supuesto, también agradecemos por acogernos como parte de su grupo de investigación y paciencia al enseñarnos el uso de las técnicas de espectroscopía UV-Vis, Infrarrojo con Transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (FTIR-ATR).

Al Dr. Marcos Frías, por compartir sus conocimientos durante los análisis microscópicos (SEM y TEM) en el Servicio de Apoyo a la Investigación (SEGAI) y a la Dra. Mareadle Deniz por brindar su apoyo con el análisis (DRX) en el Servicio Integrado de Difracción de Rayos X (SIDIX) de la Universidad la Laguna- España.

Finalmente, expresamos nuestro agradecimiento eterno a nuestros padres, quienes siempre estuvieron a nuestro lado, brindándonos palabras de aliento y su apoyo incondicional en todo momento.

ÍNDICE GENERAL

DEDICATORIA.....*i*

AGRADECIMIENTOS..... *iii*

ÍNDICE GENERAL.....*iv*

ÍNDICE DE FIGURAS .....*viii*

ÍNDICE DE TABLAS.....*xi*

ÍNDICE DE ANEXOS.....*xii*

ABREVIATURAS Y ACRÓNIMOS.....*xiii*

RESUMEN……..*xiv*

ABSTRACT…….*xv*

INTRODUCCIÓN..... *xvi*

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....*xviii*

DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA.....*xviii*

FORMULACIÓN DEL PROBLEMA.....*xviii*

JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN ..... *xix*

OBJETIVOS..... *xx*

OBJETIVO GENERAL..... *xx*

OBJETIVOS ESPECÍFICOS ..... *xx*

HIPÓTESIS..... *xxi*

CAPITULO I.....*1*

MARCO TEÓRICO 1

1.1. Antecedentes 1

1.1.1. Antecedentes Internacionales 1

1.1.2. Antecedentes Nacionales. 4

1.2. Bases Teóricas 5

1.2.1. Nanociencia 5

1.2.2. Nanotecnología 5

1.2.3. Nanopartículas 6

1.2.4. Clasificación de las Nanopartículas. 8

1.2.5. Aplicaciones de Nanopartículas. 11

1.2.6. Métodos De Síntesis De Nanopartículas. 12

1.2.7. Hierro 14

1.2.8. Nanopartículas de hierro 15

1.2.9. Almidón como Agente Estabilizante 17

1.3. Síntesis Verde de Nanopartículas de Óxido de Hierro (II) 17

1.4. Descripción de la Planta en Estudio 18

1.4.1. Eucalyptus Globulus 18

1.4.2. Extracto de Eucalyptus globulus. 20

1.5. Tecnicas de caracterización Estructural de las Nanopartículas 21

1.5.1. Espectroscopía de Uv-Vis 21

1.5.2. Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR) 22

1.5.3. Difracción de Rayos X (XRD) 24

1.5.4. *Microscopía Electrónica de Barrido* (SEM) 26

1.5.5. *Microscopía Electrónica de Transmisión* (TEM) 27

CAPITULO II *28*

PARTE EXPERIMENTAL 28

2.1. Tipo de Investigación. 28

2.2. Población y Muestra 28

2.3. Diseño de la Investigación 29

2.4. Sistema de Variables 30

2.4.1. Variables Independientes 30

2.4.2. Variables Dependientes 30

2.5. Desarrollo Experimental 30

2.6. Obtención del Extracto Hidroetanólico de Hojas de *Eucalyptus globulus* 31

2.6.1. Recolección de Hojas de Eucalyptus globulus 31

2.6.2. Tratamiento de la Muestra de Hojas de Eucalyptus globulus. 32

2.6.3. Extracción del Extracto Hidroetanólico de *Eucalyptus globulus.* 34

2.7. Análisis Fitoquímico Preliminar 35

2.8. Síntesis de Nanopartículas de Óxido de Hierro (II) por Método de Coprecipitación 36

2.9. Caracterización de Nanopartículas. 38

2.9.1. Espectroscopía Uv – Vis: 39

2.9.2. *Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada* (FTIR-ATR) 40

2.9.3. *Difracción de Rayos X* (XRD) 42

2.9.4. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). 44

2.9.5. *Microscopía Electrónica de Transmisión* (TEM). 46

CAPÍTULO III *49*

RESULTADOS Y DISCUSIÓN 49

3.1. Obtención del Extracto 49

3.2. Síntesis de nanopartículas de óxido de hierro (II) 50

3.3. Caracterización Espectroscópicas: 54

3.3.1. Ultravioleta – Visible 54

3.3.2. *Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada* (FTIR-ATR). 57

3.4. Caracterización por técnicas microscópicas. 61

3.4.1. *Microscopía electrónica de barrido* (SEM). 61

3.4.2. *Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM).* 66

3.4.3. Difracción de Rayos X. 71

CONCLUSIONES *73*

RECOMENDACIONES *75*

BIBLIOGRAFÍA *76*

ANEXOS *84*

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 *Escala de tamaños de los objetos.* *7*

Figura 2 *Clasificación de los nanomateriales por sus dimensiones.* *9*

Figura 3 *Rutas de síntesis de nanopartículas (Valenzuela et al., 2023)* *12*

Figura 4 *Representación esquemática del método Bottom-up.* *13*

Figura 5 *Representación esquemática del método top-Down (Cornejo, 2015)* *14*

Figura 6 *Color característico de algunos NPs de óxidos de hierro (Gregorio et al., 2012).* *15*

Figura 7 *Micrografía TEM de nanopartículas de óxido de hierro (II).* *16*

Figura 8 *Formación de nanopartículas.* *18*

Figura 9 *Estructuras químicas de algunos de los compuestos polifenólicos más importantes (Beiroa, 2015)* *19*

Figura 10 *Espectrofotómetro UV-Vis* *22*

Figura 11 *Espectrómetro FTIR con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) (Aparicio Ceja & Carbajal Arizaga, 2015).* *23*

Figura 12 *(a) Difractómetro Philips modelo X'Pert del CNyN y (b) Esquema del tubo generador de rayos x.* *25*

Figura 13 *Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) (Diario de Ciencias, 2014).* *26*

Figura 14 *Microscopio electrónico de transmisiom (TEM) (Universidad de Almería, 2022).* *27*

Figura 15 *Ubicación de la zona de muestreo, distrito de chinchero comunidad simatauccca povincia de Urubamba- Cusco.* *28*

Figura 16 *Diagrama de flujo del diseño de la investigacion a seguir.* *29*

Figura 17 *Hojas de Eucalyptus globulus.* *32*

Figura 18 *Diagrama de flujo del tratamiento de hojas de Eucalyptus globulus.* *33*

Figura 19 *Diagrama de flujo a seguir para el proceso de maceración de extracto hidroetanólico a partir de las hojas de Eucalyptus globulus.....34*

Figura 20 *Identificación de metabolitos secundarios en extracto hidroetanólico y acuoso de Eucalyptus globulus (A= Flavonoides; B= Fenólicos; C= Taninos; D= Azúcares; E= Alcaloides y F= Quinonas).....36*

Figura 21 *Diagrama de flujo del proceso de sintesis de NPs de óxido de hierro II.....37*

Figura 22 *Espectrofotometro UV-Vis (SHIMADZU UV-2450) Universidad la Laguna ..39*

Figura 23 *Diagrama de flujo del proceso de análisis con espectrometría infrarroja con transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR).....41*

Figura 24 *Equipo de Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (FTIR-ATR).....42*

Figura 25 *Difractómetro Panalytical X´Pert PRO de la universidad la Laguna- España 42*

Figura 26 *Diagrama de flujo de análisis de muestras sintetizadas en el microscopio electrónico de barrido (SEM) JEOL JSM 6300 con resolución de 3,5 nm con microanalizador de energías dispersivas de rayos X (EDX) Oxford 6699 ATW acoplado. 45*

Figura 27 *Diagrama de flujo de análisis de la muestra en el equipo de JEOL JEM2100 LaB 6 S / TEM, el cual está incorporado con un detector de rayos X de dispersión de energía (EDS) de ventana delgada Oxford SDD. 47*

Figura 28 *Equipo de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) Universidad La Laguna – España.....48*

Figura 29 *Posible mecanismo de reaccion 52*

Figura 30 *Nanopartículas de óxido de hierro (II).....54*

Figura 31 *Espectro de absorción UV-Vis de nanopartículas de óxido de hierro II sintetizadas. El plasmón superficial se observa aproximadamente en longitudes de onda entre 520 y 550 nm.....56*

Figura 32 *Espectro de FTIR - ATR de la nanopartícula de óxido de hierro (II) obtenida(solida). 59*

Figura 33 *Analisis instrumental por FTIR - ATR de NPs de hierro (Perez & Villalva, 2021) 60*

Figura 34 *Espectro FTIR de las NPs de hierro sintetizadas antes y despues de la adsorción de Cr(VI) (Önal et al., 2019). 60*

Figura 35 *Imágenes tomadas en SEM de las nanoparticulas de óxido de hierro II obtenidas en Sitio 1, sitio2, sitio 3 , sitio 4 referencia de magnificación 5000 aumentos, voltaje 20kv. 62*

Figura 36 *Imágenes obtenidas por SEM de suspensión de hierro (10 mg L-1) con diferentes magnificaciones A) 100.000 X B) 200.000 X, y C) 400.000 X (Cáceres Wenzel, 2018) 63*

Figura 37 *Imágenes de mapin(mapeo) de análisis elemental en EDX en muestras en suspension solidasolidas sitio 2 y 3.....64*

Figura 38 *Imágenes obtenidas por Microscopía electrónica de transmisión TEM a una escala de magnificación de 500 nm en sitio 1,2,3 y 200 nm en sitio 4 con datas de imagen J y sus respectivos histogramas en origen pro8. .....67*

Figura 39 *Imágenes Histograma del diámetro de las nanopartículas de óxido de hierro sintetizadas a partir de extracto de Eucalyptus globulus con un precursor de $FeCl_3$ 0,6 M, relación de volumen 1:3- Réplica III (Perez & Villalva, 2021). 69*

Figura 40 *Espectro de difracción de rayos X de las NPs- FeO. El espectro muestra picos bien en definidos de Fe a $2\theta = 42°$, 43 °, y oxígeno entre 22° a 23° Elaboracion propia. 72*

Figura 41 *Difraccion de rayos X de (a) NPs Fe y b) NPs de óxido de hierro. 72*

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. *Tamaño de algunas nanopartículas. 10*

Tabla 2. *Reactivos para la identificación de metabolitos secundarios 35*

Tabla 3. *Parámetros para procesar en FTIR-ATR.....40*

Tabla 4. *Parámetros para procesar la muestra mediante difracción de rayos X(XRD).43*

Tabla 5. *Parámetros de análisis en TEM. 46*

Tabla 6. *Resultados del análisis fitoquímico preliminar de extractos hidroetanólico 70% y acuoso de Eucalyptus globulus. 50*

Tabla 7. *Porcentaje en peso de cada elemento químico.....64*

Tabla 8. *Porcentaje de elementos del mapeo. 65*

Tabla 9. *Determinación de diámetro de NPs de óxido de hierro II mediante el TEM y calculadas mediante el programa de Origin Pro8. .....70*

Tabla 10. *Determinación de diámetro de NPs de óxido de hierro II mediante el TEM y calculadas mediante ecuación de desviación. 70*

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo 1 Zona de muestreo de distrito de Chincheros – comunidad de simataucca.....84

Anexo 2: (a) y (b) molienda de hojas de eucaliptus globulus.....84

Anexo3. Reactivos para identificación de los metabolitos 85

Anexo 4: (a) y (b) Extracción del extracto hidroetanólico. 85

Anexo 5: (a) y (b) caracterización en SEM Y TEM 86

Anexo 6: Muestras de pruebas de la obtención nanopartículas.....86

Anexo 7: Cálculos del rendimiento.....87

ABREVIATURAS Y ACRÓNIMOS

ABS	Absorbancia
NPs	Nanopartículas
nm	Nanómetros
DRX	Difracción de Rayos X
TEM	Transmission Electron Microscope (Microscopio Electrónico de Transmisión)
SEM	Scanning Electron Microscope (Microscopio Electrónico de Barrido)
UV-Vis	Ultravioleta-Visible
FTIR-ATR	Infrarroja con transformadas de Fourier - Reflectancia total atenuada
g	Gramos
mg	Miligramos
mL	Mililitros
L	Litros
°C	Grados Centígrados
°F	Grados Fahrenheit
mm	Milímetro
rpm	Revoluciones por Minuto
mol	Moles
T	Teslas
Fe	Hierro
$Fe(OH)_2$	Hidróxido de hierro (II).
NPs- Fe_2O_3	Nanopartículas de óxido de hierro (II)I.
$FeCl_3$	Cloruro de hierro (II)I.
FF	Fitocompuesto fenólicos
EDX	Energía de dispersión de Rayos-x

RESUMEN

El presente trabajo de investigación tuvo como objetivo la síntesis de nanopartículas de óxido de hierro (II) mediante el método de síntesis verde, utilizando como agente reductor el extracto de las hojas de *Eucalyptus globulus*, en lugar de reductores químicos como el borohidruro de sodio ($NaBH_4$). Las nanopartículas de óxido de hierro (II) obtenido se caracterizaron mediante las técnicas de Espectroscopía UV-Vis y Espectroscopía Infrarrojo con Transformador de Fourier, y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR). También se llevaron a cabo pruebas con las técnicas de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) y Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) y, por último, pruebas con la técnica de Difracción de Rayos X (DRX).

La extracción hidroetanólica demostró ser más eficiente en la obtención de metabolitos secundarios, especialmente compuestos polifenólicos. Estos compuestos, presentes en mayor cantidad en el extracto hidroetanólico, actuaron como agentes reductores, permitiendo la síntesis exitosa de nanopartículas de óxido de hierro (II), con un rendimiento del 7.39%.

Las nanopartículas sintetizadas fueron caracterizadas mediante diferentes técnicas. La espectroscopía UV-Vis confirmó la presencia de nanopartículas de óxido de hierro (II), evidenciada por un plasmón superficial característico. El análisis FTIR-ATR respaldó esta identificación, al detectar una banda a 400.01 cm^{-1} que es característica de los enlaces Fe - O.

Por otra parte, el análisis SEM reveló una morfología polimorfa predominante en forma de bastones, característica de las nanopartículas de hierro. sin embargo, el análisis por TEM determinó nanopartículas de tamaño promedio de 85.5540, 69.0484, 85.9234 y 80.3700 nm, respectivamente y con morfología esféricas e hilo. Esto indica que las nanopartículas son relativamente grandes, aunque se mantienen dentro del rango esperado de 1-100 nm.

Palabras clave: Nanopartículas, química verde, marcha fitoquímica, agente reductor.

ABSTRACT

The present research work had as objective the synthesis of iron (II) oxide nanoparticles by the green synthesis method, using as reducing agent the extract of Eucalyptus globulus leaves, instead of chemical reductants such as sodium borohydride (NaBH4). The iron (II) oxide nanoparticles obtained were characterized by UV-Vis Spectroscopy and Fourier Transformer Infrared Spectroscopy, and Attenuated Total Reflectance (FTIR-ATR) techniques. Tests were also carried out with Scanning Electron Microscopy (SEM) and Transmission Electron Microscopy (TEM) techniques and, finally, tests with X-Ray Diffraction (XRD) technique.

Hydroethanolic extraction proved to be more efficient in obtaining secondary metabolites, especially polyphenolic compounds. These compounds, present in higher amount in the hydroethanolic extract, acted as reducing agents, allowing the successful synthesis of iron (II) oxide nanoparticles, with a yield of 7.39%.

The synthesized nanoparticles were characterized by different techniques. UV-Vis spectroscopy confirmed the presence of iron(II) oxide nanoparticles, evidenced by a characteristic surface plasmon. FTIR-ATR analysis supported this identification by detecting a band at 400.01 cm^{-1} that is characteristic of Fe - O bonds.

On the other hand, SEM analysis revealed a predominant polymorphic rod-like morphology, characteristic of iron nanoparticles. However, TEM analysis determined nanoparticles with average sizes of 85.5540, 69.0484, 85.9234 and 80.3700 nm, respectively and with spherical and thread-like morphology. This indicates that the nanoparticles are relatively large, although they remain within the expected range of 1-100 nm.

Keywords: Nanoparticles, green chemistry, phytochemical march, reducing agent.

INTRODUCCIÓN

El término "nanociencia" abarca el estudio de la materia en el rango de 1 a 100 nm, donde un nanómetro es una mil millonésima parte de un metro (1 nm = 10^{-9} m) (Mendoza, 2018). La nanociencia se fundamenta en el estudio de materiales y sistemas para comprender sus propiedades. En cambio, la nanotecnología busca abordar todos los fenómenos que tienen lugar en la nanoescala a nivel atómico y molecular, con el propósito de utilizarlos para crear estructuras, materiales, dispositivos y sistemas con nuevas propiedades y funciones (Pérez, 2015).

La materia presenta cambios drásticos cuando se aproxima a dimensiones atómicas, esto depende del tamaño de la partícula. Se ha llegado a conocer que los mismos elementos químicos, tan comunes como el hierro, plata, oro, zinc, titanio y más, a nivel nano, tienen diferentes propiedades: ópticas, térmicas, catalíticas, magnéticas, entre otras (Avilés & Mendieta, 2017). Por ejemplo, algunos materiales opacos pueden llegar a ser transparentes y otros materiales sólidos cambian a líquidos cuando están en nanoescala, entre otros fenómenos (Callister & Rethwisch, 2019).

Las nanopartículas de óxido de hierro (II), debido a su baja toxicidad y sus propiedades magnéticas, son convenientes para un ámbito amplio de aplicaciones en varios campos de la medicina, física, ciencia de los materiales y biología. Se aplican para mejorar la calidad de imágenes de resonancia magnética, liberación de medicamentos guiados magnéticamente y tratamientos mucho más efectivos para el cáncer. También se utilizan para tratamiento de aguas contaminadas con metales pesados y para limpieza de derrames de petróleo en suelos entre otras aplicaciones (Pérez, 2015).

La síntesis de nanomateriales es un proceso demorado debido al uso de sustancias químicas con costo elevado y un impacto negativo al medio ambiente. Para modificar estos inconvenientes, surge la síntesis verde de nanopartículas en reemplazo a los métodos usuales. Esta consiste en la reducción de metales con productos naturales que cuentan con propiedades reductoras, en sustitución del borohidruro sódico ($NaBH_4$), que es el reductor químico más utilizado, pero es un contaminante ambiental potente y perjudicial (Avilés & Mendieta, 2017).

Naira (2015), demuestra en su trabajo de síntesis verde que el extracto acuoso de *Eucalyptus globulus* permite obtener NPs Fe. En el presente trabajo de investigación, se estableció la síntesis de nanopartículas de óxido de hierro (II) mediante la química verde, utilizando extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus* como agente reductor.

Las nanopartículas de óxido de hierro (II) obtenidas se caracterizarán mediante las técnicas de Espectroscopía Ultravioleta visible (UV-Vis), Infrarroja con transformadas de Fourier - Reflectancia total atenuada (FTIR-ATR), Difracción de rayos X (DRX), Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

DESCRIPCIÓN DEL PROBLEMA

A medida que avanza la ciencia y la tecnología, se le está dando mayor importancia a la producción de nanopartículas debido a sus propiedades novedosas. Existen diversas formas de sintetizar nanopartículas, como los métodos físicos y químicos, que implican la reducción de una sal metálica con un agente químico, generalmente el borohidruro de sodio. No obstante, estos métodos resultan ser complicados y altamente contaminantes.

En la actualidad, se está considerando la opción de emplear extractos de plantas en lugar de reductores químicos. La ventaja principal de utilizar extractos de plantas con propiedades reductoras es que son amigables con el medio ambiente, ya que provienen de fuentes naturales y pueden ser menos tóxicos que algunos reductores químicos convencionales. Además, en algunos casos, pueden ser más económicos y renovables.

FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

¿El extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus* actuará como agente reductor en la síntesis de nanopartículas de óxido de hierro (II)?

JUSTIFICACIÓN DE LA INVESTIGACIÓN

Desde un enfoque ambiental, este trabajo propone utilizar el extracto hidroetanólico al 70% de hojas de *Eucalyptus globulus*, debido a sus propiedades reductoras y tomando en cuenta que la región de Cusco cuenta con esta planta en abundancia. El extracto hidroetanólico de las hojas de *Eucalyptus globulus* actúa como agente reductor para sintetizar las nanopartículas que consiste en la reducción de hierro (III) a hierro (II), mediante el método de sintesis verde. Esto resultará respetuoso con el ambiente, además de proporcionar una solución a diversos problemas, ya que las nanopartículas de óxido de hierro II tienen aplicaciones amplias, que van desde la biomedicina hasta la obtención de imágenes por resonancia magnética, la administración de drogas y tratamientos contra el cáncer, así como el tratamiento de aguas contaminadas con metales pesados (Palomares, 2022).

Desde un enfoque económico, propone una alternativa accesible a la creciente necesidad de encontrar materiales eficaces que sustituyan componentes químicos. En nuestra región, se dispone de gran cantidad de planta de *Eucalyptus globulus* que se puede utilizar para obtener las nanopartículas de óxido de hierro (II) de bajo costo, comparado con la metodología de síntesis química.

Desde un enfoque técnico, el trabajo fue factible, ya que se contó con los ambientes y equipamiento básicos en los laboratorios de Nanotecnología de nuestra universidad. Además, la caracterización fue posible gracias a la pasantía de Ana María Zarate Choquenaira, con las resoluciones N° 0106 y 0121, con un tiempo de estancia de 3 meses en la Universidad La Laguna, España, para alcanzar los objetivos propuestos.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

Sintetizar y caracterizar nanopartículas de óxido de hierro (II) por síntesis verde con extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus***.**

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

a) Obtener el extracto hidroetanólico y acuoso de hojas *Eucalyptus globulus* y realizar su análisis fitoquímico preliminar.

b) Sintetizar nanopartículas de óxido de hierro (II) a partir de tricloruro de hierro con extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus*.

c) Caracterizar las nanopartículas de óxido de hierro (II) mediante UV-Vis, FTIR-ATR, SEM, TEM y XDR.

HIPÓTESIS

El extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus* sirve para sintetizar nanopartículas de hierro (II) a partir de hierro (III).

CAPITULO I
MARCO TEÓRICO

1.1.Antecedentes

1.1.1. Antecedentes Internacionales

En el trabajo "La evaluación de nanopartículas de óxido de hierro obtenidas a partir del extracto acuoso de *Eucalyptus grandis"*, se llevaron a cabo 23 experimentos donde la síntesis de nanopartículas se realizó mediante el uso del extracto acuoso junto con sales de cloruro de hierro (II) tetrahidratado y cloruro de hierro (III) hexahidratado. Se realizó una caracterización mediante espectroscopía infrarroja (IR), microscopía electrónica de transmisión (TEM) y análisis de área superficial (BET), en el cual se observaron bandas a 3440.77cm^{-1}, 1559.26cm^{-1} y 445.31 cm^{-1}, indicando la presencia de nanopartículas de óxido de hierro. Se evidenció una monodispersidad relativamente alta con partículas de alrededor de 9 nm. Mediante el análisis BET, se encontró que presenta un área superficial de 131.90 m^2/g. Finalmente, la obtención de nanopartículas mediante este método verde muestra valores de rendimiento del 98%, con aplicaciones en nanotecnología, biomedicina, tratamiento medioambiental, entre otros, por lo cual son altamente versátiles y su costo de producción es relativamente bajo (Guerrero et al., 2021).

En el trabajo de tesis: “Síntesis verde de nanopartículas de hierro cerovalente para la remoción de cadmio, cromo y arsénico en solución”, las nanopartículas de hierro cerovalente (HCV) presentan gran versatilidad en los procesos de remediación ambiental. En este estudio se presentan los diferentes métodos de síntesis y modificaciones de NPs HCV, la comparación realizada entre los métodos de reducción química y síntesis verde. Se llevó a cabo su respectiva caracterización y, finalmente, se observó su capacidad adsorbente y reductora superior al 98% para Cd, Cr y As. Entre sus resultados sugieren que NPs HCV

pueden emplearse como un adsorbente eficiente para la eliminación de metales pesados de fuentes de agua contaminadas (Ferro, 2020).

El trabajo de tesis: “Síntesis y caracterización de nanopartículas de hierro-zinc obtenidas por un proceso verde”, se centra en el aprovechamiento de sustancias activas provenientes de extractos de diferentes plantas. Se planteó un proceso de síntesis verde de nanopartículas metálicas para obtener un material compuesto de nanopartículas de óxidos metálicos hierro-zinc. Los resultados de las plantas propuestas fueron analizados mediante espectrofotometría UV-Vis, donde se observó el plasmón característico de estos metales confirmando la formación de nanopartículas. Las pruebas realizadas contemplaron parámetros como pH, temperatura y relación volumen (V: V) entre la infusión y la sal bimetálica utilizada, con la finalidad de identificar las mejores condiciones de obtención de las nanopartículas. El extracto que mejor plasmón mostró fue el de *Origanum majorana* para obtener las nanopartículas bimetálicas Fe-Zn a partir de las sales de sulfato ferroso y nitrato de zinc respectivamente (Cuenca, 2022).

En el trabajo de tesis: “Desarrollo de nanopartículas de óxidos metálicos mediante síntesis verde con extracto de hojas de *phenix dactylifera L* y evaluación de su aplicación en matrices biopolimérica”, el objetivo principal fue desarrollar un proceso de síntesis verde de nanopartículas de óxidos metálicos usando extracto de hojas de *Phoenix dactylifera L*, este método sustituyó a aquellos procesos convencionales basados en el uso de disolventes tóxicos. Además, se procedió a la evaluación de las nanopartículas mediante ultravioleta visible (UV-vis), difracción de rayos X (XRD) y espectroscopía de infrarroja con transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR), finalmente, se obtuvieron buenos rendimientos y se demostró sus adecuadas propiedades (Abdullah et al., 2020).

En el trabajo de tesis: Se realizó la biosíntesis de nanopartículas de hierro (FeNP) utilizando extracto acuoso de hojas de níspero como agente reductor. Las FeNP se caracterizaron mediante técnicas como DLS, XRD, FT-IR, SEM/EDX y TEM. Luego, se evaluó la capacidad de las FeNP para adsorber Cr(VI) de soluciones acuosas. Se determinaron las condiciones óptimas de adsorción, como pH inicial, temperatura y concentración de adsorbente.

Los resultados mostraron que las FeNP biosintetizadas lograron una remoción superior al 90% de Cr (VI) en un amplio rango de concentraciones iniciales. Los datos de equilibrio se ajustaron bien al modelo de isotermas de Langmuir, y la capacidad máxima de cobertura de monocapa fue de 312,5 mg/g. Además, se estudió la cinética de adsorción y se encontró que el modelo de pseudo-segundo orden se ajustaba mejor a los datos experimentales. Los estudios termodinámicos indicaron que la adsorción de Cr(VI) sobre FeNP fue endotérmica y no espontánea (Önal et al., 2019).

La tesis: “Síntesis de bio-nanopartículas a base de óxido de hierro mediante tecnologías eco compatibles”, se enfoca en la síntesis y caracterización de bio-NPs a base de óxido de hierro, es de uso creciente en el área de diagnóstico y tratamiento de diversas enfermedades, empleando metodologías de nanotecnología “verde” o eco compatible sencillas que utilizan fitocompuestos fenólicos(FF) y extractos de origen vegetal ricos en FF con el objeto de lograr coberturas antimicrobianas y/o aprovechar las capacidades reductoras de los FF en el proceso de formación de las NPs. Para caracterizar las nanopartículas utilizaron espectroscopía UV-Vis, dispersión de luz dinámica (DLS) y microscopía electrónica de transmisión (TEM). Finalmente, los estudios de DLS y TEM permitieron concluir que, en las condiciones ensayadas, el mejor agente dispersante y estabilizante de las NPs magnéticas fue el ácido cítrico (que podría obtenerse de fuentes naturales) dado que produjo las NPs de menor tamaño y con menor tendencia a la agregación (Carrá et al., 2019).

1.1.2. Antecedentes Nacionales.

Perez & Villalva, (2021), desarrollaron la síntesis y caracterización de las nanopartículas de hierro con extracto de hojas del *Eucalyptus globulus* sp. En dicho trabajo de investigación se evaluó el efecto del volumen del extracto de las hojas de *Eucalyptus globulus* y la concentración de cloruro férrico en la síntesis y caracterización de las nanopartículas de hierro, siendo caracterizadas por Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), Rayos X Dispersivos de Energía (EDX) y Infrarroja con transformadas de Fourier - Reflectancia total atenuada (FTIR- ATR), finalmente se evaluó la eficiencia de las nanopartículas de hierro en la remoción de color de agua residual sintética de tintorería que presentó una concentración inicial de Naranja directo 2 g/L de 200 mg/L; se utilizaron diferentes volúmenes de nanopartículas sintetizadas que presentaron un diámetro promedio de 93.1 nm; observándose que al utilizar 2 mL de nanopartículas de hierro la concentración del colorantes disminuyó hasta 50.71 mg/L, mientras que al utilizar 4 mg/L la concentración final del colorante fue de 0.23 mg/L.

Alcántara (2019) investigó el efecto del tiempo de síntesis en el tamaño y magnetismo de las nanopartículas de magnetita obtenidas por coprecipitación. En su estudio, se evaluaron diferentes tiempos de síntesis (30, 45, 60, 90 min) sobre el tamaño y magnetismo de las nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4) que fueron obtenidas por coprecipitación en una solución acuosa de $FeCl_3$, $FeCl_2$ y NaOH a una temperatura de 85°C. La estructura cristalina de las nanopartículas magnéticas se caracterizó por XRD, se obtuvo picos característicos de Fe_3O_4 y se determinó que el tamaño promedio de los cristalitos a partir de los resultados de la XRD estaba entre 6.08 y 6.49 nm. Además, la formación de magnetita y la presencia de grupos funcionales residuales sintéticos se observaron mediante espectroscopía de infrarrojo con transformada de Fourier. Finalmente, las propiedades magnéticas de las nanopartículas de muestra agitadas se evaluaron mediante magnetometría y se encontró que presentaban un

comportamiento super paramagnético sin efecto significativo en la magnetización de saturación.

1.2. Bases Teóricas

1.2.1. Nanociencia

La nanociencia es una rama de la ciencia que se encarga del estudio de materiales, que oscilan en tamaño entre 1 y 100 nanómetros (nm), así como de los procesos importantes que ocurren en ellos. En general la nanociencia se concentra en la investigación de los materiales y sistemas con el fin de entender sus propiedades (Pérez, 2015).

1.2.2. Nanotecnología

La nanotecnología intenta manejar, a nivel atómico y molecular, todos los fenómenos que ocurren en la nanoescala, con el fin de utilizarlo para crear estructuras, materiales, dispositivos, y sistemas que posean nuevas propiedades, y realicen nuevas funciones debido al pequeño tamaño de sus componentes (Pérez, 2015). Es decir, se utiliza para referirse al uso y construcción de materiales que tienen medidas en nanómetros. Dichos materiales suelen ser diseñados para exhibir novedosas propiedades ya sean físicas, químicas o biológicas (Mendoza, 2018). Básicamente, la nanotecnología pone atención en el diseño, control, manipulación y fabricación de materiales a escalas nanométricas con el fin de darles una aplicación útil (Duque et al., 2015).

El cambio en las propiedades de los materiales a escala nanométrica sucede porque la relación área superficial/volumen se convierte mucho más alta a medida que se reduce el tamaño. A medida que el tamaño disminuye, la relación entre el número de átomos en la superficie y el número de átomos en el centro aumenta, revelando nuevas propiedades en el material (Mendoza, 2018).

1.2.3. Nanopartículas

Las nanopartículas(NPs), son partículas de tamaño nanométrico, es decir partículas con un diámetro que oscila de 1 a 100 nm (Palomares, 2022). Las NPs se sintetizan a partir de diferentes materiales como: polisacáridos, proteínas, polímeros sintéticos o quizá sales inorgánicas. La elección de estos materiales va a depender de factores como el tamaño de partícula, el campo de aplicación, la biodegradabilidad, biocompatibilidad, toxicidad, entre otros (Avilés & Mendieta, 2017). Las aplicaciones que se pueden dar a las nanopartículas son extensas, se puede aplicar en disciplinas como la medicina, temas ambientales, sector construcción, etc. El poder manipular sus propiedades, es una ventaja importante para el ámbito científico e industrial. En la **Figura 1** y **Tabla 1** (p. 9), se puede observar la escala de ciertos objetos a escala nanométrica.

Figura 1

Escala de tamaños de los objetos.

Nota. Escala de tamaños de los objetos nivel nanométrico según (Takeuchi, 2012).

1.2.4. Clasificación de las Nanopartículas.

Los nanomateriales pueden clasificarse de muchas maneras atendiendo a diferentes características:

Por su composición química

- Nanopartículas orgánicas: Estos nanomateriales se componen de moléculas simples con propiedades más débiles, pueden ser los dendrímeros, micelas y nanopartículas poliméricas, son utilizados de diversas formas, como sensores, fotodetectores, guías de onda óptica, etc. (Ahire et al., 2022).
- Nanopartículas inorgánicas (sintética): Son diseñadas con el fin de obtener propiedades y características deseadas, como el caso de las nanopartículas de óxido de hierro las cuales, a nivel nano tienen propiedades magnéticas.
- Nanopartículas de carbono: Son formas de carbono que tienen dimensiones en la escala nanométrica, lo que significa que tienen tamaños extremadamente pequeños, generalmente en el rango de nanómetros, como se puede ver en la **tabla 1 (p 9).** Sin embargo, entre los más importantes son los nanotubos, los fullerenos, el grafeno y las nanoesferas. Los nanomateriales de carbono basados en sus propiedades electrónicas, ópticas, mecánicas y químicas tienen una variedad de aplicaciones en el campo de la nanoelectrónica, la optoelectrónica, el almacenamiento de hidrógeno (Osorio et al., 2022)

Por su morfología

Se pueden clasificar atendiendo a su relación de aspecto, que es la proporción entre la altura y el ancho. Como ejemplo, los nanotubos corresponden a una alta relación de aspecto y los polvos finos a una baja relación de aspecto, se tiene también las nanopartículas esféricas, hexagonales, triangulares, etc. (Novelles et al., 2019).

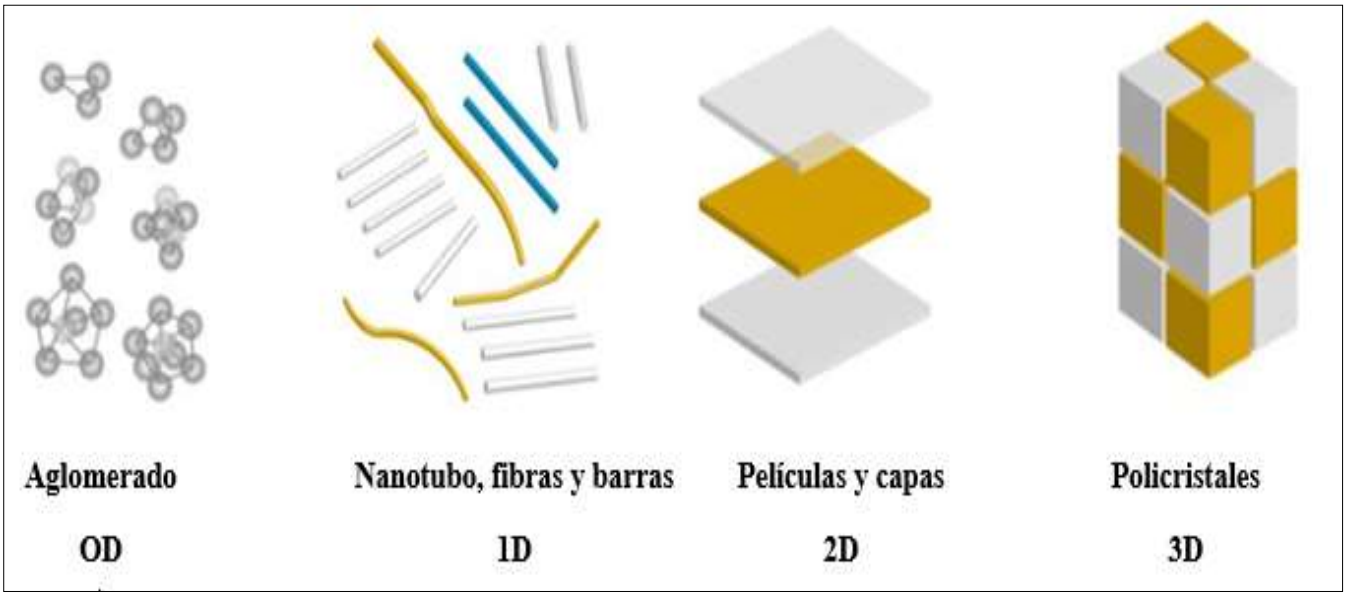
Por su dimensionalidad

Se puede agrupar en cuatro categorías ver **Figura 2**:

- Nanopartículas metálicas cero dimensional (0D): como las nanopartículas metálicas, nanopartículas de semiconductores.
- Nanopartículas unidimensionales (1D): como los nanotubos de carbono, nanofibras.
- Nanopartículas bidimensionales (2D): como el grafeno, nanopartículas de óxido de metal.
- Nanopartículas tridimensionales (3D): como las nanopartículas de polímero, nanopartículas de cerámica.(Trotta & Mele, 2019).

Figura 2

Clasificación de los nanomateriales por sus dimensiones.



Nota. Clasificación de los nanomateriales por sus dimensiones (López, 2018).

Tabla 1.

Tamaño de algunas nanopartículas.

Nanopartículas	Tamaño nanométrico
Punto cuántico (Qdots)	1 – 50
Nano cristales	<1.5 – 10
Fullereno C60	0.88 – 1.10
Partículas coloidales	1.0 – 100
Nanotubos de carbono	1.0 – 10
Negro de humo	15 – 80 – 280
Grafeno	Espesor lamina 0.1
Nano polvo de grafeno	>10
Oro	5 – 110
Plata	2 – 200
Hemoglobina	8
Glucosa	<1.0
Proteínas	1.0 – 9.0
células	9.0
ADN	10
Virus (algunos)	50 – 100
Liposoma	1.0
Dendrímero	50
Óxidos metálicos Al_2O_3, TiO_2, ZnO, ZrO_2	<100
Óxidos metaloides SiO_2, Al_2O_3	4 – 100
Átomos	0.05 – 0.5
Silicio	0.111
Aluminio	0.118
Carbono	0.067
Hidrógeno	0.053
Nitrógeno	0.120
Moléculas	0.3 – 10
H_2O	0.3
H_2SO_4	0.7
Cabello humano	104

Nota. Tamaño de nanopartículas en escala nanométrico (Cornejo, 2015).

1.2.5. Aplicaciones de Nanopartículas.

Las aplicaciones de materiales nanoestructurados se expanden por varias disciplinas como la medicina, biología, física y química hasta llegar a los campos puramente técnicos y de ingeniería (Lárez et al., 2015). A continuación, se mencionan algunas de las aplicaciones más importantes.

- Antibacterianas, tenemos las nanopartículas de óxido de zinc, que son capaces de inhibir al *Staphylococcus aureus* (Wang et al., 2017). Se emplean también para la conservación de alimentos.
- Administración y liberación de fármacos, cabe resaltar que algunas terapias ya utilizan este tipo de materiales, como es el caso de las nanopartículas de albumina probadas contra el cáncer (Shi et al., 2017).
- Conservación de alimentos, las propiedades de algunas nanopartículas sirven para formar una barrera perfecta contra humedad, gases y otros factores que reducen la estabilidad de los alimentos. También puede generar características antioxidantes y antibacterianas, muy útiles para evitar los procesos de descomposición de alimentos (Villamor, 2020).
- Equipamiento deportivo, tenemos a los nanotubos de carbono los cuales permiten mejorar la resistencia y flexibilidad de algunos equipos deporticos, permitiendo un producto más duradero y efectivo (Villamor, 2020).
- Purificación de aguas, los nano portadores de sílice con alta porosidad y área superficial, liposomas, nano portadores poliméricos, nano portadores micelares entre otros (Liu et al., 2019), eliminan a los microorganismos determinantes de virulencia y resistencia en aguas residuales.
- Otras aplicaciones, las nanopartículas de dióxido de titanio y de zinc absorben la luz ultravioleta lo que los convierte en un grandioso componente de cremas solares. Las

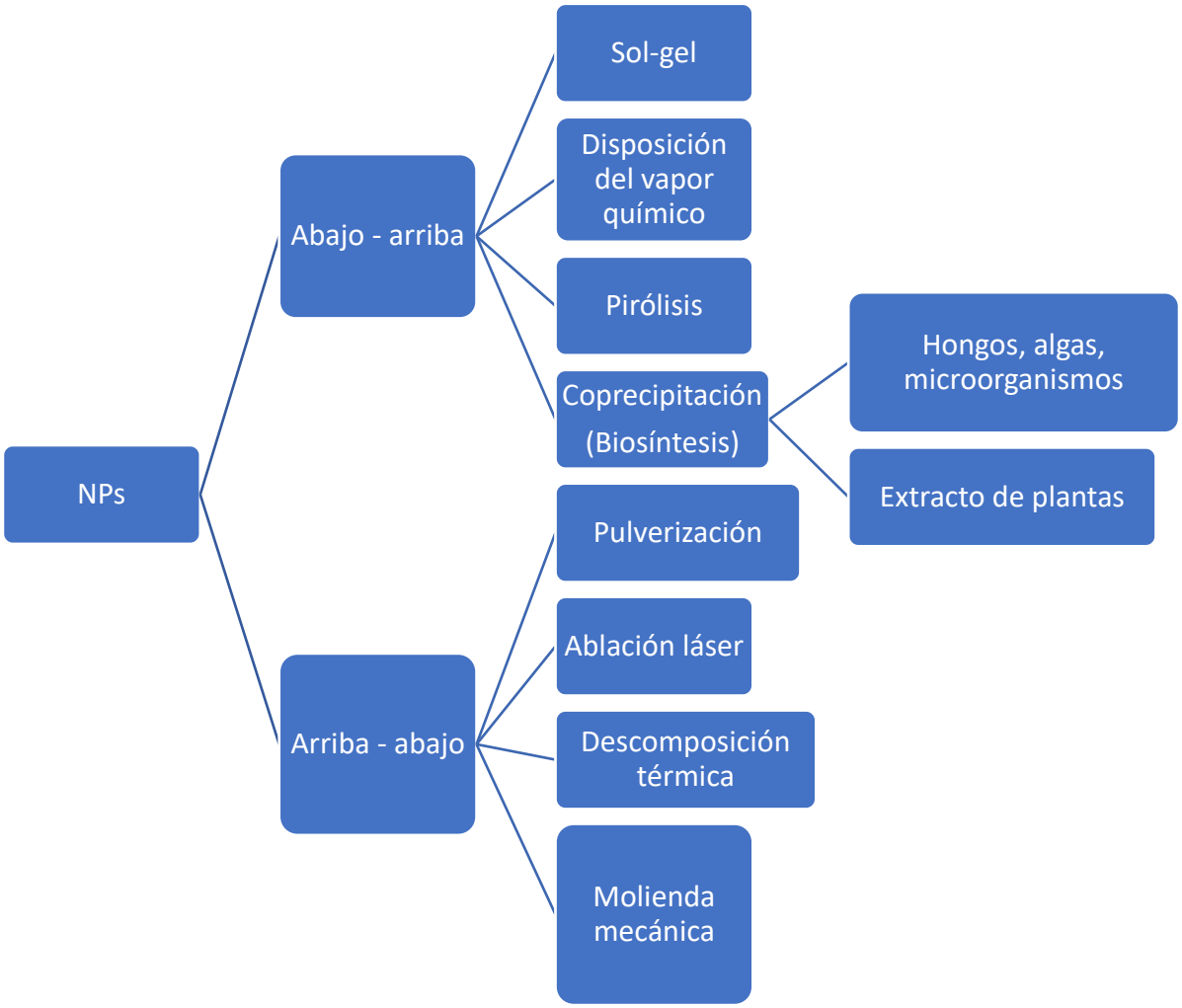
nanopartículas de oro se suelen utilizar en procesos de análisis biológico, las nanopartículas de gadolinio son utilizadas en la diagnosis de tumores (Partridge et al., 2015). Como vemos las aplicaciones de las nanopartículas son amplias.

1.2.6. Métodos De Síntesis De Nanopartículas.

Existen diversas técnicas físicas, químicas, biológicas y multidisciplinarias utilizadas para obtener NPs y se suelen condensar en rutas llamadas top-down (arriba-abajo) y bottom-up (abajo-arriba), ver **Figura 3**.

Figura 3

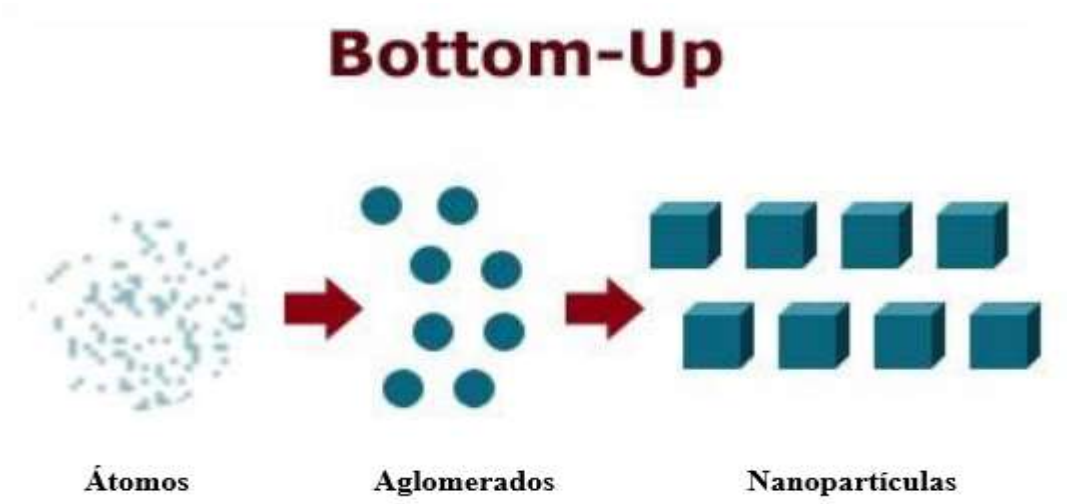
Rutas de síntesis de nanopartículas (Valenzuela et al., 2023)



Bottom-up* (abajo-arriba*): Implica la reducción de iones metálicos desde su estado de oxidación en solución a su estado elemental, seguido de un proceso de nucleación o agregación, se puede ver en la **Figura 4.** Es más conveniente porque como resultado se tiene nanopartículas pequeñas y homogéneas, de las cuales se puede controlar el proceso de agregación durante la síntesis (Cornejo, 2015).

Figura 4

Representación esquemática del método Bottom-up.

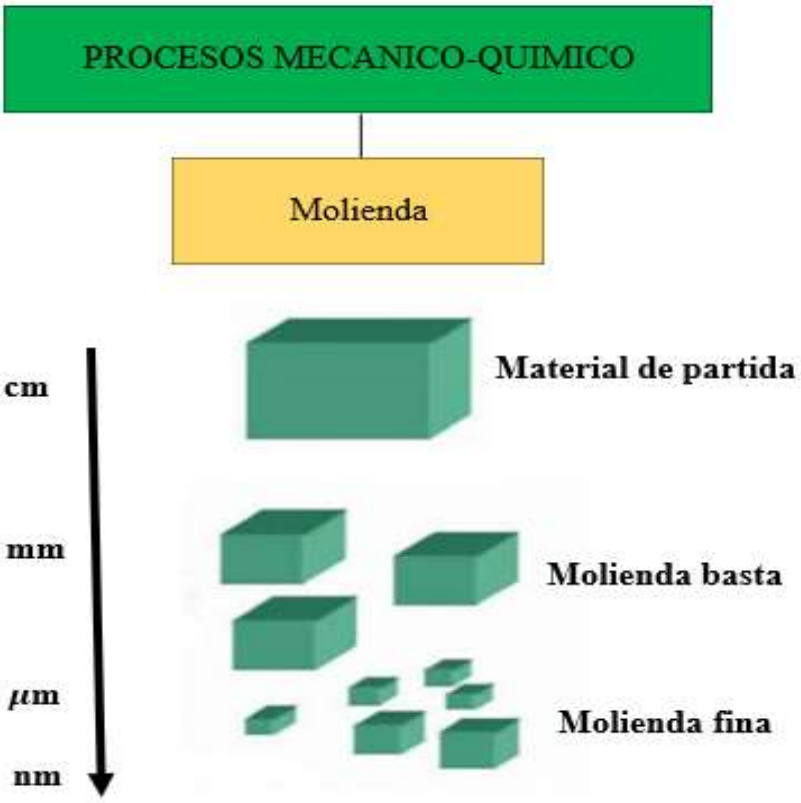


Nota. Representación esquemática del método Bottom-up según, (Cornejo, 2015)

- **Top-down (arriba-abajo):** Como se observa en la **Figura 5,** el método Top Down se da como resultado de la reducción en fase sólida, las nanopartículas se producen utilizando métodos físicos como la molienda o la abrasión, son conocidos por la reducción de un material hasta su escala nanométrica por medio de técnicas destructivas (Ealia & Saravanakumar, 2017).

Figura 5

Representación esquemática del método top-Down (Cornejo, 2015)



Nota. Representación esquemática del método top-Down *(*Cornejo, 2015)

1.2.7. Hierro

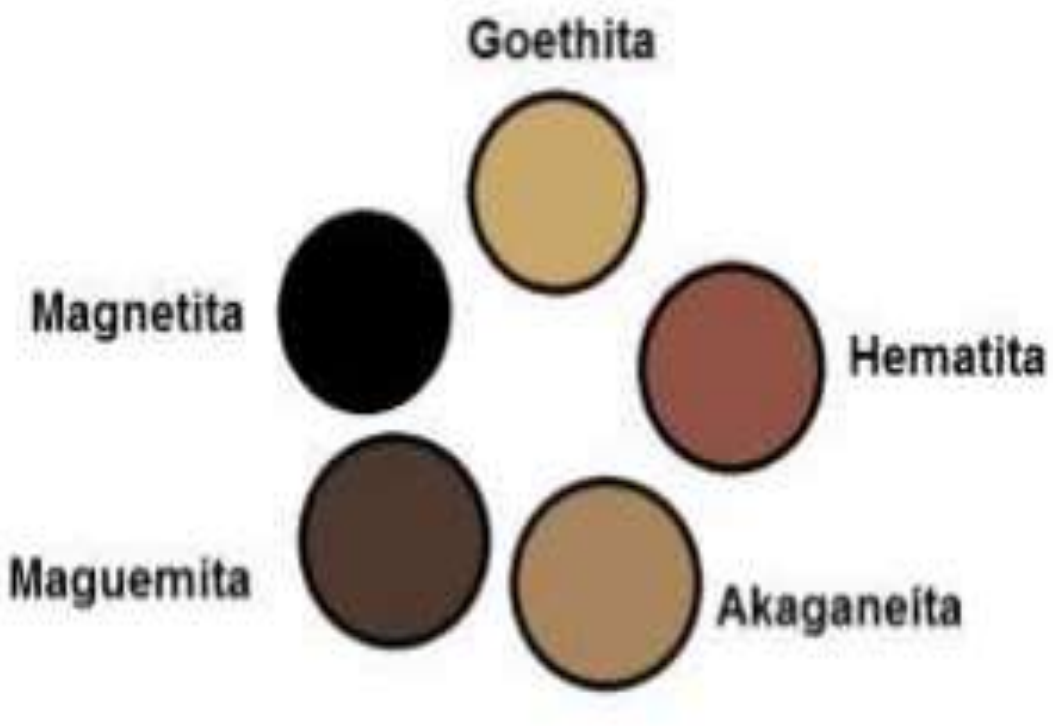
El Hierro (Fe), cuyo número atómico es 26 y masa atómica 55,8 u.m.a, es un metal dúctil, reactivo, y lustroso, en atmósfera seca se mantiene estable, es el cuarto elemento más abundante en la corteza terrestre y se obtiene a partir de diferentes minerales como la hematita (Fe_2O_3), la magnetita (Fe_3O_4) o la limonita (FeO(OH)) (Serpa Guerra et al., 2016), dichos minerales se diferencian por el color que poseen y es también un elemento vital de los procesos biológicos. En las plantas, es necesario para la síntesis de clorofila; en los humanos, el déficit de hierro puede ocasionar anemia, que resulta en la pérdida de enzimas necesarias que los tejidos necesitan (Martinez, 2017).

1.2.8. Nanopartículas de hierro

Las nanopartículas de hierro se refieren a combinaciones de átomos de hierro y oxígeno que se presentan en diversas formas, incluyendo magnetita (Fe_3O_4), maghemita (γ-Fe_2O_3), la wustita (FeO), goetita (α-FeOOH), hematita (α- Fe_2O_3) y Akaganeita(β-FeOOH), estos se diferencian por el color como se ve en la **Figura 6**. La magnetita Fe_3O_4 (o también $FeFe_2O_4$), es un óxido de hierro donde el 27,6 % de los átomos corresponden al elemento oxígeno (O) y el 72,4 % pertenecen a átomos de hierro (Fe) (Mantuano et al., 2020)

Figura 6

Color característico de algunos NPs de óxidos de hierro (Gregorio et al., 2012).

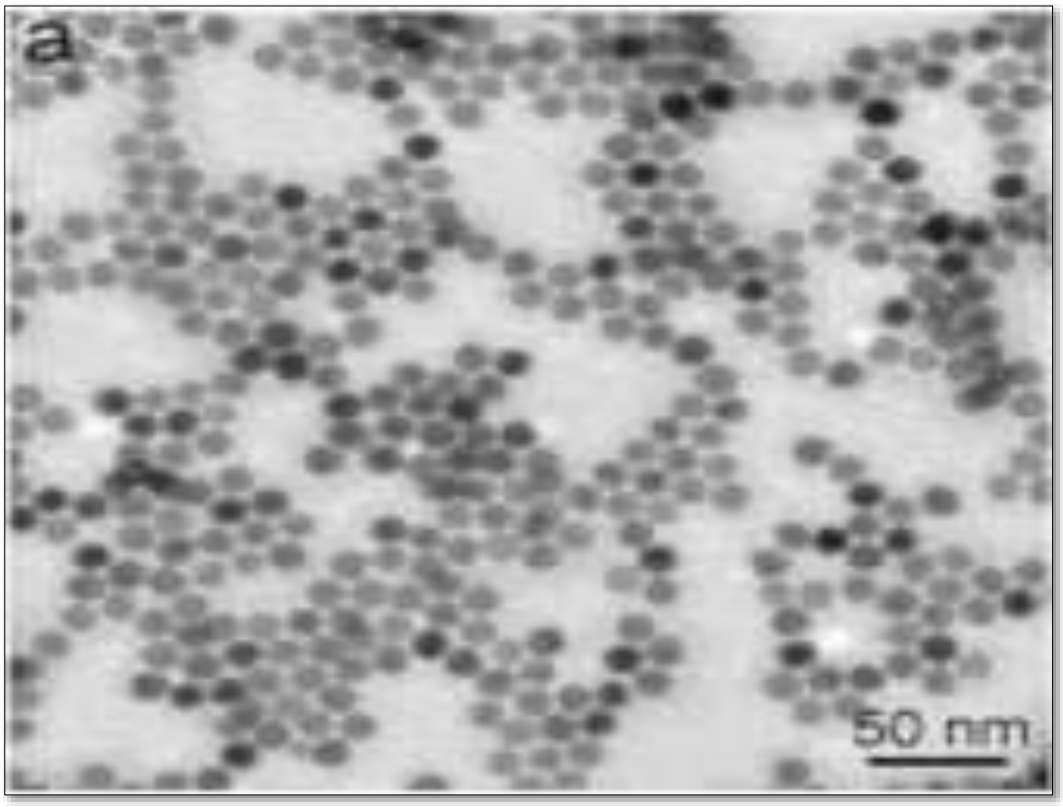


Nota. Color característico de algunos NPs de óxidos de hierro

Las nanopartículas de óxido de hierro, gracias a su baja toxicidad y propiedades magnéticas únicas, ofrecen un amplio rango de aplicaciones en diversos campos, incluyendo la medicina, la física, la ciencia de los materiales, la biología y más. En particular, estas nanopartículas han demostrado ser eficaces en la mejora de la calidad de imágenes de resonancia magnética, la liberación de medicamentos guiados magnéticamente, la remoción de metales pesados, entre otras aplicaciones prometedoras (Cuenca, 2022). La micrografía TEM en la **Figura 7** muestra un conjunto de nanopartículas de óxido de hierro II dispuestas en un campo visual.

Figura 7

Micrografía TEM de nanopartículas de óxido de hierro (II).



Nota. Micrografía TEM de nanopartículas de óxido de hierro II (Requejo, 2011).

1.2.9. Almidón como Agente Estabilizante

El almidón desempeña varios roles importantes en este proceso. En primer lugar, el almidón actúa como un agente de crecimiento de las partículas, lo que significa que promueve el crecimiento controlado de las nanopartículas de óxido de hierro (II). Esto es beneficioso porque permite obtener partículas con un tamaño y una forma controlados, lo cual es crucial para muchas aplicaciones. Además, el uso de almidón como agente de crecimiento evita la necesidad de utilizar disolventes orgánicos altamente tóxicos en el proceso de síntesis, lo cual es una ventaja desde el punto de vista de la seguridad y la sostenibilidad.

Otra característica importante del almidón como agente estabilizante es que la unión entre el almidón y las nanopartículas es débil. Esto significa que las nanopartículas pueden ser separadas fácilmente del almidón a temperaturas altas. Esta propiedad es valiosa porque permite obtener las nanopartículas de óxido de hierro II de manera pura y libre de impurezas. La capacidad de separar las nanopartículas del almidón también facilita su posterior procesamiento y utilización en diversas aplicaciones. (Acevedo et al., 2023).

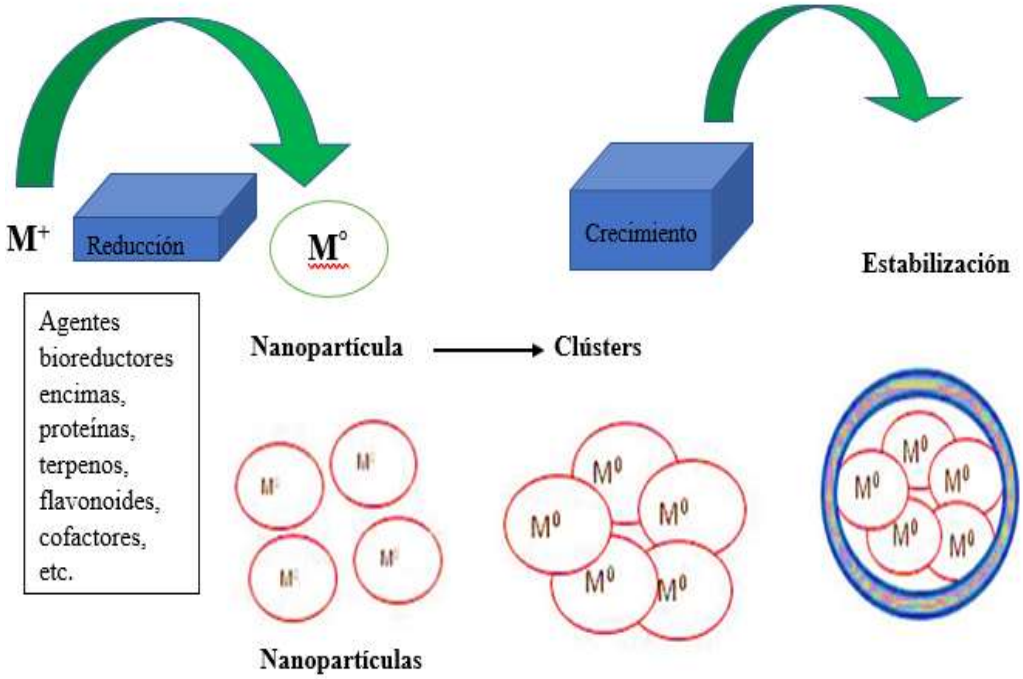
1.3. Síntesis Verde de Nanopartículas de Óxido de Hierro (II)

La síntesis verde de nanopartículas de óxido de hierro II es eficiente debido a la estabilidad y tiempo de reacción de las NPs (Cuenca, 2022). La formación de nanopartículas utilizando sales metálicas es un proceso común donde se disuelve una sal metálica como el hierro (II o III), se agrega un agente reductor para reducir los iones metálicos para formar las nanopartículas y se estabilizan mediante lavado, centrifugación y recubrimiento con ligandos, ver **Figura 8**. El control de parámetros como la concentración de la sal, el agente reductor y la temperatura influye en el tamaño y forma de las partículas. Este método, además de tener bajo costo y ser amigable con el ambiente, también puede aprovechar los residuos de las industrias agrícolas o alimentarias, que son ricos en polifenoles, y así utilizar como fuentes de agentes

reductores, como las hojas de té verde, la cascarilla del café y las hojas y tallos del *Eucalyptus globulus* (Pérez, 2015).

Figura 8

Formación de nanopartículas.



Nota. Formación de nanopartículas (Alvarez, 2017)

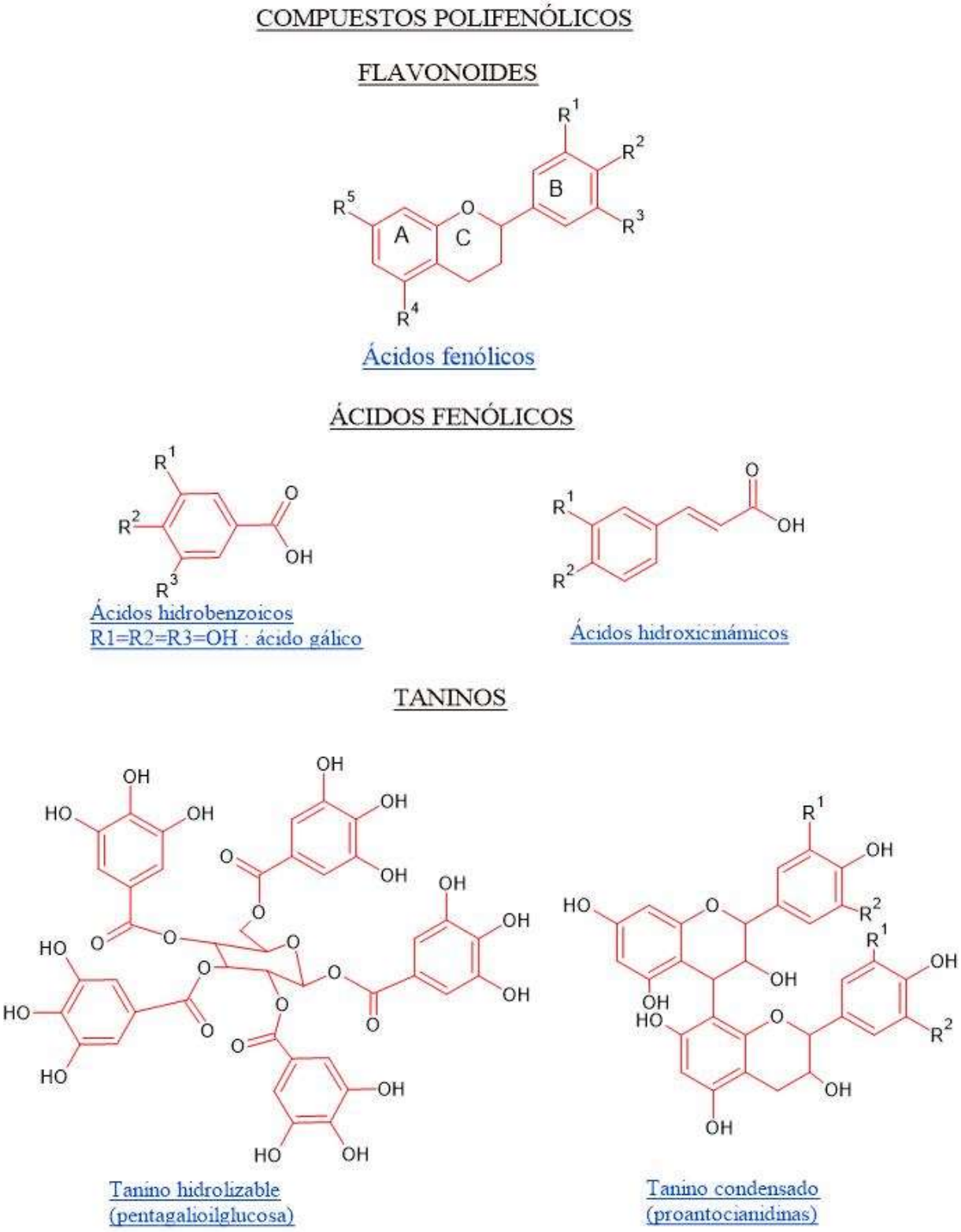
1.4.Descripción de la Planta en Estudio

1.4.1. Eucalyptus Globulus

Se trata de una planta arbórea que pertenece a la familia Myrtaceae, comúnmente conocida como *Eucalyptus globulus*. Esta especie crece en distintas partes del mundo, en Perú crece en zonas húmedas. Es una planta medicinal y terapéutica (García, 2015), sus hojas contienen compuestos orgánicos polifenólicos (Bachheti, 2015). El término polifenoles o compuestos fenólicos incluye un gran número de sustancias muy heterogéneas, cuya estructura contiene uno o más anillos aromáticos unidos a uno o más grupos hidroxilo como sustituyentes (Mantuano et al., 2020). En la **Figura 9** se observa las estructuras químicas de algunos de los compuestos polifenólicos.

Figura 9

Estructuras químicas de algunos de los compuestos polifenólicos más importantes (Beiroa, 2015)



Según García. (2015) “Los compuestos fenólicos más abundantes en la naturaleza son los que presentan las siguientes estructuras: C_6, fenoles sencillos; C_6- C_1, ácidos, aldehídos benzoicos y alcoholes bencílicos; C_6- C_2, acetofenonas y alcoholes fenilacéticos; C_6 – C_3, ácidos cinámicos y compuestos relacionados: cumarinas, isocumarinas y cromonas; C_6 – C_3 – C_6, flavonoides”

Las hojas de *Eucalyptus globulus* poseen propiedades antioxidantes y antibacterianas, por su composición, pueden ser aplicadas en la actividad terapéutica y medicinal, pero en la investigación debido a sus propiedades antioxidantes son utilizadas como extracto vegetal para la biosíntesis de nanopartículas de hierro (Bachheti, 2015)

1.4.2. Extracto de Eucalyptus globulus.

Los extractos de biomasas de *Eucalyptus globulus* tienen antioxidantes, los más importantes son los compuestos polifenólicos. Las principales investigaciones se centran en el estudio del aceite esencial de sus hojas, donde se observa la presencia de compuestos polifenólicos, una ß-dicetona antioxidante de cadena larga y terpenoides aromáticos (Yachachin, 2013).

El objetivo de realizar el análisis preliminar de metabolitos secundarios confirma la presencia de saponinas, taninos, quinonas, flavonoides, alcaloides, etc. Para obtener los principios activos de las plantas y hacerlos más efectivos, es necesario llevar a cabo varios procedimientos en los que se extrae utilizando un disolvente adecuado, elegido en función de la solubilidad y estabilidad de las sustancias beneficiosas. Los métodos de extracción incluyen maceración, digestión, percolación, decocción. Estos métodos extraen los principios activos del *Eucalyptus globulus* de forma eficaz (García, 2015).

1.5. Tecnicas de caracterización Estructural de las Nanopartículas

1.5.1. Espectroscopía de Uv-Vis

La espectrofotometría UV-Vis es una técnica analítica que determina la concentración de un compuesto en solución, se basa en la ley de Lambert-Beer, misma que indica que la cantidad de luz absorbida por una sustancia es directamente proporcional a la concentración, en soluciones diluidas. La exactitud de los métodos utilizados depende del modelo matemático utilizado, el análisis de los datos espectroscópicos se divide en cuatro etapas: procesamiento de la información del espectro, selección de la longitud de onda, parámetros de calidad del agua y la evaluación del modelo matemático seleccionado (Ghasemi & Kaykhaii, 2017).

En las nanopartículas, los electrones forman "nubes" a su alrededor, lo que facilita el transporte de carga. Cuando un haz de luz incide sobre electrones libres, en la banda de conducción de la superficie de una nanopartícula metálica, estos se excitan colectivamente debido a las fuertes interacciones con la luz incidente. Las vibraciones de la nube de electrones se generan y propagan la energía, estas oscilaciones se denominan plasmones (Fraile, 2016).

Para leer muestras de NPs, es importante utilizar UV-Vis. El espectrofotómetro se representa en la **Figura 10.** En primer lugar, se debe tener una muestra en blanco para crear una línea base. A continuación, las muestras a analizar se colocarán en diferentes proporciones al blanco para luego medir su absorbancia y determinar la concentración de dichas sustancias, los grupos funcionales, etc. (Millán, 2016).

Figura 10

Espectrofotómetro UV-Vis

Figura 11

Figura 12

Figura 13

Figura 14

Figura 15

Nota. Equipo Espectrofotómetro UV-Vis (Labicer, 2024)

1.5.2. Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR) ver en la **Figura 11,** se define de la siguiente manera:

Espectroscopía Infrarroja (IR): Esta técnica se basa en la interacción de la radiación infrarroja con las moléculas de una muestra. Las moléculas absorben la radiación infrarroja en frecuencias específicas, lo que proporciona información sobre los enlaces químicos presentes en la muestra.

Transformada de Fourier (FT): La transformada de Fourier es una técnica matemática utilizada para convertir la información recopilada en el dominio del tiempo (en este caso, la respuesta infrarroja de la muestra) al dominio de la frecuencia. La implementación de la FT permite obtener un espectro infrarrojo completo en un solo barrido, mejorando significativamente la velocidad y la resolución en comparación con los métodos más antiguos.

Reflectancia Total Atenuada (ATR): La ATR es una técnica que aprovecha la penetración limitada de la radiación infrarroja en una muestra al incidir en un material

altamente refractivo en contacto con la muestra. Esto permite la detección de la radiación reflejada, lo que a su vez proporciona información sobre la composición de la muestra en la interfaz con el material refractivo (Quintero et al., 2016).

En resumen, la Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada es una técnica analítica que se utiliza para estudiar la composición química de materiales, en este caso específico, se emplea para caracterizar nanopartículas. Sin embargo, ofrece detalles sobre los sustituyentes isoestructurales, que son grupos químicos con estructuras similares pero diferentes átomos o moléculas. Asimismo, puede distinguir entre los grupos hidroxilo que forman parte de la estructura del material y los grupos de agua molecular que pueden estar presentes como impurezas (Martinez, 2017).

Figura 16

Espectrómetro FTIR con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) (Aparicio Ceja & Carbajal Arizaga, 2015).

Nota. Equipo Espectrómetro FTIR con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) (Aparicio Ceja & Carbajal Arizaga, 2015)

1.5.3. Difracción de Rayos X (XRD)

La difracción de rayos X (XRD) se basa en la interferencia de ondas cuando los rayos X inciden en una red cristalina. Estos rayos interactúan con los electrones de los átomos, generando dispersión coherente. La disposición ordenada de átomos en la red cristalina determina la estructura cristalina. La difracción ocurre cuando los rayos X dispersados interfieren entre sí, ya sea reforzando o cancelando ondas. La Ley de Bragg establece condiciones para interferencia constructiva, relacionando la distancia entre planos cristalinos, el ángulo de incidencia y la longitud de onda. Los patrones de difracción resultantes, obtenidos al medir la intensidad de los rayos X dispersados, revelan información crucial sobre la disposición atómica y la estructura cristalina, incluyendo la distancia interatómica y la orientación de los cristales (Cárdenas Flechas, 2022).

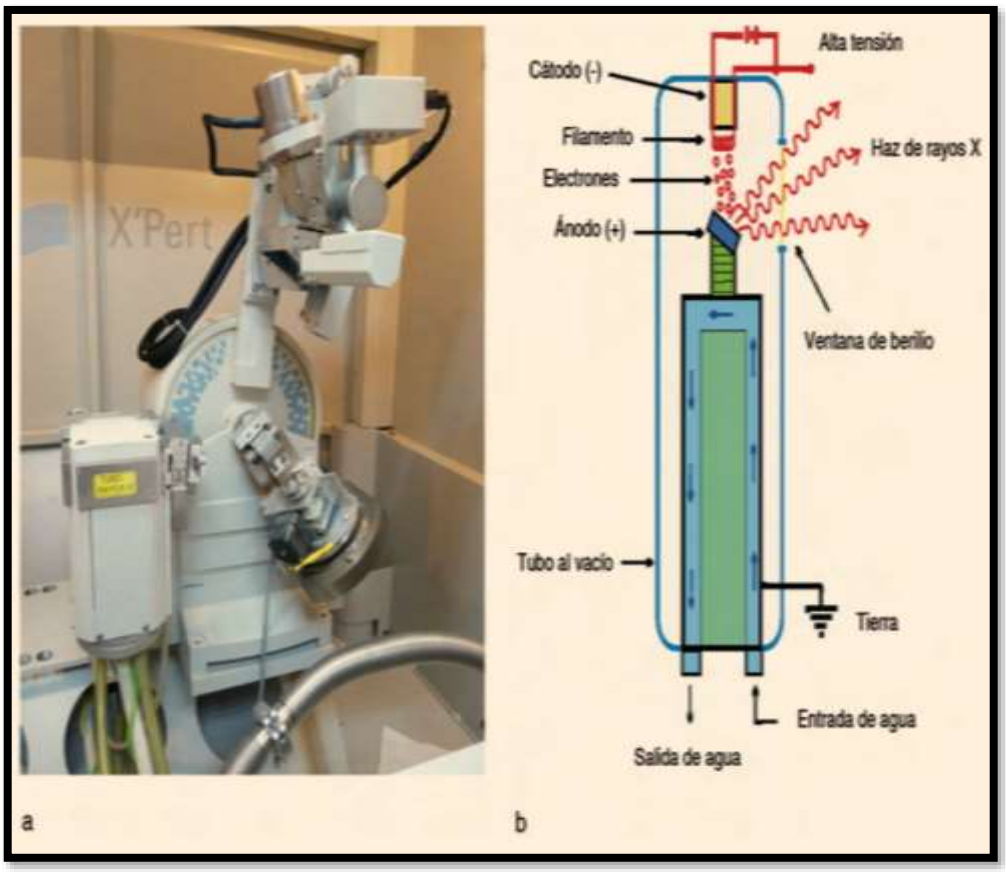
En la **Figura 12**, se puede observar el difractómetro que es un dispositivo práctico que utiliza el principio de difracción de rayos X para realizar análisis tanto cualitativos como cuantitativos de una muestra (Velandia & Hurtado, 2017).

Se considera el único método capaz de resolver el análisis de la estructura cristalina o distinguir entre formas alotrópicas e isotrópicas. Por lo tanto, la XRD es actualmente una técnica importante para determinar la estructura de los materiales y estudiar las redes cristalinas (Velandia & Hurtado, 2017).

Toda estructura cristalina consta de unos planos reticulares y picos característicos, y mediante los difractogramas obtenidos es posible su identificación prestando atención a los picos de mayor intensidad (Aulet et al., 2016), es decir cada mineral o compuesto tiene un patrón de XRD característico, cuya "huella digital" puede ser comparada con una base de datos (Sánchez et al., 2018).

Figura 17

(a) Difractómetro Philips modelo X'Pert del CNyN y (b) Esquema del tubo generador de rayos x.



Nota. (a) Difractómetro Philips modelo X'Pert del CNyN y (b) Esquema del tubo generador de rayos x y sus respectivo partes, (Aparicio et al., 2010)

1.5.4. *Microscopía Electrónica de Barrido* (SEM)

El microscopio electrónico de barrido, representado en la **Figura 13**, es un instrumento que utiliza electrones en lugar de fotones o luz visible (como un microscopio óptico) para la formación de imágenes de la superficie de una muestra. En un SEM, un haz de electrones enfocado escanea o barre la superficie de una muestra y produce una serie de señales que pueden ser captadas por varios detectores y que contienen información sobre la topografía de la superficie y la composición de la muestra (Muñóz, 2022). Es decir, nos permite la observación y la caracterización superficial de materiales, proporcionando información morfológica del material analizado.

Las ventajas que presenta esta técnica, son la alta resolución, la profundidad de campo que le da la apariencia tridimensional a las imágenes y a sencilla preparación de las muestras (Flores, 2018).

Figura 18

Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) (Diario de Ciencias, 2014).

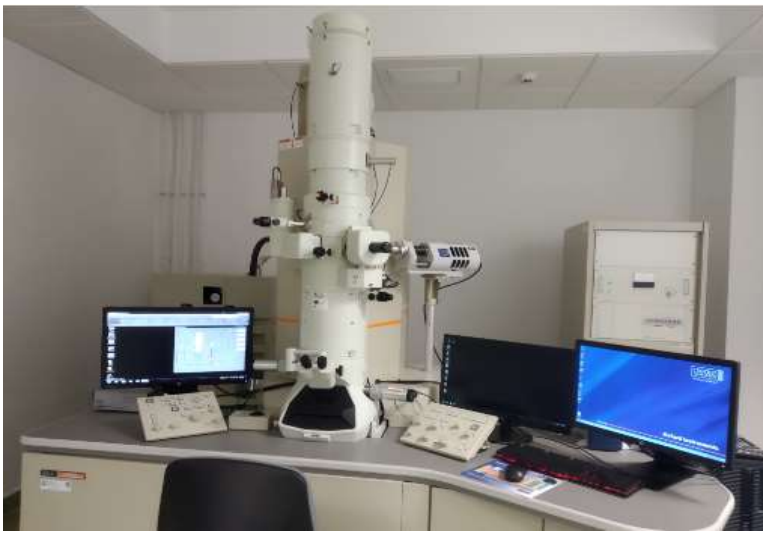
Nota. Fotografía del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)tomada (Diario de Ciencias, 2014).

1.5.5. *Microscopía Electrónica de Transmisión* (TEM)

La microscopía electrónica de transmisión (TEM), representada en la **Figura 14**, implica enviar un haz de electrones a una muestra delgada. Estos electrones tienen una energía uniforme entre 100 y 200 keV. Cuando el haz de electrones golpea la muestra, suceden diferentes fenómenos: algunos electrones la atraviesan, otros se dispersan, generando emisión de luz y de electrones secundarios, así como rayos X. Esta técnica permite observar detalles muy pequeños de la muestra y obtener información sobre su estructura a nivel nanométrico. La transmisión y la dispersión de electrones se utiliza para obtener imágenes de la muestra, la difracción de electrones permite comprender su estructura cristalina, mientras que la emisión de rayos X se utiliza para obtener información sobre la composición química de la muestra (García, 2015).

Figura 19

Microscopio electrónico de transmisiom (TEM) (Universidad de Almería, 2022).



Nota. Fotografía del Microscopio electrónico de transmisiom (TEM), (Universidad de Almería, 2022)

CAPITULO II
PARTE EXPERIMENTAL

2.1. Tipo de Investigación.

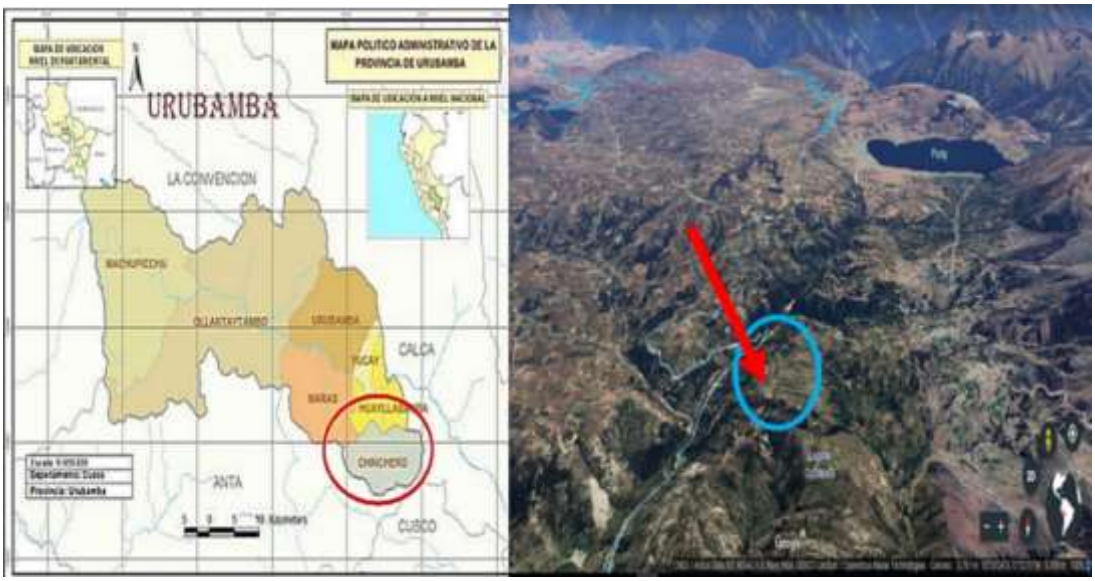
Esta investigación es de tipo cuantitativa – experimental. Se llevó a cabo la síntesis y caracterización de las nanopartículas de óxido de hierro (II) utilizando el extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus.* La interpretación se realizó en base de los resultados obtenidos mediante las técnicas de análisis, como UV-Vis, FTIR-ATR, TEM, SEM y XRD.

2.2.Población y Muestra

Se recolectaron hojas de *Eucalyptus globulus* en la provincia de Urubamba, distrito de Chinchero, específicamente en la comunidad de Simataucca, como se observa en la **figura 15.** Ubicada a una altitud de 3754 metros sobre el nivel del mar. Para este estudio, se recolectaron aproximadamente 5 kg de hojas secas.

Figura 20

Ubicación de la zona de muestreo, distrito de chinchero comunidad simatauccca povincia de Urubamba- Cusco.



Nota. Ubicación de la zona de muestreo.

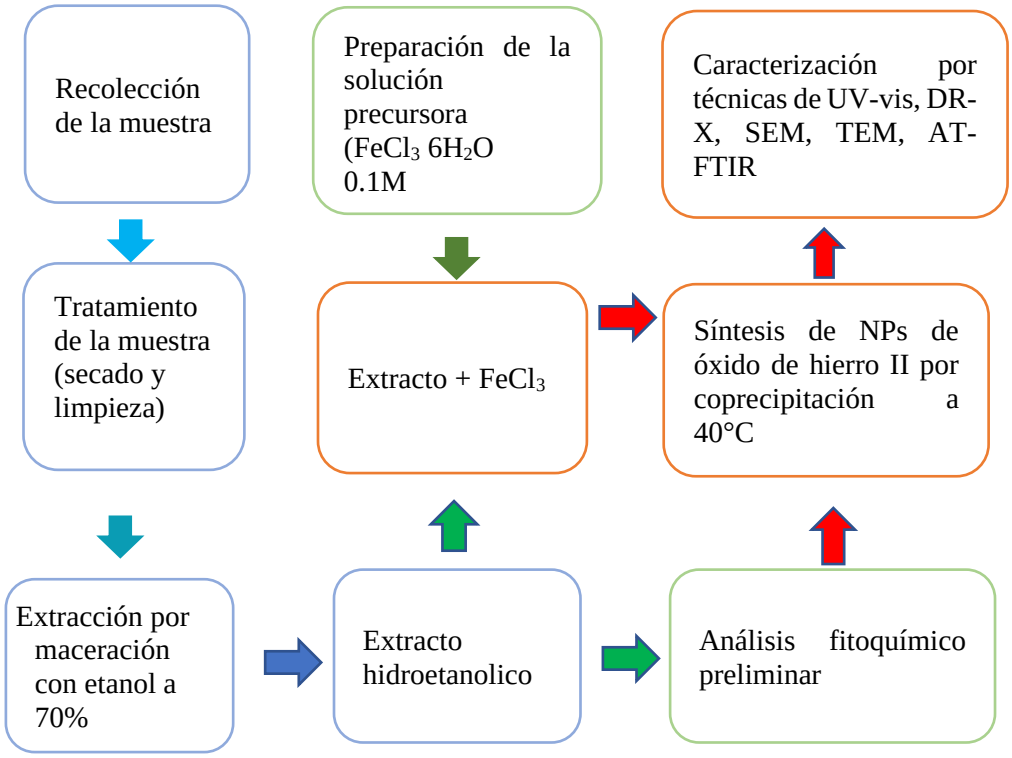
2.3. Diseño de la Investigación

En el presente trabajo de investigación se estableció la síntesis de nanopartículas de óxido de hierro (II), representada en el diagrama de flujo en la **Figura 15** mediante la química verde, con extracto de hojas de *Eucalyptus globulus* como agente reductor.

Una vez obtenidas las nanopartículas de óxido de hierro (II), se llevaron a cabo diferentes pruebas para entender sus propiedad y estructura, mediante la caracterizaron por técnicas de UV-Vis, FTIR-ATR, TEM, SEM y XRD.

Figura 21

Diagrama de flujo del diseño de la investigacion a seguir.



Nota. Diagrama de flujo del diseño de la investigación parte experimental.

2.4. Sistema de Variables

2.4.1. Variables Independientes

- ✓ Capacidad de reducción del extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus.*
- ✓ Concentración del tricloruro de hierro hexahidratado (0.1M).

2.4.2. Variables Dependientes

- ✓ Morfología de las nanopartículas de óxido de hierro (II).
- ✓ Tamaño de las nanopartículas de óxido de hierro (II).

2.5.Desarrollo Experimental

a) Materiales

- ✓ Vaso de precipitado (500 mL, 100 mL y 250 mL).
- ✓ Termómetro de mercurio
- ✓ Viales (5 mL y 2 mL)
- ✓ 2 soportes universales
- ✓ Pipetas serológicas graduada de 10 mL y micropipetas 0,2 µL a 5000 µ
- ✓ Bombilla de succión
- ✓ Fiolas (50 mL y 100 mL)
- ✓ Embudo de vidrio
- ✓ Papel de filtro Whatman
- ✓ Barra magnética cubierta de teflón

b) Reactivos

- ✓ Tricloruro de hierro hexahidratado ($FeCl_3.6H_2O$) (Merck Supelco grado reactivo).
- ✓ Almidón soluble (Merck grado ISO).
- ✓ Gas de nitrógeno

- ✓ Etanol al 70%

c) Instrumentos y equipos

- ✓ Ultra sonicador (POWER SONIC 505).
- ✓ Agitador magnético (AGIMATIC-E).
- ✓ Difracción de rayos-x (Panalytical X´Pert PRO)
- ✓ Espectroscopía UV-Vis (UV-2450 SHIMADZU).
- ✓ Espectroscopía infrarroja con trasformador de Fourier y reflectancia total atenuada (PIKE TECHNOLOGIES Gladi ATR).
- ✓ Microscopía electrónica de barrido (JEOL JSM6300).
- ✓ Microscopía electrónica de transmisión (JEOL JEM2100 LaB_6 S / TEM).
- ✓ Balanza analítica ±0,001 g (**A**&D Weighing FX-300i).
- ✓ Estufa (Memmert 854)

2.6. Obtención del Extracto Hidroetanólico de Hojas de *Eucalyptus globulus*

2.6.1. Recolección de Hojas de Eucalyptus globulus

Para esto, se utilizaron tijeras o navajas debidamente esterilizadas. Posteriormente, las hojas se colocaron sobre papel Kraft para prevenir posibles contaminaciones y se cubrieron con papel, como se muestra en la **Figura 17**, durante su transporte para evitar contaminaciones. Finalmente, en el laboratorio, se llevó a cabo el tratamiento de limpieza y secado correspondiente.

Figura 22

Hojas de Eucalyptus globulus.

Nota. Hojas de *Eucalyptus globulus* recolectadas (fuente propia).

2.6.2. Tratamiento de la Muestra de Hojas de Eucalyptus globulus.

En la **Figura 18** se observa el diagrama de flujo del tratamiento de la muestra de hojas de *Eucaliptus globulus***,** las hojas se lavaron con agua para desechar la tierra y las posibles impurezas, se secaron en la estufa a 40°C, durante 24 horas y, por último, se molieron hasta obtener un tamaño de 0.2 cm a 0.4 cm aproximadamente.

Figura 23

Diagrama de flujo del tratamiento de hojas de Eucalyptus globulus.

2.6.3. Extracción del Extracto Hidroetanólico de *Eucalyptus globulus.*

Con el objetivo de obtener el extracto hidroetanólico, se pesaron 50 g de hojas de *Eucalyptus globulus* secas y molidas, y se colocaron en un recipiente de vidrio resistente al disolvente. Posteriormente, se añadieron 150 mL de etanol al 70% y se cubrió el recipiente herméticamente con papel para evitar la influencia de la radiación en la extracción. El recipiente se dejó en reposo durante 24 horas a temperatura ambiente, agitándose esporádicamente. Una vez transcurrido este tiempo, se filtró el extracto utilizando papel filtro., ver **Figura 19.**

Figura 24

Diagrama de flujo a seguir para el proceso de maceración de extracto hidroetanólico a partir de las hojas de Eucalyptus globulus.

2.7. Análisis Fitoquímico Preliminar

Para la identificación de los metabolitos secundarios (antioxidantes) presentes en el extracto hidroetanólico, se tomó 1 mL de extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus*, y se colocaron en 6 tubos de ensayo (mismo procedimiento para el extracto acuoso) ver **Figura 20**. Seguidamente, se hicieron las correspondientes pruebas de identificación con los reactivos específicos para cada metabolito secundario, ver **Tabla 2.**

Tabla 2.

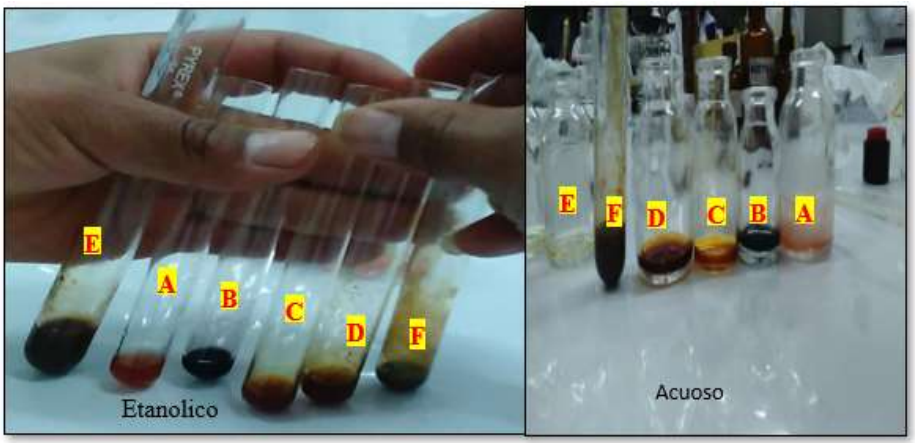
Reactivos para la identificación de metabolitos secundarios

Metabolitos secundarios	**Reactivos de identificación**
Flavonoides	Shinoda, Mg + HCl
Fenólicos	$FeCl_3$
Taninos	KOH 10%
Azúcares	Fehling A y B
Alcaloides	Dragendorff + HCl
Quinonas	KOH 10%

Nota. Reactivos para la identificación de los diferentes metabolitos secundarios presentes en el extracto hidroetanólico y acuoso de hojas de *Eucalyptus globulus.*

Figura 25

Identificación de metabolitos secundarios en extracto hidroetanólico y acuoso de Eucalyptus globulus (A= Flavonoides; B= Fenólicos; C= Taninos; D= Azúcares; E= Alcaloides y F= Quinonas).



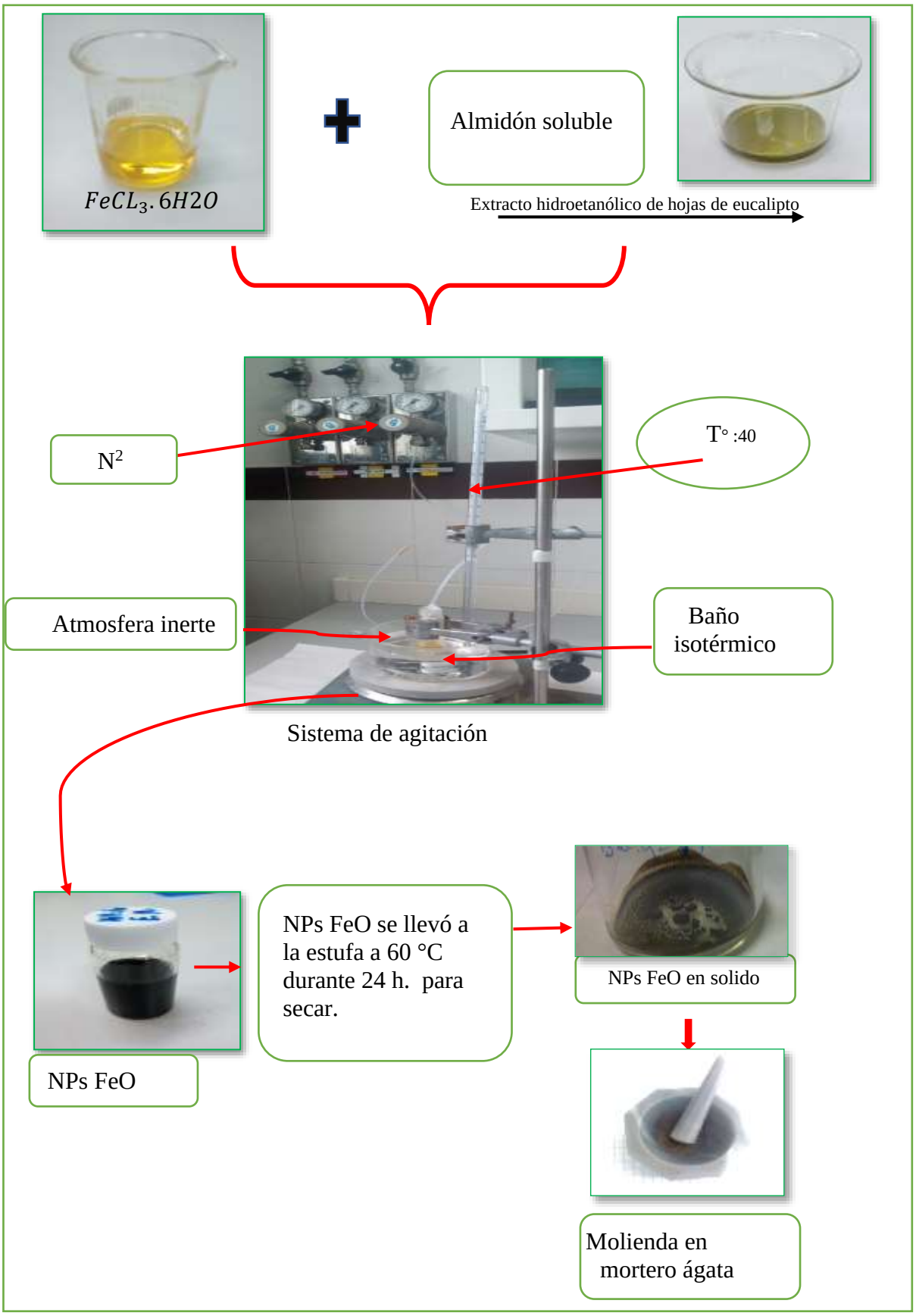
Nota. Identificación de metabolitos secundarios mediante coloración con diferentes reactivos de identificación en los extractos hidroetanólico y acuoso de Eucalyptus globulus (A= Flavonoides; B= Fenólicos; C= Taninos; D= Azúcares; E= Alcaloides y F= Quinonas)

2.8. Síntesis de Nanopartículas de Óxido de Hierro (II) por Método de Coprecipitación

La síntesis se realizó pesando 0.5g de almidón comercial que es un agente estabilizante y se agregó 10 mL de la sal precursora $FeCl_3.6H_2O$ (0.1 M) en un matraz Erlenmeyer de 250mL. Esta mezcla fue agitada, por 5 min para dispersar y saturar la solución de almidón con $FeCl_3.6H_2O$ (0.1 M), después se añadió 10 mL de extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus* (agente reductor), con agitación constante por 15min a 400 rpm y a una temperatura de 40°C, en atmósfera inerte de gas nitrógeno (García, 2015). La disolución de hierro, cuyo color característico es amarillo intenso, al ponerse en contacto con el extracto de hojas de *Eucalyptus globulus* (color verdoso) produce un color negro en la disolución, lo que confirma la formación de nanopartículas de óxido de hierro (II), en la **Figura 21** se puede ver el diagrama de flujo del proceso de síntesis.

Figura 26

Diagrama de flujo del proceso de sintesis de NPs de óxido de hierro II.



En la siguiente reacción de reducción electroquímicas, se ilustra la capacidad del extracto para reducir los iones férricos a diferentes estados de oxidación.

$$Ar\text{-}OH + e^- \longrightarrow Ar - O^- \qquad E° = +0.3 \text{ a } +0.8 \text{ V}$$

$$Fe^{3+} + e^- \longrightarrow Fe^{2+} \qquad E° = +0.771 \text{ V}$$

$$Fe^{3+} + 3e^- \longrightarrow Fe^{0} \qquad E° = -0.037 \text{ V}$$

En la primera ecuación, Ar-OH representa un compuesto aromático con un grupo hidroxilo, y la adición de un electrón (e-) conduce a la formación de Ar-O-, con un potencial estándar (E°) que varía entre +0.3 a +0.8 V.

En las dos siguientes ecuaciones, se describen las reacciones de reducción del ion férrico (Fe^{3+}): la primera produce el ion ferroso (Fe^{2+}) con un E° de +0.771 V, y la segunda reduce el ion férrico a hierro cerovalente (Fe^0) con un E° de -0.037V. Cuando se aplican estas reacciones en una celda electroquímica con Fe^{3+} y Ar-OH, las dos medias celdas llevan a la conversión de Fe^{3+} a hierro cerovalente y divalente a diferentes potenciales. Además, el potencial del extracto representado por Ar-OH (compuesto aromático) varía de 0.3 a 0.8 voltios. Este rango es atribuible a la presencia de varios compuestos polifenólicos en el extracto de hojas de *Eucalyptus globulus*, cada uno con diferentes valores de potenciales de reducción. En conjunto, estas reacciones electroquímicas ilustran la capacidad del extracto para reducir los iones férricos a diferentes estados de oxidación, contribuyendo así a la complejidad de las interacciones en este sistema.

2.9. Caracterización de Nanopartículas.

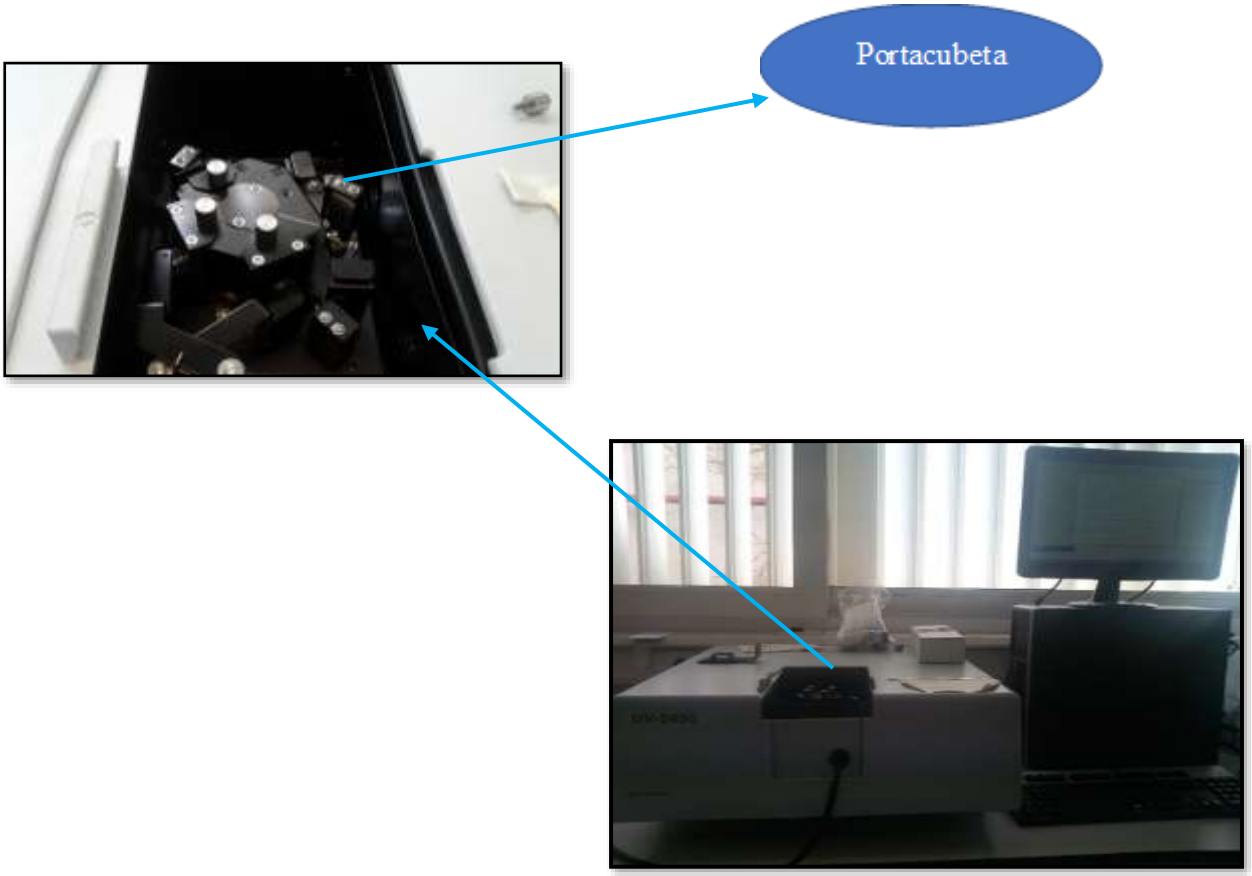
Una vez obtenidas las nanopartículas de óxido de hierro (II), estas se caracterizaron mediante UV-Vis, FTIR-ATR, SEM, TEM y XDR las cuales se llevaron a cabo en la Universidad la Laguna -España.

2.9.1. Espectroscopía Uv – Vis:

Se utilizó el equipo espectrofotómetro UV-2450 SHIMADZU con el software UV-Probe (**Figura 23)**, en la región visible de 400nm a 800nm, con un ancho de banda de 1nm, para identificar la máxima absorbancia de nanopartículas de óxido de hierro II obtenida. Para ello, se tomaron los siguientes volúmenes: 0.05 mL, 0.1 mL, 0.15 mL, 0.2 mL y 0.3 mL de NPs, se aforó en una fiola de 10 mL con etanol 70%. En seguida, se colocó como blanco el extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus* en la cubeta de cuarzo. Por otro lado, se encendió el espectrofotómetro y se colocó el blanco sobre la porta cubeta dentro del equipo para obtener la línea base. Después, se colocó la muestra en espectrofotómetro y se midió la absorbancia. Finalmente, se restó la absorbancia del blanco (solvente) de la muestra de NPs, se repitió para los 5 volúmenes.

Figura 27

Espectrofotometro UV-Vis (SHIMADZU UV-2450) Universidad la Laguna



2.9.2. *Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada* (FTIR-ATR)

Se llevó a cabo en el equipo de Espectrómetro IR ATR modelo IRAffinity-1 de PIKE TECHNOLOGIES, en el Laboratorio de Rayos X y Materiales Moleculares de la Universidad de la Laguna (**Figura 25)**, con el propósito de determinar los grupos funcionales presentes en el compuesto sintetizado.

Las nanopartículas de óxido de hierro (II) obtenidas fueron molidas hasta obtener un polvo fino. Además, se siguió el siguiente procedimiento para análisis en el equipo:

Procedimiento

Se encendió el equipo y se configuró los siguientes parámetros:

Tabla 3.

Parámetros para procesar en FTIR-ATR

Parámetros	Valores
Escala de absorbancia:	4000-400 cm-1
Número de scan.	50
Resolución	4cm -1
Modo	transmitancia

Nota. Parámetros para el análisis de muestras en Espectroscopía FTIR- ATR.

Se realizó la corrida de vacío para establecer la línea base. Posteriormente, utilizando una espátula, se tomó aproximadamente 0,2 g de la muestra previamente molida en un mortero de ágata, la muestra se colocó sobre el cristal de diamante del accesorio SMART iTR, se giró el "brazo" del accesorio y se aplicó una ligera presión sobre la muestra. Finalmente, se inició el análisis seleccionando la opción "Sample" (muestra). Al concluir, se presentó el espectro FTIR-

ATR con el nombre asignado a la muestra. En la **Figura 24** se representa el diagrama de flujo del proceso de análisis FTIR-ATR.

Figura 28

Diagrama de flujo del proceso de análisis con espectrometría infrarroja con transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR).

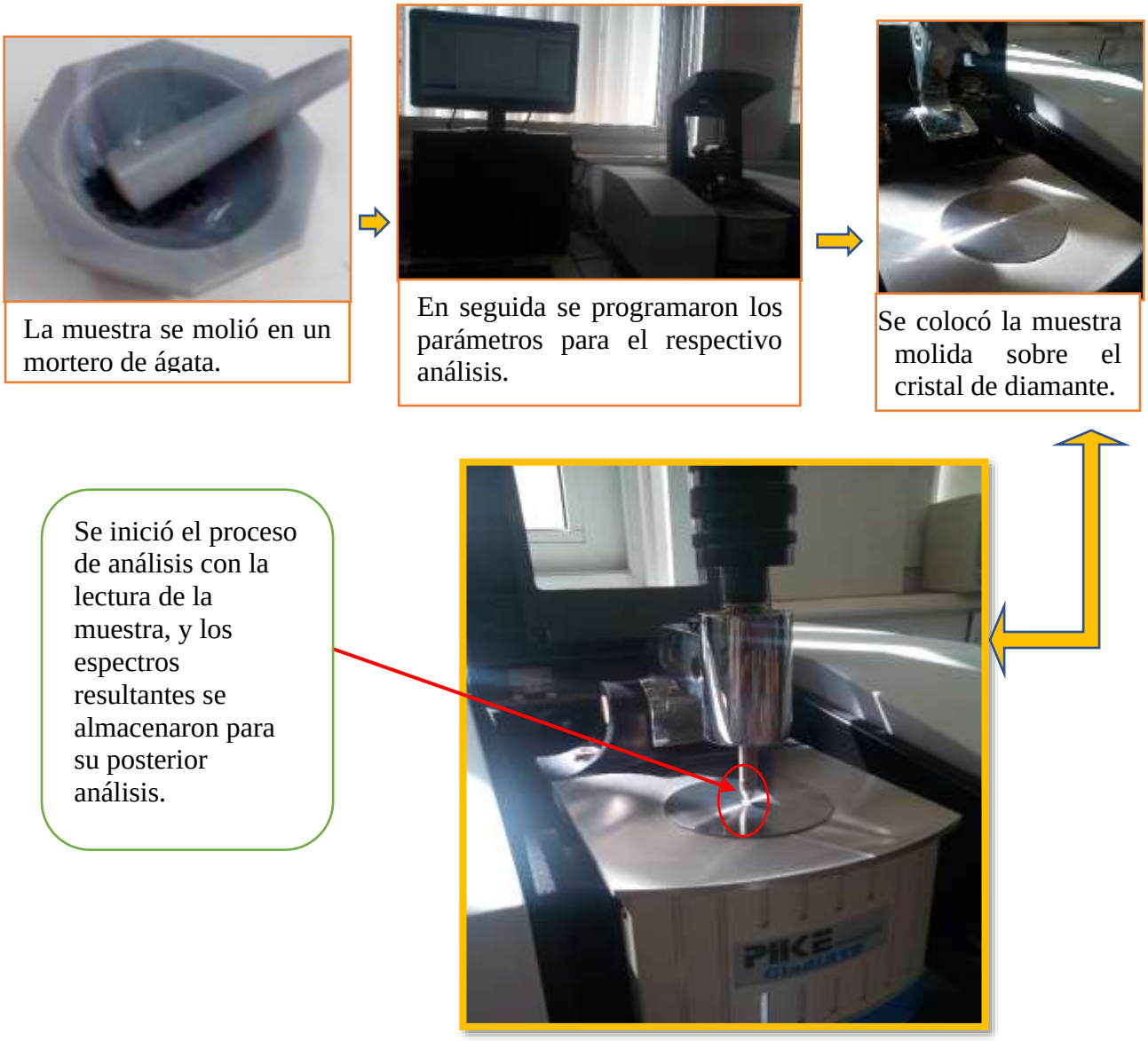


Figura 29

Equipo de Espectroscopía de Infrarrojo con Transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (FTIR-ATR).

2.9.3. *Difracción de Rayos X* (XRD)

Para el análisis XRD, se usó el difractómetro de rayos-X Panalytical X´Pert PRO del Servicio General de Apoyo a la Investigación (SEGAI) de la Universidad La Laguna de España ver **Figura 26**. Las nanopartículas obtenidas se analizaron en estado sólido por el método de polvo cristalino.

En la **tabla 4** se muestran los parámetros analíticos del método usado.

Figura 30

Difractómetro Panalytical X´Pert PRO de la universidad la Laguna- España

Tabla 4.

Parámetros para procesar la muestra mediante difracción de rayos X(XRD)

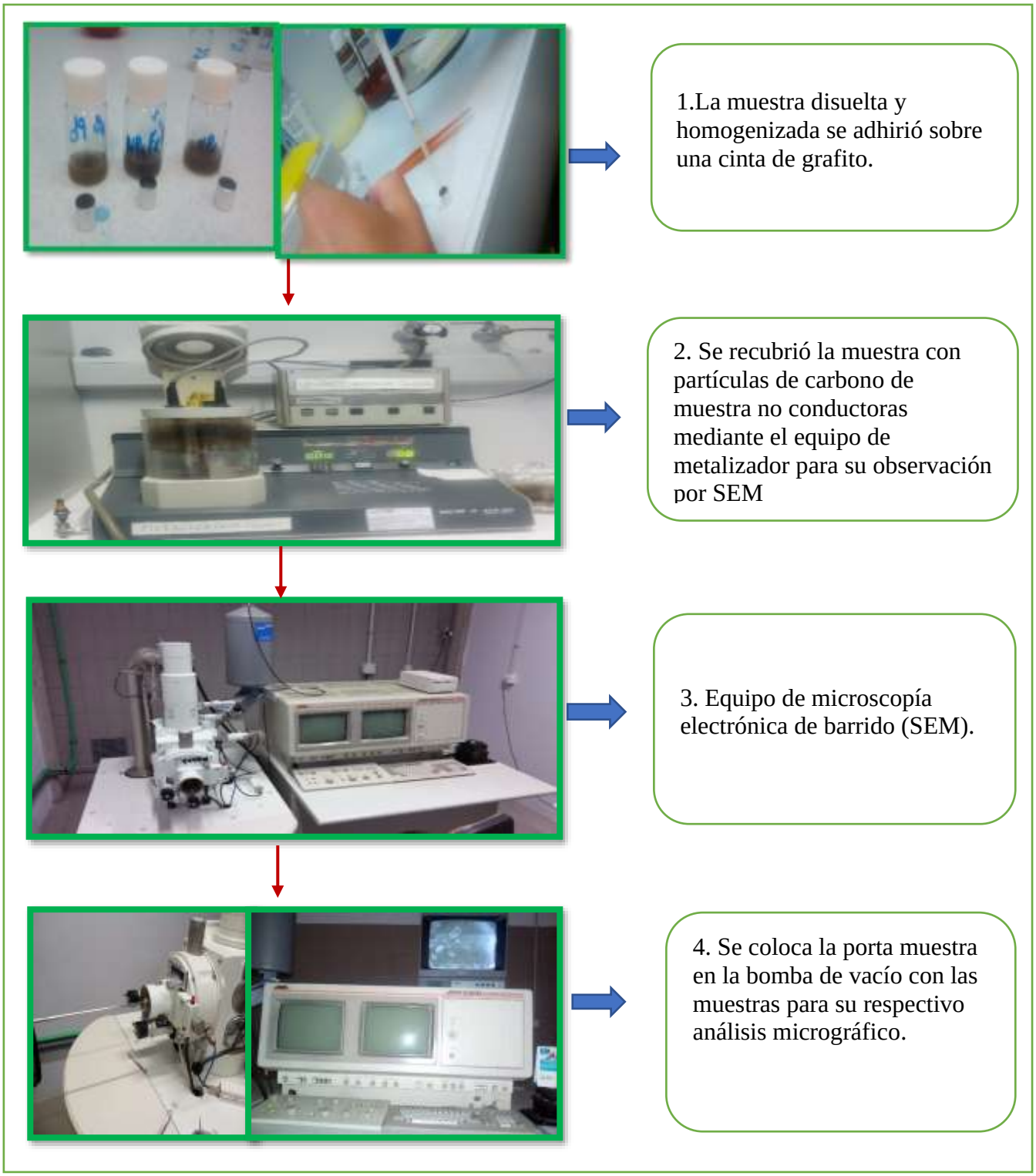
Parámetros	Valores
ConFiguración	Flat Stage, Owner=User-1
Goniómetro	PW3050/60 (Theta/2Theta); Minimum step size 2Theta:0.001; Minimum step size Omega:0.001
Etapa de la muestra	PW3071/xx Bracket
Sistema de difractómetria	XPERT-PRO
Modo de muestra	Reflexión
Rango de escaneo (°)	4.0100 - 65.0002
Posición inicial (°)	4.0166
Posición final (°)	64.9936
Tamaño del paso (°)	0.0131
No. de puntos:	4645
Modo de escaneo	continuo
Tiempo de conteo (s)	88.995
Material del Ánodo	Cu
K-Alpha 1 (Å)	1.540598
K-Alpha 2 (Å)	1.544426
K-Beta (Å)	1.392250
Radio K-A2/K-A1	0.50
Tipo del generador	Empyrean Cu LFF HR (9430 033 7310x) DK407526
Radio del Goniómetro	240.0

2.9.4. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).

Las nanopartículas obtenidas fueron analizadas por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM) con el fin de comprobar el tamaño, la morfología característica de las nanopartículas de óxido de hierro (II) y la presencia de minerales amorfos y otros (Muñóz, 2022). El análisis SEM se realizó en el equipo JEOL JSM6300, el cual está equipado con un detector de rayos X de dispersión de energía (EDS) de ventana delgada Oxford SDD, que es capaz de detectar elementos que van desde el boro hacia mayores números atómicos. Para el procesamiento de este análisis se pulverizó la muestra. Se debe tener en cuenta que, para un resultado óptimo, esta debe ser conductora de corriente eléctrica. Por esto fue necesario aplicar carbono (que es un material conductor) a la muestra usando el Metalizador Sputter, el procedimiento consistió en diluir la muestra en cantidad muy pequeña en un disolvente orgánico que no la afecte, como la acetona, para ayudar a que la muestra se esparza. Posteriormente, se sumergió la muestra en un baño ultrasonicador para máxima homogenización, al cabo de un tiempo, se deposita una gota de esta sobre una cinta de carbono para ser observada directamente una vez haya secado ver **Figura 27.**

Figura 31

Diagrama de flujo de análisis de muestras sintetizadas en el microscopio electrónico de barrido (SEM) JEOL JSM 6300 con resolución de 3,5 nm con microanalizador de energías dispersivas de rayos X (EDX) Oxford 6699 ATW acoplado.



2.9.5. *Microscopía Electrónica de Transmisión* (TEM).

Para el análisis, se empleó el equipo JEOL JEM2100 LaB 6 S/TEM, como se muestra en la **Figura 29**, equipado con un detector de rayos X de dispersión de energía (EDS) de ventana delgada Oxford SDD. Este detector es capaz de identificar elementos desde el boro hacia arriba. En la **tabla 5** se detallan los parámetros de análisis.

En cuanto a la preparación de las muestras, se diluyó una pequeña cantidad en acetona, un disolvente orgánico que no la afecta. Posteriormente, se sumergió la solución en un baño ultrasonido para lograr una dispersión óptima. Después de un tiempo, se depositó una gota sobre una rejilla filmada con carbono para su observación directa una vez que se haya secado. En la **Figura 28,** se presenta el diagrama de flujo del análisis de la muestra en el equipo

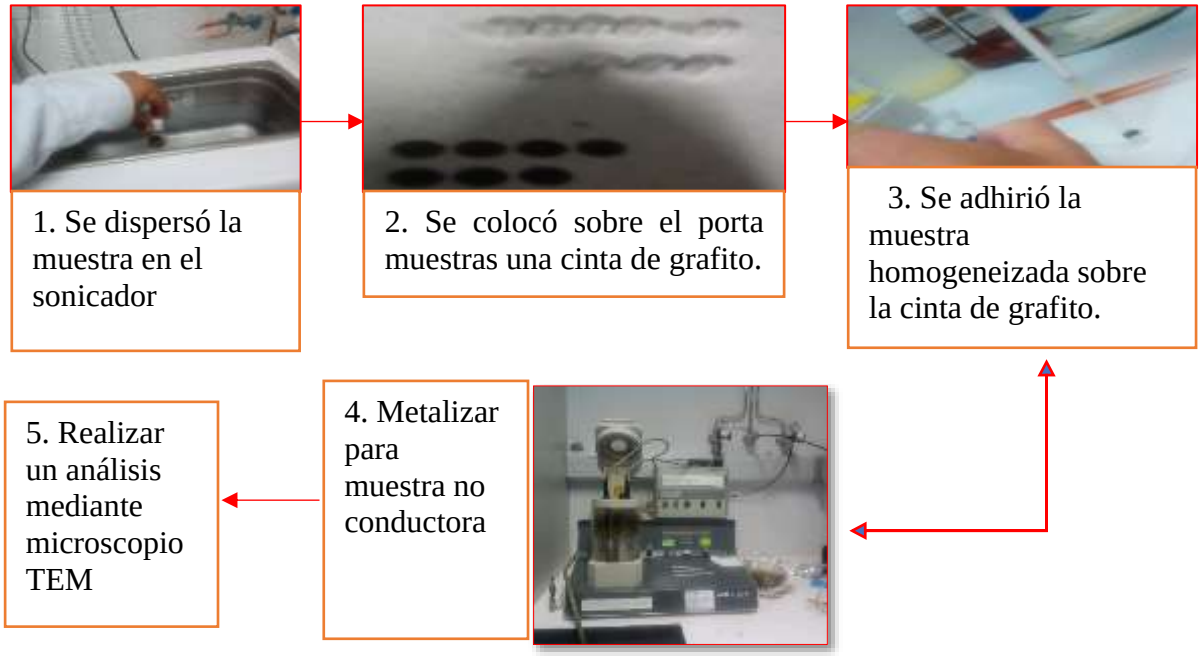
Tabla 5.

Parámetros de análisis en TEM.

Parámetros	**Valores**
Voltaje de aceleración	200 kV
Cañón de electrones termiónico.	*LaB6*
STEM	1,0 nm
Resolución entre puntos	0,25 nm
longitud de onda de electrones	2,5 pm
Megapíxeles	14 bits, 11 bits
inclinación única	±42
Cámara digital Gatan	2k x 2k
Los modos de instrumentos	20～200 nm/1 a 5 μm
Difracción de haz convergente	1.5 a 20 mrad o mas
Acc. Voltaje	80, 100, 120, 160, 200 kv

Figura 32

Diagrama de flujo de análisis de la muestra en el equipo de JEOL JEM2100 LaB 6 S / TEM, el cual está incorporado con un detector de rayos X de dispersión de energía (EDS) de ventana delgada Oxford SDD.



La técnica tuvo como objetivo obtener micrografías a tamaño nanométrico, haciendo uso de estas imágenes se determinó el diámetro de las nanopartículas de óxido de hierro II obtenidas mediante la ayuda de dos programas el **Imagen J y OrigenPRO8**. Con la siguiente ecuación de desviación estándar se determinó el diámetro de las nanopartículas obtenidas:

D Max = $\boldsymbol{D_0 EXP(-\sigma^2)}$

D media = $\boldsymbol{D_0 EXP(-\sigma^2/2)}$

D Max: Diámetro máximo**.**

D media: Diámetro medio que es el centro de la distribución.

Para lo cual fue necesario conocer el valor de $\boldsymbol{D_0}$ que representa el diámetro de la partícula antes de cualquier proceso de aglomeración o crecimiento y **σ** es la desviación estándar, que indica la dispersión o variabilidad de los diámetros de las partículas. Con estos dos programas se pudo obtener el valor de $\boldsymbol{D_0 = XC}$ *y* **σ =W,** reemplazando estos valores se calculó los diámetros de las nanopartículas obtenidas.

Figura 33

Equipo de Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM) Universidad La Laguna – España

CAPÍTULO III
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Obtención del Extracto

El extracto acuoso de hojas de *Eucalyptus globulus* presentó una menor cantidad de metabolitos secundarios en comparación con el extracto hidroetanólico. Sin embargo, se encontraron metabolitos como flavonoides, fenólicos, taninos, quinonas y azúcares en gran cantidad. Es importante destacar que los alcaloides no se encontraron en el extracto acuoso debido a su solubilidad en disolventes orgánicos no polares.

Por otro lado, el extracto hidroetanólico presentó una mayor cantidad de metabolitos secundarios, incluyendo flavonoides, fenólicos, taninos, alcaloides y quinonas. Estos metabolitos son importantes en la síntesis de nanopartículas y tienen propiedades reductoras. Es relevante mencionar que los resultados presentados en la (**tabla 6)** concuerdan con los hallazgos de Arias et al. (2022), quienes también encontraron una mayor cantidad de metabolitos secundarios en el extracto hidroetanólico.

Tabla 6.

Resultados del análisis fitoquímico preliminar de extractos hidroetanólico 70% y acuoso de Eucalyptus globulus.

Metabolitos Secundarios	**Extracto de *Eucalyptus globulus***	
	Hidroetanolico	**Acuoso**
Flavonoides	+++	+++
Fenólicos	+++	+++
Taninos	+++	+++
Azúcares	+	++
Alcaloides	+++	--
Quinonas	+++	+++

3.2. Síntesis de nanopartículas de óxido de hierro (II)

Para la síntesis, se empleó el método de coprecipitación bajo una atmósfera inerte de nitrógeno. Esto se debió a que el hierro tiende a oxidarse fácilmente cuando entra en contacto con el oxígeno. La atmósfera inerte de nitrógeno permitió evitar la oxidación acelerada. Como agente reductor se utilizó el extracto hidroetanólico de *Eucalytus globulus* y como estabilizante almidón comercial.

Se observó un cambio en la coloración de la solución, pasando de amarillo a marrón oscuro (**Figura 30)**, que implicaría la reducción de Fe^{3+} a Fe^{2+} y la formación de NPs, lo cual fue corroborado por la identificación preliminar del plasmón superficial característico con la técnica espectroscópica Uv-Visible.

Como indicó, García (2015) en su trabajo “Síntesis verde de nanopartículas para la eliminación de colorantes en medios acuosos” (p 38), reporta que la aparición de un intenso color negro en la disolución se asocia a la formación de nanopartículas de óxido de hierro (II).

En la **(Figura 29)** se muestra el mecanismo propuesto de diferentes rutas para la síntesis de complejos con esta explicación se estaría describiendo la formación de nanopartículas de hierro como complejo quinona-metal mediante un proceso que involucra la reducción de iones de hierro (Fe (III)) a iones de hierro (Fe (II)) con la ayuda de agentes reductores, como la planta *Eucalyptus globulus*, llegamos a las siguientes rutas que ocurre:

1. El rol de los agentes reductores: Diversos agentes reductores o metabolitos de la planta *Eucalyptus globulus*, participan en la reducción de la sal metálica, específicamente la sal de Fe (III) a Fe (II). Esta reducción es crucial para la formación del complejo final.

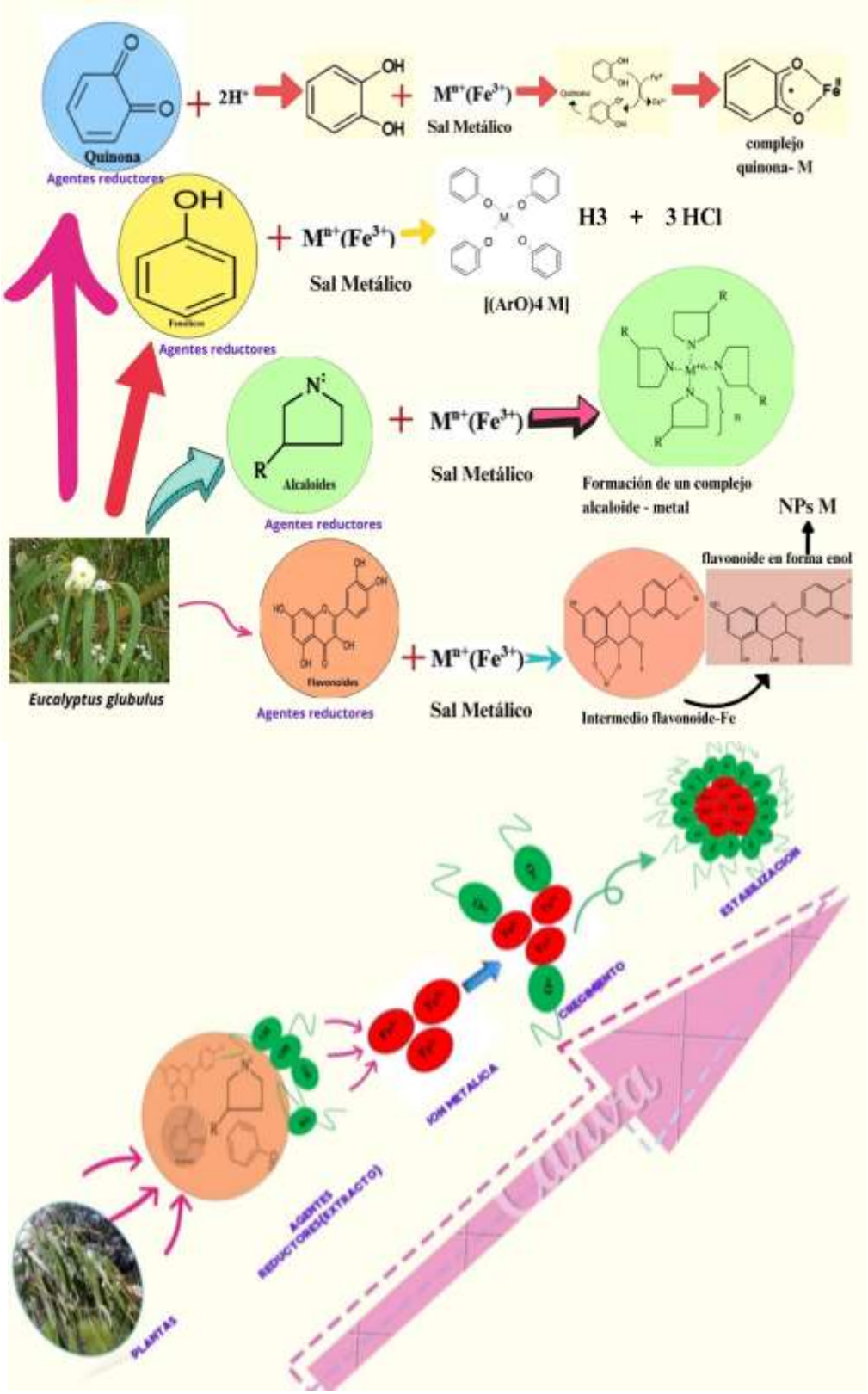
2. Formación de Intermediario Flavonoide: La interacción entre los agentes reductores y la sal metálica de Fe (III) conduce a la formación de un intermediario flavonoide. Este intermediario es un paso clave en la ruta hacia la formación del complejo quinona-metal.

3. Formación del Complejo Quinona-Metal: La reacción subsiguiente del intermediario flavonoide con la quinona en presencia de ácido clorhídrico (HCl) y la sal metálica de Fe (III) resulta en la formación del complejo final quinona-metal.

4. Influencia del *Eucalyptus globulus*: El diagrama destaca la planta *Eucalyptus globulus* como un agente reductor clave en el proceso. Es probable que esta planta contenga compuestos específicos que facilitan la reducción de la sal metálica y la formación del complejo.

Figura 34

Figura 35 *Posible mecanismo de reaccion*



El rendimiento obtenido de las nanopartículas de óxido de hierro (II), con el extracto hidroetanólico 70% de *Eucalyptus globulus* fue de 7.39 % lo que indica muy poca eficiencia, ya que no llega ni siquiera a la mitad de lo esperado. En este caso, el problema podría estar en el método utilizado, o puede haber algún otro problema de nuestra síntesis. El cálculo completo se muestra en el **Anexo 07**.

Se tomó 10 mL de $FeCl_3.6H_2O$ (0.1M)

X_g $FeCl_3.6H_2O$ hay en 10 mL de $FeCl_3.6H_2O$ (0.1M)

$X_g = 0.01x270.29x0.1$ g

$X_g = 0.27$ g

Si en 270.29 g $FeCl_3.6H_2O$ ——————— 55.85 g de Fe

0.27 g $FeCl_3.6H_2O$ ——————— Y

Y= 0.056g Fe

$m_{Fe} = 0.016$ g Fe ——————— 100 %

X ——————— 26.29%

$$X = \frac{26.29\% x 0.016 gFe}{100\%}$$

X = 0.0041 gr en 2 µL

¿Por consiguiente, en 20 mL cuantos g de Fe habrá?

0.0041 gr ⟶ 0.002 mL

Y ⟶ 20mL

Y = 0.0041gr

Porcentaje de rendimiento.

$$\text{Porcentaje de rendimiento} = \frac{mR}{mT} \times 100\%$$

%R: porcentaje de rendimiento
mR: masa resultante
mT: masa teórica

$$\% R = \frac{0.0041}{0.056} \times 100$$

% R = 7.39 %

Figura 36

Nanopartículas de óxido de hierro (II).

NPs Fe

3.3. Caracterización Espectroscópicas:

3.3.1. Ultravioleta – Visible

Las nanopartículas de óxido de hierro II se caracterizaron mediante espectroscopía UV-Vis en el rango de 400 a 800 nm (**Figura 31**), mostrando un plasmón superficial aproximadamente entre 520 y 550 nm de las NPs y clorofila A a 670 nm aproximadamente, las nanopartículas fueron analizadas a temperatura ambiente. por otro lado, al reducir las concentraciones de las NPs, los plasmones varían, y la absorbancia en los espectros también disminuye.

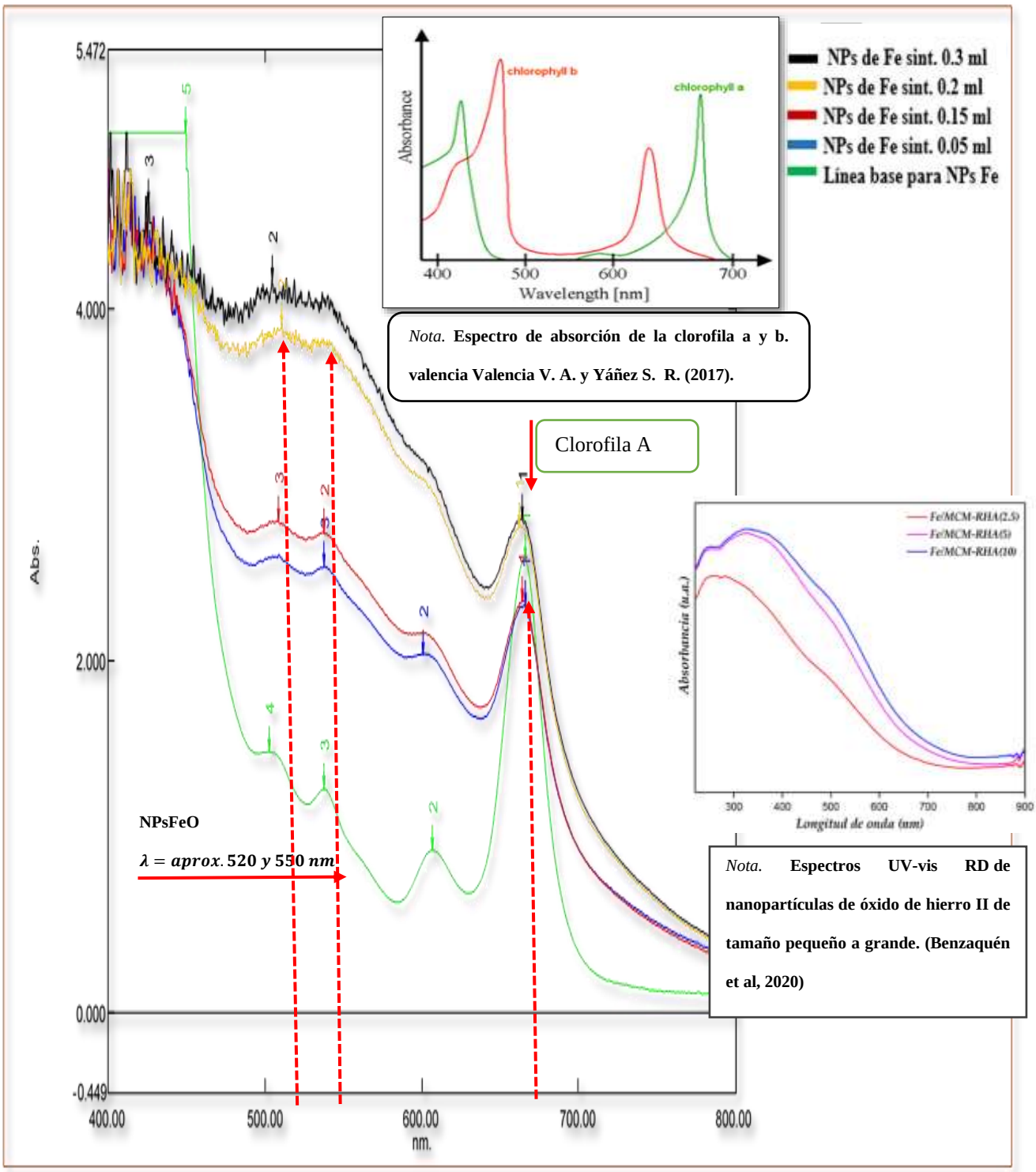
Se observa un desplazamiento del rango de absorción hacia longitudes de onda mayores, lo que sugiere un aumento en el tamaño de las nanopartículas, posiblemente debido a la agregación. Este aumento de tamaño se confirma con el análisis TEM **(Figura 38).** Además, se registró un valor de absorbancia de 5.000 unidades de absorbancia (UA), lo que puede ser atribuido a la alta concentración de nanopartículas y a su mayor tamaño, factores que

incrementan la absorción de luz. El almidón comercial utilizado como agente estabilizante podría haber influido en la agregación de las nanopartículas.

El ancho de banda de absorción es de 400 a 800 nm, el cual proporciona información sobre la heterogeneidad en los tamaños de las nanopartículas. En este estudio, se encontró que las nanopartículas de óxido de hierro (II) presentan tamaños mayores, lo que se refleja en un ancho de banda más amplio, evidenciando una mayor dispersión en los tamaños de las partículas. Sin embargo, la presencia de clorofila en el extracto utilizado no interfiere en la caracterización de las nanopartículas, no actúa ni como estabilizante ni como reductor, lo cual se demuestra en la **Figura 31**, el espectro de absorción de la clorofila permanece igual a diferentes concentraciones 675nm aproximadamente. Además de la espectroscopía UV-Vis, se basa en los resultados obtenidos por Benzaquén et al. (2020). En el que se identificaron tres transiciones en bandas aproximadas de 220-250 nm, 300-380 nm y 450-550 nm. El primer máximo alrededor de 254 nm indica que los átomos de hierro pueden unirse a los átomos de oxígeno en la superficie de las nanopartículas. El segundo máximo alrededor de 340 nm podría atribuirse a grupos de óxido de hierro (II) o nanopartículas de muy pequeño tamaño. Por último, el tercer máximo alrededor de 500 nm puede asignarse a nanopartículas de óxido de hierro II de mayor tamaño. Se menciona que, en muestras con altas cargas de hierro, estas bandas experimentan un corrimiento hacia longitudes de onda más largas debido al efecto cuántico de tamaño de partícula lo que indica una mayor presencia de nanopartículas de óxido de hierro II más grandes y en nuestro estudio, se confirmó que el pico de resonancia de plasmón superficial (SPR) se encuentra en una longitud de onda de 520 - 550 nm.

Figura 37

Espectro de absorción UV-Vis de nanopartículas de óxido de hierro II sintetizadas. El plasmón superficial se observa aproximadamente en longitudes de onda entre 520 y 550 nm.



3.3.2. *Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada* (FTIR-ATR).

En la caracterización de nanopartículas de óxido de hierro (II) mediante FTIR-ATR, se logró identificar diversos grupos funcionales presentes en las nanopartículas, así como analizó las interacciones en su superficie metálica.

El espectro obtenido **(Figura 32)** revela varias bandas que proporcionan información clave sobre las características químicas de las nanopartículas. Una banda ancha en 3387.0 cm^{-1} se atribuye a las vibraciones de deformación en los enlaces OH, lo que indica la presencia de grupos hidroxilo en la superficie de las nanopartículas de óxido de hierro II. Además, se observa una banda a 2925.01 cm^{-1} correspondiente a la vibración de estiramiento del enlace C-H, perteneciente al grupo alcano, lo cual nos indica la presencia de polifenoles que pertenecen al extracto hidroetanólico de *Eucalyptus globulus*, el cual ha interactuado con las partículas como agente reductor. Otra banda significativa se encuentra en 1606.02 cm^{-1}, asociada a las vibraciones de estiramiento C=C, pertenecientes a los grupos aromáticos de los metabolitos secundarios. Asimismo, se encuentra un pico en 1028.13 cm^{-1}, el cual indica la presencia de enlaces Fe-OH, lo que resulta relevante para la caracterización de las interacciones en la superficie metálica de las nanopartículas. Finalmente, el pico en 400.01 cm^{-1} es característico de los enlaces Fe-O, confirmando la presencia de óxido de hierro II en la nanopartícula, lo cual ha sido corroborado por Pérez y Villalva (2021) **(Figura 33).** En su trabajo de síntesis y caracterización de NPs, nos muestra un plasmón superficial a 445.31cm^{-1} perteneciente a Fe-O. Se presentan los espectros de óxido de hierro II, específicamente, se observa un pico en 3440.77 cm-1, el cual se asocia con la presencia de una banda de estiramiento del grupo hidroxilo (-OH). Este resultado sugiere que las nanopartículas de óxido de hierro II sintetizadas a partir del extracto de hojas de *Eucalyptus globulus sp* contienen grupos hidroxilo en su superficie. Además, se observa otro pico en 445.31 cm^{-1}, el cual corresponde a la banda de

estiramiento del enlace Fe-O. Este resultado confirma la presencia de óxido de hierro II en las nanopartículas obtenidas y sugiere una estructura cristalina bien definida.

El espectro de Önal et al. (2019) muestra bandas en 3236,66 cm^{-1} y 2155 cm^{-1}, que se relacionan con grupos OH de compuestos fenólicos y vibraciones de estiramiento CH de grupos funcionales -CH_2 y CH_3. Además, la banda en 1605 cm^{-1} corresponde al estiramiento C=O.

Los picos en 400 cm^{-1} y 550 cm^{-1} indican la presencia de enlaces Fe-O en configuraciones tetraédricas y octaédricas. Los picos en 596,17 cm^{-1} y 458,88 cm^{-1} se refieren a estiramientos de Fe-O correspondientes a Fe_3O_4 y FeO_3.

En nuestro estudio, se encontraron enlaces Fe-O en 400,01 cm^{-1}, lo que se aproxima al espectro de referencia en 458 cm^{-1}. Esto indica la presencia de enlaces Fe-O. Además, se observó una banda en 2925,01 cm^{-1} correspondiente a la vibración de estiramiento C-H, similar a la banda de referencia en 2155 cm^{-1}.

Figura 38

Espectro de FTIR - ATR de la nanopartícula de óxido de hierro (II) obtenida(solida).

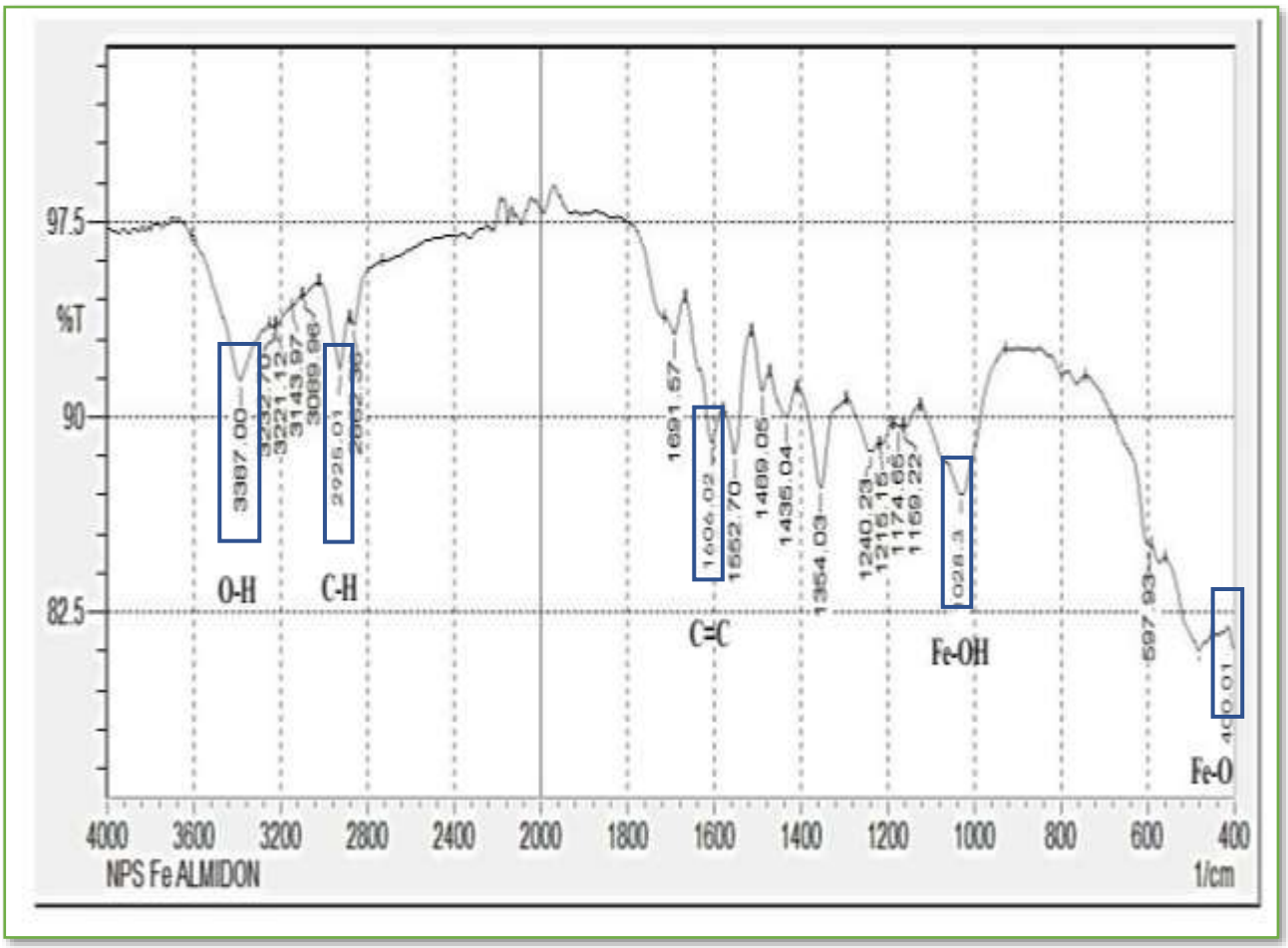


Figura 39

Analisis instrumental por FTIR - ATR de NPs de hierro (Perez & Villalva, 2021)

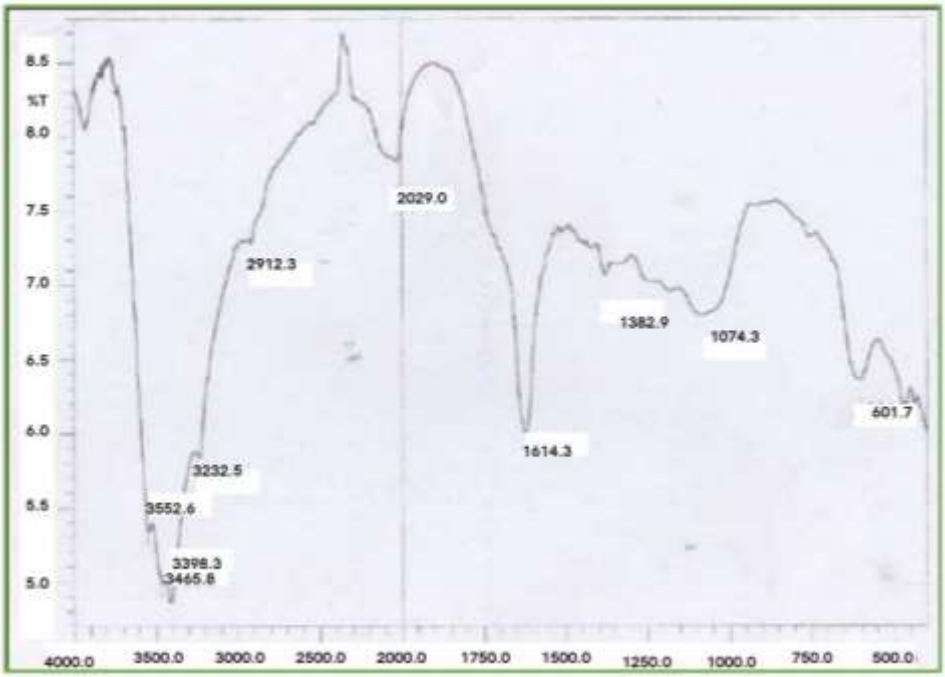
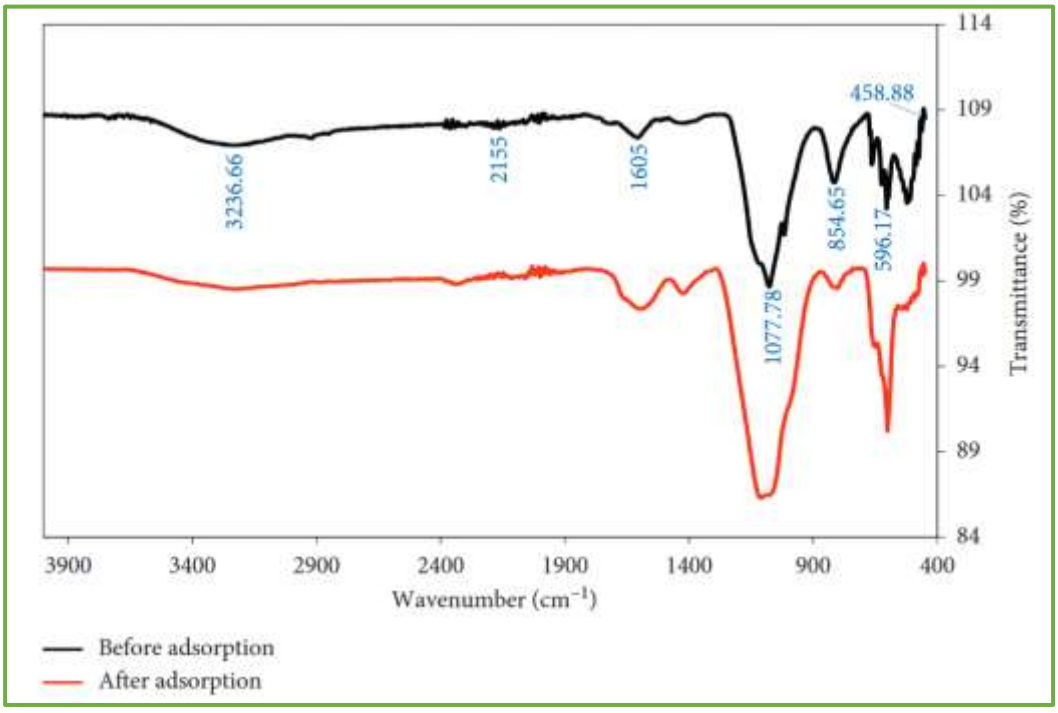


Figura 40

Espectro FTIR de las NPs de hierro sintetizadas antes y despues de la adsorción de Cr(VI) (Önal et al., 2019).



3.4. Caracterización por técnicas microscópicas.

3.4.1. *Microscopía electrónica de barrido* (SEM).

Para evaluar la morfología de las nanopartículas, se realizaron análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) en diferentes sitios de análisis **(Figura 35)**, donde se observa las nanopartículas a una magnificación de 5000x y a 20kv que no tienen una morfología definida, es decir, son polimorfos. Sin embargo, se observa que la forma predominante es la de bastones, lo que es característico de las nanopartículas de hierro (II), lo cual se corrobora con las micrografías **(Figura 36)** obtenidas por (Cáceres, 2018)**. S**e observa que las imágenes obtenidas correspondientes a una suspensión de 10 mg L^{-1} de NPs de hierro con diferentes magnificaciones (A) 100.000 X, B) 200.000 X, y C) 400.000 X, también muestran morfología tipo bastones acícula. Esto sugiere que las nanopartículas sintetizadas en este estudio tienen una morfología similar a la de la goethita, lo que podría indicar que se ha logrado obtener nanopartículas de óxido de hierro (II) con una estructura cristalina similar.

Figura 41

Imágenes tomadas en SEM de las nanoparticulas de óxido de hierro II obtenidas en Sitio 1, sitio2, sitio 3 , sitio 4 referencia de magnificación 5000 aumentos, voltaje 20kv.

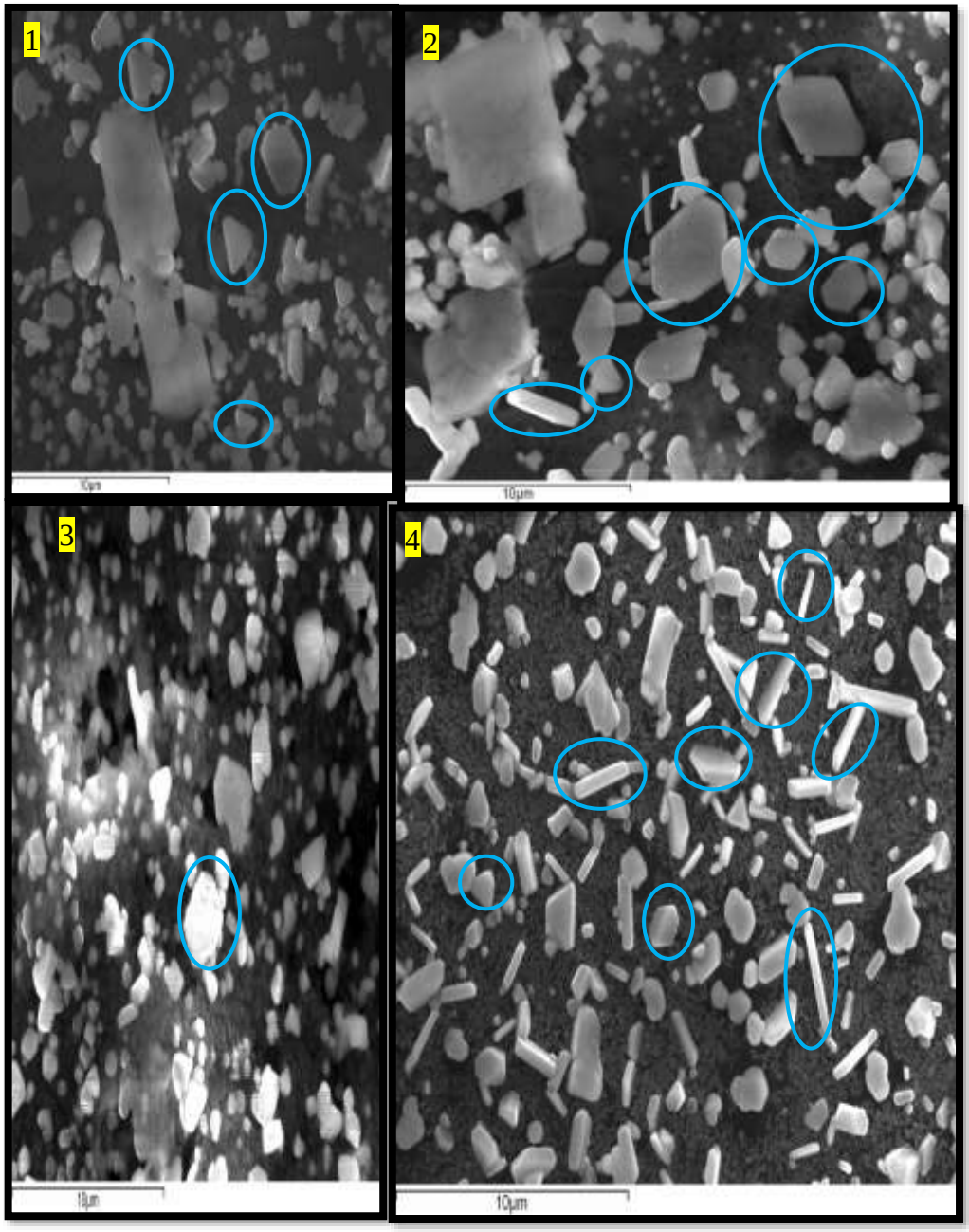
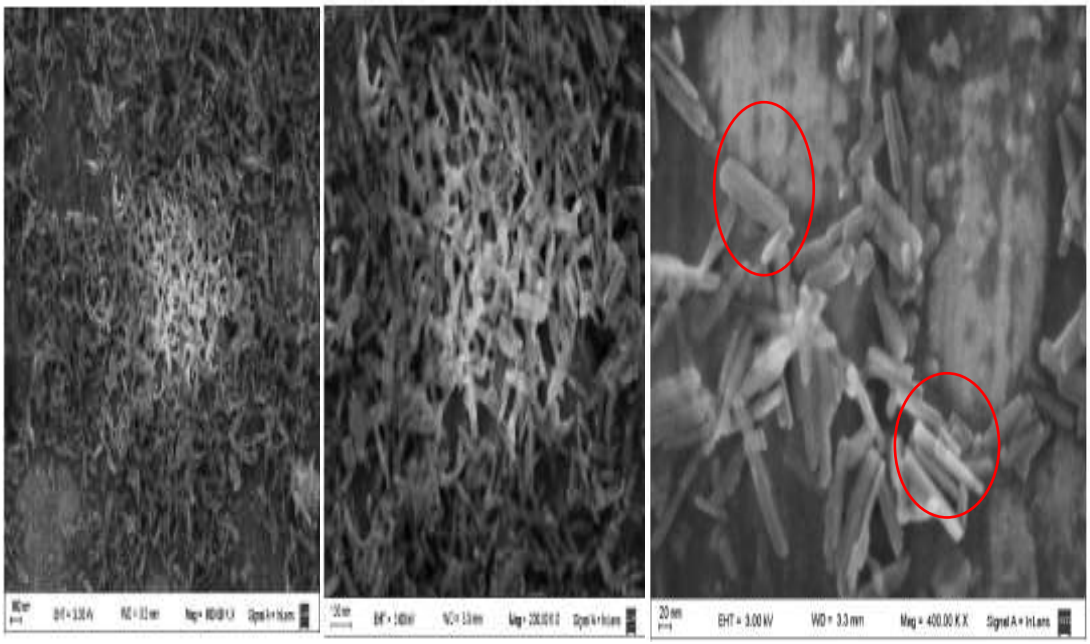


Figura 42

Imágenes obtenidas por SEM de suspensión de hierro (10 mg L-1) con diferentes magnificaciones A) 100.000 X B) 200.000 X, y C) 400.000 X (Cáceres Wenzel, 2018)



Por otro lado, se realizó con la técnica de espectroscopia de energía de dispersión de rayos x (EDX), un barrido elemental a una magnificación de 5000X en las nanopartículas de óxido de hierro (II) sintetizadas con extracto hidroetanólico de hojas de *Eucalyptus globulus*, en diferentes sitios. En la **tabla 7** se observa en sit.1 sit.2, sit.3 y sit.4, mayor porcentaje de presencia de hierro y oxígeno que son los elementos principales para formación de nanopartículas de óxido de hierro (II), también se observa en mayor cantidad cloro debido a que es parte del precursor utilizado para su síntesis. Durante el proceso de síntesis, el cloro no se elimina completamente y, por lo tanto, permanece en las nanopartículas. **(Figura 35).**

Tabla 7.

Porcentaje en peso de cada elemento químico.

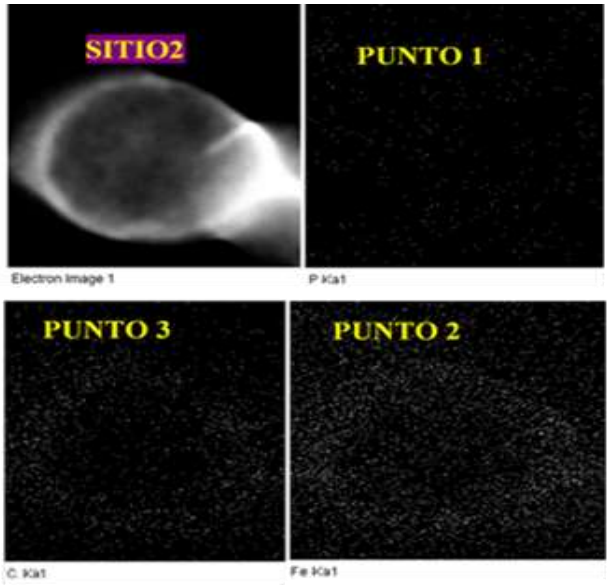
ELEMENTOS	Porcentaje en peso % 5000x(magnificación)			
	Sit1	**Sit2**	**Sit3**	**Sit4**
O	32.67	27.94	38.59	44.35
P	3.37	3.44	3.88	3.53
Cl	37.12	38.71	3278	28.42
Fe	26.87	29.90	24.74	23.70
C	-	-	-	-

Nota. Porcentajes en peso de los elementos presentes en la nanopartícula de hierro obtenida.

Por un lado, se realizó un mapin (mapeo) en EDX o un barrido elemental para hierro y oxígeno a una magnificación de 20000X en el **sitio 2** y **sitio 3** el cual nos permitió observar imágenes del mapeo de los elementos, se nota que en el punto 1 del sitio 2, hay una pequeña cantidad de P, mientras que en los puntos 2 y 3 hay más O_2 y Fe. En el sitio 3, los puntos 1 y 3 muestran trazas pequeñas de C y P, pero en el punto 2, hay más Fe. ver **Figura 37.**

Figura 43

Imágenes de mapin(mapeo) de análisis elemental en EDX en muestras en suspension solidasolidas sitio 2 y 3.



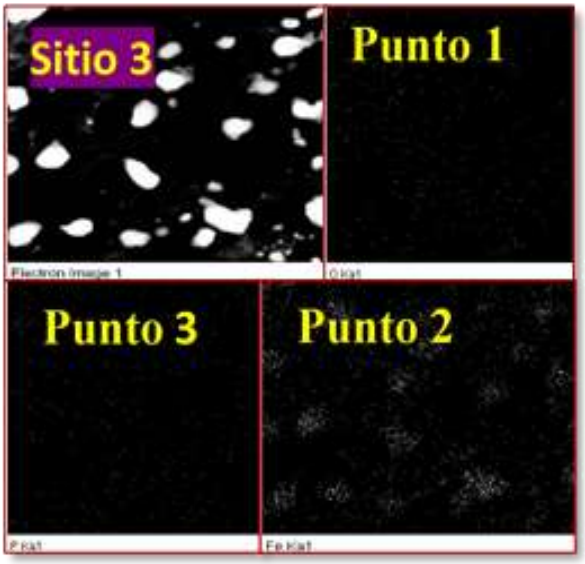


Tabla 8.

Porcentaje de elementos del mapeo.

ELEMENTO	PORCENTAJE DE MAPEO% 20000X(magnificacion)	
	Sitio 2	**Sitio3**
O	-----	0 (punto 1)
P	2.80(punto 1)	12.87(punto3)
Cl	-----	-----
Fe	80.92(punto2)	87.13(punto 2)
C	16.27(punto3)	-----

Tabla 9.

En la **Tabla 8,** se presentan los resultados de la composición elemental de las muestras, expresados en porcentaje. En ellos, se destacan la presencia de hierro, fósforo y carbono. Es probable que el fósforo esté presente en la estructura de la planta, lo que explicaría su detección en las muestras. En el sitio 2, específicamente en el punto 2, se observó una mayor presencia de hierro, que es el elemento principal en la formación de nanopartículas de hierro (NPs). Además, se detectaron pequeñas trazas de fósforo en el punto 2 y una presencia de carbono en el punto 3, que podría estar relacionada con la presencia de grupos orgánicos.

Por otro lado, en el sitio 3, específicamente en el punto 3, también se observó una mayor presencia de hierro, mientras que en los demás puntos se detectó una menor presencia de elementos como el fósforo. Además, se notó la ausencia de oxígeno en estas zonas, lo que sugiere que podría estar presente en otras áreas de la muestra que no fueron analizadas.

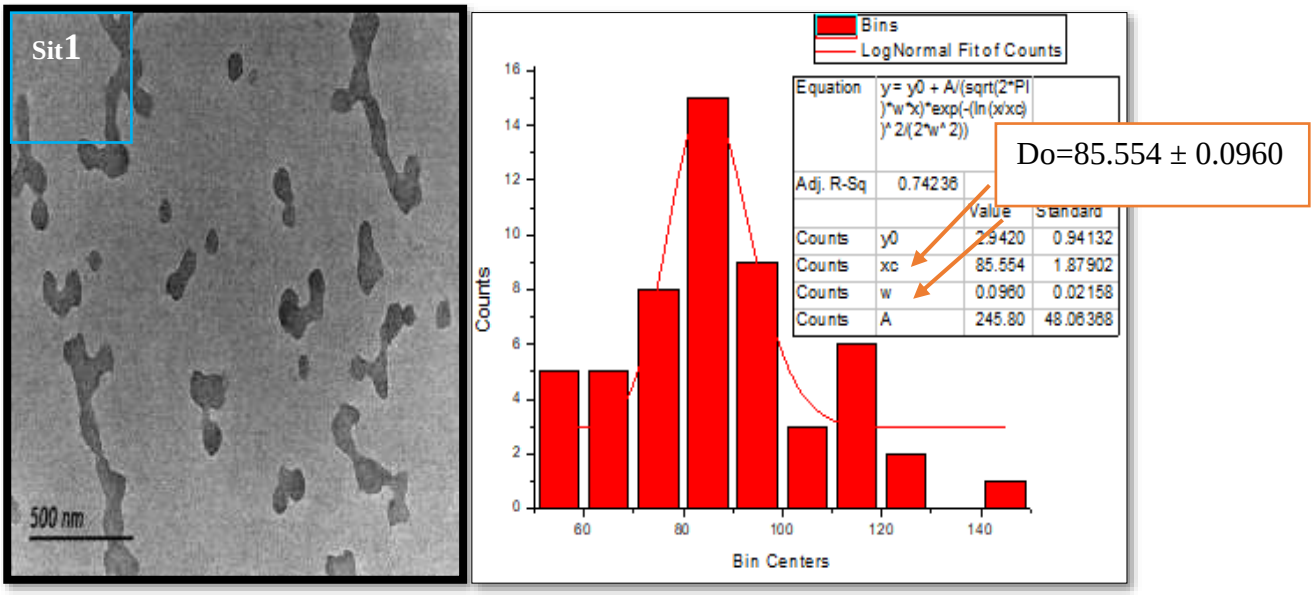
3.4.2. *Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)*.

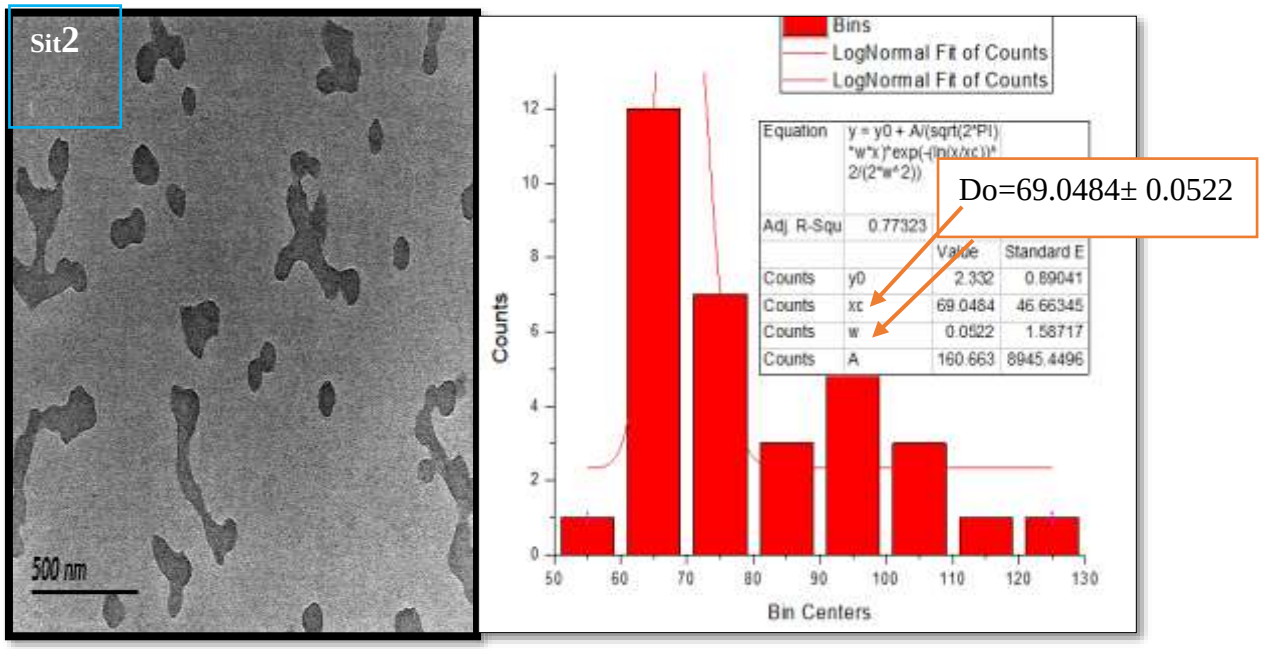
Para la determinación del tamaño de las nanopartículas se utilizó la técnica microscópica electrónica de transmisión (TEM). En las micrografías TEM de la **Figura 38,** se muestran imágenes a una escala de magnificación nítida a 500 nm en sitio 1,2,3 y 200 nm para sitio 4, Por otra parte, se puede observar en sitio -1 y sitio 2, existe una mayor aglomeración de las nanopartículas sintetizadas. También se observa la histograma, al incrementar la velocidad de agitación en la reacción esto mejora la distribución, como se puede observar en los casos de las muestras sitio -3 y sitio-4 (Alvear et al., 2017), donde indica que probablemente la velocidad de agitación tiene una mayor influencia sobre el tamaño y distribución de tamaños de las nanopartículas que el tiempo de reacción. Esto sería atribuido a que se evita el crecimiento de cristales en la etapa de síntesis al momento de aumentar la velocidad de agitación, pero también depende mucho del estabilizante.

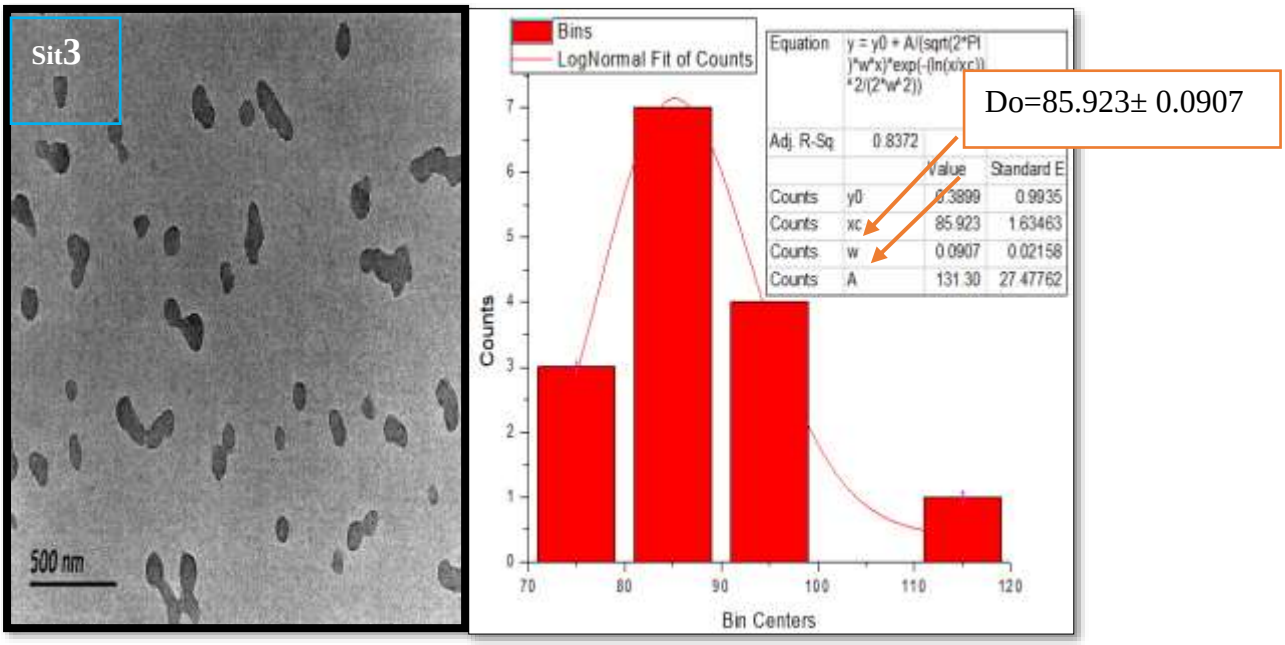
Pérez et al., (2021), en su trabajo determinó el volumen del extracto de hojas de *Eucalyptus globulus* sp para la síntesis de nanopartículas de Fe observándose que 15 mL de extracto fue la más óptima ya que la cantidad de nanopartículas se incrementó y presentaron formas esféricas y sus diámetros oscilaron entre 72,6 nm y 112 nm, siendo 93,1 nm el diámetro promedio. (p.93). En la **Figura 39** (p.66) se observa el histograma que utilizo para determinar el diámetro.

Figura 44

Imágenes obtenidas por Microscopía electrónica de transmisión TEM a una escala de magnificación de 500 nm en sitio 1,2,3 y 200 nm en sitio 4 con datas de imagen J y sus respectivos histogramas en origen pro8.






Sit3
500 nm
Bins
LogNormal Fit of Counts
Equation y = y0 + A/(sqrt(2*PI)*w*x)*exp(-(ln(x/xc))^2/(2*w^2))
Adj. R-Sq 0.8372
Value Standard E
Counts y0 0.3899 0.9935
Counts xc 85.923 1.63463
Counts w 0.0907 0.02158
Counts A 131.30 27.47762
Counts
Bin Centers
Do=85.923± 0.0907

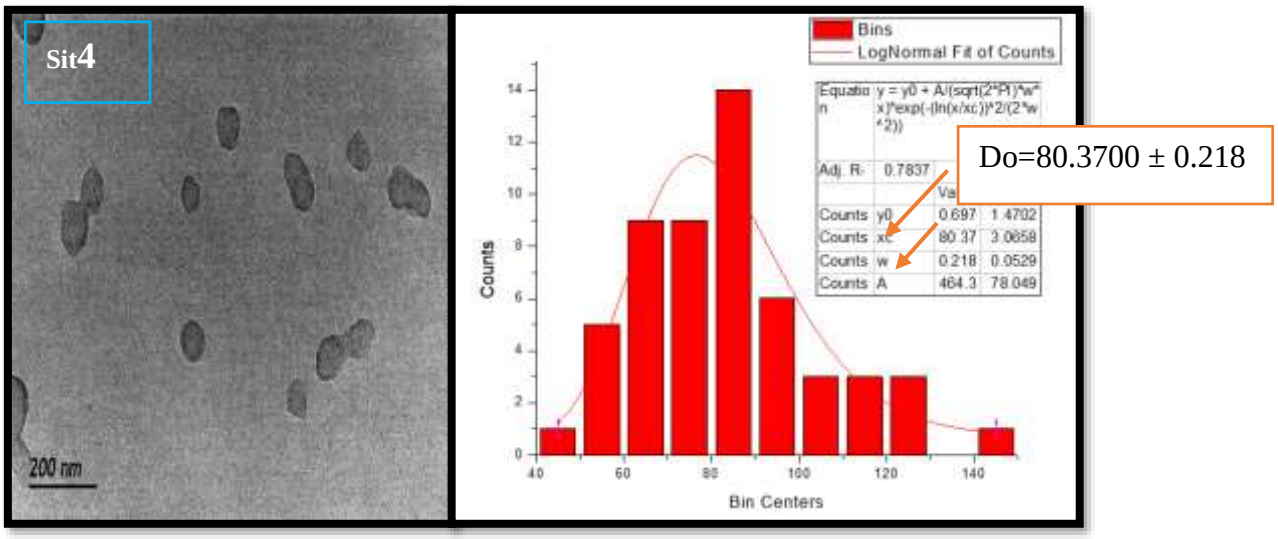
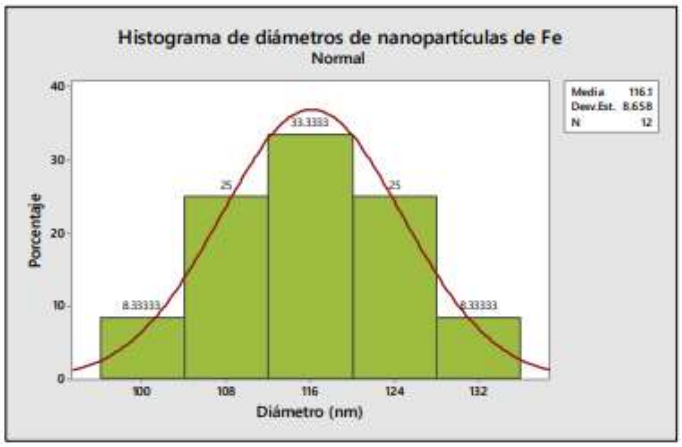

Sit4
200 nm
Bins
LogNormal Fit of Counts
Equation y = y0 + A/(sqrt(2*PI)*w*x)*exp(-(ln(x/xc))^2/(2*w^2))
Adj. R- 0.7837
Counts y0 0.697 1.4702
Counts xc 80.37 3.0858
Counts w 0.218 0.0529
Counts A 464.3 78.049
Counts
Bin Centers
Do=80.3700 ± 0.218

Figura 45

Imágenes Histograma del diámetro de las nanopartículas de óxido de hierro sintetizadas a partir de extracto de Eucalyptus globulus con un precursor de $FeCl_3$ 0,6 M, relación de volumen 1:3- Réplica III (Perez & Villalva, 2021).



En la **Tabla 9** se muestran los diámetros promedio, máximo y mínimo calculados con los programas OrigenPRO08 e Imagen J. Según los histogramas, los tamaños promedio de las partículas en los sitios son los siguientes: sitio 1: 85.554 nm, sitio 2: 69.0484 nm, sitio 3: 85.9234 nm, y sitio 4: 80.3700 nm. Los diámetros máximos promedio son 85.6600 nm, 69.1006 nm, 86.0141 nm y 80.5886 nm, mientras que los mínimos promedio son 85.4580 nm, 68.9962 nm, 85.8327 nm y 80.1514 nm. También se realizó el cálculo utilizando la ecuación mencionada en la sección experimental (p.47). En la **Tabla 10**, el diámetro máximo obtenido fue 84.765 nm, 68.859 nm, 77.8869 nm y 85.8125 nm, y la media fue 85.1566 nm, 68.9530 nm, 79.4330 nm y 85.5700 nm para los sitios 1, 2, 3 y 4, respectivamente. Con estos resultados, podemos concluir que nuestras nanopartículas tienen un tamaño grande. Además, los resultados obtenidos mediante la ecuación de desviación están próximos a los proporcionados por los programas. Sin embargo, los tamaños se encuentran dentro del parámetro de 10-100 nm, lo que indica que hubo un crecimiento considerable.

Tabla 10.

Determinación de diámetro de NPs de óxido de hierro II mediante el TEM y calculadas mediante el programa de Origin Pro8.

SITIO	Do (Promedio)	Σ	Dmax (nm)	Dmin(nm)
1	85.5540	±0.0960	85.6600	85.4580
2	69.0484	±0.0522	69.1006	68.9962
3	85.9234	±0.0907	86.0141	85.8327
4	80.3700	±0.2186	80.5886	80.1514

Tabla 11.

Determinación de diámetro de NPs de óxido de hierro II mediante el TEM y calculadas mediante ecuación de desviación.

SITIO	Do (Promedio)	Σ	Dmax (nm)	Dmedia(nm)
1	85.554	±0.0960	84.765	85.1566
2	69.0484	±0.0522	68.859	68.9530
3	85.9234	±0.0907	77.8869	79.4330
4	80.3700	±0.2186	85.8125	85.5700

Tabla 12.

Ecuación para determinar diámetro máximo y diámetro medio

D Max = $\boldsymbol{D_0 EXP(-\sigma^2)}$

D media = $\boldsymbol{D_0 EXP(-\sigma^2/2)}$

D Max: Diámetro máximo**.**

D media: Diámetro medio que es el centro de la distribución.

Tabla 13.

3.4.3. Difracción de Rayos X.

En la **Figura 40**, se muestra el difractograma del espectro de difracción de rayos X de las nanopartículas de FeO. El espectro presenta picos a 2θ = 42° y 43°, que se asocian con el hierro (Fe), así como picos entre 22° y 23°, que se relacionan con el oxígeno O_2, en wustita y goethita. Además, el difractograma revela varias fases cristalinas, incluyendo cúbica, espinela y hexagonal.

En el difractograma obtenido del sitio 3, se observan picos similares a los de la magnetita, localizados a 2θ = 64° y 71°. Esto sugiere la presencia de nanopartículas de magnetita junto con wustita.

Comparando con el espectro de referencia de Starbird et al. (2015), se reportaron picos que coinciden con valores para nanopartículas de hierro y óxido de hierro a 22°, 36°, 42°, 51°, 68° y 75°. Este hallazgo es relevante, ya que el óxido de hierro no siempre se reporta en estudios de FeO, pero su presencia puede indicar una formación compleja de fases.

Figura 46

Espectro de difracción de rayos X de las NPs- FeO. El espectro muestra picos bien en definidos de Fe a 2θ = 42°, 43 °, y oxígeno entre 22° a 23° Elaboracion propia.

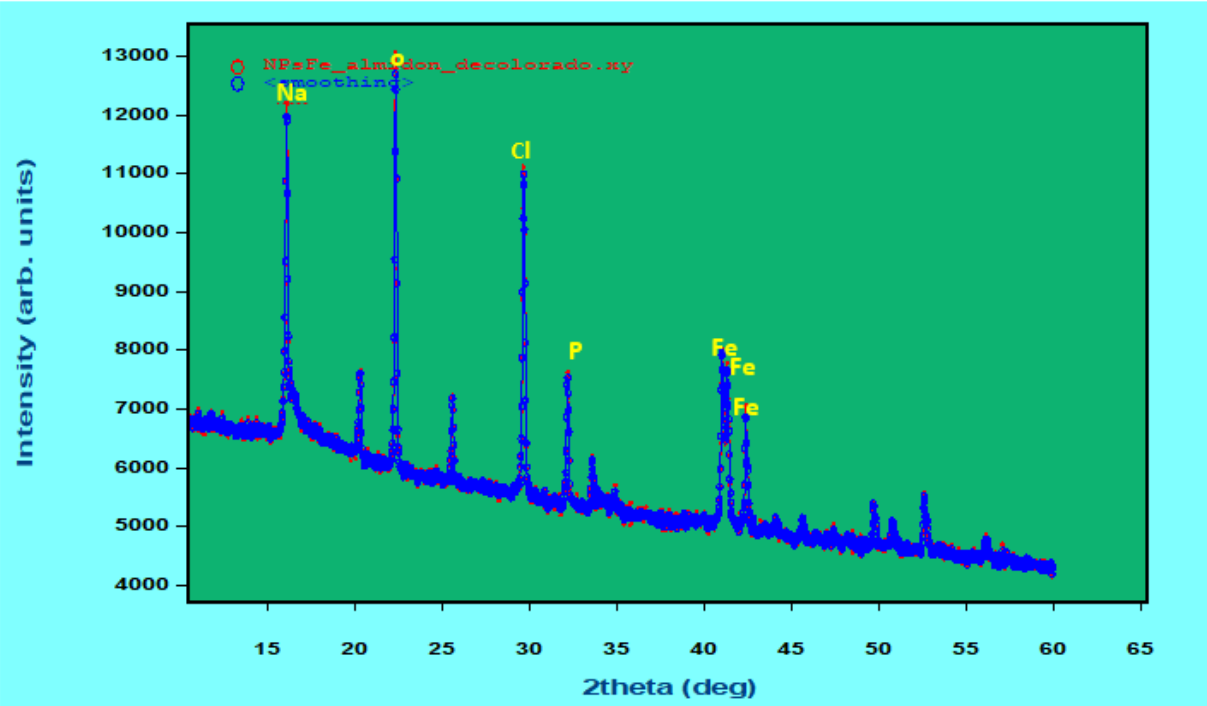


Figura 47

Figura 48

Difraccion de rayos X de (a) NPs Fe y b) NPs de óxido de hierro.

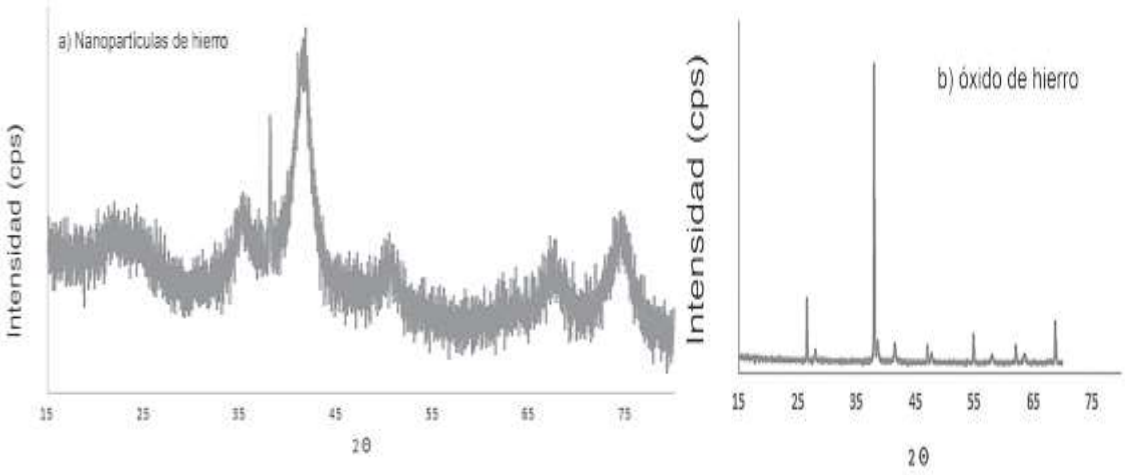


Figura 49

Figura 50

Figura 51

Figura 52

Figura 53

Figura 54

Figura 55

Nota. Difraccion de rayos X de (a) NPs Fe y b) NPs de óxido de hierro (Starbird & Montero, 2015).

CONCLUSIONES

1. Se concluye que la obtención de los extractos hidroetanólico y acuoso fue eficiente, con una mayor eficacia el hidroetanólico en la extracción de metabolitos.

2. La síntesis de nanopartículas (NPs) de óxido de hierro (II) fue exitosa gracias a las propiedades reductoras del extracto hidroetanólico, lo que permitió obtener NPs con un rendimiento del 7.39%. Este resultado indica que el extracto hidroetanólico es un agente reductor efectivo para la síntesis de NPs de óxido de hierro (II).

3. Las caracterizaciones espectroscópicas por UV-Vis confirman la presencia de un plasmón superficial característico de nanopartículas de óxido de hierro (II), con picos de absorción en las longitudes de onda aproximadas de 520 y 550 nm.

El análisis FTIR-ATR reveló una banda a 400.01 cm^{-1}, característico de enlaces Fe-O, lo cual refuerzan la identificación de óxido de hierro (II) en las nanopartículas.

El análisis SEM reveló una morfología polimorfa predominante en forma de bastones, característica de las nanopartículas de hierro. sin embargo, el análisis por TEM determino nanopartículas de tamaño promedio de 85.5540, 69.0484, 85.9234 y 80.3700 nm, respectivamente y con morfología esféricas e hilo. Esto indica que las nanopartículas son relativamente grandes, aunque se mantienen dentro del rango esperado de 1-100 nm.

Finalmente, el análisis de DRX identificó picos de Fe a 42° y 43°, así como la presencia de oxígeno en el rango de 22° a 23°, lo que se aprecia también varias fases cristalinas.

RECOMENDACIONES

Primero: Para asegurar la calidad y precisión de los resultados, es crucial garantizar la frescura de la planta mediante técnicas de conservación adecuadas. Posteriormente, se recomienda realizar un análisis cromatográfico HPLC para determinar con precisión la cantidad exacta de cada metabolito secundario presente en el extracto. Esto permitirá identificar y cuantificar los compuestos de interés con mayor exactitud.

Segundo: Para minimizar el impacto ambiental y garantizar la estabilidad de las nanopartículas, se sugiere emplear un agente estabilizante respetuoso con el medio ambiente, como el carbón activado, chako u otros materiales afines. Estos agentes contribuyen a preservar la estabilidad de las nanopartículas durante su obtención.

Tercero: se recomienda realizar un lavado exhaustivo de las nanopartículas para eliminar el cloruro y otras impurezas.(Avilés & Mendieta, 2017) (Fraile, 2016) (Serpa Guerra et al., 2016) (Labicer, 2024)

.

BIBLIOGRAFÍA

Abdullah, J. A. A., Guerrero Conejo, A. F., & Romero García, A. (2020, abril). *Desarrollo de nanopartículas de óxidos metálicos mediante síntesis verde con extracto de hojas de phenix dactylifera L y evaluación de su aplicación en matrices biopoliméricas*. https://doi.org/10.17993/IngyTec.2020.61

Acevedo, D., Ossa, C. P., & Torres, A. M. (2023). Evaluación de protocolos de síntesis de nanopartículas de cobre u óxidos de cobre. *Ingeniería*, *28*(2), Article 2. https://doi.org/10.14483/23448393.19067

Ahire, S. A., Bachhav, A. A., Pawar, T. B., Jagdale, B. S., Patil, A. V., & Koli, P. B. (2022). The Augmentation of nanotechnology era: A concise review on fundamental concepts of nanotechnology and applications in material science and technology. *Results in Chemistry*, *4*, 100633. https://doi.org/10.1016/j.rechem.2022.100633

Alcantara, E. M. (2019). *Efecto del tiempo de síntesis por Co-precipitación en el tamaño y magnetismo de las nanopartículas de magnetita* [Universidad Nacional de Trujillo.]. http://dspace.unitru.edu.pe/handle/UNITRU/11711

Alvear, D., Galeas, S., & Guerrero, V. H. (2017, julio). Síntesis y Caracterización de Nanopartículas de Magnetita. *Revista Politécnica*, *39*(2), 61-66. http://scielo.senescyt.gob.ec/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S1390-01292017000200061&lng=es&nrm=iso&tlng=es

Aparicio Ceja, M. E., & Carbajal Arizaga, G. G. (2015). Utilidad de la difracción de rayos x en las nanociencias. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología*, *3*(2). https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2010.2.52223

Aparicio, M. E., Carbajal Arizaga, G. G., Aparicio Ceja, M. E., & Carbajal Arizaga, G. G. (2010). Utilidad de la difracción de rayos x en las nanociencias. *Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología*, *3*(2), 62-72.

http://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_abstract&pid=S2448-56912010000200062&lng=es&nrm=iso&tlng=es

Aulet, A., Domenech, L., Romay, C., Dalchiele, E., Cetrangolo, G., Morquio, A., & Sabalsagaray, S. (2016, mayo 24). Estudios morfológicos y físico-mecánicos de morteros de cal del patrimonio arquitectónico. *Digital Book of Articles Rehabend 2016 CONSTRUCTION PATHOLOGY, REHABILITATION TECHNOLOGY AND HERITAGE MANAGEMENT*. https://www.researchgate.net/publication/304011948_Estudios_morfologicos_y_fisico-mecanicos_de_morteros_de_cal_del_patrimonio_arquitectonico

Avilés, C. E. A., & Mendieta, C. S. G. (2017). *Síntesis de nanopartículas de hierro cerovalente a partir de extractos frutales con propiedades reductoras. "Prunusserotina subsp". Capulí y "Diospyrosdigyna".*

Bachheti, R. k. (2015). *Chemical composition and antibacterial activity of the essential oil from the leaves of Eucalyptus Globulus collected from Haramaya University, Ethiopia*.

Beiroa, P. C. (2015). *Síntesis de nanopartículas con propiedades adsorbentes mediante métodos de química sostenible*.

Benzaquén, T., Cararro, P., & Eimer, G. (2020). Utilización de cáscara de arroz como fuente de sílice para la síntesis de materiales mesoporosos y su aplicación en la degradación de diferentes compuestos orgánicos. *Revista Tecnología y Ciencia*, 1-10. https://doi.org/10.33414/rtyc.37.1-10.2020

Cáceres Wenzel, M. I. (2018). *Efectos tóxicos de nanopartículas de óxidos de hierro en Eisenia andrei y sus implicancias ecotoxicológicas*.

Callister, W. D., & Rethwisch, D. G. (2019). *Ciencia e ingeniería de materiales*. Reverte.

Cárdenas Flechas, L. J. (2022). *Síntesis y caracterización de nanoestructuras de Co3O4 dopadas con Ni para aplicación en detección de gases* [Trabajo de grado - Doctorado, Universidad Nacional de Colombia]. https://repositorio.unal.edu.co/handle/unal/82901

Carrá, M., Fagali, N. S., & Fernández, M. (2019). *Síntesis de bio-nanopartículas a base de óxido de hierro mediante tecnologías eco compatibles.* 843-846. http://sedici.unlp.edu.ar/bitstream/handle/10915/76018/Documento_completo.pdf-PDFA.pdf?sequence=1&isAllowed=y

Cornejo, L. (2015). *Métodos de síntesis de las nano partículas*. Nuevas Tecnologías y Materiales. https://nuevastecnologiasymateriales.com/metodos-de-sintesis-de-las-nano-particulas/

Cuenca, A. Z. (2022). *Síntesis y caracterización de nanopartículas de hierro-zinc obtenidas por un proceso verde.* [Tecnológico de estudios superiores de Tianguistenco división de ingeniería industrial.]. http://rinacional.tecnm.mx/bitstream/tecnm/4917/1/s%c3%8dntesis%20y%20caracterizaci%c3%93n%20de%20nanopart%c3%8dculas%20de%20hierro-zinc%20obtenidas%20por%20un%20proceso%20verde.pdf

Duque, J. S., Osorio, G., Cuenca, J. P., & Riascos, H. (2015). *Análisis UV-Vis de nanopartículas metálicas crecidas en ambiente líquido mediante PLD*. *47*.

Ealia, S. A. M., & Saravanakumar, M. P. (2017). A review on the classification, characterisation, synthesis of nanoparticles and their application. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, *263*(3), 032019. https://doi.org/10.1088/1757-899X/263/3/032019

Ferro, J. D. (2020). *Síntesis verde de nanopartículas de hierro cero valente para la remoción de cadmio, cromo y arsénico en solución*. https://repositorio.uniandes.edu.co/handle/1992/50941

Flores, D. (2018). *Síntesis y caracterización de nanopartículas de magnetita recubiertas para aplicaciones biomédicas*. http://ri.uaemex.mx/handle/20.500.11799/94969

Fraile, M. C. (2016). *Estudio de las interacciones entre nanopartículas de metales nobles y ADN*.

García, I. N. (2015). *Síntesis verde de nanopartículas para la eliminación de colorantes en medios acuosos*.

Ghasemi, E., & Kaykhaii, M. (2017). Determination of Zinc, Copper, and Mercury in Water Samples by Using Novel Micro Cloud Point Extraction and UV-Vis Spectrophotometry. *Eurasian Journal of Analytical Chemistry*, *12*, 313. https://doi.org/10.12973/ejac.2017.00172a

Gregorio, K. M., Rivera-Salinas, J. E., Saade, H., López-Campos, R. G., Martínez-Hernández, J. L., & Ilina, A. (2012). *Las nanopartículas magnéticas y sus múltiples aplicaciones*.

Guerrero, S. E., Benitez, R. B., Villa, R. A. S., & Corredor, J. A. G. (2021). Síntesis de nanopartículas de óxido de hierro usando extracto acuoso de Eucalyptus grandis. *DYNA*, *88*(216), 220-226. https://doi.org/10.15446/dyna.v88n216.89031

Labicer. (2024). *Espectrofotómetro uv/vis*. https://labicer.uni.edu.pe/index.php/nuestros-equipos/espectrofotometro-uvvis

Lárez, C., Koteich, S., & López, F. (2015). *Nanopartículas: Fundamentos y aplicaciones*.

Liu, M., Tan, H., & He, X. (2019). Effects of nano-SiO2 on early strength and microstructure of steam-cured high volume fly ash cement system. *Construction and Building Materials*, *194*, 350-359. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2018.10.214

López, A. (2018). *Síntesis y funcionalización de nanopartículas magnéticas*. https://digibuo.uniovi.es/dspace/handle/10651/47759

Mantuano, M. O. M., Jiménez, K. X. B., Fiallo, S. F. A., Rosado, Á. R. H., & Robles, D. V. A. (2020). Biosíntesis de nanopartículas de hierro (Fe3O4) en la remediación de aguas

contaminadas. *Universidad Ciencia y Tecnología*, *24*(96), Article 96. https://uctunexpo.autanabooks.com/index.php/uct/article/view/262

Martinez, M. (2017). *Desarrollo de materiales híbridos para la eliminación de arsénico de medios acuosos*.

Mendoza, S. M. (2018). Nanociencia y nanotecnología en carreras de ingeniería. *Revista Educación en Ingeniería*, *13*(25), 117. https://doi.org/10.26507/rei.v13n25.872

Microscopía Electrónica de Transmisión (TEM)—Universidad de Almería. (2022). https://www.ual.es/universidad/serviciosgenerales/stecnicos/microscopia/microscopia-electronica-de-transmision

Monge, M. (2009). *Nanopartículas de plata: Métodos de síntesis en disolución y propiedades bactericidas*. file:///C:/Users/user/Downloads/1614-Texto%20del%20art%C3%ADculo-5511-1-10-20201209.pdf

Muñóz, R. A. E. (2022). La microscopia electrónica de barrido en la caracterización de materiales. *+Ciencia*, *30*, Article 30. https://revistas.anahuac.mx/index.php/masciencia/article/view/1492

Novelles, M. del C. T., Ortega, A. R., & Pérez, O. P. (2019). Las nanopartículas a partir de plantas como base para el diseño de nuevos antimicrobianos. *Revista Cubana de Farmacia*, *51*(4), Article 4. https://revfarmacia.sld.cu/index.php/far/article/view/263

Önal, E. S., Yatkın, T., Aslanov, T., Ergüt, M., & Özer, A. (2019). Biosynthesis and Characterization of Iron Nanoparticles for Effective Adsorption of Cr(VI). *International Journal of Chemical Engineering*, *2019*, e2716423. https://doi.org/10.1155/2019/2716423

Osorio, A. M., Cornejo, O. A., Oliveira, J. F. de, Polo, M. I., Zegarra, J. L., Ninan, E. O., & Blas, F. (2022). *Del Mundo Macro Al Mundo Nano* (Osorio, Ana Maria, Vol. 1). https://www.calameo.com/read/007260814f7333d36111b

Palomares, E. (2022). *Síntesis verde de compuesto de nano partículas de hierro-cobre.* [Tecnológico nacional de México tecnológico de estudios superiores de Tianguistenco división de ingeniería industrial.]. https://rinacional.tecnm.mx/jspui/handle/TecNM/4921

Partridge, S. C., Kurland, B. F., Liu, C.-L., Ho, R. J. Y., & Ruddell, A. (2015). Tumor-induced lymph node alterations detected by MRI lymphography using gadolinium nanoparticles. *Scientific Reports*, *5*, 15641. https://doi.org/10.1038/srep15641

Pérez, J. (2015). *Síntesis y caracterización de nanopartículas magnéticas basadas en compuestos de Hierro* [Universidad de Cantabria, facultad de ciencias]. https://repositorio.unican.es/xmlui/handle/10902/7112

Perez, L. D., & Villalva, Y. M. L. (2021). *Síntesis y caracterización de las nanopartículas de hierro con extracto de hojas del Eucalyptus globulus sp.* [Universidad Nacional Del Centro Del Perú]. https://repositorio.uncp.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12894/7922/T010_70557148_T.pdf?sequence=3&isAllowed=y

Quintero, A., Ayala, C., Gallignani, M., Quiroz, C., Brunetto, M., & Delgado, Y. (2016). Determinación de fosfatos en fertilizantes mediante espectroscopia en el infrarrojo medio por transformadas de Fourier en modo Reflectancia Total Atenuada. *Avances en Química*, 99-104. https://www.redalyc.org/pdf/933/93349879001.pdf

Requejo, K. I. (2011). ¿Al fin nanopartículas de óxido de hierro estables en el cuerpo humano? *Revista de Química*, *25*(1-2), 24-26. https://revistas.pucp.edu.pe/index.php/quimica/article/view/4602

Robles, D. P., Rodríguez Pardo, N., Pataquiva-Mateus, A., Robles Ardila, D. P., Rodríguez Pardo, N., & Pataquiva-Mateus, A. (2019). Síntesis de nanopartículas de magnetita a partir del extracto de cáscara de papaya para la degradación de colorantes azoicos en

soluciones acuosas. *Ingeniare. Revista chilena de ingeniería*, *27*(3), 431-442. https://doi.org/10.4067/S0718-33052019000300431

Sánchez, E., Vizcaino, G., Mejía, F., & Cipriani, I. (2018). Análisis mineralógico y multielemental de la ceniza volcánica, producto de la erupción del Cotopaxi en 2015, por difracción de rayos X (XRD) y espectrometría de masas con plasma acoplado inductivamente (ICP-MS) y sus posibles aplicaciones e impactos. *infoANALÍTICA*, *6*(1), 9-23. https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=7113386

Serpa Guerra, A. M., Vélez Acosta, L. M., Barajas Gamboa, J. A., Castro Herazo, C. I., & Gallego, R. Z. (2016). Compuestos de hierro para la fortificaciónde alimentos: El desarrollo de una estrategia nutricional indispensable para países en vía de desarrollo. - Una revisión. *Acta Agronómica*, *65*(4), 340-353. https://doi.org/10.15446/acag.v65n4.50327

Shi, J., Kantoff, P. W., Wooster, R., & Farokhzad, O. C. (2017). Cancer nanomedicine: Progress, challenges and opportunities. *Nature Reviews. Cancer*, *17*(1), 20-37. https://doi.org/10.1038/nrc.2016.108

Starbird, R., & Montero, V. (2015). Síntesis de nanopartículas magnéticas de óxido de hierro para la remoción de arsénico del agua de consumo humano. *Revista Tecnología en Marcha*, *28*(3), 45. https://doi.org/10.18845/tm.v28i3.2410

Trotta, F., & Mele, A. (2019). *Nanosponges: Synthesis and Applications*. https://doi.org/10.31260/RepertMedCir.v27.n2.2018.191

Valenzuela, H. M., Ortega, P. G. V., Zazueta-Alvarez, D. E., López-Miranda, J., & Rojas-Contreras, J. A. (2023). Síntesis verde de nanopartículas de magnetita (NPs-Fe3O4): Factores y limitaciones. *Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología*, *16*(30), Article 30. https://doi.org/10.22201/ceiich.24485691e.2023.30.69744

Velandia, F., & Hurtado, M. (2017). Difracción de rayos X: Un mundo de aplicaciones por descubrir. *Ingeciencia*, *2*(2), Article 2. https://editorial.ucentral.edu.co/ojs_uc/index.php/Ingeciencia/article/view/2685

Villamor, E. J. (2020). *Impacto medioambiental del uso de nanopartículas*. https://idus.us.es/handle/11441/103533

Wang, L., Hu, C., & Shao, L. (2017). The antimicrobial activity of nanoparticles: Present situation and prospects for the future. *International Journal of Nanomedicine*, *12*, 1227-1249. https://doi.org/10.2147/IJN.S121956

Yachachin, S. (2013). *"CARACTERIZACIÓN FISICOQUÍMICA DEL EXTRACTO ESPECTORANTE DE AJO (Allium sativum L.), KIÓN (Zingiber officinale L.), EUCALIPTO (Eucaliptus globulus L.) Y LINAZA (Linum usitatissimum L.)"* [Nacional del Centro del Perú]. https://repositorio.uncp.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12894/1969/Yachachin%20Espinoza.pdf?sequence=1&isAllowed=y

ANEXOS

Anexo 1 Zona de muestreo de distrito de Chincheros – comunidad de Simataucca

Anexo 2: *(a) y (b) molienda de hojas de Eucaliptus globulus*.

(a)

(b)

Anexo 3. *Reactivos para identificación de los metabolitos*

Anexo 4: (a) y (b) Extracción del extracto hidroetanólico.

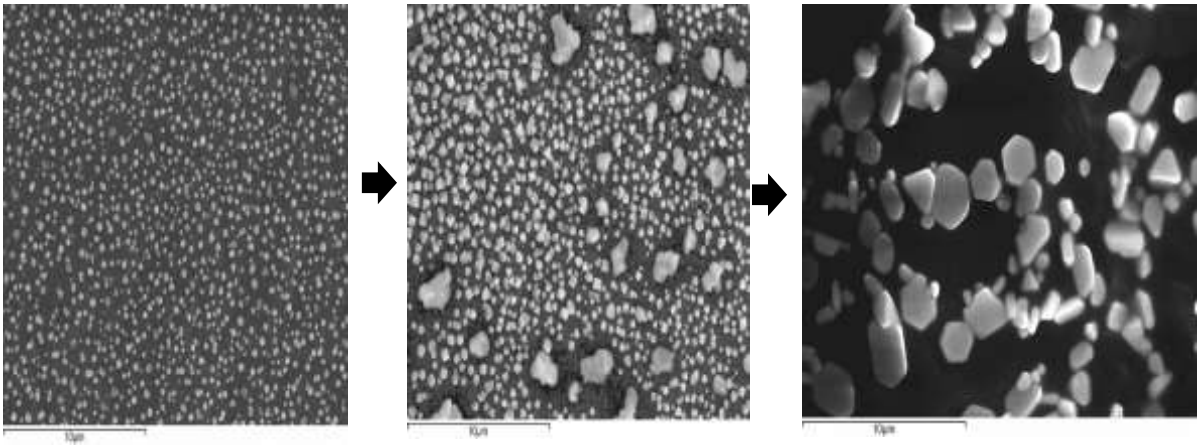
(a)

(b)

Anexo 5: (a) y (b) caracterización en SEM Y TEM

(a) **(b)**

Anexo 6: Muestras de pruebas de la obtención nanopartículas



12 min 13 min 15 min

Anexo 7

Cálculos del rendimiento.

Se tomo 10 mL de $FeCl_3.6H_2O$ 0.1M

Asumiendo rendimiento del 100%

Fe 3+ ⟶ NpFe

Mt	0,27922 gr Fe
#atm	4,29556 atm Fe
Mexp:?	

Se tomo 10 mL de $FeCl_3.6H_2O$ 0.1M

Xg de $FeCl.6H_2O$ hay en 10 mL de $FeCl_3.6H_2O$ 0.1M

Xgr = 0,01 x 270,29 x 0,1

Xgr = 0,27029 gr

Si en 270,29 gr $FeCl_3.6H_2O$ ⟶ 55,845 gr/mol Fe

0,27029 gr $FeCl_3.6H_2O$ ⟶ Y

⟹ Y = 0,055845 gr Fe

atm Fe = 0,055845 gr Fe x $\frac{1mol}{55,845\ gr}$ x $\frac{6,022x10^{23}\ atm\ Fe}{1mol}$

atm Fe= 6,022 x 10^{20}atm Fe

X_T obtenido =10 m sal + 10 mL eHe

=20mL slc

Para EDX – SEM se toma 2 µL de sLc que viene a ser el V

Con esas premisas se puede calcular los gr de Fe.

⟹ Necesitamos saber PFe

$P_{Fe} = 7,844\ \frac{g}{mL}$

$m_{Fe} = 7,844\ \frac{g}{mL} * 2\ \mu L\ *\ \frac{1mL}{1000\mu L}$

m_{Fe} = 0,015688 g Fe ⟶ 100 %

X ⟶ 26,29%

$$X = \frac{26{,}29\% * 0{,}015688 grFe}{100\%}$$

X = 0,0041243752 gr en 2 µL

¿Por consiguiente, en 20 mL cuantos mL de Fe habrá?

0,0041243752 gr ⟶ 0,002 mL

Y ⟶ 20mL

Y = 0,0041243752 gr

en 20 mL, se tendrá 0,0041243752 gr de Fe.

$$\% R = \frac{mR}{mT} * 100$$

$$\% R = \frac{0{,}0041243752}{0{,}055845} * 100$$

% R = 7,38539 %

% R = 7,39 %