



UNIVERSIDAD ECCI

FACULTAD DE INGENIERÍA

PROGRAMA ACADÉMICO DE INGENIERÍA QUÍMICA

Síntesis de Nanopartículas de Óxido de Zinc a través de Coprecipitación en Metanol

TESIS

Para optar el título de Tecnología en Procesos Químicos Industriales

AUTOR(ES)

López Zapata, Laura Nicole

Mazonas Vanegas, Rosa Valentina

Romero Rodríguez, Brenda Yineth

TUTORA

León Molina, Helia Bibiana

Bogotá D.C, 5 de Julio del 2023

DEDICATORIA

Le dedicamos este trabajo a nuestras familias. Principalmente, a nuestras madres, quienes nos apoyaron, acompañaron durante todo el proceso de realización de la tesis; por ser un ejemplo a seguir y nunca desistir a sus sueños.

AGRADECIMIENTOS

Para iniciar queremos agradecerle a la ingeniera Helia Bibiana León por su acompañamiento y tutoría en la realización de este proyecto.

Agradecemos a la universidad ECCI por el financiamiento otorgado al proyecto IN-S007-2022-1 financiado en la Convocatoria 007–2022 de Semilleros de Investigación y permitirnos realizar todo este proceso práctico.

Así mismo, agradecemos al laboratorio y sus laboratoristas que nos brindaron las herramientas necesarias para culminar este proyecto.

Contenido

1. Introducción.....	8
2. Planteamiento de Problema	8
3. Justificación.....	10
4. Objetivos.....	10
4.1. Objetivo general	10
4.2. Objetivos Específicos.....	10
5. Marco teórico.....	10
5.1. Los Polímeros como Contaminantes.....	10
5.2. Polímeros convencionales	11
5.2.1. Según su origen.....	11
5.2.2. Según su respuesta termo-mecánica	12
5.3. Polímeros Biodegradables.....	12
5.4. Nanotecnología.....	13
5.4.1. Aplicaciones de la nanotecnología:	13
5.5. Nanopartículas.....	16
5.5.1. Tipos de nanopartículas:	17
5.6. Óxido de zinc	17
5.7. Técnicas de síntesis	18
5.7.1. Coprecipitación en metanol:	18
5.7.2. Proceso Sol-gel:	19
5.8. Técnicas para la caracterización de nanopartículas.....	20
5.8.1. SEM:	20
5.8.2. TEM:.....	21
5.8.3. Espectroscopía Infrarroja:.....	22
5.8.4. ImageJ:.....	22
6. Estado del arte	23
7. Parte experimental	25
7.1. Materiales y equipos.....	26

7.2.	Procedimientos	27
7.2.1.	Preparación de la solución madre	28
7.2.2.	Solución de acetato de zinc en metanol	28
7.2.3.	Coprecipitación en metanol	29
7.2.4.	Lavados	29
7.2.5.	Preparación de la muestra para la caracterización morfológica.....	30
7.2.6.	Caracterización Química.....	30
8.	Resultados y discusión.....	31
8.1.	Nanopartículas obtenidas	31
8.2.	Gráficas variación de pH respecto al volumen de metóxido agregado	31
8.3.	Morfología y tamaño.....	32
8.4.	Caracterización Química	36
8.5.	Distribución de tamaño de las partículas y comparación con el modelo teórico.	37
9.	Conclusiones.....	38
10.	Referencias.....	39

Tabla de figuras

Figura 1: “¿Dónde Están las 7 Superislas de Plástico que Flotan en los Mares de la Tierra?”	11
Figura 2: Unidad repetitiva del polipropileno	12
Figura 3: Estructura química del almidón	13
Figura 4: Industria textil colombiana	13
Figura 5: Componentes electrónicos	14
Figura 6: Producción automotriz	14
Figura 7: Implementos deportivos	14
Figura 8: Salud pública y medicina	15
Figura 9: Energía renovable	15
Figura 10: Limpieza ambiental	15
Figura 11: Industria farmacéutica	16
Figura 12: Industria eléctrica	16
Figura 13: Estructura cristalina hexagonal del Óxido de Zinc	17
Figura 14: Montaje síntesis de nanopartículas por medio del método de coprecipitación en metanol	19
Figura 15: Proceso Sol - gel	19
Figura 16: Microscopio electrónico de barrido	20
Figura 17: Microscopio electrónico de barrido	21
Figura 18: Microscopio electrónico de transmisión	21
Figura 19: Funcionamiento SEM	22
Figura 20: Infrarrojo	22
Figura 21: Diagrama de predominancia para ZnO de diferente radio de partícula en la escala nanométrica (sólido). Trayectoria estimada durante las condiciones de reacción. Fuente: “Theoretical and Experimental Approach to the Production of ZnO Nanoparticles by Controlled Precipitation Method in Methanol” (O. Suarez y H. León., 2021)	25
Figura 22: Etapas del desarrollo del Proyecto. Fuente: Elaboración propia	27
Figura 23: Montaje para la síntesis de ZnO. Fuente: Elaboración propia	29
Figura 24: Nanopartículas de Óxido de Zinc obtenidas. a) Reacción 1, b) Reacción 2, c) Reacción 3, d) Reacción 4, e) Reacción 5, f) Reacción 6, g) Reacción 7. Fuente: Elaboración propia	31
Figura 25: Relación entre el pH y el Volumen - reacción 1 a la 7. Fuente: Elaboración propia	32
Figura 26: Imágenes obtenidas de la reacción 3 luego del SEM a diferentes condiciones. a) Agitado en ultraturrax durante 7 min. 5000X, b) Agitado en ultraturrax durante 5 min. 10000X, c) Agitado en plancha durante 10 min. 5000X, d) Tomada directamente del vaso	33
Figura 27: Imágenes obtenidas de la reacción 4 luego del SEM a diferentes condiciones. a) Agitado en ultraturrax durante 7 min. 10000X, b) Agitado en ultraturrax durante 5 min. 2000X; c) Agitado en plancha durante 10 min. 6000X; d) Tomada directamente del vaso. Fuente: Elaboración propia	34
Figura 28: Micrografías de TEM obtenidas para las nanopartículas 100 nm. Fuente: Elaboración propia	35

Figura 29: Espectrograma de infrarrojo de muestras Óxido de Zinc. Azul: Muestra obtenida de la síntesis, Negro: Óxido de Zinc estándar. Fuente: Elaboración propia..... 36

Figura 30: Distribución del tamaño de las partículas obtenidas. Fuente: Elaboración propia..... 37

Síntesis de Nanopartículas de Óxido de Zinc a través de Coprecipitación en Metanol

1. Introducción

La nanotecnología es un área del conocimiento que estudia la materia a una escala de orden de 10-9 metros; esta materia a nano-escala comprende diversas propiedades fisicoquímicas permitiendo elaborar estructuras y materiales nuevos a través de las llamadas nanopartículas, tendencia que ha generado avances científicos [1]. Las nanopartículas actualmente constituyen un foco importante de investigación, debido a que tienen diversas aplicaciones, cada una con el objetivo de desarrollar herramientas innovadoras y materiales para la industria química, entre otras [2].

En los últimos años las nanopartículas de Óxido de Zinc (ZnO) han tenido un elevado crecimiento en la industria, debido a sus características físicas y químicas que aportan propiedades antimicrobianas y fungicidas, entre otras [3]; por este motivo ha sido de gran importancia el desarrollo de métodos de obtener estas.

En el presente proyecto se trabajó la síntesis de nanopartículas de ZnO utilizando la técnica de coprecipitación controlada en metanol (CH₃OH) variando la concentración en sus reactivos y las condiciones de reacción, la metodología se escogió debido a que esta se acoplaba la infraestructura del laboratorio donde se desarrolló el proyecto, además de ser un proceso sencillo y escalable. Se toman muestras del producto final de las diferentes reacciones y se caracterizaron morfológicamente a través de microscopía óptica, microscopía electrónica de barrido (SEM) y de microscopía electrónica de transmisión (TEM) donde finalmente se hace el análisis de las partículas, determinando la influencia de las condiciones de reacción sobre la morfología. Este proyecto aporta conocimiento en métodos experimentales de laboratorio para la purificación del producto final y preparación de muestras para las técnicas de caracterización. Paralelamente se obtuvieron datos en cuanto a variación del pH a lo largo de las reacciones, morfologías y tamaños de las nanopartículas obtenidas durante el proyecto para la validación del modelo. Adicionalmente las nanopartículas obtenidas en el presente proyecto se aplicarán para modificar las propiedades de materiales en futuros desarrollos del Semillero de Investigación en Materiales Poliméricos (SIMP) de la Universidad ECCI [4].

2. Planteamiento de Problema

La contaminación de residuos poliméricos ha sido un problema que ha evolucionado a medida que pasa el tiempo, es de conocimiento general que este corresponde a uno de los principales problemas medioambientales que existen actualmente. La cantidad de desechos plásticos que se vierten en los océanos cada año se aproximan a los 8 millones de toneladas, dando a entender que las fuentes hídricas son las que más se han visto afectadas debido a esta contaminación [5]. La ONG Greenpeace comenta que anualmente por cada colombiano se generan 24 kilos de plástico; en comparación con Chile con 12 kg, Argentina con 11,5 kg y Brasil 8,4 kg, Colombia genera más del doble de estos [6]. Esta problemática ha aumentado debido al uso excesivo de polímeros de un solo uso como lo son: las bolsas,

los empaques de alimentos, el icopor, los films, entre otros, tomando en cuenta que el 91% de los polímeros generados no llegan reciclarse o tener una buena disposición final [7].

Los polímeros termoplásticos generalmente no son tratados de la forma correcta en su disposición final, estos tienden a descomponerse aproximadamente entre 10 a 100 años dependiendo de las condiciones ambientales; transfiriendo sustancias y/o vapores tóxicos, contaminando las aguas y el suelo produciendo un aumento en la mortalidad de seres vivos [8]. Teniendo en cuenta que los polímeros sintéticos tienen la cualidad de durabilidad se convierte en un inconveniente debido a la permanencia en el medio ambiente por tiempos muy largos ocupando un importante volumen en los vertederos donde se deposita finalmente la basura [9].

Para resolver esta problemática ambiental se han planteado diversas soluciones como por ejemplo la modificación química de polímeros convencionales para hacerlos biodegradables, el uso de aditivos prooxidantes o el uso de polímeros biodegradables conocidos tales como el almidón, el poliácido láctico, la policaprolactona, etc. [10].

Lamentablemente, los polímeros biodegradables mencionados anteriormente, poseen propiedades mecánicas, térmicas, de barrera, entre otras, que están por debajo de las de los polímeros empleados actualmente para diversas aplicaciones. La sustitución de estos polímeros no biodegradables por materiales más sostenibles con el medio ambiente requiere mejorar sus propiedades. Para esto se proponen nuevas formulaciones de polímeros con aditivos que mejoren sus condiciones para posibles aplicaciones. Por ejemplo, el almidón es un polímero de origen natural y fácil consecución a partir de diferentes fuentes, biodegradable, frágil, quebradizo, higroscópico y que puede ser atacado por microorganismos. Para su uso es necesario mejorar sus propiedades a través de aditivos que así lo permitan [11].

Actualmente el grupo de investigación SIMP se encuentra trabajando en la producción de ZnO nanoestructurado con el objetivo de usarlo como aditivo antimicrobiano en almidón gelatinizado o plastificado. En un proyecto previo (Suarez & León-Molina, 2021) se planteó un modelo teórico para predecir el tamaño de las partículas del material nanoestructurado. En dicho trabajo se propuso un modelo matemático que predice que la ruta de síntesis empleada limita el tamaño de las partículas a unos 20 nm, sin embargo, se predice que al modificar la composición de la mezcla reactiva se puede tener control sobre el tamaño de las nanopartículas. Para continuar con la validación del modelo matemático obtenido es necesario realizar la síntesis por coprecipitación del ZnO variando las condiciones de reacción y de esta manera obtener los datos requeridos, así como las muestras que permitan la caracterización. En el presente trabajo, se obtendrán las partículas de ZnO a través de coprecipitación variando las condiciones de la reacción y realizando seguimiento al cambio de pH en la reacción, así como la caracterización morfológica preliminar de las partículas con la finalidad de obtener datos que permitirán la validación del modelo matemático [4].

3. Justificación

En la actualidad los materiales poliméricos convencionales están en tela de juicio debido a las consecuencias que ha traído su uso para el medio ambiente. Sin embargo, estos materiales son difíciles de sustituir, debido al rango de propiedades que poseen, que los hacen ideales para aplicaciones tales como materiales de empaque. A nivel mundial se ha conocido que la situación de contaminación por polímeros ha sido dramática, teniendo en cuenta que la producción en el año 2015 llegó a los 310 millones de toneladas alrededor del mundo [12]. Con la finalidad de superar la situación, se han propuesto diversas soluciones, entre ellas la posibilidad de usar polímeros biodegradables para sustituir los polímeros producidos a partir de petroquímicos que están afectando los ecosistemas. Sin embargo, estos materiales no poseen todas las propiedades requeridas para sustituir los materiales convencionales, abriendo campos de investigación orientados a la obtención de nuevos materiales y formulaciones con propiedades mejoradas [9]. Uno de los aditivos que se ha empleado para estabilizar los polímeros biodegradables frente a microorganismos es el óxido de zinc. El SIMP ha trabajado con anterioridad la síntesis de ZnO como aditivo para películas biodegradables de almidón, con la finalidad de controlar la acción de microorganismos sobre las películas, sin embargo, se hace necesario conocer los parámetros que influyen en la reacción y cómo determinan la morfología de las partículas resultantes. El presente trabajo busca profundizar los conocimientos en la reacción de obtención de ZnO a través de coprecipitación en metanol [4].

4. Objetivos

4.1. Objetivo general

- Estudiar la morfología y tamaño de nanopartículas de óxido de zinc producidas por precipitación controlada en metanol.

4.2. Objetivos Específicos

- Sintetizar Óxido de Zinc por precipitación controlada en metanol variando la composición de la mezcla reactiva.
- Caracterizar química y morfológicamente el óxido de Zinc obtenido.
- Comparar los tamaños de partícula experimentales con los esperados según un modelo propuesto en un trabajo previo de investigación. }

5. Marco teórico

A continuación, se mencionan los aspectos relevantes para la sustentación teórica del presente trabajo los cuales abordan desde los problemas ambientales ocasionados por los materiales poliméricos, los polímeros convencionales teniendo en cuenta las formas de producción y las consecuencias que han generado, las características y las áreas sobresalientes de los polímeros biodegradables. Finalmente se habla del estudio de la nanotecnología para dar introducción al material de interés el cuál es el ZnO.

5.1. Los Polímeros como Contaminantes

La contaminación debida a los polímeros termoplásticos es un problema global que al pasar los años ha evolucionado debido a que no se ha combatido de manera responsable. Teniendo en cuenta lo

anterior, los polímeros no biodegradables no se pueden incinerar o disponer en el subsuelo ya que estos pueden liberar sustancias tóxicas. [13]

La contaminación por este tipo de materiales constituye un inconveniente difícil de superar dados los altos niveles de producción y consumo. Especialmente, los denominados “plásticos de un sólo uso” ocasionan un aumento exponencial del volumen de residuos que llegan al ambiente. Los desechos termoplásticos se clasifican en dos tipos: los macro-plásticos, cuya longitud es mayor de 5mm y son trozos de piezas tales como tapas, botellas, envases, empaques, entre otros. Por otra parte, se encuentran los micro-plásticos los cuales tienen una longitud menor a los 5mm hasta las micras y se desarrollan a partir de los grandes trozos que se desintegran por acción mecánica del viento, el agua, los rayos ultravioletas u otro factor ambiental [14].

Un gran ejemplo de las consecuencias provocadas por la mala disposición de estos residuos son las islas de plásticos, las cuales se encuentran flotando en el mar y algunos océanos. Según El periódico, se han reportado hasta el año 2022, 7 super islas flotantes formadas por acumulaciones de basura (en su mayoría plásticos) en los vórtices marinos, las cuales se encuentran esparcidas en los mares, en la figura 1. se puede evidenciar los lugares en los que se encuentran estas islas. [15]



Figura 1: “¿Dónde Están las 7 Superislas de Plástico que Flotan en los Mares de la Tierra?”

Adaptado de: <https://www.elperiodico.com/es/verde-y-azul/20221215/7-superislas-plastico-flotan-mares-75622832>

5.2. Polímeros convencionales

Los polímeros poseen un alto peso molecular, se obtienen a partir de la reacción química entre moléculas pequeñas denominadas monómeros que se unen a través de enlaces covalentes, favoreciendo la polimerización [14].

Estos generalmente suelen clasificarse de la siguiente manera:

5.2.1. Según su origen

Pueden ser naturales o sintéticos. Los naturales son aquellas sustancias encontradas en la naturaleza, y se utilizan sin modificación química; por su parte los polímeros sintéticos son aquellos sintetizados por el hombre, como por ejemplo el polipropileno, descrito en la figura 2.

Se puede evidenciar la unidad repetitiva que conforman los monómeros y finalmente la parte básica del polímero [15].

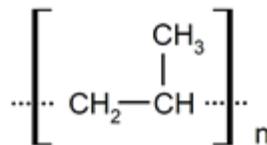


Figura 2: Unidad repetitiva del polipropileno

Adaptada de: <https://medicina.usac.edu.gt/quimica/biomol2/carbohidratos/Polisacaridos.html>

5.2.2. Según su respuesta termo-mecánica

Se refiere a las transiciones que sufre el material mediante variables como la temperatura y la fuerza aplicada, como lo son: [16]. Los termoplásticos son aquellos que se comportan como un líquido a temperaturas elevadas, es posible moldearlos con calor y presión. Los termoestables los cuales no pueden ser reprocesados después de que han sido conformados. Los elastómeros son conocidos también como “cauchos” tienen un comportamiento térmico que varía según su estructura lineal o reticulada [16].

Tras la Segunda Guerra Mundial; el uso de polímeros se generalizó llegando a la actualidad donde se considera que es un material indispensable. Día a día, se vive con la presencia del plástico en todas las áreas, desde envases y embalajes hasta sectores industriales como lo es el sector eléctrico, dándonos a entender que es un material omnipresente [17].

5.3. Polímeros Biodegradables

Los polímeros biodegradables surgen como una segunda opción a los polímeros convencionales, van más allá de su utilidad e insostenibilidad; dichos polímeros buscan sustituir las resinas poliméricas que incrementan el impacto ambiental negativo y las emisiones de gases de efecto invernadero. Su factor diferenciador es que se obtienen de fuentes naturales renovables, son maleables y resistentes; reducen la dependencia a los combustibles fósiles: convirtiéndose en una alternativa sostenible y sustentable [16].

La propiedad de biodegradabilidad está sujeta a su estructura química más no a su origen; se descomponen mediante dos procesos, como lo son: biodegradación aeróbica funciona mediante la acción del oxígeno como resultado se obtiene el compost, biodegradación anaeróbica funciona mediante la acción de los microorganismos en ausencia del oxígeno, llegando a transformarse en metano, dióxido de carbono, gas metano, agua entre otros [18]. Dicha propiedad, surge mediante la descomposición de la cadena del polímero en pequeñas fracciones hasta llegar a sus monómeros, como se observa en la figura 3; es un proceso complicado ya que el tamaño molecular disminuye la capacidad de solubilizarse en agua, donde los microorganismos no son capaces de transportar el material a sus células donde suceden los procesos bioquímicos, así que recurren a excretar enzimas extracelulares [19].

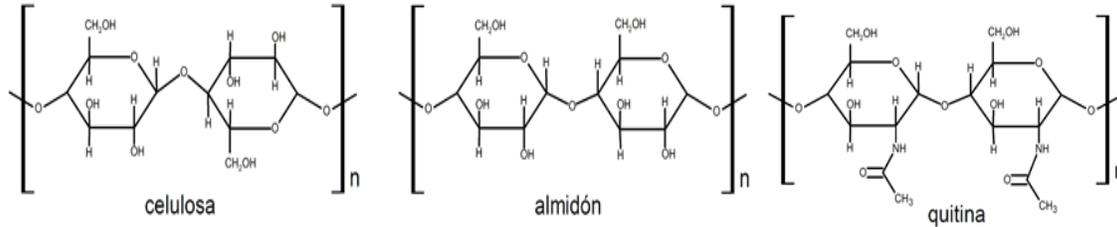


Figura 3: Estructura química del almidón.

Adaptada de: <https://www.ejemplos.co/polimeros-naturales-y-artificiales/>

5.4. Nanotecnología

Pertenece a una moderna creación dando lugar a la tecnología e innovación de la ciencia. Hacen parte de las aplicaciones comunes, son implementadas, comprendidas y controladas en una nanoescala con dimensiones entre 1 y 100 nm [20]. De esta tendencia se obtienen nanomateriales con propiedades físicas y químicas que permiten favorecer a las personas por medio de sus diversas aplicaciones [21].

Los nanomateriales tienen diferentes tipos de estructuras, las más comunes son las nanoestructuras cristalinas donde sus átomos constituyen una red cristalina con una disposición regular en el espacio replicando la misma estructura; donde se encuentran átomos entre sí [22]. La nanotecnología estudia los métodos de síntesis, obtención y procesamiento de los nanomateriales, así como su caracterización y aplicación. Enfocándose en el diseño, producción, aplicación y caracterización de sistemas y estructuras determinados para llevar un control del tamaño y la forma presentada. [22].

Esta tecnología se adapta a diversas formas de aplicación de acuerdo con la escala nanométrica, utilizada en diferentes áreas debido al potencial social y ambiental, industrias y/o sectores como lo son textil, electrónica (información y comunicación), automotriz, deportivo, médicas y sanitarias, fuentes de energía, saneamiento ambiental, entre otras. Los compuestos obtenidos por medio de nanopartículas poseen características y propiedades diferentes a las iniciales con un mayor tamaño; cambios significativos debido a los efectos cuánticos generados [24].

5.4.1. Aplicaciones de la nanotecnología

La nanotecnología se aplica a diversas áreas del conocimiento. A continuación, se mencionan algunas de las aplicaciones de la nanotecnología.

- Industria textil: La aplicación de la nanotecnología es en el tratamiento superficial de las telas usadas en chalecos antibalas, resistencias a manchas, quiebres, crecimiento de microorganismos [25].



Figura 4: Industria textil colombiana.

Adaptada de: <https://encolombia.com/economia/agroindustria/industria-textil/>

- Electrónica: Nanotecnología usada en superficies donde es necesario la resistencia al estar en contacto con agua como pantallas de elementos electrónicos, anteojos y ventanas. Brindan

propiedades anti reflectantes, fáciles de limpiar, resistentes a rayos UV e IR, conductores de electricidad, antimicrobiano, resistente a la abrasión. Así como, dispositivos portátiles con sistemas pequeños y mucho más rápidos [26].



Figura 5: Componentes electrónicos

Adaptada de: <https://serviciostecnicosmovil.com/la-electronica/>

- Automotriz: La mencionada nanotecnología es utilizada en automóviles, motocicletas, camiones, barcos, aviones y naves espaciales. En la figura 6 se relaciona que deben brindar componentes fuertes, duraderos y sostenibles; los vehículos deben ser más ligeros con una aceleración rápida con un menor consumo de combustible [26].



Figura 6: Producción automotriz

Adaptada de: <https://utan.edu.mx/blog/index.php/logra-tus-metas-estudiando-ingenieria-automotriz/>

- Implementos deportivos: En diferentes implementos deportivos se usan para que sean más livianos, resistentes y duraderos. Es posible manipular su estructura molecular buscando hacer materiales ligeros y sólidos como se observa en la figura 7 [27].



Figura 7: Implementos deportivos

Adaptada de: <https://sp.depositphotos.com/stock-photos/implementos-deportivos.html>

- Médicas y sanitarias: En la figura 8 se reconoce la llamada nanomedicina donde se enfoca en buscar soluciones para la prevención, diagnóstico y el tratamiento de enfermedades [28].



Figura 8: Salud pública y medicina
Adaptada de: <https://conceptodefinicion.de/medicina/>

- Fuentes de energía: Desarrolla opciones promoviendo la energía limpia, accesible y renovable. De igual manera se está usando en métodos de extracción de petróleo y gas. En paneles solares brindando mayor resistencia y reduciendo la pérdida de potencia de transmisión [27].



Figura 9: Energía renovable
Adaptada de: <https://okdiario.com/curiosidades/mejores-energias-renovables-609996>

- Saneamiento ambiental: Promueve la mejora de la eficiencia energética además detecta y limpia los contaminantes presentes en el ambiente [27].



Figura 10: Limpieza ambiental
Adaptada de: <https://sp.depositphotos.com/vector-images/saneamiento-ambiental.html>

- Industria Farmacéutica: Desarrollo de catalizadores para la marcación de células y administración de medicamentos basados en nanopartículas de óxido de zinc [29].



Figura 11: Industria farmacéutica.

Adaptada de: <https://www.bionity.com/es/noticias/1178925/conductores-en-la-molecula-likat-simplifica-un-metodo-que-evita-la-degradacion-prematura-de-los-farmacos-en-el-organismo.html>

- **Industria Eléctrica:** Son utilizadas en celdas solares, en baterías y en detectores de gas, nanopartículas que a través de los procesos de oxidación y reducción transfieren electrones que al pasar a través del sistema adecuado, como las celdas que se componen de ánodos y cátodos, finalizan en la obtención de energía eléctrica [29].



Figura 12: Industria eléctrica.

Adaptada de: <https://www.areatecnologia.com/electricidad/paneles-solares.html>

5.5. Nanopartículas

Las nanopartículas son aquellas partículas que son más pequeñas que 100 nm. En el campo de las nanociencias estas se representan como la mil millonésima parte de algo [28]. Se consideran material de investigación debido a sus innumerables aplicaciones debido a que se intervienen desde su estructura molecular y atómica. En su mayor parte se aprecian en fase sólida o líquida, en suspensión o emulsión mezcladas con agentes químicos que actúan como tensoactivos y permiten modificar propiedades. La apariencia, las propiedades físicas y químicas, cambian de acuerdo con la unidad de medida según Angstrom y la escala de micrómetros. Dichas nanopartículas poseen propiedades distintas a las de los mismos materiales en escala convencional, varían de acuerdo con la forma, el tamaño, estructura interna y procesos químicos superficiales [30].

Las nanopartículas se caracterizan según dos parámetros, su morfología y tamaño; un cambio inusual puede generar variabilidad en sus propiedades químicas, mecánicas, magnéticas y electrónicas [28].

5.5.1. Tipos de nanopartículas:

- Base de carbono: Nanopartículas con propiedades como conductores de electricidad, mayor dureza, peso reducido, gran elasticidad; son de una forma esférica o tubular [30].
- Base metálica: Nanopartículas que surgen a partir de precursores metálicos como el oro o la plata [30].
- Base cerámica: Inorgánicos con propiedades como resistencia al calor e inercia química; formados por óxidos, fosfatos, carbonatos y carburos [30].
- Base lípidos: Núcleo sólido con una matriz lipófila soluble, mayormente usadas en el campo médico en la liberación de ARN para la terapia del cáncer y en el campo farmacológico como portador de fármacos [30].
- Dendrimeros: Nanopartículas que se forman por medio de ramificaciones con terminaciones diseñadas con el fin de cumplir una función determinada [30].
- Poliméricas: Orgánicas con estructuras nano-capsulares o nano-esferas [30].

La nanotecnología por medio de las nanopartículas ha traído grandes beneficios para la ciencia, sin embargo, a nivel ambiental ha tenido un gran impacto ya que los procesos de dispersión en la atmósfera son un nuevo y desconocido riesgo. Muchas organizaciones entre ellas Asia Pacific Nanotechnology Forum, Comisión Europea entre otras en sus más recientes estudios e informes han determinado el riesgo y la necesidad de realizar un análisis exhaustivo, teniendo en cuenta el ciclo de vida de los productos con base en sus nanopartículas [31].

5.6. Óxido de zinc

Es un material inorgánico versátil en forma de polvo el cual ha tenido un reconocimiento y consideración amplia gracias a sus propiedades semiconductoras, de detección de gases, antimicrobianas, etc. Actualmente pertenece a un área intensa de la investigación por las diversas aplicaciones que tiene. La aplicación más estudiada es la biodetección en virtud de su alto punto isoeléctrico, biocompatibilidad, y rápida cinética de transferencia de electrones [32].

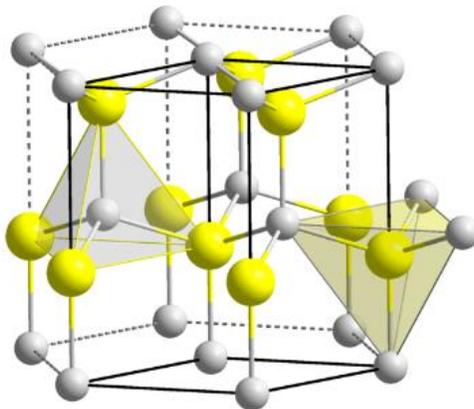


Figura 13: Estructura cristalina hexagonal del Óxido de Zinc.

Adaptada de: https://www.nationalgeographic.com.es/mundo-ng/grandes-reportajes/donde-usamos-plasticos_12717

El nanomaterial de Óxido de Zinc actúa como aditivo en diferentes productos y algunos materiales industriales, así como: El cemento, las pinturas, los lubricantes, la cerámica, el vidrio, las baterías, etc. [33].

Es un material semiconductor de banda ancha que presenta propiedades favorables como en la estabilidad fotoquímica, amplia luminiscencia a temperatura ambiente, alto rango de absorción de radiación, alta fotoestabilidad y movilidad de electrones [33].

El ZnO nano-particulado tiene un papel importante en las aplicaciones antisépticas debido a que posee propiedades antimicrobianas. Teniendo en cuenta que estas partículas pueden adoptar diferentes morfologías como semiesférica, semi hexagonal, laminar y de estrella según lo reportado en la literatura, actúa contra los microorganismos a bajas concentraciones; las moléculas que contienen el oxígeno se forman luego de la síntesis de coprecipitación en metanol las cuales presentan una reacción bacteriana provocando la debilitación de los orgánulos celulares de estos microorganismos [34].

Agregando a lo anterior, las nanopartículas del óxido de Zinc inhiben el crecimiento celular de las bacterias, esto se atribuye a que a medida que el tamaño de la partícula es reducido, conduce una mayor reactividad de la superficie de la partícula y también por sus propiedades oxidantes [34].

5.7. Técnicas de síntesis

El estudio de las nanopartículas del ZnO ha avanzado en virtud de ser un objeto de investigación por sus propiedades multifuncionales en diversas aplicaciones. Es por esto que se han evaluado diferentes técnicas de obtención para este compuesto, algunas de estas son las siguientes:

5.7.1. Coprecipitación en metanol:

El proceso de síntesis se genera a partir de una sustancia soluble, donde se le añade un agente precipitante, se genera la separación de la disolución por medio de arrastre mediante fenómenos de adsorción, formando un precipitado a condiciones determinadas [33]. Este método de síntesis permite la incorporación de sustancias en sólidos durante el proceso, facilitando la cuantificación de sustancias solubles, además, es uno de los métodos mayormente utilizados en la síntesis de nanopartículas [35].



Figura 14: Montaje síntesis de nanopartículas por medio del método de coprecipitación en metanol.
Adaptada de: Elaboración propia.

5.7.2. Proceso Sol-gel:

Es una técnica definida como ruta coloidal, es utilizada para sintetizar compuestos con una fase intermedia, en estado de sol o gel. Este proceso se divide en diferentes etapas las cuales consisten en la preparación de una solución con el objetivo de formar un precipitado de textura gelatinosa eliminando la fase líquida del gel. Se utilizan precursores coloidales que favorecen la precipitación como compuestos metalorgánicos, sales solubles como cloruros y sulfatos, donde el sistema de la reacción pasa de un estado líquido (sol) a un estado gel como se referencia en la imagen 15. [36] Se basa en la polimerización química de compuestos a bajas temperaturas, es decir se tiene una fase de partículas coloidales dispersas en un líquido, donde por medio de una centrifugación y posterior evaporación se obtiene un producto final denso [37].

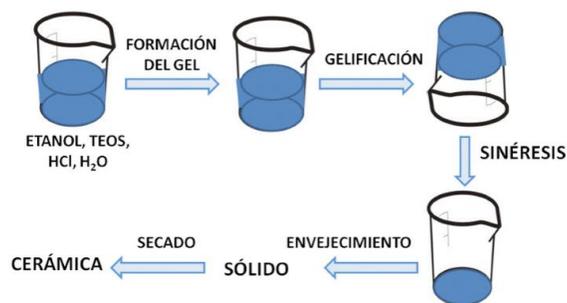


Figura 15: Proceso Sol - gel.

Adaptada de: <https://www.researchgate.net/publication/314866190/figure/fig3/AS:471509723553795@1489428086538/Etapas-del-proceso-sol-gel.png>

5.8. Técnicas para la caracterización de nanopartículas

Las propiedades físicas de las nanopartículas del ZnO se determinan por medio de las siguientes técnicas de microscopía.

5.8.1. SEM:

Corresponde a las siglas en inglés para la microscopía electrónica de barrido (SEM). Emplea un microscopio diseñado para estudiar la superficie de objetos sólidos, por medio de un haz de electrones crea una imagen ampliada utilizada para analizar superficies y producir imágenes de alta resolución. Funciona según el principio de la energía cinética, a través de los 5 sistemas que lo componen vacío, generación de rayos, manipulación de rayos, interacción de haz, detección, señal procesamiento, visualización y registro como se indica en la figura 17[38].

La imagen obtenida es el resultado de interacciones del haz de electrones con los átomos a distintas profundidades [39].



Figura 16: Microscopio electrónico de barrido.

Adaptadas de: <https://www.blog.metalinspec.com.mx/que-es-y-como-funciona-un-microscopio-electronico-de-barrido>

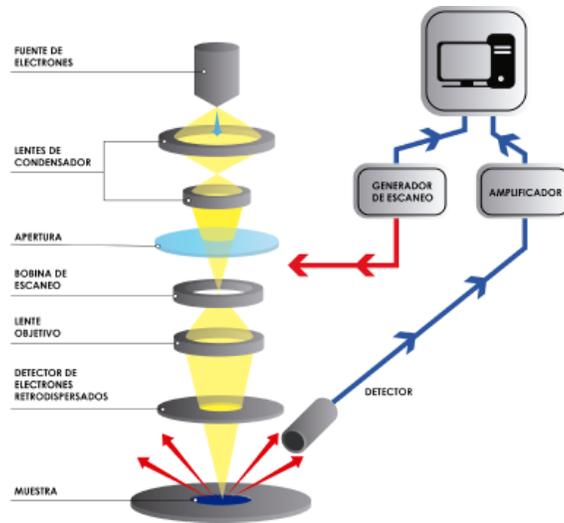


Figura 17: Microscopio electrónico de barrido.

Adaptada de: <https://www.blog.metalinspec.com.mx/que-es-y-como-funciona-un-microscopio-electronico-de-barrido>

5.8.2. TEM:

La microscopía electrónica de transmisión (TEM), es una técnica que puede lograr una resolución sub nanométrica, debido a que los electrones tienen una longitud de onda menor a la del espectro de la luz visible, por ello muestra una imagen de la estructura de manera más detallada. Es una tecnología utilizada para cubrir el espectro completo de la estructura, desde la molecular hasta la célula completa y observar morfología, formas, dimensiones y posición de una muestra ultrafina obteniendo una imagen de los electrones que atraviesan la misma [40].



Figura 18: Microscopio electrónico de transmisión

Adaptadas de: <https://www.inecol.mx/inecol/index.php/es/ct-menu-item-25/ct-menu-item-27/17-ciencia-hoy/1044-que-es-el-microscopio-electronico-de-transmision>

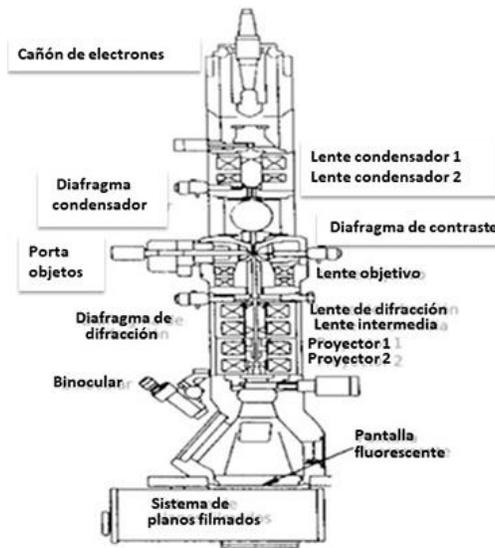


Figura 19: Funcionamiento SEM.

Adaptada de: <https://www.inecol.mx/inecol/index.php/es/ct-menu-item-25/ct-menu-item-27/17-ciencia-hoy/1044-que-es-el-microscopio-electronico-de-transmision>

5.8.3. Espectroscopía Infrarroja:

Equipo que brinda una resolución de hasta 1 cm^{-1} , es una técnica de interacción entre un espectrofotómetro y la muestra a analizar, la cual arroja como resultado un espectro que permite observar cómo actúa la molécula de la muestra. Las partes principales son una fuente de IR medio, dos detectores y un par de pastillas de KBr, la obtención de espectros se da por medio de la técnica de transformada de fourier, donde por medio de una operación matemática se obtienen espectros de forma rápida, posteriormente, se analizan las zonas principales como la altura, la absorbancia y el área de los picos que muestra según el compuesto [41].



Figura 20: Infrarrojo.

Adaptada de: https://www.upct.es/gestionserv/inter/espacios_usuarios/web_servsait_fich/img_secciones/img_270recursos_espectro_infrarroja.jpg

5.8.4. ImageJ:

Es una herramienta software escrita en el lenguaje JAVA la cual proporciona diferentes opciones como editar, analizar, procesar, guardar e imprimir imágenes a diferentes bits (unidades de

información). Conveniente para el procesamiento de imágenes para distribución de tamaño por medio de operaciones lógicas, aritméticas y un escaneo manual o automático [42].

6. Estado del arte

El Óxido de Zinc (ZnO) posee propiedades como lo son la estabilidad, transmitancia luminosa, alta actividad catalítica, absorción de rayos infrarrojos y rayos ultravioleta, así como una efectiva propiedad antibacteriana y biocompatibilidad con células humanas. Su síntesis emplea diversos métodos químicos como precipitación química, sonoquímica, solvo térmica, proceso sol-gel, descomposición hidrotermal, etc. (Geetha et al., 2016). La zincita es la forma mineral del óxido de Zinc, es obtenida mediante diferentes técnicas sencillas, donde la estructura cerrada hexagonal se cristaliza, material semiconductor con un amplio intervalo de energía de excitación y una conductividad eléctrica controlada.

La innovación y el desarrollo con las nanopartículas implica no alterar las propiedades originales del material e incluso mejorar sus propiedades (Castro et al., 2019).

Las nanopartículas de ZnO se obtienen de manera ágil y pura por medio de la técnica sol-gel haciendo uso de diversos precursores, obteniendo una partícula de tamaño cristalito a partir de espectros de Difracción de Rayos X y una temperatura mayor a los 90°C (Martinello et al., 2012).

En la producción de materiales sólidos a partir de moléculas pequeñas se hidroliza y polimeriza un precursor como el acetato de zinc para obtener un gel, como ejemplos se han producido nano cilindros con tamaños cercanos a los 85 nm (Hasnidawani et al., 2016) o nanopartículas equiaxiales de 47 nm (Hasany et al., 2020). Se ha investigado sobre la variedad de métodos de síntesis de Óxido de Zinc (ZnO) existentes, donde se encontraron procesos metalúrgicos y químicos. Un proceso metalúrgico es aquel que consiste en la fusión y vaporización del Zinc cuando este se encuentra en presencia o tiene contacto con el Oxígeno (Kolodziejczak-Radzimska & Jesionowski, 2014). En un proceso de pirólisis por pulverización pulsada, se dispone de una solución de Acetato de Zinc ($ZnC_4H_6O_4$) pulverizado en agua, sobre una superficie caliente (Dobrozhan et al., 2015), donde se evalúan resultados del tiempo y efecto, basándose en la precipitación química para su posterior caracterización en un microscopio electrónico de barrido (SEM) (Paco et al., 2021). Los procesos de mezclas heterogéneas utilizan surfactantes como el bromuro de cetiltrimetilamonio (CTAB) en etanol o etilenglicol como disolventes, se produjeron partículas en forma de lámina o placa, con diferentes tamaños y morfologías según las concentraciones utilizadas. Se ha reportado síntesis asistida por microondas empleando metanol o alcohol bencílico (Bilecka et al., 2009; Ubani & Ibrahim, 2019).

Durante la investigación se observaron diferentes morfologías, como esféricas o en forma de ramo de nano-cilindros, con tamaños de 30 a 70 nm. También se emplearon procesos hidrotérmicos utilizando $Zn(NO_3)_2$ o $(ZnC_4H_6O_4)$ (Leprince-Wang & Leprince-Wang, 2015), se obtuvieron nano-hilos con morfología hexagonal y diámetros de 50 nm. El método de crecimiento, la temperatura y el pH han demostrado tener relación directa con la longitud de los nano-hilos. En los procesos químicos, uno de los métodos más empleados es por precipitación controlada en un solvente no acuoso como metanol o etanol. El óxido de zinc se forma por reacción en una base fuerte (Hidróxido de Sodio (NaOH), Hidróxido de Potasio (KOH) o Hidróxido de Litio (LiOH)) y una fuente de zinc como acetato de zinc. Este método ha sido bien informado en (Cao et al., 2019), donde se estudiaron las condiciones de reacción como el tiempo, la temperatura y las concentraciones de los reactivos y se relacionaron con el tamaño y la morfología de las nanopartículas producidas. Este proceso presenta como ventaja la

posibilidad de obtener partículas adheridas con orientaciones que dependen de los tiempos de envejecimiento. Con el fin de comparar los resultados experimentales de la síntesis de ZnO con la composición esperada, se llevan a cabo diagramas de estabilidad química y predominancia, partiendo de relaciones de equilibrio, balances de masa y carga (O. Suarez y H. León., 2021).

Los diagramas de estabilidad química y el diagrama de predominancia de ZnO para los diferentes diámetros de partícula fueron desarrollados a partir del modelo matemático en el trabajo previo de investigación (O. Suarez y H. León., 2021), el cual se propusieron las siguientes ecuaciones.

$$\mu_{curve}(r) = \mu_{bulk} + \frac{2\gamma V_{mol}}{r} \quad (1)$$

*Ecuación 1. Potencial Químico.
Adaptada de: (O. Suarez, H. León-Molina, 2021)*

$$\text{Log}(K_{curve ZnO}) = \frac{\left[2.303 RT \log(K_{curve ZnO}) + \frac{2\gamma V_{mol}}{r}\right]}{2.303 RT} \quad (2)$$

*Ecuación 2. Potencial Químico expresada en términos de solubilidad.
Adaptada de: (O. Suarez, H. León-Molina, 2021)*

La ecuación (1) describe el potencial químico para formar una partícula sólida de una especie de un radio determinado. La ecuación (2) es la misma ecuación (1) expresada en términos de la constante de solubilidad.

Donde γ es la energía superficial, V_{mol} el volumen molar, r el radio de la partícula esférica. Los términos μ_{curve} y μ_{bulk} son el potencial químico de la fase sólida del radio r . Aunque esta ecuación se deriva usando una forma esférica, se puede usar como una aproximación para una forma no esférica.

El diagrama de predominancia que se observa en la Figura 21 el cual fue realizado a partir del modelo da como respuesta cuál es el pH y cuál es la concentración del ZnO a partir de los puntos de equilibrio para la formación de la fase sólida.

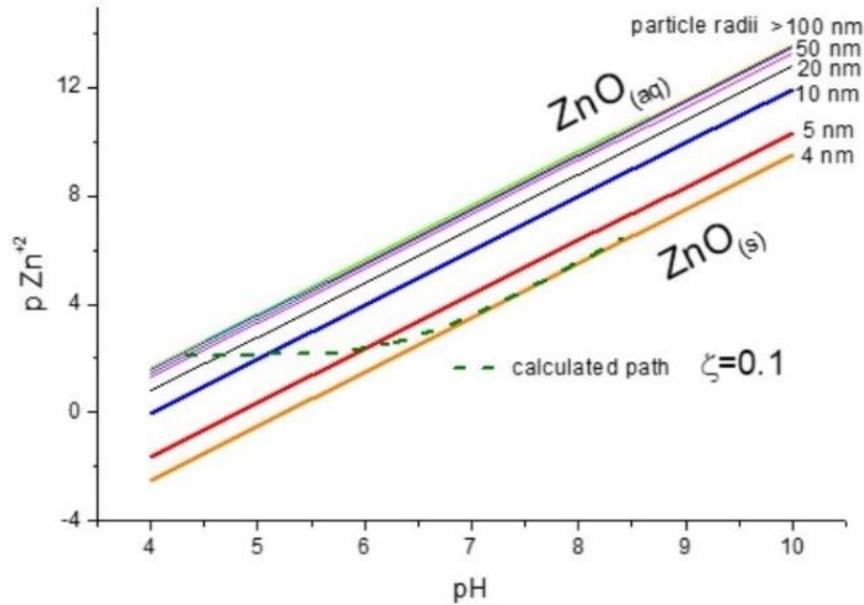


Figura 21: Diagrama de predominancia para ZnO de diferente radio de partícula en la escala nanométrica (sólido). Trayectoria estimada durante las condiciones de reacción.
Adaptado de: (O. Suarez y H. León-Molina., 2021)

Por otra parte, como se menciona en otro trabajo previo; las nanopartículas de ZnO de 30 a 40 nm obtenidas por precipitación con LiOH se han utilizado en materiales compuestos como lo reporta (Hsu et al., 2005). Sin embargo, como se ha establecido; por medio del método de coprecipitación se puede obtener partículas con tamaños menores a 20 nm, teniendo control de las condiciones experimentales se definirá el tamaño final de las partículas, la tasa de crecimiento y la formación de alguna fase cristalina del producto (Lu & Col., 2007; Morales Fabiana et al., 2019).

Finalmente, se han analizado las posibles aplicaciones para el ZnO donde se comprendió la viabilidad en el campo de los polímeros biodegradables. Hoy en día la población en general ha demostrado mayor interés en materia de polímeros biodegradables, debido a que los polímeros convencionales son inertes al ataque microbiano además de ser un gran problema para el medio ambiente. Los polímeros naturales provenientes del almidón son biodegradables y pueden convertirse en un material termoplástico con buenas propiedades mecánicas y de barrera a través del uso de aditivos, temperatura y esfuerzos mecánicos (Velasco et al., 2012).

7. Parte experimental

A continuación, se describen los materiales, equipos y procedimientos empleados para la obtención y caracterización de las nanopartículas de ZnO objeto de este proyecto:

7.1. Materiales y equipos

A continuación, se presenta la metodología empleada para la obtención de los objetivos planteados para el presente proyecto, esta comprende los materiales, equipos y procedimientos para la síntesis de óxido de zinc nanoparticulado por el método de coprecipitación en metanol.

Los materiales de vidrio utilizados durante la experimentación son: balón de tres bocas, vidrio de reloj, bureta, probeta, vaso precipitado, caja petri, condensador y una botella winchester. Además, también se utilizó agitador magnético, espátulas y micro espátulas.

Los equipos requeridos se detallan en la Tabla 1:

Tabla 1: Equipos empleados para la síntesis de Óxido de Zinc. Fuente: Elaboración propia.

Equipo	Especificaciones
Agitador de Alta Velocidad	T-25 digital. Velocidades desde los 3000 a 25000 rpm.
Balanza analítica	Wincom Modelo FA2004 Serie 2012082511 Hasta 200g. Precisión 0.0001g
Centrífuga	Mistral Modelo cfc- tres 300L. Hasta 540 rpm
Plancha de calentamiento y agitación	Fisher scientific Isotemp DL 1892X1 1200 rpm Hasta 540 °C.
Horno de convección	Blinder Capacidad hasta 114 L Desde 5°C hasta 300°C
SEM	JEOL JCM-5000 NEOSCOPE Tensión de aceleración 15kV, 10kV, 5kV
TEM	JEOL JEM-1011 TEM Puede operar a 80 o 100 kV
IR	BRUKER Instrumento: Tensor II Versión 7.8

	Sensibilidad > [%]: 10 Longitud de Onda: Desde 4000 hasta 400
--	--

7.2. Procedimientos

Durante el desarrollo del proyecto se llevó a cabo un proceso para la síntesis de nanopartículas de Óxido de Zinc, el cuál fue dividido en diferentes etapas tal como se muestra en la figura 13 las cuales se describirán en el texto a continuación.

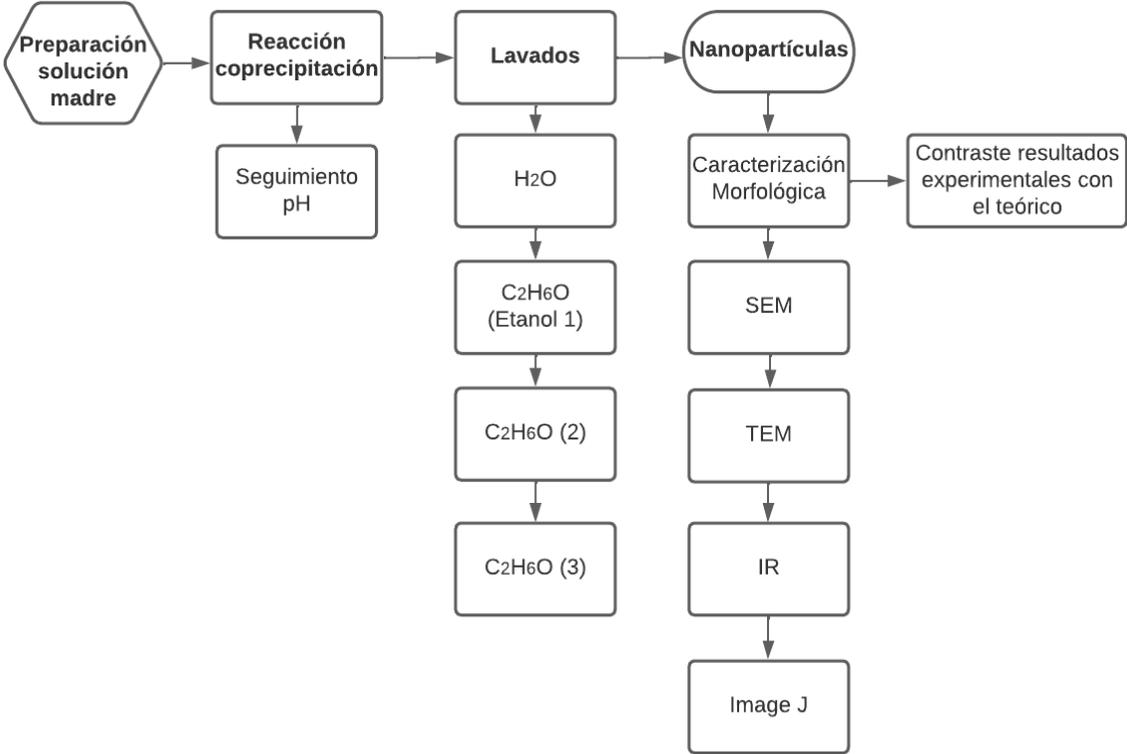


Figura 22: Etapas del desarrollo del Proyecto.
 Adaptada de: Elaboración propia

Se realizaron siete reacciones cambiando los parámetros de reacción los cuales se muestran en la tabla:

La reacción de coprecipitación que se observa en la Figura 14 se realizó variando las concentraciones de los reactivos con la finalidad de identificar variaciones en la morfología determinadas por estos cambios de condiciones.

Tabla 2: Condiciones empleadas para la reacción de Coprecipitación para la obtención de Nano-Óxido de Zinc

RXN	VELOCIDAD DE ADICIÓN	CANTIDADES				
		KOH % (m/m)	CH ₃ OH % (m/m)	C ₂ H ₃ O ₂ Zn ₂ H ₂ O % (m/m)	CH ₃ OH % (m/m)	H ₂ O % (m/m)
Reacción 1 (R1)	30 min	0,74	33,88	1,67	61,86	1,85
Reacción 2 (R2)	10 min	0,74	33,88	1,67	61,86	1,85
Reacción 3 (R3)	1 hora	0,74	33,88	1,67	61,86	1,85
Reacción 4 (R4)	30 min	0,72	32,96	1,63	60,18	4,51
Reacción 5 (R5)	30 min	0,70	31,81	1,57	58,08	7,84
Reacción 6 (R6)	30 min	1,79	32,69	4,04	59,69	1,79
Reacción 7 (R7)	30 min	3,39	30,89	7,63	56,40	1,69

7.2.1. Preparación de la solución madre

Se preparó la solución madre mediante una reacción del **KOH** (hidróxido de potasio) y **CH₃OH** (metanol), todo esto se lleva a cabo en un frasco cerrado para evitar que se evapore debido a factores externos.

Luego, se llevó a una plancha de agitación magnética Fisher scientific, durante 24 horas a temperatura ambiente, al finalizar el tiempo establecido, la solución se retira de la plancha y se deja en reposo.



Ecuación 3. Reacción de Metóxido de Potasio

Adaptada de: *Elaboración propia.*

7.2.2. Solución de acetato de zinc en metanol

Se realizó el respectivo montaje (ver Figura 23). Para esto se trituró el acetato de zinc dihidratado, **Zn(CH₃COO)₂ (H₂O)₂**, para evitar aglomerados que afecten la homogeneidad de la suspensión y se agregó junto con metanol y agua a un balón de tres bocas en las concentraciones presentadas en la tabla 1, como se muestra en la figura 23. La suspensión se agitó a temperatura ambiente, durante 8 horas a 300 rpm (revoluciones por minuto), luego de este tiempo se encendió la temperatura a 130 °C durante 7 horas, manteniendo la agitación constante.

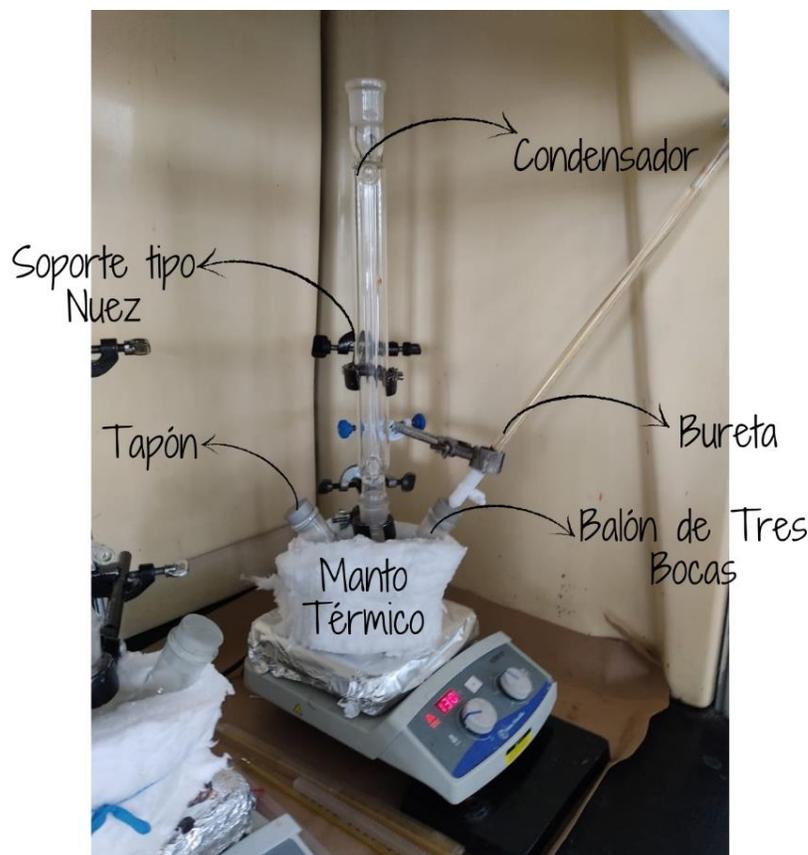


Figura 23: Montaje para la síntesis de ZnO.
Adaptada de: *Elaboración propia.*

7.2.3. Coprecipitación en metanol

Al cabo de las 7 horas, se verificó la temperatura interna de la solución dispuesta en el balón, la cual debe estar entre 55 °C y 60 °C. Una vez cumplidas estas especificaciones se agregó el metóxido gota a gota a la suspensión de $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot (\text{H}_2\text{O})_2$. Se aforan 46 mL de la solución madre según las condiciones planteadas (ver Tabla 2) de la reacción a realizar, es decir la concentración del metóxido de potasio y el tiempo de adición. En cada una de las reacciones, se realizó un seguimiento al pH con el fin de determinar alguna variación respecto al tiempo de adición, luego de esto, se mantuvo el sistema en agitación, durante dos horas y media para dar por terminada la síntesis de Óxido de Zinc. Para retirar subproductos de reacción no deseados en el producto final, se realizó un lavado en agua y tres en etanol, de acuerdo con lo reportado en la literatura.

7.2.4. Lavados

Una vez separadas las fases líquida CH_3OH y sólida ZnO se da inicio a los lavados, se retiró el líquido en exceso sin tomar los sólidos que se encuentran precipitados. Se realizaron cuatro lavados consecutivos cada vez que se separan las fases; en el primer lavado se adiciona agua destilada,

posteriormente cuando se separen nuevamente las fases se realiza el mismo proceso esta vez implementando Etanol en los siguientes 3 lavados.

7.2.5. Preparación de la muestra para la caracterización morfológica

A continuación, se explican los procedimientos empleados para preparar las muestras para cada una de las técnicas de microscopía usadas con el fin de conocer la morfología del óxido de zinc obtenido en las diferentes condiciones de reacción.

7.2.5.1. Microscopía electrónica de barrido

Para la preparación de la muestra de SEM se hicieron 4 diferentes formas de preparación de muestra. La primera fue una toma de la muestra directa del producto separado del último lavado, la segunda fue una muestra de la suspensión de partículas con agitación magnética en el último lavado durante diez minutos y la tercera es la agitación de la suspensión de las partículas del último lavado con agitación de alta velocidad durante siete minutos y la última con agitación de cinco minutos con suspensión de partículas del último lavado. Luego de la agitación se tomaron muestras de las partículas suspendidas en el solvente y se depositaron sobre monocristales de silicio y se secaron a 100 °C en el horno Blinder. Una vez secas, las muestras fueron recubiertas por una capa de oro a través de sputtering.

7.2.5.2. Microscopía electrónica de transmisión

Para tomar las micrografías de TEM, se prepararon soluciones diluidas de las partículas en el agente tensoactivo Polietilenglicol lauril éter $((C_2H_4O)_n C_{12}H_{26}O)$. Inicialmente se disolvió en metanol y posteriormente se combinó en una relación 4:1 de la solución tensoactiva y la solución de las nanopartículas en etanol. Luego se tomaron gotas de la solución diluída de nanopartículas (Brij) y se colocaron sobre rejillas para observarlas en el TEM. Es importante aclarar que la preparación de las muestras sobre la rejilla para la observación del TEM se realizó en el laboratorio de microscopía de la Universidad Nacional sede Palmira.

7.2.5.3. Producto final

El producto de cada reacción se depositó en cajas de Petri para ser llevadas a un horno de convección durante 48 horas a 100 °C, posteriormente se enfriaron a temperatura ambiente. Con el uso de un mortero y un pistilo se muele el producto hasta llegar a un polvo fino, finalmente se almacena en viales de 5 mL debidamente identificados.

7.2.6. Caracterización Química

Una vez obtenido el producto final se lleva la muestra a un analizador de Espectroscopia Infrarroja para comprobar y analizar la composición química del óxido de zinc sintetizado comparando con una muestra de óxido de zinc estándar y colacionar las longitudes de ambas muestras.

Para la comparación del tamaño de partículas se realizó mediante el software ImageJ, en donde se calculó de manera manual el tamaño de las partículas a partir de la micrografía obtenida del TEM

configurada con la escala de 100nm y con la gráfica arrojada del promedio de tamaño de las partículas y se comparó con el tamaño que predice el modelo.

8. Resultados y discusión

En el siguiente apartado se analizan los resultados de la morfología obtenida en las reacciones analizadas.

Las figuras presentadas en los siguientes numerales reúnen todos los resultados obtenidos durante el proceso; se evidencia la obtención de las nanopartículas, las imágenes capturadas del SEM, las imágenes del TEM y las gráficas realizadas con base al seguimiento de la variación del pH.

8.1. Nanopartículas obtenidas

En la Figura 24 se observan las partículas de Óxido de Zinc obtenido a partir del proceso de coprecipitación en metanol envasados en viales de 4 mL, cada una corresponde a las diferentes condiciones de reacción mencionadas en la Tabla 2.

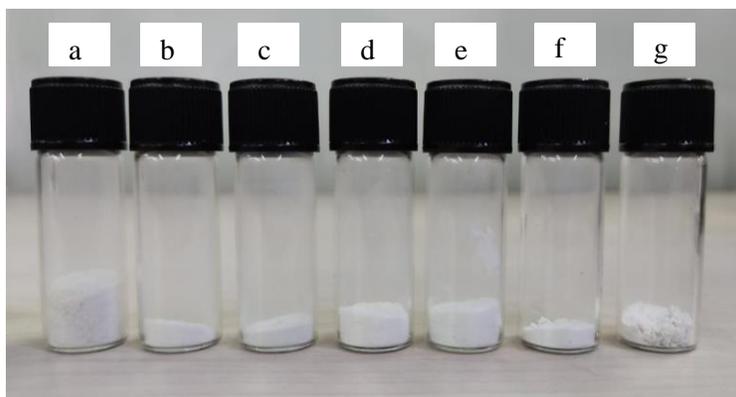


Figura 24: Nanopartículas de Óxido de Zinc obtenidas. a) Reacción 1, b) Reacción 2, c) Reacción 3, d) Reacción 4, e) Reacción 5, f) Reacción 6, g) Reacción 7.

Adaptada de: *Elaboración propia.*

Como se puede observar en la Figura 24 las nanopartículas obtenidas a través de las diferentes condiciones de reacción tienen la apariencia de un polvo blanco de coloración uniforme tal como lo reporta en la literatura [57]. Es importante mencionar que la cantidad de nanopartículas obtenidas está entre los 0.5 g y 0.8 g, sin embargo, no se puede calcular el rendimiento de la reacción debido a que los procesos de lavado, necesario para retirar sales formadas durante la síntesis, ocasionan pérdidas del producto final.

8.2. Gráficas variación de pH respecto al volumen de metóxido agregado

Se realizó un seguimiento de la variación del pH a medida que se agregaba la solución de metóxido, dando lugar a la figura 25, en la que se puede apreciar la variación del pH con el avance de la reacción, para las diferentes condiciones de reacción planteadas en la Tabla 2.

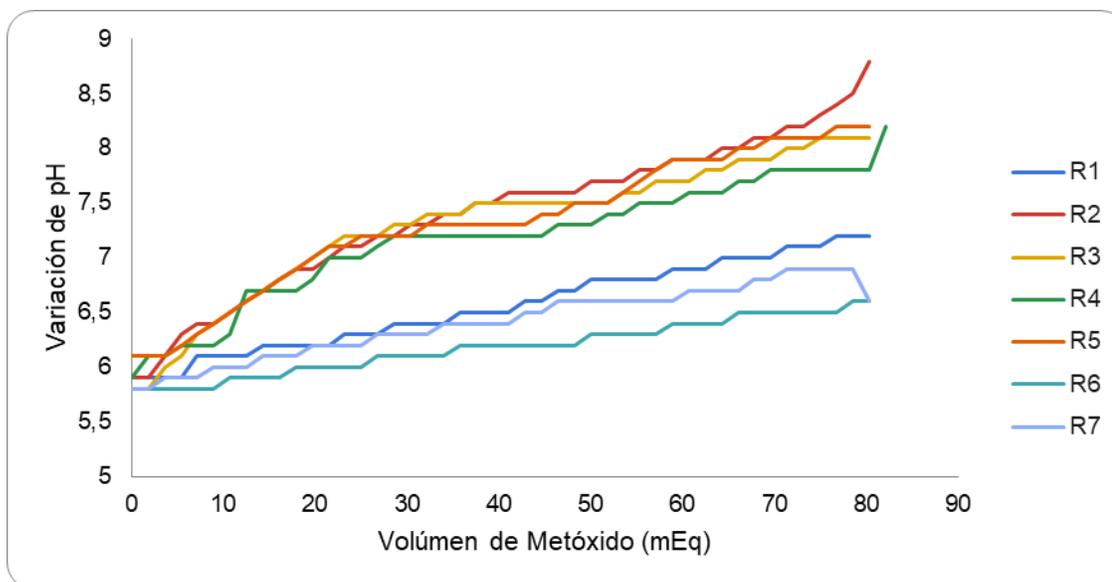


Figura 25: Relación entre el pH y el Volumen - reacción 1 a la 7.
Adaptada de: *Elaboración propia.*

En la gráfica se observa el comportamiento de las reacciones. Efectivamente el pH en las reacciones aumenta progresivamente a medida que se le adiciona el reactivo lo cual es esperado puesto que el KOH es básico. El valor del pH inicial de las reacciones se encuentra alrededor de 5, que va aumentando hasta el valor más alto alrededor de 8 siendo una solución más alcalina que la inicial.

Este seguimiento se realizó para identificar que tal como lo menciona la literatura, la estabilidad del pH es un factor importante para las propiedades superficiales, así como el tamaño y la morfología de las partículas. Del mismo modo, otros trabajos han reportado que el pH tiene una fuerte influencia en la morfología, especialmente para el rango ácido ($\text{pH} < 7,0$) [43].

Para cada condición se obtuvo una combinación de morfologías ya que por medio del método empleado no fue posible controlar estrictamente las condiciones de reacción que aíslan las morfologías tal como se reportan en la literatura [44].

Es importante resaltar que los lavados que se realizaron son de acuerdo con la literatura en la que no se agrega un exceso de hidróxido de potasio, acetato de zinc ni agua. Probablemente los lavados que se utilizaron en las referencias usadas [33] sean pocos para las cantidades de sales que se forman cuando se aumenta la cantidad de acetato de zinc e hidróxido de potasio lo cual no se pensó antes, sino que se observó en las micrografías SEM.

8.3. Morfología y tamaño.

La figura 26 y la Figura 27 son las imágenes de SEM de las muestras de las reacciones R3 y R4 (tabla 2), tomadas a diferentes aumentos, con diferentes condiciones de preparación de la muestra. La Figura 28 presenta imágenes de TEM obtenidas para las nanopartículas obtenidas. En ellas se muestran las características superficiales, así como la estructura y el tamaño de las partículas obtenidas.

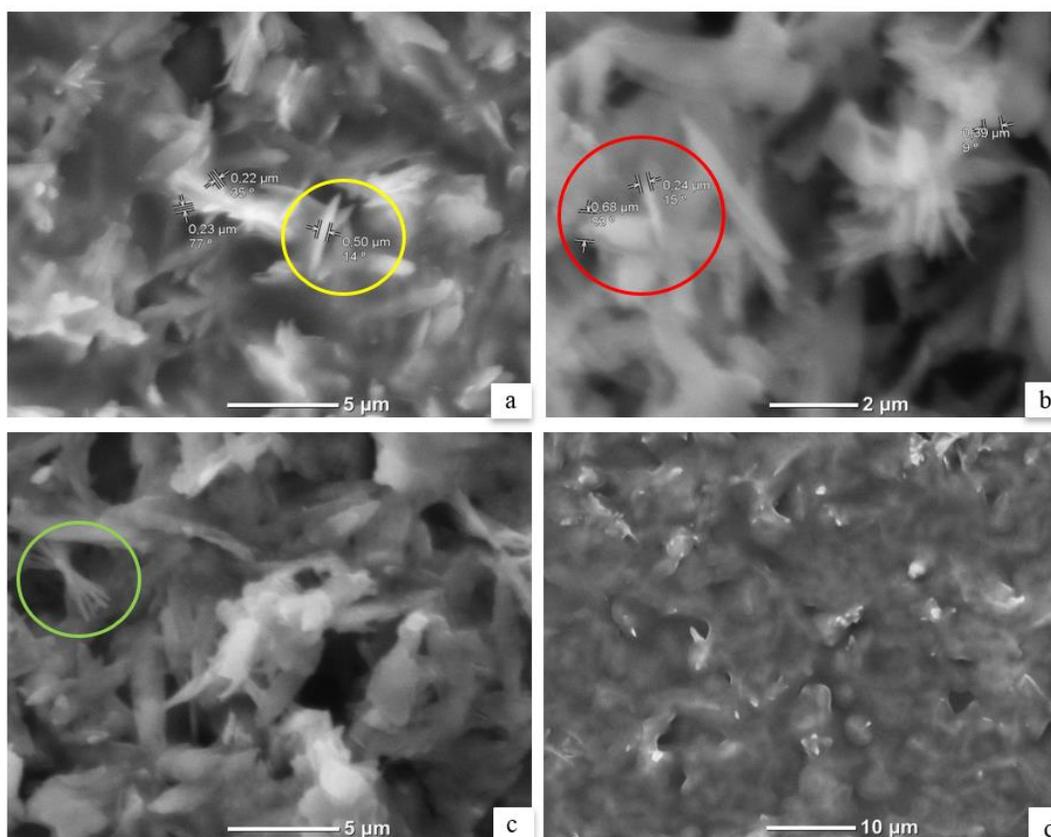


Figura 26: Imágenes obtenidas de la reacción 3 luego del SEM a diferentes condiciones. a) Agitado en ultraturrax durante 7 min. 5000X, b) Agitado en ultraturrax durante 5 min. 10000X, c) Agitado en plancha durante 10 min. 5000X, d) Tomada directamente del vaso. Adaptada de: Elaboración propia.

En la figura 26 se puede evidenciar cómo las muestras preparadas para SEM con diferentes condiciones presentan morfologías similares. Entre dos tipos de agitación, el agitador de alta velocidad es el que pone más al descubierto la morfología de la microestructura conformada por las nanopartículas de ZnO obtenidas. Las imágenes de la (a) a la (c) muestran zonas con la forma de una estrella como la denominan en la literatura, igualmente se observan morfologías parecidas a agujas [33]. En la muestra tomada directamente del vaso (d) se puede observar que es una muestra completamente aglomerada y solamente se puede ver la superficie de los aglomerados que es irregular, a diferencia de las muestras con agitación en las que queda al descubierto la morfología.

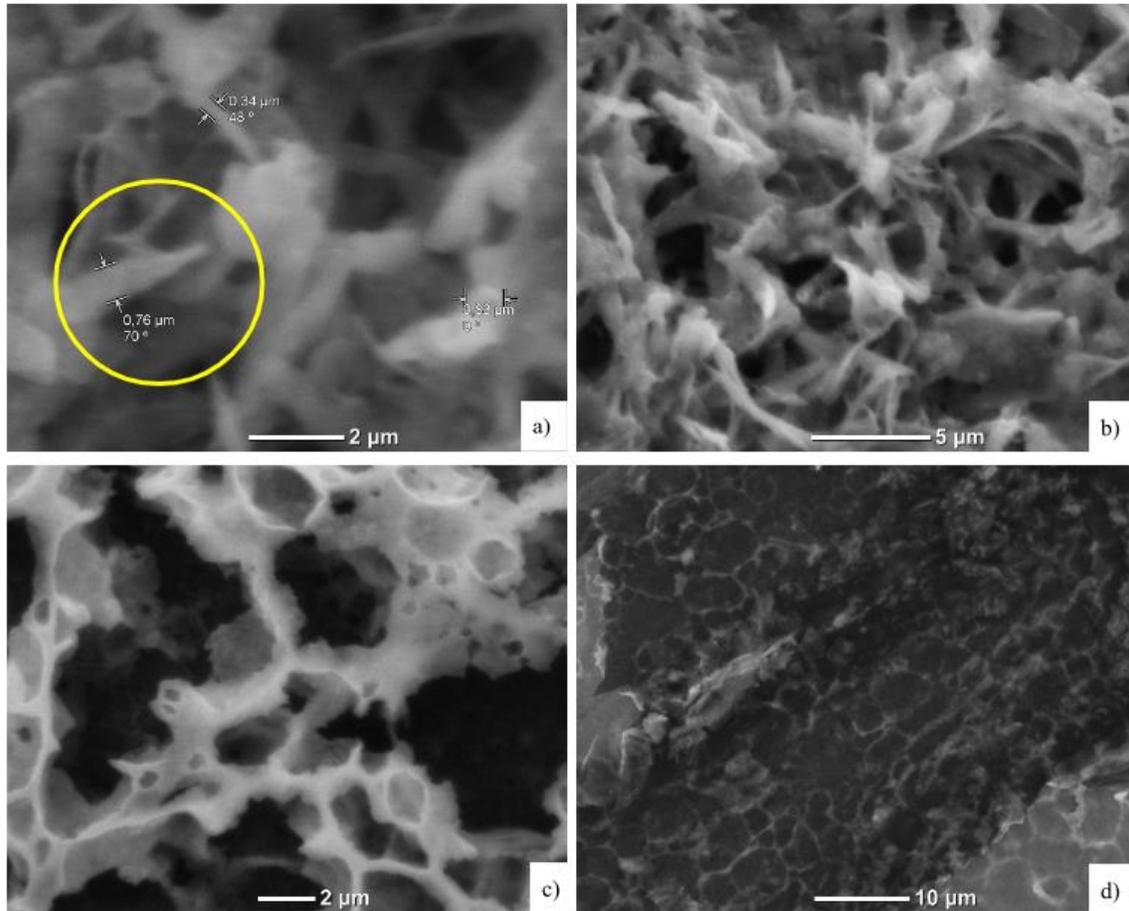
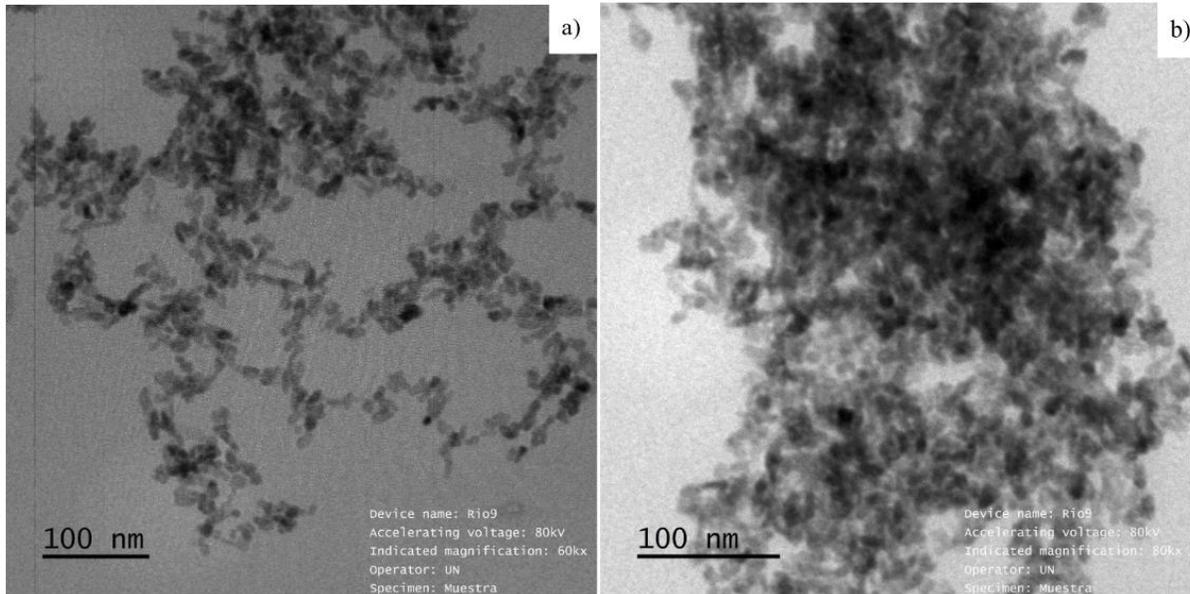


Figura 27: Imágenes obtenidas de la reacción 4 luego del SEM a diferentes condiciones. a) Agitado en ultraturrax durante 7 min. 10000X; b) Agitado en ultraturrax durante 5 min. 2000X; c) Agitado en plancha durante 10 min. 6000X; d) Tomada directamente del vaso. Adaptada de: *Elaboración propia.*

En la Figura 27 se presentan las imágenes obtenidas luego del SEM de las muestras de la reacción R4. Se pueden observar la microestructura obtenida, alguna de estas, así como las imágenes (a) y (b) que estuvieron en agitación de alta velocidad coinciden con la morfología de una estrella, estructuras alargadas y filamentos entretejidos similar al de la literatura [43]. La imagen (c) corresponde a la agitación en plancha a velocidad baja, donde se observa que probablemente el aglomerado se fracturó o queda al descubierto, pero no se logra distinguir bien la estructura.

Al igual que en la Figura 27, la imagen (d) por su aglomeración avanzada muestra la superficie del aglomerado que se formó durante un tiempo de reposo de la muestra en los solventes del lavado y que no fue sometida a un proceso de agitación posterior, por lo tanto, no se logran ver las microestructuras que se forman.



*Figura 28: Micrografías de TEM obtenidas para las nanopartículas 100 nm.
Adaptada de: Elaboración propia.*

Como se observa en la Figura 28 en las micrografías de TEM, las partículas de ZnO obtenidas presentan dimensiones nanométricas entre 8 y 20 nm. Las nanopartículas se observan como cristalitas similares a como los mencionan en la literatura con orden aleatorio [43]. En la imagen (b) se evidencia la formación de un aglomerado, es decir, las partículas unidas entre sí, perdiendo su identidad individual, tal como se observó en las imágenes de SEM. En análisis del tamaño de partículas realizado a partir de la micrografía 28 (a) se observa en el apartado 8.5 de los resultados (Distribución de tamaño de las partículas y comparación con el modelo teórico).

8.4. Caracterización Química

En la Figura 29 se observa el espectrograma obtenido en el analizador infrarrojo para comparar con una muestra de óxido de zinc estándar y la muestra obtenida de la síntesis.

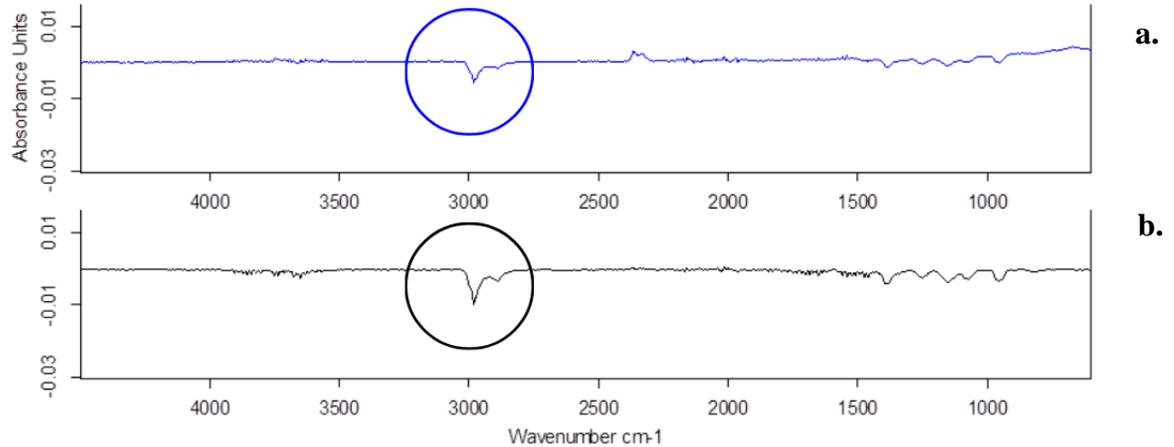


Figura 29: Espectrograma de infrarrojo de muestras Óxido de Zinc. Azul: Muestra obtenida de la síntesis, Negro: Óxido de Zinc estándar.

Adaptada de: *Elaboración propia.*

Se observan las frecuencias y los espectros de las muestras analizadas en la figura 29. Al comparar los espectros, el azul que corresponde al ZnO obtenido en este proyecto en cambio el negro corresponde al ZnO estándar; ambos se encuentran en la misma altura, la absorbancia y el área del pico. La concentración de muestra analizada coincide con el número de onda señalada en el estándar, lo que indica que la muestra obtenida durante el proyecto presentado corresponde efectivamente a óxido de zinc.

8.5. Distribución de tamaño de las partículas y comparación con el modelo teórico.

En la figura 30 se observa una gráfica realizada con los datos obtenidos del software ImageJ el cual mide las partículas que se muestran en la micrografía del TEM para realizar su análisis de distribución de tamaño.

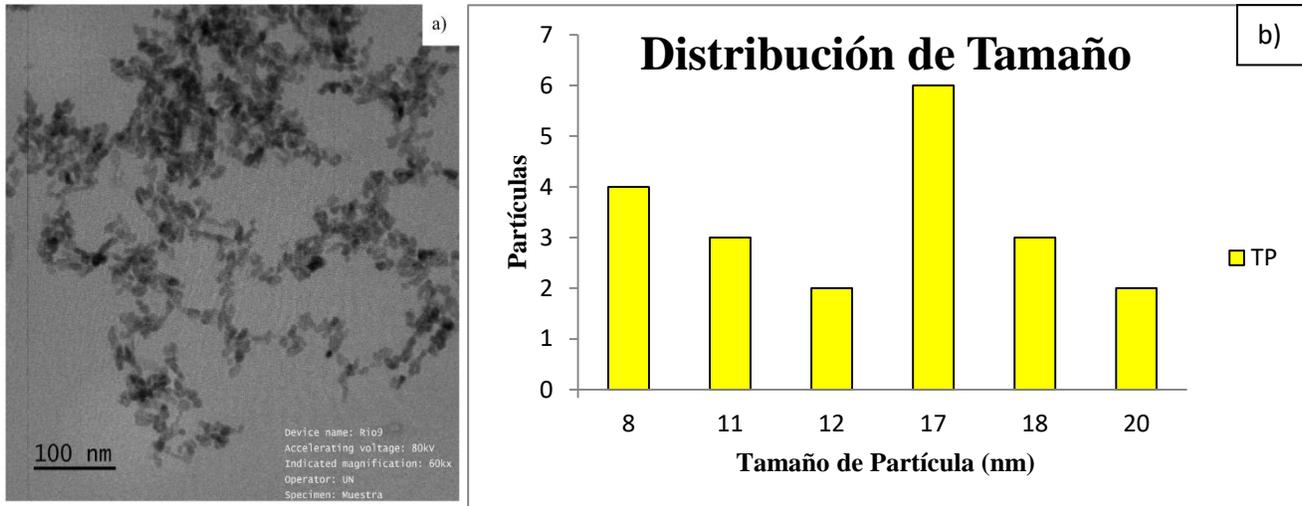


Figura 30: Distribución del tamaño de las partículas obtenidas.
Adaptada de: *Elaboración propia.*

La Figura 30 de distribución de tamaño nos permite identificar que las muestras obtenidas se conforman de pequeñas partículas de alrededor de 14 nanómetros en promedio, que se unen para formar aglomerados como se pueden observar en la micrografía de TEM.

Analizando la Figura 28 con el programa ImageJ arroja unos datos que demuestran que el tamaño más frecuente es alrededor de 17 nm y los tamaños se encuentran entre 7 y 18 nanómetros.

El número de partículas analizadas fueron en total 20, esto se tomó como un dato estadístico debido a que el software no lo realizó de manera automática, sino que se realizó la medición de manera manual.

Se comparó con el modelo matemático propuesto con anterioridad en el Semillero de Investigación en Materiales Poliméricos SIMP y publicado por Suárez y León en 2021 (debido a que las condiciones de reacción son las mismas que se usaron para los cálculos del artículo) y el diagrama de concentración del ZnO que se observar en la Figura 21 con el cual podemos apoyar con los datos obtenidos de tamaño de partícula que las partículas obtenidas se encuentran alrededor de los 4 nm de radio y no superan los 10 nm de radio. Tal como se observa en la Figura 30 observamos que las partículas están en el rango de tamaños por lo cual se puede afirmar con la validación experimental que el modelo predice el tamaño esperado.

9. Conclusiones

- Se realizaron reacciones entre acetato de zinc y metóxido de potasio a través del método de coprecipitación en metanol con diferentes composiciones de la mezcla reactiva.
- De las reacciones se obtuvo un polvo de coloración blanca uniforme similar al obtenido en trabajos previos, empleando métodos de coprecipitación.
- Los resultados de caracterización química evidencian que el producto obtenido probablemente es Óxido de Zinc.
- El pH del medio de reacción sufrió un aumento desde 5,7 a 8,8 para las diferentes reacciones, a medida que se realizó la dosificación gota a gota de KOH.
- De los métodos probados para la preparación de las muestras para la microscopía electrónica de barrido, la agitación a alta velocidad fue la que permitió evidenciar la microestructura con mayor claridad.
- Las muestras que se prepararon con agitación en plancha evidencian la ruptura de los aglomerados en las micrografías, pero no permiten observar las estructuras con el mismo detalle que lo hace la agitación de alta velocidad.
- La muestra que no tuvo agitación da información sobre la morfología de la superficie externa de los aglomerados, pero no permite detallar la microestructura.
- Los tiempos de agitación de alta velocidad 5 y 7 minutos tuvieron resultados similares en la preparación de la muestra para la microscopía electrónica de barrido.
- La técnica de SEM permitió ver la morfología de los aglomerados de nanopartículas.
- En las imágenes de microscopía electrónica de barrido pueden observarse las morfologías tipo aguja y estrella, similares a las observadas previamente en otros trabajos de investigación.
- La técnica de TEM permitió observar con mayor detalle las partículas que conforman los aglomerados permitiendo distinguir partícula por partícula.
- Los tamaños de las partículas observadas en las micrografías de TEM están entre los 8 y 20 nm.
- Los tamaños de las nanopartículas observados están dentro del rango predicho por el modelo matemático propuesto con anterioridad en el Semillero de Investigación en Materiales Poliméricos SIMP y publicado por Suárez y León en 2021.

10. Referencias

- [1] Bhu Bharat “Introduction to nanotechnology”: https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-662-54357-3_1
- [2] Fatah Takabait “Uso como aditivo para utilización biomaterial” <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0366317516000157>
- [3] Alarcon H., Tolmod M., Villacrés and Huarote Emily “Green chemistry an eco friendly alternative in the production of nanoparticles of AgO” : http://www.scielo.org.pe/scielo.php?pid=S1810-634X2021000300298&script=sci_arttext
- [4] Helia B. León M. (private communication), 2022
- [5] *Informe de la ONU sobre contaminación por plásticos advierte sobre falsas soluciones y confirma la necesidad de una acción mundial urgente, ONU Programa para el Medio Ambiente, (Octubre, 2021):* <https://www.unep.org/es/noticias-y-reportajes/comunicado-de-prensa/informe-de-la-onu-sobre-contaminacion-por-plasticos>
- [6] Greenpeace (2019, 20, 02). Greenpeace Colombia denuncia: “Miles de años demora en degradarse el plástico que envuelve la canasta básica de los colombianos” [en línea]. Disponible en: <https://www.greenpeace.org/colombia/noticia/issues/contaminacion/greenpeace-colombia-denuncia-miles-de-anos-demora-en-degradarse-el-plastico-que-envuelve-la-canasta-basica-de-los-colombianos/>
- [7] Greenpeace (2020, 23, 07). “No hay evidencia científica de que los plásticos de un solo uso sean la opción más segura para mitigar el contagio del COVID-19” [en línea]. Disponible en: <https://www.greenpeace.org/colombia/noticia/issues/contaminacion/no-hay-evidencia-cientifica-de-que-los-plasticos-de-un-solo-uso-sean-la-opcion-mas-segura-para-mitigar-el-contagio-del-covid-19/>
- [8] M. Latam (2019, 23, 08). Océanos: Plásticos y Basura Marina Acaban con la Diversidad [en línea]. Disponible en: <https://es.mongabay.com/2019/08/oceanos-plasticos-y-basura-marina-acaban-con-la-diversidad/>
- [9] Gladys R. Avilés (trabajo) “Polímeros Biodegradables a Partir del Almidón de Yuca”
- [10] Iris M. Castañeda (2013.05.09). Estudio del efecto de aditivos oxo-degradables en los cambios estructurales de materiales nanoestructurados a base de mezclas de LLDPE/COC con nanoarcillas. <https://ciqa.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1025/40/1/Tesis%20MTP%20Iris%20Candy%20Males%20Casta%20C3%B1eda%20Nov%2021%202013.pdf>
- [11] Greenpeace. Plásticos: El plástico ha inundado nuestra vida diaria: podemos encontrarlo en envases de productos, ingredientes de cosméticos, el textil de la ropa, materiales de construcción y todo tipo de usos. [en línea]. Disponible en: <https://es.greenpeace.org/es/trabajamos-en/consumismo/plasticos/>
- [12] “Datos Sobre la Producción de Plásticos” [en línea] Greenpeace, Disponible en: <https://es.greenpeace.org/es/trabajamos-en/consumismo/plasticos/datos-sobre-la-produccion-de-plasticos/>

- [13] ¿Es buena idea incinerar los residuos plásticos? <https://www.nationalgeographic.es/medio-ambiente/2019/03/es-buena-idea-incinerar-los-residuos-plasticos>
- [14] Micaela Buteler “El problema del plástico” https://ri.conicet.gov.ar/bitstream/handle/11336/109678/CONICET_Digital_Nro.9fbc68cb-0eb2-4000-b7f6-ac241af6e3f0_A.pdf?sequence=2&isAllowed=y
- [15] “¿Dónde Están las 7 Superislas de Plástico que Flotan en los Mares de la Tierra?” el Periódico, J. L. Ferrer, (Diciembre, 2022) [en línea], Disponible en: <https://www.elperiodico.com/es/verde-y-azul/20221215/7-superislas-plastico-flotan-mares-75622832>
- [16] Élica H, “Polímeros” http://www.inet.edu.ar/wp-content/uploads/2012/11/09_Polimeros.pdf
- [18] Herolinda R. Valdez “Polímeros, Sistemas de Manufactura” <https://es.slideshare.net/heroalrey/p-o-l-i-m-e-r-o-s>
- [18] National Geographic España. (2020, 23, 01). “¿Dónde usamos los plásticos en el día a día?” [en línea]: https://www.nationalgeographic.com.es/mundo-ng/grandes-reportajes/donde-usamos-plasticos_12717
- [19] Zschimmer y Schwarz. (2022). “¿Qué son los biopolímeros y para qué se utilizan en la industria?” <https://www.zschimmer-schwarz.es/noticias/que-son-los-biopolimeros/>
- [20] Rimoplásticas. “Cómo funciona el plástico biodegradable” [en línea] <https://rimoplasticas.com/blog/como-funciona-el-plastico-biodegradable/#:~:text=Que%20es%20el%20pl%C3%A1stico%20biodegradable&text=El%20pl%C3%A1stico%20com%C3%BAn%20tarda%20entre,una%20alternativa%20al%20pl%C3%A1stico%20sostenible>
- [21] Manuel V, Yamileth O, Yomaira U. (2011, 16, 05). “Biopolímeros: Avances y perspectivas” http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0012-73532013000500019#fig01
- [22] Hulla J, Sahu S, Hayes A. (2015). “Nanotechnology: History and future” <https://journals.sagepub.com/doi/full/10.1177/0960327115603588>
- [23] Bharat S. “Introducción a la Nanotecnología” https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-662-54357-3_1
- [24] Charles P, Frank O. “Introducción a la Nanotecnología” https://books.google.com.co/books?hl=es&lr=&id=XfzgEoY9SNkC&oi=fnd&pg=PA1&dq=nanotechnology&ots=rP_4sifdCm&sig=fcvy8zt5rMhI8R1Szt84y3ntWc&redir_esc=y#v=onepage&q=nanotechnology&f=false
- [25] Roger W. (2006, 06) “Nanotecnología, ¿Qué es? ¿Deberíamos estar preocupados?” <https://academic.oup.com/ocmed/article/56/5/295/1452235?login=true>
- [26] European Commission. (2006, 03, 10). “The appropriateness of existing methodologies to assess the potential risks associated with engineered and adventitious products of nanotechnologies” https://ec.europa.eu/health/ph_risk/committees/04_scenihp/docs/scenihp_o_003b.pdf

- [27] Iniciativa Nacional de Nanotecnología “Aplicaciones de la Nanotecnología”
<https://www.nano.gov/about-nanotechnology/applications-nanotechnology>
- [28] Eva M et al. (2021) “Las nanopartículas y sus aplicaciones biomédicas”
<https://dehesa.unex.es:8443/bitstream/10662/11784/1/978-84-09-25218-3.pdf>
- [28] Nanotec. (2018). “¿Qué son las nanopartículas?” [en línea]
<https://www.nanotec.es/que-son-las-nanoparticulas/>
- [29] A. Sanz (2016). “Nanopartículas de óxido de zinc para la mejora de dispositivos de almacenamiento de energía”
<https://repositorio.upct.es/xmlui/bitstream/handle/10317/6221/tfm-san-nan.pdf?sequence=1&isAllowed=y>
- [30] Solmeglas. “¿Qué son las nanopartículas? Tipos y propiedades de estas partículas” [en línea]
<https://solmeglas.com/que-son-nanoparticulas-tipos/>
- [31] National Geographic España. (2020, 23, 01). “¿Dónde usamos los plásticos en el día a día?” [en línea] Disponible en: https://www.nationalgeographic.com.es/mundo-ng/grandes-reportajes/donde-usamos-plasticos_12717
- [32] Utilización del óxido de zinc para un mejor aprovechamiento de la energía solar. (2017). “Óxido de Zinc y sus Propiedades” [en línea]:
<https://steemit.com/stem-espanol/@joseleogon/utilizacion-del-oxido-de-zinc-para-un-mejor-aprovechamiento-de-la-energia-solar>
- [33] Nanotech Malaysia “Complementary processing methods for ZnO nanoparticles” (2018).
- [34] A. Sirelkhatim, S. Mahmud, A. Seeni, N. Mohamad Kaus, L. Ann, S. Khadijah Bakhori, H. Hasan, D. Mohamad “Review on Zinc Oxide Nanoparticles: Antibacterial Activity and Toxicity Mechanism” (2015).
<https://steemit.com/stem-espanol/@joseleogon/utilizacion-del-oxido-de-zinc-para-un-mejor-aprovechamiento-de-la-energia-solar>
- [35] Lifeder. (2022, 07, 01). “Coprecipitación” [en línea] Disponible en:
<https://www.lifeder.com/coprecipitacion/>
- [36] B. Savi, L. Rodrigues, A. Bernardin SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE ZnO POR EL PROCESO SOL-GEL <https://www.qualicer.org/recopilatorio/ponencias/pdfs/2012200.pdf>
- [37] Universidad pedagógica y tecnológica de Colombia.
“<https://librosaccesoabierto.uptc.edu.co/index.php/editorial-uptc/catalog/download/104/131/3315?inline=1>”
- [38] M. Dunlap & Dr. J. E. Adaskaveg; Theory, Practice, & Procedures, “Introduction to the Scanning Electron Microscope” <http://www.geo.umass.edu/courses/geo311/semmanual.pdf>
- [39] Metalinspec. “Microscopio electrónico de barrido: Qué es y cómo funciona” [en línea] Disponible en:
<https://www.blog.metalinspec.com.mx/que-es-y-como-funciona-un-microscopio-electronico-de-barrido>

[40] M. Wineya, B. Meehla, T. O'Toolea, & H. Giddings; "Conventional transmission electron microscopy" Molecular, Cellular, and Developmental Biology and Boulder Laboratory for 3D Electron Microscopy of Cells (2014)

[41] "Guía de Espectroscopia Infrarroja" [en línea] Disponible en:
<https://www.bruker.com/es/products-and-solutions/infrared-and-raman/ft-ir-routine-spectrometer/what-is-ft-ir-spectroscopy.html>

[42] "ImageJ Features" [en línea] Disponible en:
<https://imagej.nih.gov/ij/index.html>

[43] Piezoelectric ZnO Nanostructure for Energy Harvesting,. (2015, 1 1). First Edition. Yamin Leprince-Wang.
<https://mail.google.com/mail/u/0/?tab=rm&ogbl#inbox/FMfcgzGtwCtTTKIMNkfjVWzNJGVLBmZB?projector=1&messagePartId=0.1>

[44] (A. Ali, A. Phull & M. Zia; "Elemental zinc to zinc nanoparticles", 2018)

[45] O. Suarez y H. León (2021). "Theoretical and Experimental Approach to the Production of ZnO Nanoparticles by Controlled Precipitation Method in Methanol"

[46] Serena Doria, "Los efectos de cambios de densidad causados por oscilaciones de temperatura en la medición hidrostática de nivel" [en línea] Disponible en:
<https://www.bloginstrumentacion.com/instrumentacion/oscilaciones-en-la-medicin-hidrostatica-de-nivel/#:~:text=La%20densidad%20del%20agua%20a.es%20de%20998.20%20kg%20%2F%20m%C2%B3>.

[47] Universidad Nacional Autónoma de México, "Hoja de seguridad IX Metanol", [en línea] Disponible en:
<https://quimica.unam.mx/wp-content/uploads/2016/12/9metanol.pdf>