

**SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA USANDO EXTRACTO DE  
CÁSCARA DE PAPAYA**

**DIANA PAOLA ROBLES ARDILA  
NATALIA RODRÍGUEZ PARDO**



**UNIVERSIDAD DE BOGOTÁ JORGE TADEO LOZANO  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.  
2017**

**SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA USANDO EXTRACTO DE  
CÁSCARA DE PAPAYA**

**DIANA PAOLA ROBLES ARDILA  
NATALIA RODRÍGUEZ PARDO**

**TRABAJO DE GRADO COMO REQUISITO PARA OPTAR AL TÍTULO  
DE INGENIERA QUÍMICA**

**Directora:  
Alis Yovana Pataquiva Mateus  
Ingeniera Química, MSc., PhD.**

**UNIVERSIDAD DE BOGOTÁ JORGE TADEO LOZANO  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ D.C.  
2017**

RESUMEN.....	4
ABSTRACT .....	4
1. INTRODUCCIÓN.....	5
2. METODOLOGÍA.....	6
2.1. Materiales y métodos.....	6
2.2. Diseño experimental.....	7
2.2.1. Recolección de la cáscara.....	7
2.2.2. Preparación del extracto de la cáscara de papaya.....	7
2.2.3. Determinación de glucosa.....	8
2.2.4. Síntesis de nanopartículas de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	8
2.2.5. Caracterización.....	8
2.2.5.1. Química.....	8
2.2.5.2. Física.....	9
2.2.6. Determinación de la remoción de colorantes.....	9
3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.....	10
3.1. Determinación de glucosa:.....	10
3.2. Síntesis de nanopartículas de Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> .....	11
3.2.1. Proporción de reactivos y excesos molares.....	11
3.2.2. Rendimiento.....	13
3.3. Caracterización.....	14
3.3.1. Magnetismo.....	14
3.3.2. FTIR.....	14
3.3.3. SEM.....	17
3.4. Determinación de la remoción de colorantes.....	18
3.4.1. Espectroscopía UV-Vis.....	18
4. CONCLUSIONES.....	23
5. RECOMENDACIONES.....	23
6. AGRADECIMIENTOS.....	23
7. REFERENCIAS.....	24

# SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA USANDO EXTRACTO DE CÁSCARA DE PAPAYA

Synthesis of magnetite nanoparticles using papaya peel extract

Diana Paola Robles Ardila

Estudiante de ingeniería química, Universidad Jorge Tadeo Lozano,  
dianap.roblesa@utadeo.edu.co

Natalia Rodríguez Pardo

Estudiante de ingeniería química, Universidad Jorge Tadeo Lozano,  
natalia.rodriguez@utadeo.edu.co

## RESUMEN

En el presente documento se estudia la síntesis de nanopartículas de magnetita  $Fe_3O_4$  a partir de extracto de cáscara de papaya mediante una reacción simple y ecológica. Para la realización de la síntesis se verifica la cantidad de glucosa presente en las cáscaras puesto que este carbohidrato es indispensable como agente reductor en la reacción, la síntesis se realiza para tres muestras diferentes las cuales son evaluadas frente a una muestra comercial por medio de microscopía infrarroja FTIR y mediante microscopía electrónica de barrido SEM donde se determina su tamaño y morfología evidenciando que es nanométrico, además de ser caracterizadas físicamente con ayuda de unos imanes comprobando su capacidad magnética. Posterior a esto se realiza la degradación de colorantes dando resultados positivos para el colorante azul brillante mostrando transparencia en el medio, lo que se verifica de manera cuantitativa por medio de espectroscopia UV-Vis, y el cual es evaluado con diferentes cantidades de magnetita sintetizada y a través del tiempo.

Palabras clave: cáscara de papaya, residuos agroindustriales, nanopartículas, magnetita, colorantes.

## ABSTRACT

This paper studies the ( $Fe_3O_4$ ) magnetite nanoparticles synthesis from papaya peel extract through a simple and ecological reaction. For the synthesis, the amount of glucose present in the papaya's peel is verified, because of this carbohydrate is indispensable as a reducing agent in the reaction, the synthesis is performed for three different samples which are evaluated against a commercial sample through of infrared microscopy (FTIR) and scanning electron microscopy (SEM) the last one where its size and morphology are determined, thus demonstrating that it's nanometric, besides being physically characterized with the help of magnets, thus checking their magnetic capacity. Subsequently the dyes degradation was performed and has positive results for the bright blue dye -, which is verified quantitatively by means of UV-Vis spectroscopy, and which is evaluated with different amounts of synthesized magnetite and over time for 2 hours.

Keywords: papaya peel, agroindustrial waste, nanoparticles, magnetite, dyes.

## 1. INTRODUCCIÓN

La papaya debido a su alto valor nutritivo y propiedades medicinales es un fruto que ha logrado incrementar su cultivo, haciendo que se comercialice no solo en las regiones de América Latina (de donde es nativa) sino también en África, Asia, Australia, Filipinas y Estados Unidos de América, es una fruta con forma ovalada y un peso promedio de 500g, el árbol puede crecer en casi cualquier tipo de suelo que sea ligero, profundo, fértil y permeable aunque se da mejor en climas cálidos o templados (Quinilla Lindo, 2011), tal como los climas que se dan en Colombia.

Los residuos agroindustriales, son materiales bien sea sólidos o líquidos generados a partir del consumo de una materia prima y que contienen cierto potencial para ser usados en otros procesos y dar un mejor aprovechamiento o transformación en un producto comercial, así, pues, este tipo de residuos pueden conllevarle a las industrias un ingreso adicional y la disminución de los gastos producidos por su disposición (Saval, 2012).

La cáscara de papaya es un residuo agroindustrial potencial debido a los diferentes componentes presentes en ella tales como fibra insoluble 26%, proteínas 18%, carbohidratos 9.69%, lípidos 2.4% y ceniza 11.85% entre otros (Mendes dos Santos et al., 2014). De los cuales serán de interés los carbohidratos por su comportamiento como agente reductor frente a la hematita ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ).

La producción anual de papaya en Colombia según estudios reportados hasta el 2010, es de 30 mil toneladas al año y equivale al 10,20% de las frutas que produce el país (Castellanos et al., 2011); se sabe que el exocarpio (cáscara de la fruta) comprende entre un 17 - 20% de la fruta aproximadamente, lo que equivaldría a 6000 toneladas al año (Belandría, et al., 2009). Por ejemplo en ciudades como Medellín y el valle del Aburrá se llega a producir 100kg/día de cáscara de papaya (Yepes, et al., 2008).

Las nanopartículas (NPs) metálicas han atraído el interés durante las últimas dos décadas debido a sus propiedades optoelectrónicas y físico-químicas, así como sus amplias aplicaciones en biodetección, la óptica, la catálisis y remediación ambiental (Vanaamudan et al., 2016). Existe una variedad de métodos para llevar a cabo la síntesis de estas nanopartículas, entre ellos, el método sonoquímico, microemulsiones, electroquímico y de coprecipitación, cada uno de estos usa compuestos en cuya estructura hay presencia de nitrógeno tales como urea, amoníaco (Zanella, 2012), etc, generando afecciones ambientales, por tal motivo se empezó a estudiar un método que además de evitar el uso de dichos compuestos aprovecha residuos agroindustriales tales como la cáscara del banano y la sandía, conociendo que en estas hay azúcares reductores presentes, con el fin de concentrarlos las cáscaras fueron sometidas a un proceso de reflujo a diferentes condiciones, para el caso de las cáscaras de banano hubo un secado por 14 días a temperatura ambiente para posteriormente cortarse, su reflujo se llevó a cabo a una temperatura de 80°C por 60 minutos (Venkateswarlu et al., 2013), para el caso de las cáscaras de sandía su secado duró 24 horas a temperatura ambiente, luego de haber removido la humedad estas se pulverizaron y su reflujo fue hecho por 2 horas a una temperatura de 80°C (Prasad et al, 2016), posterior a ello se disolvieron 2.16g de cloruro de hierro hexahidratado y 6.56g de acetato de sodio en diferentes cantidades de extracto de las cáscaras para cada caso y esta mezcla fue llevada a calentamiento, en el primer caso se tomaron 40 mL de extracto y su calentamiento se hizo por 2h a una temperatura

de 70°C (Venkateswarlu et al., 2013), para el segundo caso la cantidad de extracto usado fue de 30mL posteriormente el calentamiento se llevó a cabo por 2h a 80°C (Prasad et al, 2016).

Basado en lo anterior la presente investigación tiene como objetivo general la Producción de nanopartículas de magnetita (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) con potencialidad en remoción en el agua de diferentes compuestos tales como varios tipos de colorantes y metales pesados (Venkateswarlu et al., 2014) mediante el aprovechamiento de residuos agroindustriales, específicamente de la papaya. Se tuvo en cuenta el rendimiento de las nanopartículas a partir de las cáscaras de papaya y su caracterización física y química. Para lo cual, los objetivos específicos planteados son: (I) Sintetizar magnetita empleando concentraciones estequiométricas de los reactivos involucrados a partir de la concentración de carbohidratos. (II) Cuantificar el rendimiento de las nanopartículas de magnetita obtenidas a partir del uso de cáscara de papaya. (III) Caracterizar física y químicamente la magnetita producida (IV) Realizar pruebas de degradación de colorantes a partir de nanopartículas de magnetita sintetizada.

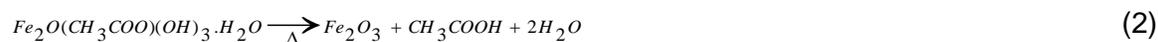
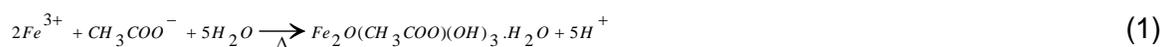
## 2. METODOLOGÍA

### 2.1. Materiales y métodos

Se recolectaron cáscaras de papaya hawaiana (*Carica Papaya*) en un estado de maduración medio, determinado por el color presentado por la cáscara de la fruta siendo de un color verde amarillento. Las cáscaras se secaron en la cámara de secado y de calor Classic-Line con convección forzada FD-23 para eliminar el exceso de humedad dado por los restos de fruta allí presentes, luego su tamaño fue reducido en trozos de aproximadamente 2 x 2cm para posteriormente llevar a cabo un soxhelet en el cual se concentraron en un extracto líquido los carbohidratos presentes.

El extracto líquido fue analizado por medio del método de Miller, en el cual, frente a la presencia de calor, los azúcares reductores presentes se identifican mediante un cambio de coloración a café, evidenciando la reducción del DNS (ácido 3.5-dinitrosalicílico) (Ávila Nuñez et al., 2012).

Teniendo en cuenta que se han estudiado varios métodos para llevar a cabo la síntesis de NPs de magnetita, se optó por estudiar un método que permite aprovechar la capacidad reductora de la glucosa presente en la cáscara de diferentes frutas con el fin de convertir la hematita, la cual se genera a partir de la combinación de los reactivos acetato de sodio y cloruro de hierro hexahidratado en magnetita, tal como se muestra en las ecuaciones 1,2 y 3 (Venkateswarlu et al., 2014). La muestra resultante fue llevada a calcinación con el fin de eliminar trazas de compuestos no deseables.



Con el fin de tener una caracterización química del sólido obtenido, éste se analizó por espectrometría infrarroja con transformada de Fourier FTIR, dicha técnica consiste en una interacción sobre el compuesto analizado con radiación infrarroja, la cual altera el estado vibracional (propiedad física única) de las moléculas que lo componen, generando un interferograma siendo la “huella dactilar” del compuesto, el compuesto obtenido fue comparado con uno de referencia. (Serrano Martínez, 2005).

Por otro lado, se caracterizó físicamente el sólido que se obtuvo, para ello se evaluó por medio de microscopía electrónica de barrido SEM (por sus siglas en inglés); esta técnica permite generar imágenes de la superficie de la muestra a partir de la emisión de los electrones de ésta al ser sometida bajo el haz de electrones del equipo. Como resultado es posible visualizar una imagen en 3D evidenciando la morfología y tamaño de las partículas presentes (Hernández Albañil & Espejo Mora, 2002).

Asimismo, la muestra se caracterizó físicamente sometiéndola a un campo magnético generado por imanes evidenciando así el magnetismo característico de la magnetita (Venkateswarlu et al., 2013).

Finalmente, se corrobora si las partículas sintetizadas tienen capacidad para eliminar la presencia de colorantes en el agua al evaluar la degradación de colorantes, específicamente el azul brillante usado principalmente en la industria de alimentos. Para esto se disolvió el colorante en agua suministrada por el acueducto; en esta solución se colocó una cantidad determinada de magnetita sintetizada y se evidenció la remoción del colorante cualitativamente debido a que el agua retomó su transparencia al transcurrir el tiempo.

Por otro lado, la remoción de los colorantes se evaluó por medio de la espectrometría por absorción molecular ultravioleta y visible (espectrometría UV-Vis) en el equipo evolution 300, esta técnica se basa en la medición de la transmitancia T o de la absorbancia A de las soluciones.

## **2.2. Diseño experimental**

### **2.2.1. Recolección de la cáscara**

Las cáscaras se recolectaron de los residuos producidos en diferentes fruterías de Funza, la plaza del Restrepo y puestos ambulantes de venta de ensaladas de frutas en el suroriente de Bogotá.

### **2.2.2. Preparación del extracto de la cáscara de papaya**

La cáscara recolectada fue lavada con agua destilada y dividida en dos grupos, uno en el cual la cáscara se encontraba más fresca (A) y otra que se encontraba con más días de almacenamiento (B) con una humedad inicial de 97.57% en un tiempo de 13:58 min y 73.84% en 11:17 min respectivamente, evidenciando así que el primer grupo comprendía una mayor humedad.

Posteriormente, ambos grupos de cáscara fueron llevados a la cámara de secado a una temperatura de 60°C por 24 horas, transcurrido el tiempo la cáscara seca fue cortada en trozos de aproximadamente 2 x 2 cm y al medir la humedad final se obtuvieron valores de 22.07% en un tiempo de 5:02 minutos y de 23,15% en 8:09 minutos Para la cáscara A y B respectivamente

Para ambos grupos de cáscara se realizó un montaje soxhlet a una relación 1/10 cáscara/agua con 10g de cada cáscara en 100ml de agua, este montaje se realizó con el fin de concentrar la glucosa presente en la cáscara (Venkateswarlu et al., 2014), y se llevó a cabo por una hora en un rango de temperatura de entre 70 y 80°C con agitación magnética constante. Finalmente, los extractos obtenidos de ambos grupos, los cuales se denominarán: Extracto 1 (E1), para el extracto con una humedad final de 22.07% (cáscara A) y Extracto 2 (E2) para el que obtuvo una humedad final de 23.15% (cáscara B); fueron llevados a refrigeración por 24 horas.

### **2.2.3. Determinación de glucosa**

Con el fin de determinar la presencia de azúcares reductores en el extracto que permitan llevar a cabo la reacción presentada en la ecuación 3, se empleó el método espectrofotométrico con el uso de DNS para establecer la cantidad exacta de carbohidratos presentes como glucosa (Ávila Nuñez et al., 2012). Se tomó una curva patrón realizada a partir de una solución de glucosa de concentración 2g/L, y con diluciones de las muestras de extracto a analizar.

### **2.2.4. Síntesis de nanopartículas de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>**

Teniendo en cuenta las reacciones determinadas por las ecuaciones 1, 2 y 3 se analizó la posibilidad de obtener magnetita a partir de la reducción del exceso reportado de acetato de sodio con respecto a una cantidad inicial de cloruro de hierro hexahidratado FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O, a continuación el compuesto formado por la reacción que se dio entre los reactivos mencionados se sometió a calentamiento (65°C) hasta la formación de un compuesto de color rojo ladrillo característico de la formación del óxido de hierro II o hematita el cual se visualiza como producto en la ecuación 2. Posteriormente, se agregaron 20mL del extracto de glucosa extraído anteriormente y, manteniendo una temperatura de 60°C se garantiza la reacción de éstos (Venkateswarlu et al., 2014). Finalmente, el producto de la reacción se llevó a la mufla a una temperatura de 400°C por 24 horas con el fin de eliminar el ácido acético formado y favorecer así la formación del compuesto metálico de interés (Picasso et al., 2012).

### **2.2.5. Caracterización**

#### **2.2.5.1. Química**

Con el propósito de verificar que el compuesto obtenido es magnetita, se llevó a cabo la espectrometría infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) en el equipo Cary 630 FTIR con el fin de determinar los grupos funcionales presentes en el compuesto resultante. Para llevar a cabo el análisis fue necesario pulverizar la muestra hasta un tamaño inferior al de la longitud de onda de la radiación para evitar los efectos de dispersión debidos a la

radiación (Skoog et al., 2008).

### 2.2.5.2. Física

El compuesto obtenido fue analizado por medio de microscopía de electrónica de barrido SEM para comprobar que tiene un tamaño nanométrico y su morfología corresponde a la morfología característica de las nanopartículas de magnetita. El análisis SEM fue llevado a cabo en el microscopio JEOL JSM-6490LV. Para esto se pulverizó la muestra, sin embargo se debe tener en cuenta que para poder obtener un resultado óptimo ésta debe ser conductora de corriente eléctrica, por tal motivo fue necesario aplicar un material conductor a la muestra tal como oro o una aleación de oro-paladio usando el metalizador Desk® IV, el procedimiento consistió en depositar una capa fina de oro-paladio sobre la muestra a una baja presión entre 4 y 10 Torr, posterior a esto, la muestra fue esparcida sobre etanol y llevada a ultrasonido, consecutivamente se tomó una gota de la suspensión formada y se colocó sobre un pin previamente calentado, el etanol ayuda a que la muestra se esparza uniformemente sobre el pin y finalmente, se procede a observar la muestra a diferentes magnitudes.

Teniendo en cuenta que el compuesto sintetizado tiene como característica el magnetismo, éste se sometió a un campo magnético con el fin de verificar que tuviera dicha propiedad.

### 2.2.6. Determinación de la remoción de colorantes

Con el propósito de determinar si las NPs de magnetita sintetizadas tienen un efecto de remoción frente a colorantes azoicos presentes en el agua, se evaluó la degradación del colorante Azul Brillante (AB) a través del tiempo por medio del método de espectroscopía UV-vis en el equipo evolution 300 a una longitud de onda de 555 nm (Amir et al., 2015).

El instrumento mide la potencia del haz de luz que pasa a través de la solución del analito y la compara con la potencia del haz emitido por una muestra que contiene solo el solvente, la concentración de un analito absorbente se relaciona en forma lineal con la absorbancia según la ley de Beer (Skoog et al, 2008):

$$A = -\log T = \log \frac{P_0}{P} = \epsilon bc \quad (4)$$

Donde:

$A = \log \frac{P_0}{P}$  = Absorbancia

$T = \frac{P}{P_0}$  = Transmitancia

$\epsilon$  = Absortividad molar

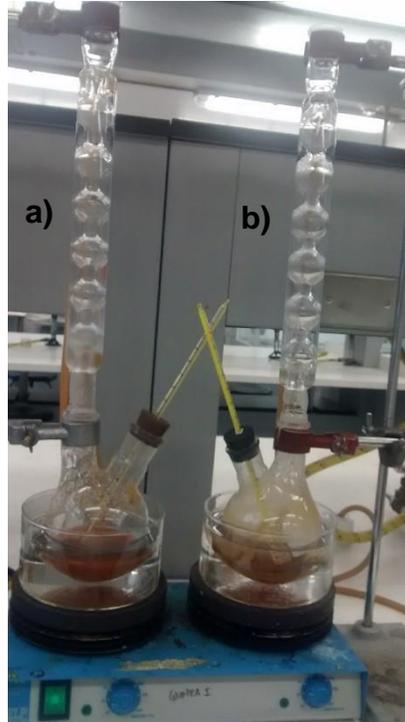
$b$  = Longitud de la celda en cm

$c$  = Concentración del analito

Las diferentes concentraciones del analito en cuestión (colorante) también pueden ser determinadas por medio de una curva de calibración realizada con concentraciones conocidas del analito y la cual, de acuerdo a su linealidad, brinda la relación entre absorbancias y concentraciones de éste con la ecuación de la recta.

### 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

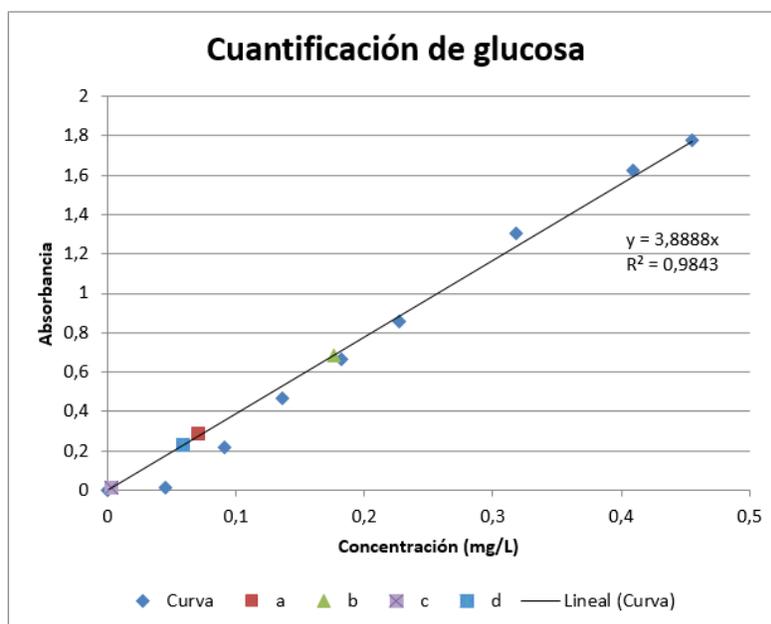
#### 3.1. Determinación de glucosa:



**Figura 1.** Montaje soxhlet para la extracción de los carbohidratos presentes en la cáscara de papaya y su posterior concentración en un extracto líquido. a) E1, b) E2.

La figura 1 muestra el montaje soxhlet para la concentración de los carbohidratos presentes en la cáscara de la papaya en un extracto líquido, esto con ayuda de un balón de dos bocas, un cristizador y un condensador de bolas que permitirá la concentración del extracto. El montaje se realizó por una hora a una temperatura de entre 70 y 80°C con agitación constante.

Los dos extractos líquidos derivados de los reflujos (E1, E2) fueron analizados a dos diferentes volúmenes (tabla 1) para determinar su concentración por medio de la técnica de Miller, datos consignados en la figura 2.



**Figura 2** Cuantificación de glucosa por medio del método fijo por espectroscopía UV-Vis

Ésta, muestra la curva de glucosa leída en el espectro UV-Vis con el método fijo a una longitud de onda de 540nm, con ayuda de la linealidad de la curva de la glucosa se determinó la ecuación de la recta a partir de la cual se calculó la concentración de glucosa de cada muestra resultante de los reflujos, datos consignados en la tabla 1.

**Tabla 1.** Volúmenes, absorbancia y concentración inicial y final de las muestras problema.

Muestra		Volumen Muestra (ml)	Volumen Agua (ml)	ABS	Concentración [mg/L]	Promedio
E1	a	0,2	4,2	0,28	25,304	28,148
	b	0,4	4	0,685	30,991	
E2	c	0,2	4,2	0,013	23,02	19,780
	d	0,5	3,9	0,228	16,539	

A partir de los datos de la tabla 1 se determinó que la muestra E1 tiene una concentración promedio de 28,148 mg/L mientras que la muestra E2 tiene 19,780 mg/L.

### 3.2. Síntesis de nanopartículas de Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

#### 3.2.1. Proporción de reactivos y excesos molares

A fin de determinar la posibilidad de sintetizar magnetita variando las cantidades de

reactivos usados según los estudios previamente realizados y reportados, se optó por añadir diferentes excesos de acetato de sodio a una cantidad cercana a 2.16g de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  (Venkateswarlu et al., 2014), la muestra de extracto líquida derivada del reflujo (figura 1a) se dividió en dos para realizar diferentes excesos como se evidencia en la tabla 2 donde 1 y 2 son derivados del reflujo E1 y 3 es perteneciente al segundo reflujo E2.

**Tabla 2.** Proporción de reactivos y cantidad de exceso molar de acetato de sodio ( $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2$ ) con respecto al cloruro de hierro ( $\text{FeCl}_3$ ).

Muestra		(g) $\text{FeCl}_3$	(g) $\text{C}_2\text{H}_3\text{NaO}_2$	Excesos
E1	M1	2,079	3,252	10
	M2	2,271	4,893	15
E2	M3	2,170	6,524	20

A partir de los datos consignados en la tabla 3 se determinó que es posible la obtención de magnetita disminuyendo el exceso molar de 20:1 a 10:1 de acetato de sodio con respecto al cloruro de hierro hexahidratado, lo cual se puede identificar en la figura 4d por la similitud de los picos de las muestras sintetizadas con la muestra de magnetita comercial como se explica posteriormente, es decir, se disminuye la generación de ácido acético en un 50% con respecto a la muestra en la que se agregó un exceso de aproximadamente 20:1, exceso que ha sido reportado previamente por diferentes investigaciones enfocadas al estudio de la potencialidad de la cáscara de diferentes frutas para la síntesis de NPs de  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , tales como la cáscara de banana (Venkateswarlu et al, 2014) y de sandía (Prasad et al, 2016)

**Tabla 3.** Masa de cáscara de papaya y de magnetita obtenida.

Muestra sin reactivos	Masa de cáscara (g)	Muestra con reactivos	Masa $\text{Fe}_3\text{O}_4$ (g)
E1	10.040	M 1	1.337
		M 2	2.273
E2	10.054	M3	0.933

Como se observa en la tabla 3 se obtuvo una mayor cantidad de magnetita en el exceso 10:1 que en el exceso 20:1, esto pudo darse debido a que la glucosa agregada tuvo un mayor número de moles de hematita con las que reaccionar reduciéndolas a magnetita, pues, teniendo en cuenta que hay una relación directa entre la formación de ácido acético y de acetato de sodio agregado, si se disminuye la cantidad de acetato agregado la formación de ácido acético en la reacción intermedia (Ec. 2) se reducirá también, dando paso a una mayor interacción entre los carbohidratos y la hematita.

### 3.2.2. Rendimiento

La determinación del porcentaje de rendimiento se basa en los coeficientes estequiométricos presentados en las ecuaciones 1,2 y 3 (Atkins& Jones, 2005) y los excesos presentados en la tabla 2. Para éste caso se analiza el rendimiento de la magnetita con respecto a la cantidad de cloruro de hierro usado para llevar a cabo la reacción, es decir, se determinó estequiométricamente la cantidad de magnetita que se debería haber obtenido partiendo de las cantidades de reactivos agregados en la síntesis.

$$\% \text{ de rendimiento} = \frac{\text{Rendimiento Real}}{\text{Rendimiento teórico}} \times 100 \quad (4)$$

$$\text{Rendimiento teórico} = \frac{\text{Masa de magnetita}}{\text{Masa molecular de magnetita}} \quad (5)$$

Usando las ecuaciones 4 y 5 se determinan los rendimientos para cada muestra obteniéndose los resultados que se presentan en la tabla 4.

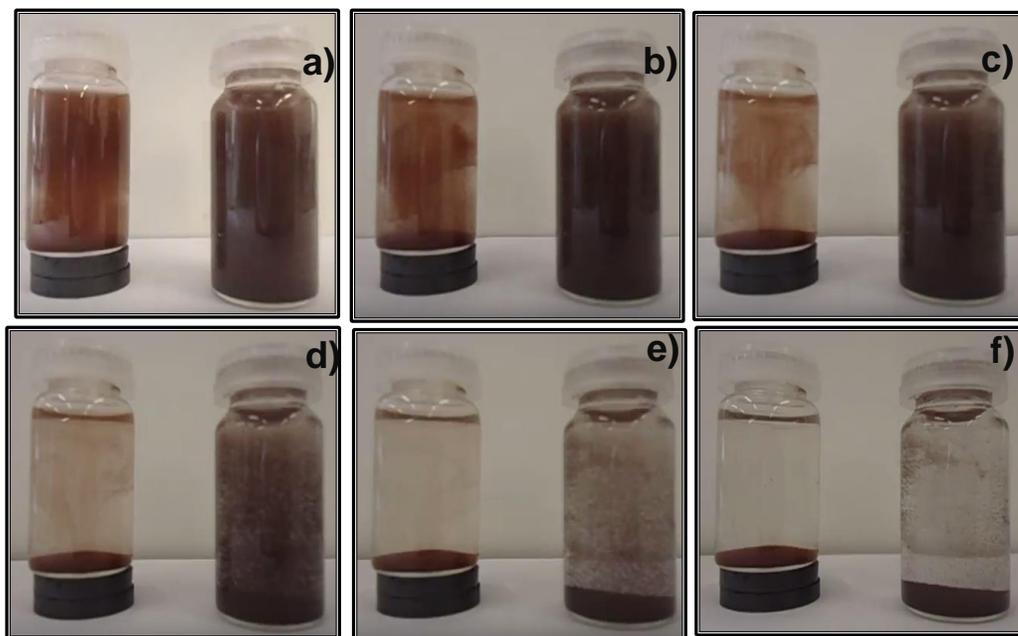
**Tabla 4.** Porcentaje de rendimiento.

Muestra	Rendimiento de la reacción (%)
M1	14.99
M2	35.03
M3	7.53

A partir de los datos consignados en las tablas 3 y 4 se observa que hay una mayor obtención de magnetita para el caso de M1 con respecto a M3, sin embargo la muestra para la cual se obtuvo una mayor masa de magnetita fue M2 con un total de 2.273g y a partir de ella un porcentaje de rendimiento de 35.03%, esto puede atribuirse al comportamiento de las reacciones descritas en las ecuaciones 1,2 y 3, lo que se debe al hecho de que sea necesaria la formación de compuestos intermedios para que se dé el resultado esperado.

### 3.3. Caracterización

#### 3.3.1. Magnetismo



**Figura 3.** Fotografías de muestras de nanopartículas de magnetita en agua, evaluando magnetismo (frasco de la izquierda) frente a precipitación natural de las nanopartículas (frasco de la derecha). a) tiempo de colocación sobre el imán 0s, b) en un tiempo de 4s, c) 9s, d) 17s e) 47s, f) 180s.

En la figura 3 se muestra la evaluación del magnetismo por parte de las nanopartículas comparada frente a la precipitación natural de estas, el frasco del lado izquierdo comprende un campo magnético en su base (realizado por un imán) mientras el del lado derecho de cada fotografía muestra la precipitación de estas al mismo tiempo. Se puede evidenciar así que las nanopartículas logran estar en la base en un tiempo de 17 segundos (figura 3d) para la muestra que comprende un campo magnético, mientras que la otra muestra comprende una precipitación al cabo de 3 minutos, evidenciándose en la figura 3f, aun así no es una precipitación total puesto que aún se evidencian partículas por las paredes del vidrio.

#### 3.3.2. FTIR

El FTIR se realizó para caracterizar las muestras de magnetita sintetizadas y para identificar interacciones de la superficie metálica con otros grupos funcionales, la figura 4 muestra los espectros correspondientes a las tres muestras sintetizadas frente a una muestra comercial que comprenden picos similares, las bandas anchas en las longitudes  $3261$  y  $3741\text{cm}^{-1}$  de M1 y M2 respectivamente y al mostrar un pico más delgado en  $1731$  y  $1732\text{cm}^{-1}$  se puede decir que corresponden a vibraciones de flexión H-O-H mostrando que posiblemente las partículas de magnetita han fisisorbido agua en su superficie. Las bandas con longitudes de onda de  $1447$ ,  $1439$ , y  $1435\text{cm}^{-1}$  para las tres muestras

corresponden a la vibración de deformación en enlaces O-H (Puca, 2012), por otro lado las bandas ubicadas en 2343, 2338 y 2955 $\text{cm}^{-1}$  equivaldrían a una tensión de tipo C-H, también es posible observar para las tres muestras un pico que se presenta en la zona alrededor de los 1000 y los 1200  $\text{cm}^{-1}$  lo que indica alargamiento entre los enlaces C-O (Amézequita & Mendoza, 2000), dicho comportamiento evidencia que aún hay presencia de compuestos secundarios formados por las reacciones presentadas en las ecuaciones 1,2 y 3, por último los picos comprendidos entre 400 y 600 $\text{cm}^{-1}$  se caracterizan por determinar la presencia de Fe-O mostrándose como los picos 451, 539 $\text{cm}^{-1}$  para M1; 472, 560 $\text{cm}^{-1}$  para M2 y 476, 554 $\text{cm}^{-1}$  para M3 evidenciando que hubo formación de óxidos de hierro (Sun et al., 2009), además de la presencia de picos en 839 y 864 $\text{cm}^{-1}$  correspondiente a la presencia de Fe-OH para M2 y M3.

Los espectros de las muestras de magnetita sintetizadas fueron comparadas frente al espectro de la magnetita como mineral comercial (óxido de hierro negro) arrojando los espectros superpuestos de la figura 4 , se puede decir que las muestras guardan varias similitudes con la magnetita comercial, entre esas el pico perteneciente a los enlaces tipo Fe-O que están ubicados dentro del mismo rango y una magnificación parecida, además de otros picos similares a esta, evidenciando que de la síntesis se obtuvo el compuesto esperado; sin embargo para el caso de la magnetita comercial se observa una región que abarca un ancho de banda desde 1800  $\text{cm}^{-1}$  hasta 1000  $\text{cm}^{-1}$  , zona en la cual se pueden identificar diferentes grupos funcionales además de diferentes comportamientos entre los mismos, tales como compuestos aromáticos, en la zona entre 1680  $\text{cm}^{-1}$  -1500  $\text{cm}^{-1}$  , deformación del enlace C-H en la zona entre 1475  $\text{cm}^{-1}$  y 1300  $\text{cm}^{-1}$  (Amézequita & Mendoza, 2000), entre otros, por tal motivo no es posible identificar un solo tipo de enlace o interacción entre estos, indicando que existe la presencia de varios compuestos dentro de la magnetita comercial lo cual se puede atribuir al hecho de que es obtenida por minería, razón por la que esta se convierte en una matriz de varios compuestos tales como sílice, calcio entre otros (Secretaría de economía, 2013), tal como se identifica en el FTIR, teniendo en cuenta que en general la procedencia natural influye en que haya presencia de más grupos además del grupo de interés para el producto deseado.

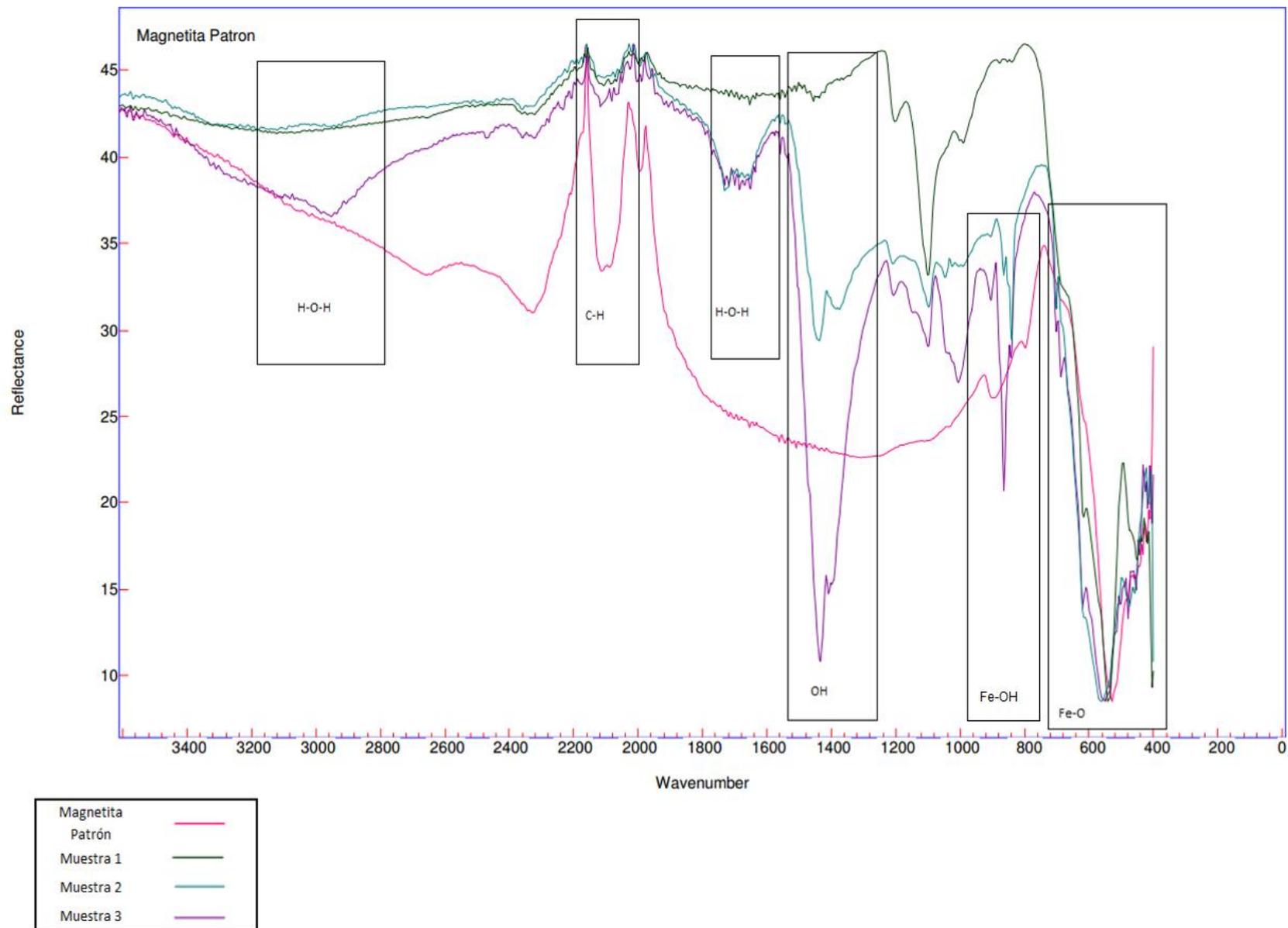


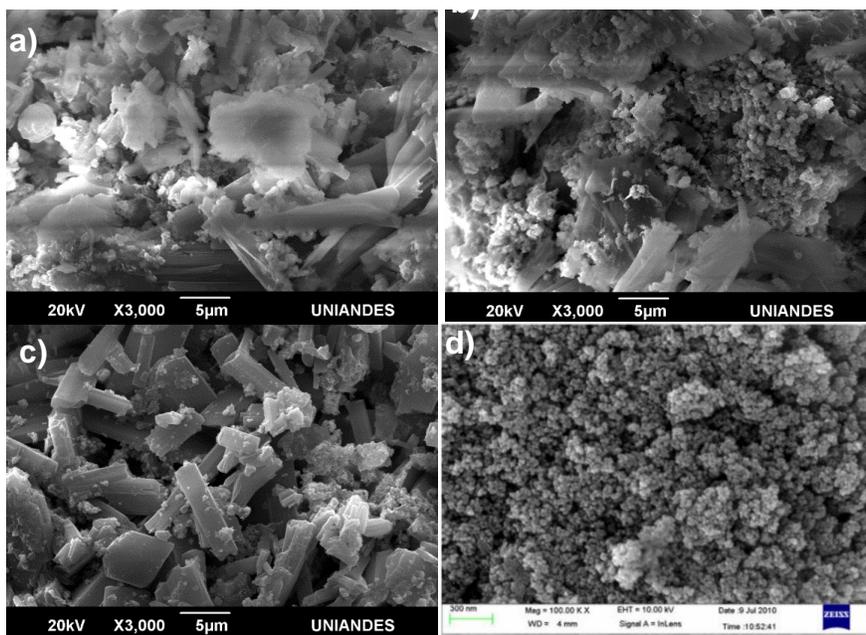
Figura 4. Comparación de espectros de las muestras con magnetita comercial.

### 3.3.3. SEM

Teniendo en cuenta que el fin del trabajo desarrollado era la obtención de nanopartículas de magnetita se procede a someter a microscopía electrónica de barrido las muestras resultantes, obteniendo como resultado las micrografías que se pueden observar en la figura 5 (a, b y c).

Según se observa en la figura 5 (a, b y c), las muestras presentan dos tipos de morfología en ellas, esto puede deberse a que en la reacción (3) la relación molar entre los carbohidratos y la hematita necesarios para la formación de magnetita es de 1:3 lo que evidencia que la cantidad de carbohidratos añadida no reaccionó con la totalidad de la hematita formada. Por otro lado, se observa que la muestra con mayor porcentaje de magnetita (por características morfológicas) es la M2 (figura 5b), en donde se puede evidenciar que se obtuvo magnetita nanoparticulada debido a la morfología agrupada muy similar a la reportada por literatura en la figura 5d, además se puede determinar que las partículas de magnetita obtenidas tienen un tamaño nanométrico de aproximadamente 81.515 nm en promedio, dicha medida se determinó al hacer un aumento de escala (midiendo 5 partículas), teniendo en cuenta la medida presentada en la micrografías.

Para el caso de las M1 y M3 (figuras 5a y c) predomina la morfología de bastones alargados y cuyo tamaño no es nanométrico, sin embargo se pueden observar también las agrupaciones características de la magnetita aunque en una cantidad mucho menor con respecto a la que se puede ver en la fotografía correspondiente a M2 (figura 5b), estos resultados permiten corroborar que el mayor rendimiento de magnetita obtenido es el que se da cuando el exceso de acetato de sodio con respecto al cloruro de hierro usado es 15:1 molar.

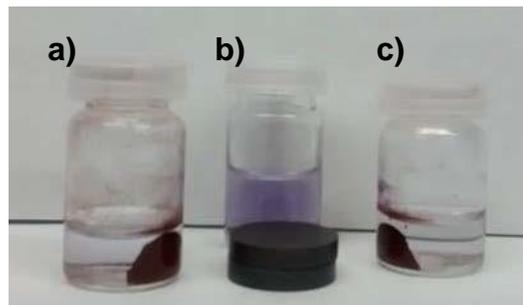


**Figura 5.** Micrografías SEM de los compuestos obtenidos. a) M1, b) M2, c) M3, d) Referencia magnificación 100000 x, voltaje 10 kV (Solomon et al., 2012)

### 3.4. Determinación de la remoción de colorantes

Para evaluar las propiedades de degradación de las nanopartículas sintetizadas se tomó el colorante azul brillante (AB) y se evaluó con las muestras M2 y M3, las cuales comprenden el exceso que mejor rendimiento obtuvo y el exceso reportado, respectivamente y así poder ser comparadas entre ellas, para ello se tomó un volumen de 5ml de colorante con una concentración inicial de 0.075 mg/L para cada muestra evitando la agitación.

La figura 6 muestra cómo las nanopartículas de magnetita degradaron el colorante azul brillante. En el centro se encuentra la dilución de colorante como blanco, a ambos costados de esta se observan las dos muestras de magnetita mientras actúan removiendo el colorante, lo que se puede determinar cualitativamente al hacerse visible que el agua se tornó incolora.



**Figura 6.** Degradación del colorante azul brillante. a) M1, b) blanco (muestra de colorante sin NPs, c) M2.

#### 3.4.1. Espectroscopía UV-Vis

Las muestras fueron evaluadas por espectroscopía UV-Vis con método de barrido obteniendo los resultados de la figura 7 donde la imagen a, corresponde a la dilución de colorante sin agregar magnetita, en éste caso el agua con la dilución de colorante, y las imágenes 7b y c pertenecientes a las muestras, se evidencia una menor absorción por parte de las muestras.

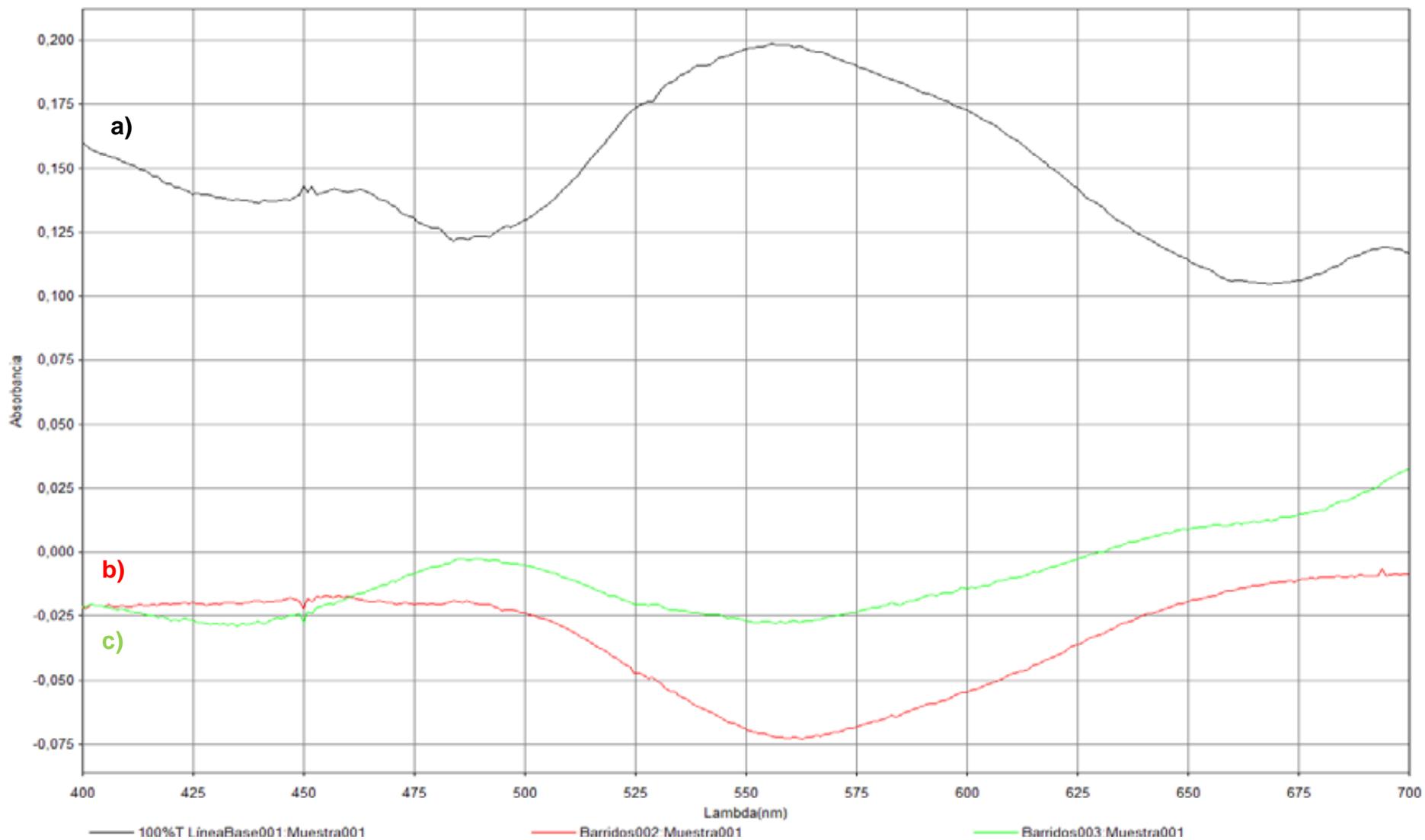


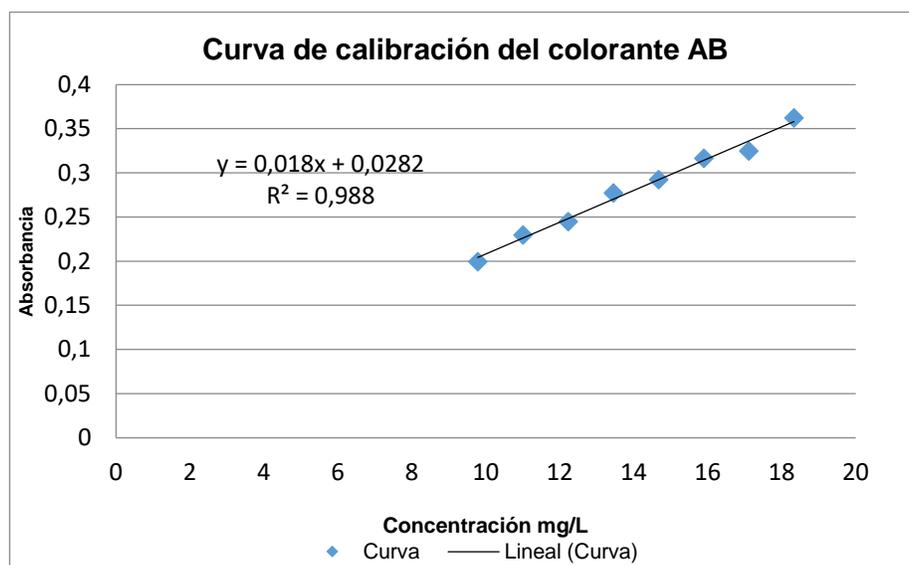
Figura 7. Espectroscopía UV-Vis método de barrido, a) muestra sin nanopartículas, b) M2, c) M3.

Por otro lado, con el fin de determinar cuánto tarda la magnetita obtenida en degradar el colorante AB se llevó a cabo el método fijo evaluando cómo disminuía la concentración de colorante al transcurrir el tiempo y cómo varía según la cantidad de magnetita agregada. Para éste caso, a una dilución con colorante, se agregaron 0.1 g y 0.5 g aproximadamente, de las muestras 2 y 3. Los resultados de la absorbancia se muestran en la tabla 5.

**Tabla 5.** Absorbancias determinadas en el tiempo

t (min)	M2		M3	
	0,118 g	0,500 g	0,101 g	0,510 g
	Absorbancias			
5	0,410	0,597	0,569	0,644
20	0,371	0,544	0,435	0,531
40	0,309	0,464	0,367	0,500
60	0,246	0,333	0,255	0,426
80	0,208	0,312	0,176	0,289
100	0,199	0,248	0,185	0,259

Posteriormente se realizó la curva de calibración respectiva del colorante AB (figura 8), para así determinar las concentraciones resultantes de la degradación.

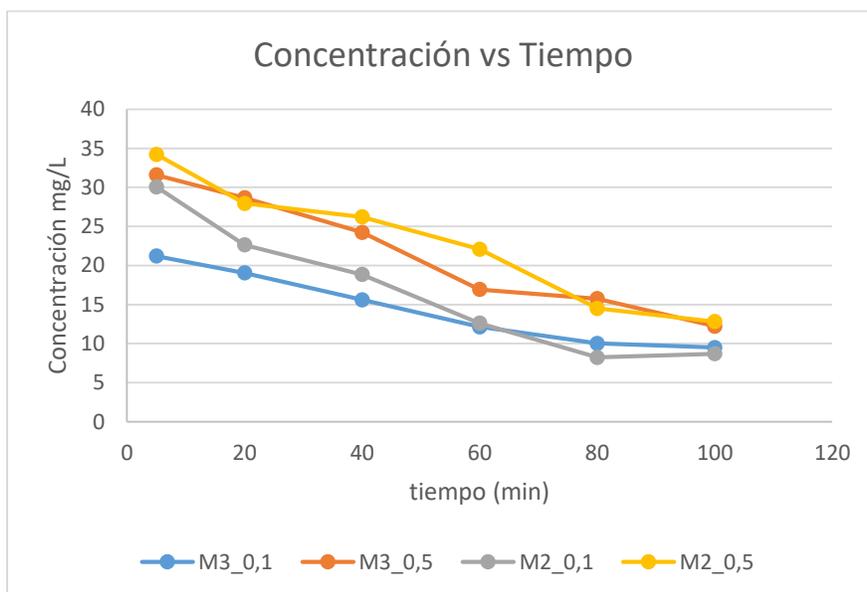


**Figura 8.** Curva de calibración correspondiente al colorante AB

Por medio de la ecuación representada en la figura 8 y las absorbancias presentadas en la tabla 5, se lograron determinar las diferentes concentraciones presentadas durante la degradación:

**Tabla 6.** Concentraciones determinadas con ayuda de la curva de calibración del colorante AB y las absorbancias.

t (min)	M2		M3	
	0,118 g	0,500 g	0,101 g	0,510 g
	Concentraciones mg/L			
5	30,075	34,232	21,21	31,606
20	22,638	27,954	19,048	28,658
40	18,838	26,218	15,6	24,249
60	12,605	22,094	12,136	16,928
80	8,234	14,499	10,018	15,756
100	8,712	12,819	9,494	12,236

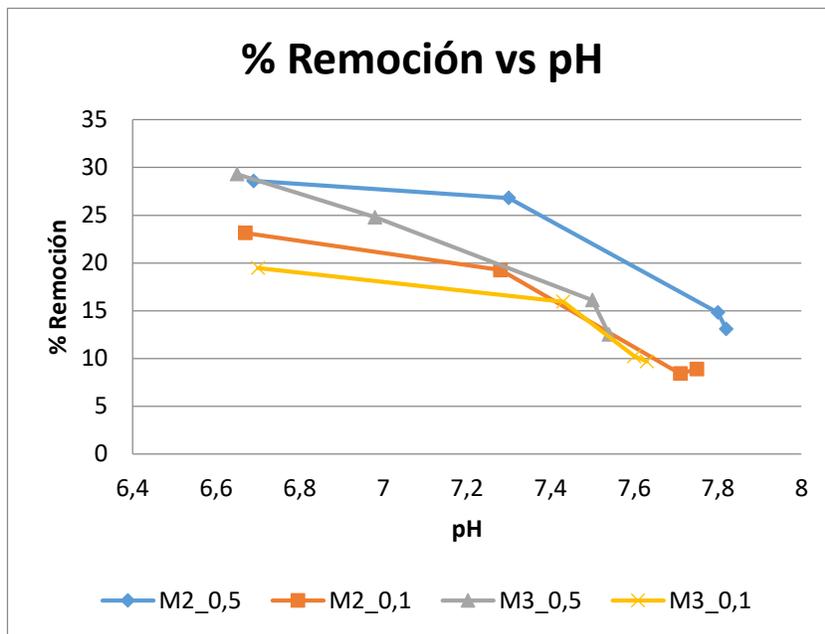


**Figura 9.** Concentración de colorante vs tiempo

Con ayuda de las concentraciones presentadas en la tabla 6 se determinó la gráfica mostrada en la figura 9 donde se puede evidenciar su disminución en el tiempo para todos los casos analizados, es decir las diferentes cantidades de la magnetita resultante agregadas, se puede ver que actúa de manera más rápida la muestra M2 con respecto a la muestra M3, también es posible determinar que al aumentar la cantidad de magnetita sí permitió que hubiese una mayor reducción de la cantidad de colorante presente en el agua, es importante resaltar que a pesar de ser una pequeña cantidad de magnetita agregada se logra una remoción importante en un corto periodo de tiempo (1h y 40min).

Paralelamente se realizaron medidas del pH de la solución de colorante, para conocer si éste cambiaba cuando eran agregadas las muestras de magnetita, obteniéndose los

valores presentados en la figura 9. La medición se llevó a cabo también para el agua antes y después de agregar el colorante teniendo como resultados 6.51 y 6.86, respectivamente, es decir contando con un pH de agua con colorante inicial de 6.86.



**Figura 10.** % de remoción vs pH

Según se observa, el pH de las soluciones de colorante con presencia de magnetita aumentó con el transcurrir del tiempo, lo cual evidencia que la magnetita está reaccionando con el colorante presente de tal manera que está disminuyendo la cantidad de hidronios presentes en la solución los cuales provienen de la acidificación del agua que genera el colorante al ser agregado, sin embargo se ve que el aumento de pH ocurre de manera relativamente rápida, lo que indica que es conveniente realizar un tratamiento previo al agua con el fin de que al finalizar la degradación de colorante esta tenga un pH neutro.

#### **4. CONCLUSIONES**

Se determinó que la cantidad de glucosa presente en la cáscara de papaya permite la obtención de nanopartículas de magnetita con el procedimiento descrito, esto se pudo comprobar por medio de la caracterización llevada a cabo por el método FTIR, en donde se evidencia un pico característico en una longitud de onda de  $600 - 400\text{cm}^{-1}$  perteneciente a enlaces del tipo Fe-O, pico característico de la magnetita comparada con una muestra comercial, sin embargo no es posible atribuir la presencia de este pico solamente a la magnetita teniendo en cuenta que para su obtención es necesaria la formación de otro óxido de hierro (hematita), a pesar de ello se verificó que el compuesto resultante es magnético tal como lo es la magnetita debido a que se realizó una caracterización física con imanes. Por otro lado gracias al porcentaje de rendimiento calculado se demostró que es posible disminuir el reactivo en exceso obteniéndose incluso una cantidad mayor de magnetita comparada con la cantidad obtenida cuando es agregado el mayor exceso estudiado.

Gracias al SEM se evidenció que el compuesto obtenido no es netamente magnetita, sino que existe la presencia (en algunos excesos más visibles) de otros compuestos, sin embargo se observa que para uno de los excesos agregados la cantidad de magnetita obtenida es mayor, además de ser un material nanoparticulado con un tamaño de 81.515nm aproximadamente.

Finalmente a partir de la tendencia mostrada en las gráficas de concentración vs tiempo (figura 9) y % de remoción vs pH (figura 10) se logra evidenciar la capacidad de degradación de la magnetita sintetizada, se debe tener en cuenta que la concentración de colorante es muy pequeña haciendo que su degradación fuese más rápida.

#### **5. RECOMENDACIONES**

Basado en los resultados obtenidos, se aconseja agregar una mayor cantidad de cáscara a la hora de realizar los reflujos para que el extracto saliente garantice una concentración mayor de carbohidratos o por otro lado aumentar el tiempo de realización de estos reflujos y así se pueda evidenciar una mayor cantidad de magnetita sintetizada puesto que se favorecería la reducción de la hematita.

#### **6. AGRADECIMIENTOS**

Agradecemos a Dios por habernos dado la oportunidad de Pertenecer a la universidad y poder tener la experiencia de realizar tesis de grado, gracias a la profesora Alis Pataquiva por dirigir nuestra tesis. Así como a la profesora Adriana Lozano por habernos aportado sus conocimientos y darnos una luz en procedimientos clave de nuestro proceso de investigación.

Agradecemos a la Universidad Jorge Tadeo Lozano por facilitarnos el uso de los instrumentos y espacios necesarios para llevar a cabo nuestro proceso y al personal encargado de las diferentes instalaciones de la universidad por su gran apoyo y ayuda. Finalmente agradecemos a nuestras familias por incentivarnos cada día y no permitir que desistiéramos, por su apoyo tanto emocional como personal y financiero para con nosotras hasta la culminación de esta etapa de nuestras vidas.

## 7. REFERENCIAS

- Amézequita López, F. d., & Mendoza Olivares, D. (Junio de 2000). Manual de prácticas para el curso de química Analítica. *Interpretación de espectros de la región infrarroja*. México.
- Amir, M., Kurtan, U., & Baykal, A. (2015). Synthesis and application of magnetically recyclable nanocatalyst Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@NiO@Cu in the reduction of azo dyes. *Chinese Journal of Catalysis*, 36(8), 1280-1286.
- Atkins, P., & Jones, L. (2005). Reactivos limitantes. En *Principios de química. Los caminos del descubrimiento* (pág. 88). Bogotá: Médica Panamericana.
- Ávila Nuñez, R., Rivas Pérez, B., Hernández Motzezak, R., & Chirinos, M. (2012). Contenido de azúcares totales, reductores y no reductores en Agave cocui Trelease. *Multiciencias*, 131.
- Belandría, D., Velandría, V., & Navarro, C. (2009). Caracterización física, química y organoléptica de los frutos de lechosa (carica papaya L) en las variedades Tailandia y maradol. *Producción Agropecuaria / Agroalimentaria*, 3(1), 45-49.
- Castellanos, O. F., Fúquene M, A. M., Fonseca R, S. L., Ramírez, D. C., Giraldo T, E., & Valencia, M. F. (2011). Estudio de la cadena productiva de la papaya en la región del norte del Valle (BRUT). Valle del Cauca.
- de Souza, K. C., Ferreira Andrade, G., Vasconcelos, I., de Oliveira Viana, I. M., Fernandes, C., & Barros de Sousa, E. M. (2014). Magnetic solid-phase extraction based on mesoporous silica-coated magnetic nanoparticles for analysis of oral antidiabetic drugs and human plasma. *Materials Science and Engineering C*, 278.
- Hernández Albañil, H., & Espejo Mora, É. (2002). Microscopía electrónica de barrido y su aplicación en fractografía. En H. Hernández Albañil, & É. Espejo Mora, *Mecánica de Fractura y análisis de falla* (pág. 238). Bogotá: El Malpensante S.A.
- M. Puca, E. T. (2012). Estudio de las propiedades magnéticas de nanopartículas de poliestireno poroso cargadas con magnetita. *Revista peruana de química e ingeniería química*, 15(2), 5-12.
- Mendes dos Santos, C., Patto de Abreu, C. M., Mesquita Freire, J., de Rezende Queiroz, E., & Mendes Mendonça, M. (2014). Chemical characterization of the flour of peel and seed from two papaya cultivars. *Food Science and Technology (Campinas)*, 34(2).
- Ming, M., Yu, S., Wei, Y., Hao-ying, S., Hai-qian, Z., & Ning, G. (2002). Preparation and characterization of magnetite nanoparticles coated by amino silane. *Colloids and surfaces A*, 219-226.
- Picasso, G., Vega, J., Uzuriaga, R., & Ruiz, G. (2012). Preparación de nanopartículas de magnetita por los métodos sol-gel y precipitación: estudio de la composición química y estructura. *Revista de la Sociedad Química del Perú*, 172.
- Prasad, C., Gangadhara, S., & Venkateswarlu, P. (2016). Bio-inspired green synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles using watermelon rinds and their catalytic activity. *Applied Nanoscience*, 798.
- Quinilla Lindo, C. E. (2011). *Producción y comercialización de papaya híbrida Taynung carica papaya en la aldea San Francisco*. Guatemala.
- Rodríguez, A. L., & Zea, H. R. (2014). Modificación del proceso de reducción expansiva para la síntesis de nanopartículas de hierro. *Scientiarum*, 19(2), 153-

160.

- Saval, S. (2012). Aprovechamiento de residuos agroindustriales: pasado, presente y futuro.
- *Sociedad Mexicana de Biotecnología y Bioingeniería*, 14-46.
- Secretaría de economía. (2013). *Perfil de mercado del Hierro-Acero*. México: Dirección general de desarrollo minero.
- Serrano Martínez, J. L. (2005). *Espectroscopía infrarroja 1 - Fundamentos*. Cartagena: Universidad Politécnica de Cartagena (UPCT).
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2008). Aplicaciones de la espectrometría en el infrarrojo. En D. A. Skoog, F. J. Holler, & S. R. Crouch, *Principios de análisis instrumental* (pág. 474). Porto Alegre, Brasil: Bookman.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2008). Introducción a la espectrometría por absorción molecular ultravioleta-visible. En D. A. Skoog, F. J. Holler, & S. R. Crouch, *Principios de análisis instrumental* (pág. 336). Porto Alegre, Brazil: Bookman.
- Solomon, R. V., Lydia, I. S., Merlin, J. P., & Venuvanalingam, P. (2012). Enhanced photocatalytic degradation of azo dyes using nano Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. *Journal of the Iranian Chemical Society*, 104.
- Sun, X., Zheng, C., Zhang, F., Yang, Y., Wu, G., Yu, A., & Guan, N. (2009). Size-Controlled Synthesis of Magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) Nanoparticles Coated with Glucose and Gluconic Acid from a Single Fe(III) Precursor by a Sucrose Bifunctional Hydrothermal Method. *The journal of physical chemistry*, 113(36), 16002-16008.
- Vanaamudan, A., Soni, H., & Sudhakar, P. P. (2016). Palm shell extract capped silver nanoparticles — As efficient catalysts for degradation of dyes and as SERS substrates. *Journal of Molecular Liquids*, 215(1), 787-794.
- Venkateswarlu, S., Kumar, B. N., Prathima, B., SubbaRao, Y., & Jyothi, V. (2014). A novel green synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanorods using Punica Granatum rind extract and its application for removal of Pb(II) from aqueous environment. *Arabian Journal of Chemistry*.
- Venkateswarlu, S., Kumar, B. N., Prasad, C. H., Venkateswarlu, P., & Jyothi, N. (2014). Bio-inspired green synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> spherical magnetic nanoparticles. *Physica B: Condensed Matter*, 449(1), 67-71.
- Venkateswarlu, S., Rao, S., Balaji, T., Prathima, B., & Prathima, B. (2013). Biogenic synthesis of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> magnetic nanoparticles using plantain peel extract. *Elsevier*, 241-244.
- Yepes, S. M., Montoya Naranjo, L. J., & Orozco Sánchez, F. (2008). Valorización de residuos agroindustriales-frutas-en Medellín y el sur del Valle del Aburrá, Colombia. *Revista Facultad Nacional de Agronomía - Medellín*, 61(1), 4422-4431.
- Zanella, R. (2012). Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño. *Mundo Nano Revista Interdisciplinaria en Nanociencia y Nanotecnología*.