

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



DETERMINACION DE LAS PROPIEDADES FOTOFISICAS Y FOTOQUIMICAS  
DE COLORANTES DERIVADOS DE LA PARAROSANILINA CON POTENCIAL  
APLICACION EN CATALISIS FOTO-REDOX CON LUZ VISIBLE

TRABAJO DE GRADO EN MODALIDAD DE TRABAJO DE INVESTIGACION  
PRESENTADO POR

MARJORIE ALEJANDRA MEJIA RAMOS

DIANA VANESSA OCHOA CASTRO

PARA OPTAR AL GRADO DE  
LICENCIADA EN QUIMICA Y FARMACIA

JUNIO DE 2023

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**RECTOR**

MAESTRO ROGER ARMANDO ARIAS ALVARADO

**SECRETARIO GENERAL**

MAESTRO FRANCISCO ANTONIO ALARCON SANDOVAL

**FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA**

**DECANA**

LICDA. REINA MARIBEL GALDAMEZ

**SECRETARIA**

LICDA. EUGENIA SORTO LEMUS

**DIRECCION DE PROCESOS DE GRADUACION**

**DIRECTORA GENERAL**

MSc. Ena Edith Herrera Salazar

**TRIBUNAL EVALUADOR**

Lic. Henry Alfredo Hernández Contreras

**ASESOR DE AREA EN INDUSTRIA FARMACÉUTICA Y COSMÉTICA**

MSc. Enrique Posada Granados

**DOCENTES ASESORES**

**TUTOR:** Ph. D. Willber David Castro Godoy

**COLABORADOR:** Lic. Juan Carlos Mundo Zuna

## **AGRADECIMIENTOS**

Quiero agradecer infinitamente a Dios por llevarme de la mano en todo momento, por sus bendiciones y haberme permitido llegar a este momento tan importante de mi vida, por darme la fortaleza de continuar con mis metas hasta cumplirlas.

Agradezco a mi querida Madre Nuris Castro de Ochoa y a mi padre Balmore Ochoa Villareal por ser mis principales apoyos incondicionales en todo momento, por brindarme siempre palabras de aliento cuando sentía que el camino se tornaba difícil, por siempre confiar en mí y nunca abandonarme, por sus palabras de aliento y consejos a lo largo de mi vida y sobre todo por siempre cuidar de mí.

A mi abuela María Hernández y a mis hermanos José Ochoa y Bryan Ochoa que a pesar de la distancia me brindaron su apoyo económico y emocional para continuar en mi formación profesional.

A mis docentes por su esfuerzo y dedicación que a pesar de los tiempos difíciles de pandemia trataron de brindarnos sus mejores conocimientos, adaptándose a nuevos sistemas de aprendizaje.

A mis Asesores Dr. Willber Castro Godoy y Lic. Juan Carlos Mundo Zuna por confiar en mí, por su tiempo y dedicación en brindarme los conocimientos teórico práctico durante el desarrollo de este trabajo de investigación.

A mi compañera de tesis y amiga Marjorie Alejandra por su apoyo a lo largo de la carrera y de este trabajo de investigación.

A mi grupo de amigos incondicionales que siempre me apoyaron a lo largo de la carrera, a pesar de las circunstancias siempre me brindaron palabras de aliento y ánimo para seguir adelante.

**Diana Vanessa Ochoa Castro**

## **AGRADECIMIENTOS**

Primeramente, a DIOS por todas las bendiciones recibidas a lo largo de este trayecto, por siempre guiarme en mi camino, por la sabiduría y perseverancia de no rendirme, aunque el camino se tornara difícil.

A MIS PADRES, Wendy Aracely Ramos y Martín Mejía Delgado por los sacrificios que tuvieron que afrontar para poder brindarme un estudio y formación digna, su apoyo incondicional, su amor y siempre encomendarme a Dios y la virgen María en sus oraciones.

A MIS ABUELOS, Norma Ramos y Máximo Rosa (QEPD) por su apoyo incondicional, sus consejos, su confianza, su paciencia a lo largo de mi carrera y sobre todo mi formación personal.

A MI COMPAÑERA DE TESIS Y SOBRETUDO AMIGA, Diana Ochoa por su amistad a lo largo de la carrera y sobre todo su apoyo en el trabajo de investigación, su tiempo y comprensión en los momentos difíciles en el transcurso del tiempo.

A MIS DOCENTES ASESORES, por su tiempo, sus conocimientos y dedicación durante todo el trabajo de investigación, directora de procesos de graduación y docentes que formaron parte de mi formación académica a lo largo de mi vida y carrera.

A MIS AMIGOS por su apoyo a lo largo de la carrera, por siempre estar cuando los necesitaba, sus consejos y ánimos en momentos difíciles de afrontar en mi vida.

**Marjorie Alejandra Mejía Ramos**

## **DEDICATORIAS**

Quiero dedicar este trabajo de investigación a Dios quien supo guiarme por el buen camino, por darme la salud y la fuerza para seguir adelante sin desmayar en las dificultades que se presentaban a lo largo de mis estudios, enseñándome a encarar las adversidades sin perder la dignidad ni desfallecer en el intento.

A mi familia quienes son mi más fiel apoyo y por creer en mí, por siempre estar guiándome, por su amor y comprensión y hacer de mi la persona que soy.

A mis docentes asesores por todos los conocimientos brindados y guiarnos a lo largo del camino.

**Diana Vanessa Ochoa Castro**

A DIOS, por siempre guiarme en mi camino, por la sabiduría y perseverancia de no rendirme, aunque el camino se tornara difícil.

A MIS PADRES, Wendy Aracely Ramos y Martín Mejía Delgado y abuelos, Norma Ramos y Máximo Rosa (QEPD) por los sacrificios que tuvieron que afrontar para poder brindarme un estudio y formación digna, su apoyo incondicional y su amor.

A MIS DOCENTES ASESORES, Dr. Willber Castro Godoy y Lic. Juan Carlos Mundo por su tiempo, sus conocimientos y dedicación durante todo el trabajo de investigación

**Marjorie Alejandra Mejía Ramos**

## INDICE

### RESUMEN

### CAPITULO I

1.0 INTRODUCCION	22
------------------	----

### CAPITULO II

2.0 OBJETIVOS	
---------------	--

### CAPITULO III

3.0 MARCO TEÓRICO	27
3.1 Catálisis	27
3.2 Tipos de Catálisis	28
3.3 Catálisis foto-redox	30
3.4 Mecanismo de reacción	32
3.5 Fotocatalizadores	34
3.6 Moléculas orgánicas como FCs	35
3.7 Luz visible, un reactivo “verde”	36
3.8 Química Verde	37
3.9 Pararosanilina y sus derivados	38
3.9.1 Pararosanilina	38
3.9.2 Fucsina	40
3.9.3 Fucsina ácida	41
3.9.4 Neofucsina	42
3.10 Foto-reducción de Metales	42
3.10.1 Métodos de Síntesis de Nanopartículas (NPs)	43
3.11 Generación de Especies Reactivas de Oxígeno (ERO)	45

### CAPITULO IV

4.0 DISEÑO METODOLOGICO	49
4.1 Tipo de estudio	49



4.1.1 Exploratorio	49
4.1.2 Experimental	49
4.2 Investigación bibliográfica	49
4.3 Parte experimental	50
4.3.1 Etapa 1	50
4.3.2 Etapa 2	51
4.3.3 Etapa 3	58
4.3.4 Etapa 4	59
<b>CAPITULO V</b>	
5.0 Resultados y discusión de resultados	64
5.1 Etapa I	64
5.2 Etapa II	65
5.2.1 Identificación de máximos de absorción	65
5.2.2 Determinación de coeficientes de extinción	68
5.2.3 Efecto del agregado ácidos y bases	74
5.3 Etapa III	105
5.4 Etapa IV	109
<b>CAPITULO VI</b>	
6.0 CONCLUSIONES	120
<b>CAPITULO VII</b>	
7.0 RECOMENDACIONES	123

## **BIBLIOGRAFIA**

## **ANEXOS**

## INDICE DE FIGURAS

<b>Figura N°</b>	<b>Pág. N°</b>
1. Representación general de una reacción catalítica	27
2. Diagrama de energía potencial de una reacción exotérmica	28
3. Diagrama de Jablonski	32
4. Mecanismos de reacción de la catálisis foto-redox	33
5. El Espectro Electromagnético región visible	36
6. Estructura molecular de la PA	39
7. Estructura molecular de la FU	40
8. Estructura molecular de la FA	41
9. Estructura molecular de la NF	42
10. Reducción térmica de óxido cúprico	43
11. Métodos de preparación de nanopartículas	45
12. Formación de especies reactivas de oxígeno a partir de O <sub>2</sub>	47
13. Esquema general de reacción para generación de especies reactivas de oxígeno	58
14. Esquema general de la reacción utilizando carbopol como Estabilizante	60
15. Esquema general de la reacción utilizando PEG 400 como Estabilizante	61
16. Espectros de absorción normalizados del colorante PA en DMSO, DMF y EtOH 90°	66
17. Espectros de absorción normalizados del colorante FU en los solventes DMSO, DMF y EtOH 90°	66
18. Espectros de absorción normalizados del colorante NF en los solventes DMSO, DMF y EtOH 90°	67
19. Espectros de absorción normalizados del colorante FA en los solventes DMSO, DMF y EtOH 90°	68

20. Curva de calibración de PA en EtOH 90°, DMSO y DMF	69
21. Curva de calibración de FU en EtOH 90°, DMSO y DMF	70
22. Curva de calibración de NF en EtOH 90°, DMSO y DMF	71
23. Curva de calibración de Fucsina Ácida en EtOH 90°, DMSO y DMF	72
24. Efectos solvatocrómicos de PA en EtOH 90° con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	76
25. Efectos solvatocrómicos de PA en DMSO con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	78
26. Efectos solvatocrómicos de PA en DMF con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	81
27. Efectos solvatocrómicos de NF en EtOH 90° con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	84
28. Efectos solvatocrómicos de NF en DMSO con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	86
29. Efectos solvatocrómicos de NF en DMF con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	89
30. Efectos solvatocrómicos de FU en EtOH 90° con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	91
31. Efectos solvatocrómicos de FU en DMSO con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	93
32. Efectos solvatocrómicos de FU en DMF con agregado de: HCl, HOAc, NaOH y TEA	96
33. Efectos solvatocrómicos de FA en EtOH 90° con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	98
34. Efectos solvatocrómicos de FA en DMSO con agregado de HCl, HOAc, NaOH y TEA	100
35. Efectos solvatocrómicos de FA en DMF con agregado de	103

HCl, HOAc, NaOH y TEA

36. Espectro de absorción de las mezclas de colorante (0.5 mM) y 9,10 DMA (5 mM) a tiempo 0 de irradiación.	106
37. Espectro de absorción de 9,10 DMA 0 minutos y 3 horas de irradiación (Intensidad de luz LED verde 3W) de: FA, FU, PA y NF	107
38. Fotoreactor utilizado para la reacción sin irradiación.	108
39. Reactor utilizado para la generación de ERO y Tubo de muestra.	109
40. Pruebas de carbopol utilizado como estabilizante a diferentes concentraciones	111
41. Pruebas utilizado como estabilizante PEG 400 al 2% p/v reacción sin irradiación y reacción a los 5 minutos de irradiación	112
42. Fotoreactor utilizado para generación de AgNPs	112
43. Espectro de absorción de AgNPs de plata utilizando FA, PEG 400 y como solvente DMF	113
44. Sistema a oscuras de la síntesis de AgNPs	114
45. Espectro de absorción de la reacción control de síntesis de AgNPs utilizando PEG 400 y FA en DMF	114
46. Espectro de absorción de la reacción control de síntesis de AgNPs utilizando PEG 400 de FA en DMSO y EtOH 90°	115
47. Espectros de absorción de la síntesis de AgNPs utilizando PA, FU y NF en los solventes DMF, DMSO y EtOH 90°	116
48. Espectros de absorción de AgNPs formadas en los colorantes FA, PA, FU y NF en los diferentes solventes	117
49. Fotografías de TEM de las nanopartículas de plata	118

## INDICE DE TABLAS

<b>Tabla N°</b>	<b>Pág. N°</b>
1. Color observado según absorción de luz a diferentes longitudes de onda en nm.	35
2. Tabla de recolección de datos para solubilidad aparente.	51
3. Tabla para recolección de datos de curvas de calibración.	54
4. Tabla de recolección de datos para soluciones de colorantes a concentraciones de $1 \times 10^{-4}$ M.	55
5. Tabla de recolección de datos de microlitros a agregar a cada solución colorante de aditivo ácido o básico 0.1 M	55
6. Tabla de recolección de datos para cambios en bandas de Absorción	57
7. Resultados de solubilidad aparente.	64
8. Resultados de curvas de calibración.	73
9. Resultados de colorantes a concentraciones de $1 \times 10^{-4}$ M	74
10. Moles de aditivo a adicionar a las soluciones de colorantes.	75
11. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante PA en EtOH 90°.	77
12. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante PA en DMSO	80
13. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante PA en DMF	82
14. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante NF en EtOH 90°	85
15. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante NF en DMSO	87
16. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante NF en DMF	90

17. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FU en EtOH 90°	92
18. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FU en DMSO	94
19. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FU en DMF	97
20. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FA en EtOH 90°	99
21. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FA en DMSO	101
22. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FA en DMF	104

## INDICE DE ANEXOS

### ANEXO N°

1. Materiales, equipo y solventes utilizados.
2. Pruebas de solubilidad
3. Cálculo para la preparación de soluciones de cada colorante a concentración  $1 \times 10^{-4}$  M
4. Cálculo de equivalencia molar del solvente con el colorante para agregado de ácidos y bases.
5. Datos de la gráfica de curva de calibración.
6. Determinación de coeficiente de extinción molar (curva de calibración FA en DMF).
7. Cálculos para la generación de especies reactivas de oxígeno.
8. Cálculo para reacción de reducción de metales.
9. Marcha esquemática de uso del equipo Espectrofotómetro UV-Visible Thermo Scientific serie GENESYS 10S
10. Tablas de datos obtenidas del equipo Thermo Scientific serie GENESYS 10S

## LISTADO DE ABREVIATURAS Y SIMBOLOGIA

A:	Absorbancia
ACN:	Acetonitrilo
b:	Longitud de la celda
c:	Concentración
C:	Catalizador
DIPEA:	Diisopropiletilamina
DMA:	Dimetilantraceno
DMF:	Dimetilformamida
DMSO:	Dimetilsulfóxido
Ea:	Energía de activación
EnT:	Transferencia de energía (del inglés "Energy Transfer")
ET:	Transferencia de Electrones (del inglés "Electron Transfer")
EtOAc:	Acetato de etilo
EtOH:	Etanol
ERO:	Especies Reactivas de Oxígeno
EY:	Eosina Y
FA:	Fucsina ácida
FC:	Fotocatalizador



FCs:	Fotocatalizadores
FU:	Fuscina
HOAc:	Ácido acético
IC:	Conversión interna (del inglés "Internal Conversion")
ISC:	Cruce entre sistemas (del inglés "Intersystem crossing")
MB:	Azul de Metileno (del inglés "Methylene Blue")
Me <sub>2</sub> CO:	Acetona
NF:	Neofucsina
NPs:	Nanopartículas
Ox:	Oxidante u Oxidación
P:	Producto
PA:	Pararosanilina
PEG 400:	Polietilenglicol
Red:	Reductor o Reducción
RB:	Rosa de Bengala
S:	Sustrato
S <sub>0</sub> :	Estado electrónico singlete fundamental
S <sub>1</sub> :	Estado electrónico singlete excitado
SC:	Semiconductor

SCs:	Semiconductores
T <sub>0</sub> :	Estado electrónico triplete fundamental
T <sub>1</sub> :	Estado electrónico triplete excitado
TEA ó Et <sub>3</sub> N:	Trietilamina
TEOA:	Trietanolamina
UV-vis:	Ultravioleta-visible
$\lambda$ :	Longitud de onda
$\epsilon$ :	Coefficiente de extinción molar o Coeficiente de absortividad molar.

## RESUMEN

El trabajo de investigación pretende innovar en la generación de nuevos conocimientos en el área de la fisicoquímica orgánica, teniendo como objetivo la determinación de las propiedades fotofísicas y fotoquímicas de los colorantes orgánicos encontrados en la bodega de reactivos de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, siendo estos colorantes pararosanilina (PA) y sus derivados: fucsina (FU), neofucsina (NF) y fucsina ácida (FA) con el fin de poder ser utilizados potencialmente como fotocatalizadores; dicha investigación se llevó a cabo en un período comprendido de septiembre a diciembre del año 2022, en los laboratorios de fisicoquímica y de química orgánica de la Facultad de Química y Farmacia y el laboratorio A nivel 1 del Centro de Investigación y Desarrollo en Salud de la Universidad de El Salvador.

Se realizaron pruebas de solubilidad a cada colorante en estudio, resultando como mejores solventes dimetilformamida (DMF), dimetilsulfóxido (DMSO) y etanol 90° (EtOH 90°), se identificaron los máximos de absorción de cada colorante en los solventes antes mencionados con ayuda de un espectrofotómetro UV-Visible; posterior a ello se realizaron curvas de calibración para identificar por medio del método de la línea recta los coeficientes de extinción molar ( $\epsilon$ ) y conocer como este coeficiente de extinción varia para cada colorante pudiendo influenciar así los resultados obtenidos para la obtención de oxígeno singlete y la generación de nanopartículas de plata. Se identificaron efectos de tipo solvatocrómicos con agregados de ácido clorhídrico (HCl), ácido acético (CH<sub>3</sub>COOH) y de las bases hidróxido de sodio (NaOH) y trietilamina (TEA).

Se llevó a cabo la oxidación del 9,10-dimetilantraceno (DMA), esto evidenciado por la disminución de las bandas características del mismo y la degradación del colorante en presencia del oxígeno singlete formado; por último se demostró que

es posible obtener nanopartículas de plata (AgNPs) empleando polietilenglicol 400 (PEG400) como estabilizante y colorantes como fotocatalizadores por medio de irradiación con luz LED verde de 3 W y la utilización de trietanolamina (TEOA) como un reactivo de sacrificio para llevar a cabo la reducción. Los colorantes en estudio demostraron ser una alternativa eficaz para llevar a cabo procesos de fotocátalisis.

**CAPITULO I**  
**INTRODUCCION**

## 1.0 INTRODUCCION

Hoy en día la fotoquímica es considerada una de las herramientas de investigación más influyentes y versátiles para llevar a cabo transformaciones químicas, la fotoquímica es una disciplina científica que estudia como dos de los componentes más esenciales del universo, la luz y la materia, reaccionan entre sí para transformarse en nuevas sustancias, estas reacciones ocurren debido a la absorción de fotones de la luz visible o ultravioleta.

La investigación experimental se llevó a cabo en el período comprendido de los meses de septiembre a diciembre del año 2022, en los laboratorios de fisicoquímica y de química orgánica de la Facultad de Química y Farmacia y el laboratorio A nivel 1 del Centro de Investigación y Desarrollo en Salud (CENSALUD) de la Universidad de El Salvador con el objetivo de determinar las propiedades fotofísicas y fotoquímicas de colorantes orgánicos derivados de la pararosanilina los cuales pueden ser potencialmente utilizados como fotocatalizadores, los colorantes estudiados fueron: pararosanilina, fucsina, neofucsina y fucsina ácida, los cuales se encontraban en la bodega de reactivos de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

La parte experimental se realizó en cuatro etapas, la primera etapa comprendió el estudio de la solubilidad a los colorantes antes mencionados en solventes polares y no polares próticos y apróticos a una concentración de 1 mg/mL, la cual es la concentración generalmente utilizada en reacciones fotoquímicas; en la segunda etapa se estudió el comportamiento que presentan estos colorantes en solución tras la adición de ácidos y bases con el fin de identificar fenómenos como el solvatocromismo con los concomitantes efectos batocrómicos, hipsocrómicos, hipercrómicos o hipocrómicos, dichos efectos fueron identificados por medio de la técnica de Espectrometría UV-visible utilizando un Espectrofotómetro Thermo Scientific Serie GENESYS S10 el cual está disponible en el Laboratorio de Fisicoquímica de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El

Salvador, de igual manera en esta misma etapa se determinó el coeficiente de extinción molar ( $\epsilon$ ) de los colorantes en estudio mediante la elaboración de las curvas de calibración en los solventes en los cuales mostraron solubilidad completa, una vez obtenida la curva de calibración, se obtuvo la ecuación de la línea recta en donde se determinó el coeficiente de extinción molar para cada uno de los colorantes en estudio. En la tercera etapa se llevó a cabo la reacción de generación de especies reactivas de oxígeno, específicamente se estudió la formación del oxígeno singlete ( $^1\text{O}_2$ ) la formación de esta especie se da por una reacción de transferencia de energía, posteriormente esta especie reactiva llevó a cabo la oxidación del antraceno a uno de sus derivados. El producto final obtenido se detectó mediante espectroscopia UV-vis con el uso del equipo mencionado anteriormente. Por último, en la cuarta etapa se procedió con la reacción de foto-reducción de iones plata para la síntesis de nanopartículas metálicas de plata, para esto se utilizó como fuente de iones plata la sal nitrato de plata con la presencia de otros aditivos que en conjunto facilitaron la síntesis de la mismas, esta reacción es una reacción de transferencia de electrones. De igual manera el producto final obtenido se detectó mediante espectroscopia UV-vis con el uso del equipo mencionado anteriormente. En ambas reacciones se estudió la aplicación de los colorantes utilizándolos como fotocatalizadores en reacciones fotoquímicas.

Los resultados obtenidos en esta investigación son de suma importancia ya que en el país no se han realizado ni registrado estudios que implementen el uso de la luz para realizar transformaciones orgánicas, por lo que el trabajo de investigación brindará conocimientos para continuar posteriormente con el estudio de la fisicoquímica orgánica de otros colorantes o moléculas orgánicas.

**CAPITULO II**  
**OBJETIVOS**



## **2.0 OBJETIVOS**

### **2.1 Objetivo General**

Determinar las propiedades fotofísicas y fotoquímicas de colorantes derivados de la pararosanilina con potencial aplicación en catálisis foto-redox con luz visible.

### **2.2 Objetivos Específicos**

**2.2.1** Comprobar la solubilidad de pararosanilina, fucsina, neofucsina y fucsina ácida en solventes polares y no polares próticos y apróticos.

**2.2.2** Identificar mediante el espectro de absorción de cada colorante las bandas que representan un máximo de absorción, calcular sus respectivos coeficientes de extinción molar, e identificar los cambios que estas bandas experimentan en presencia de ácidos y bases.

**2.2.3** Emplear como fotocatalizadores los colorantes estudiados en presencia de luz visible para promover la generación de oxígeno singlete ( $^1\text{O}_2$ ) para la posterior oxidación del antraceno o uno de sus derivados.

**2.2.4** Utilizar los colorantes estudiados como fotocatalizadores en presencia de luz visible para promover la foto-reducción de iones plata hacia su estado elemental con propiedades fisicoquímicas de nanopartículas metálicas de plata.

**CAPITULO III**  
**MARCO TEORICO**

### 3.0 MARCO TEORICO

#### 3.1 Catálisis

La catálisis desde tiempos históricos se ha considerado una disciplina científica, en esta se retoman los trabajos del químico sueco Jöns Jacob Berzelius, y es considerada uno de los fenómenos naturales más importantes en la vida cotidiana. En los procesos catalíticos (figura N°1) se aumenta la velocidad de una reacción química mediante la presencia de un catalizador el cual solo brinda un camino diferente para llevar a cabo dicha transformación.

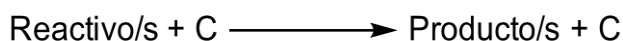


Figura N°1. Representación general de una reacción catalítica (fuente: elaboración propia).

Para el caso, uno o varios reactivos reaccionan en presencia de un catalizador y condiciones de reacción adecuadas para dar uno o varios productos y la liberación de catalizador.

La catálisis es, por lo tanto, el fenómeno de un catalizador en acción; siendo un proceso puramente cinético y no termodinámico ya que acelera las reacciones y disminuye las barreras de activación ( $Ea' < Ea$ ), sin cambiar los equilibrios químicos asociados a estos procesos (figura N°2). <sup>(1)</sup>

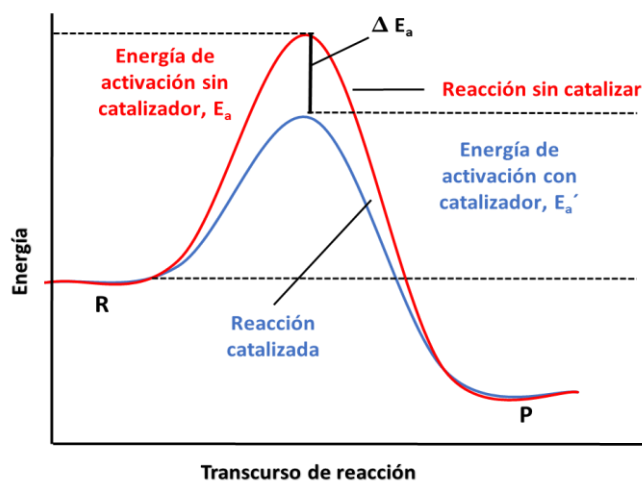


Figura N° 2. Diagrama de energía potencial de una reacción exotérmica. <sup>(1)</sup>

La catálisis hace que una reacción química sea más amigable con el medio ambiente, favoreciendo la formación de intermediarios altamente reactivos y específicos que no se forman de manera natural, favoreciendo así la transformación de los reactivos en productos más rápidamente. A diferencia de otros reactivos que participan en una reacción química, un catalizador no es consumido por la propia reacción y se tiene como una entidad libre una vez completada la reacción química. <sup>(2)</sup>

### 3.2 Tipos de Catálisis

Existen distintos tipos de procesos catalíticos en donde se destaca como la clasificación más comúnmente aceptada la siguiente: Catálisis Enzimática, Catálisis Homogénea y Catálisis Heterogénea.

La catálisis enzimática involucra aquellas reacciones que utilizan enzimas o sus derivados para favorecer una reacción química, se emplea ampliamente en los procesos biocatalíticos los cuales son objeto de estudio de la biocatálisis.

Por su parte, la catálisis heterogénea es aquella en donde el o los sustrato(s) y el catalizador se encuentran en diferentes fases, la característica más común de la catálisis heterogénea es que el catalizador empleado no es soluble en el solvente que contiene al sustrato, esto significa que el catalizador está en estado sólido (es decir, disperso en la solución), y por lo tanto podría separarse fácilmente durante el proceso de aislamiento del producto; en este tipo de catálisis, el catalizador puede inducir una transformación selectiva del sustrato a través de la adsorción del mismo sobre la superficie del catalizador; en estos casos la cinética de la reacción depende de la concentración del sustrato, así como también de la velocidad de su adsorción sobre el catalizador. <sup>(1)</sup>

En caso de la catálisis homogénea el sustrato y el catalizador se encuentran en la misma fase, dicha catálisis tiene como características principales que el catalizador es soluble en el solvente en el que se lleva a cabo la reacción.

Para el caso de la fotocatalisis, los catalizadores (comúnmente conocidos como fotocatalizadores) que se emplean suelen ser solubles o insolubles en el medio de reacción, es decir que puede ocurrir catálisis tanto del tipo homogénea como heterogénea. Los fotocatalizadores tienen la propiedad de absorber la radiación electromagnética y transferir la energía (EnT) de los fotones absorbidos al sustrato que no absorbe luz en solución, o participar en una reacción del tipo redox (transferencia de electrones, ET) con el sustrato. Entre los ejemplos más comunes de fotocatalizadores se destacan los complejos de metales de transición, estructuras del tipo inorgánicas, colorantes orgánicos, pigmentos naturales, entre otros más. <sup>(1)</sup>

Para realizar esta investigación se enfocará en el uso de colorantes orgánicos derivados de la PA como fotocatalizadores y se empleará luz uv y luz visible ( $\lambda = 190-800$  nm) como fuente de irradiación.

### 3.3 Catálisis foto-redox

Se tiene conocimiento de muchos pioneros a lo largo del tiempo que influyeron en lo que hoy en día se conoce como “fotoquímica orgánica” mientras que al mismo tiempo se concientiza sobre la necesidad de utilizar energías renovables (luz del sol) para llevar a cabo transformaciones químicas. Giacomo Ciamician (1857-1922), fue uno de los primeros pioneros de la fotoquímica orgánica, fue un químico visionario que contribuyó invaluablemente en el desarrollo de la fotoquímica, considerada como una ciencia emergente a principios del siglo XX, se interesó en el uso de estas reacciones a escala industrial. <sup>(3)</sup>

El mecanismo general de una reacción fotocatalítica comprende dos pasos iniciales: la excitación del grupo cromóforo y la sensibilización del sustrato. Un cromóforo es la parte de una molécula que causa la coloración de una sustancia, al ser irradiada por luz visible la molécula absorbe ciertas longitudes de onda transmitiendo o reflejando otras, observándose un color. El cromóforo es capaz de absorber la luz excitando un electrón a partir de su estado en reposo. La sensibilización es el uso de la energía de excitación del fotocatalizador en su estado excitado para la modificación adecuada del sustrato en su estado fundamental para iniciar una transformación química. El proceso de sensibilización más importante es la transferencia de electrones fotoinducida, donde la luz sirve como fuente de energía para el transporte de electrones intramoleculares e intermoleculares.

La catálisis foto-redox se basa en la premisa general de que las moléculas en el estado excitado pueden ser oxidadas o reducidas de manera más fácil y rápida que en el estado fundamental. Por lo tanto, el fotocatalizador excitado puede ser altamente reactivo y ser un buen donador o aceptor de electrones. <sup>(4)</sup>

La transferencia de electrones puede suceder desde el estado electrónico excitado singlete ( $S_1$ ), es decir cuando una molécula absorbe fotones, los

electrones del estado singlete fundamental ( $S_0$ ) son promovidos a diferentes estados vibracionales de los estados electrónicamente excitados ( $S_1$ ). En este estado la molécula es inestable por lo que tenderá a perder energía mediante diferentes mecanismos: el primero es la Relajación vibracional en donde la molécula decae al nivel vibracional más bajo de cada estado electrónico excitado ( $S_1$ ), mediante la transferencia de energía por colisiones, una vez que la molécula se encuentra en el estado vibracional más bajo de energía puede continuar desactivando, en forma no radiativa mediante conversión interna (CI) donde dos niveles vibracionales de distinto nivel electrónico excitado de igual multiplicidad poseen la misma energía, o en forma radiativa en donde el exceso de energía es emitido en forma de luz (fotón), este proceso se conoce como fluorescencia (emisión de luz de corta duración). Por otro lado se puede dar una serie de transiciones entre los niveles vibracionales de estados electrónicos excitados con diferente multiplicidad de espín, es decir que se da una inversión de espines quedando desapareados, a esto se le denomina cruce entre sistemas dando lugar al estado electrónico excitado triplete ( $T_1$ ), en este estado la desactivación radiativa se da cuando el estado excitado  $T_1$  emite un fotón para llegar al estado vibracional de nivel electrónico triplete fundamental ( $T_0$ ), a esta transición se le denomina fosforescencia (emisión de luz de más larga duración) (figura N°3). <sup>(1)</sup>

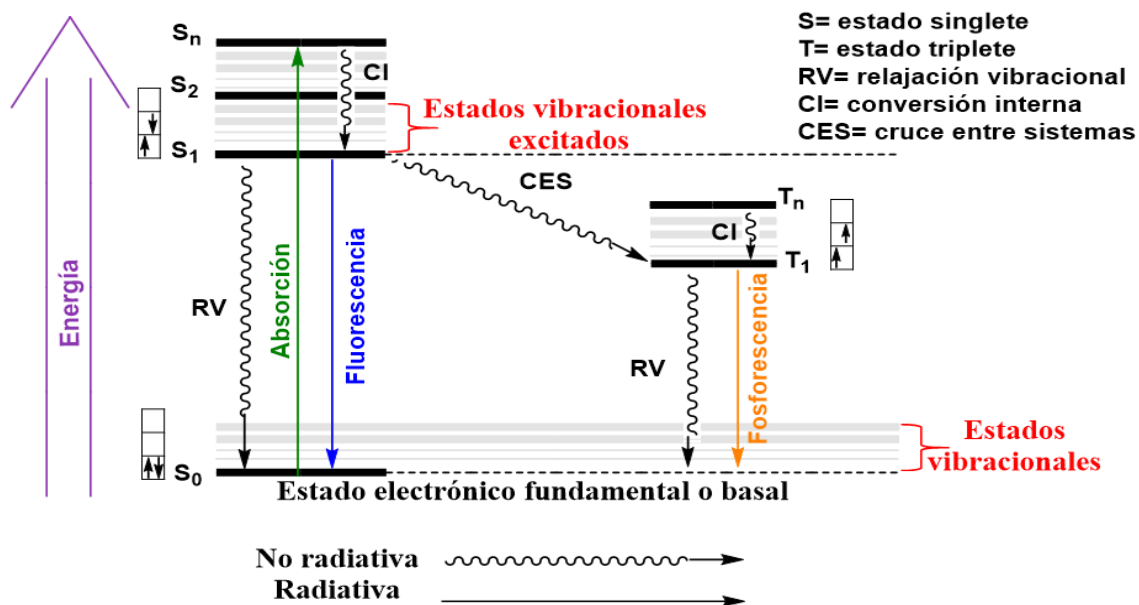


Figura N°3. Diagrama de Jablonski. <sup>(1)</sup>

### 3.4 Mecanismo de reacción

En general, las reacciones catalíticas foto-redox siguen una de las dos vías ilustradas en la figura N°4.

En la primera etapa se da la absorción de un fotón por parte del fotocatalizador (FC) bajo irradiación de luz visible, lo cual produce una especie molecular en estado excitado ( $FC^*$ ), promoviendo un electrón de un nivel menor de energía a un orbital molecular de mayor energía. Esta especie formada puede actuar como un oxidante o reductor de un solo electrón a través de un mecanismo de transferencia de un electrón.

En la segunda etapa la especie fotoexcitada puede experimentar reacciones redox a través de dos vías dependiendo de las condiciones de reacción y de las propiedades fotofísicas y fotoquímicas del FC y el sustrato. La primera implica una desactivación de tipo oxidativa donde el  $FC^*$  se desactiva mediante la donación de un electrón al sustrato (S) o al oxidante (Ox) presente en la mezcla



de reacción. En el caso de un FC de tipo neutro la especie que se genera es un radical catión ( $FC^{+\bullet}$ ). Esta especie oxidada puede reducirse en presencia de un donador de electrones para regenerar el FC en su estado fundamental cerrando el ciclo fotocatalítico. La segunda es una desactivación de tipo reductiva, donde el  $FC^*$  reacciona con especies donadoras de electrones, aceptando un electrón del sustrato (S) o de un reductor (Red), produciendo la especie reducida del FC, si el FC es de tipo neutro la especie que se genera es un radical anión ( $FC^{\bullet-}$ ). Esta especie reducida puede experimentar una oxidación en presencia de un aceptor de electrones y así regenerar el FC en su estado fundamental cerrando el ciclo fotocatalítico. <sup>(1)</sup>

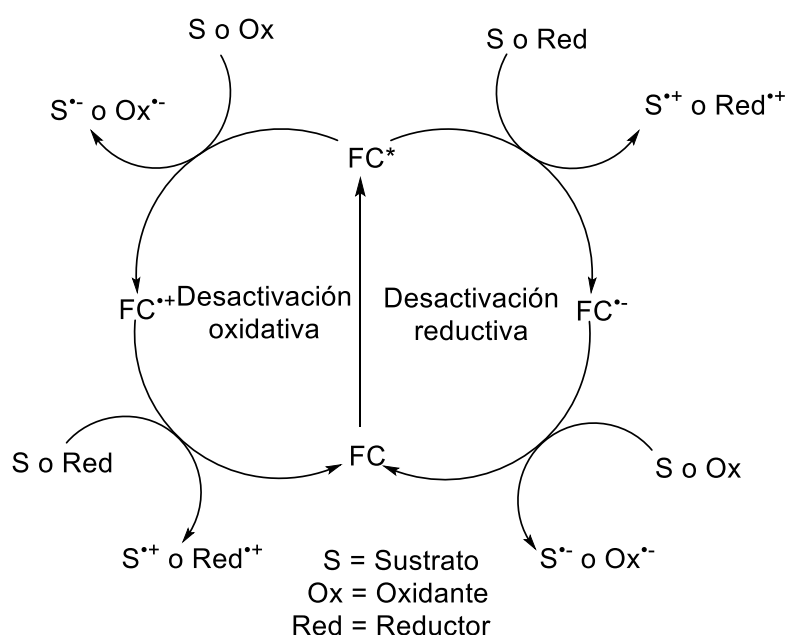


Figura N°4. Mecanismos de reacción de la catálisis foto-redox. <sup>(1)</sup>

### 3.5 Fotocatalizadores

La importancia de un fotocatalizador en catálisis foto-redox radica en que a partir de las propiedades fotofísicas y fotoquímicas de estos materiales dependerá el éxito para el desarrollo de un protocolo sintético, estos pueden ser de tipo organometálicos (como los complejos de metales de transición), orgánicos (como los colorantes orgánicos u otras moléculas orgánicas) e inorgánicos (como los semiconductores o nanopartículas fotoactivas).

Los FCs organometálicos más comúnmente usados son los complejos de metales de transición basados en Ru e Ir, éstos suelen ser solubles en los solventes de reacción por lo que al usarlos se lleva a cabo una fotocatalisis de tipo homogénea. En el caso de los FCs orgánicos los colorantes más comúnmente usados son eosina Y (EY), azul de metileno (MB) y rosa de bengala (RB), éstos al igual que los complejos de metales de transición suelen ser solubles en la mayoría de los solventes de reacción empleados por lo que también ocurriría una catálisis del tipo homogénea. Por último, en el caso de los fotocatalizadores inorgánicos los más estudiados han sido los semiconductores (SCs), por ejemplo:  $\text{TiO}_2$ , CdS, CdSe, y las nanopartículas (NPs) metálicas fotoactivas (AgNPs, AuNPs), estos FCs suelen ser dispersables en diferentes solventes dependiendo de la naturaleza de los ligandos en la superficie del semiconductor, la gran mayoría de los FCs inorgánicos son insolubles en el medio de reacción por lo que al usarlos se lleva a cabo una fotocatalisis de tipo heterogénea.

En todos los tipos de FCs después de absorber la radiación electromagnética estos en el estado excitado pueden actuar como agentes oxidantes o reductores dependiendo de las condiciones en las que ocurre la reacción. <sup>(1)</sup> Algunos criterios que se deben de tomar en cuenta para seleccionar un buen fotocatalizador son: un adecuado potencial redox, debe poseer una excelente capacidad para

absorber la luz, fácilmente disponibles, de preferencia con bajo costo económico, ser biocompatibles con el solvente de reacción y sus características espectroscópicas y redox deben ser fácilmente modulables. <sup>(5, 6)</sup>

### 3.6 Moléculas orgánicas como FCs

Dentro de las moléculas orgánicas se encuentran los colorantes estos absorben luz en el espectro visible (400–700 nm), tienen al menos un cromóforo, poseen un sistema conjugado, es decir, una estructura con enlaces dobles y simples alternantes, y exhiben resonancia de electrones, la cual es una fuerza estabilizadora en los compuestos orgánicos. La tabla N°1 muestra la relación entre la longitud de onda y el color absorbido/observado en colorantes. <sup>(7)</sup>

Un grupo covalentemente insaturado responsable de la absorción en la región UV o visible se conoce como cromóforo. Por ejemplo, C=C, C≡C, C=O, C≡N, N=N, NO<sub>2</sub>, etc. Si un compuesto absorbe luz en la región visible (400–700 nm), sólo entonces se visualiza coloreado. Por lo tanto, un cromóforo puede o no impartir color a un compuesto dependiendo de si el cromóforo absorbe radiación en la región visible o UV.

Tabla N°1. Color observado según absorción de luz a diferentes longitudes de onda en nm catalítica (fuente: elaboración propia).

Longitud de Onda Absorbida (nm)	Color Absorbido	Color Observado
400-435	Violeta	Amarillo-Verde
435-480	Azul	Amarillo
480-490	Verde Azul	Naranja

Tabla N°1. (continuación)

<b>490-500</b>	Azul Verde	Rojo
<b>500-560</b>	Verde	Púrpura
<b>560-580</b>	Amarillo verde	Violeta
<b>580-595</b>	Amarillo	Azul
<b>595-605</b>	Naranja	Verde-Azul
<b>605-700</b>	Rojo	Azul-Verde

### 3.7 Luz visible, un reactivo “verde”

La luz visible es esa parte del espectro electromagnético, que se muestra en la Figura N°5, con longitudes de onda entre el límite rojo de unos 700 nm y el límite violeta de 400 nm, los valores típicos de los colores espectrales son rojo, 650 nm; naranja, 600 nm; amarillo, 580 nm; verde, 550 nm y 500 nm; y azul, 450 nm. (8)

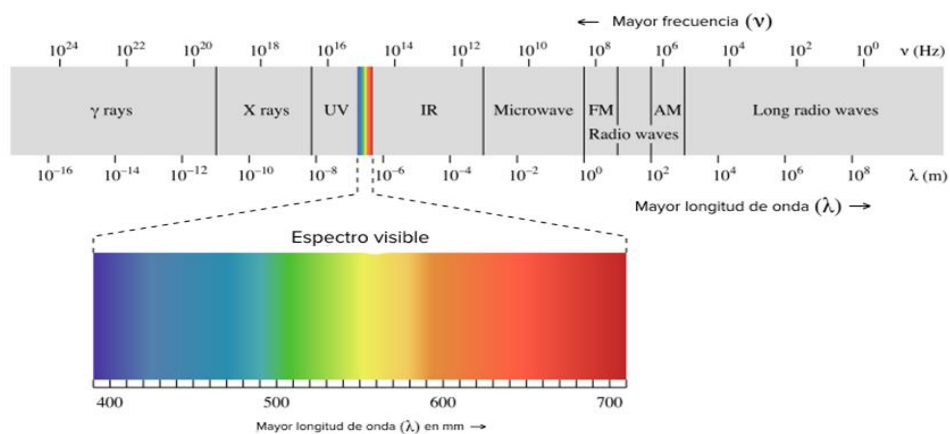


Figura N°5. El Espectro Electromagnético región visible. (9)

La luz del sol es un recurso natural único, en esta un 43% representa luz visible, por lo que, puede considerarse a ésta como un reactivo ideal para la síntesis de química "verde" respetuosa con el medio ambiente; a diferencia de muchos

reactivos convencionales, la luz no es tóxica, no genera residuos y puede obtenerse de fuentes renovables. <sup>(10)</sup>

### 3.8 Química Verde

El objetivo de la química verde es reducir el impacto relacionado con los productos químicos en la salud humana y eliminar eventualmente la contaminación del medio ambiente a través de programas de prevención sostenibles y dedicados. La química verde busca medios de reacción alternativos y respetuosos con el medio ambiente, y al mismo tiempo, se esfuerza por aumentar las velocidades de reacción y reducir las temperaturas de reacción.

Son 12 los principios de la química verde o sostenible, formulados por Paul Anastas y John Warner en su libro "*Green Chemistry: Theory and Practice*" los cuales se mencionan a continuación:

- Prevención. Es preferible prevenir la formación de residuos en lugar de tratarlos una vez formados.
- Economía atómica. Se deben diseñar métodos de síntesis de modo de maximizar la incorporación de todos los materiales usados durante el proceso dentro del producto final.
- Uso de metodologías que generen productos de toxicidad reducida. Los métodos sintéticos deben usar o generar, cuando sea posible, sustancias de baja toxicidad y bajo impacto ambiental.
- Generación de productos eficaces de baja toxicidad. Los productos químicos deben ser diseñados para preservar la eficacia mientras se reduce la toxicidad.
- Reducción del uso de sustancias auxiliares. Deben evitarse, o minimizar el uso de materiales auxiliares como solventes, agentes de separación, etc., o reemplazarlos por sustancias inocuas.

- Minimizar el consumo energético. El uso de energía debe ser reducido, minimizando el impacto ambiental y económico. De ser posible las síntesis deben realizarse a presión y temperatura ambiente.
- Utilización de materia prima renovable. Cuando sea técnica y económicamente viable, la materia prima y la energía usadas deben ser de una fuente renovable.
- Evitar las derivatizaciones innecesarias. Se debe evitar la formación de derivados como protección/desprotección, bloqueo de grupos y modificación temporaria de procesos fisicoquímicos.
- Potenciación de la catálisis. Se deben emplear en lo posible, procesos catalizados selectivos en lugar de procesos estequiométricos.
- Generación de productos biodegradables. Los productos químicos deben ser diseñados para que se degraden en productos inocuos cuando sean eliminados y, de este modo, no persistan en el ambiente.
- Desarrollar metodologías analíticas para el monitoreo en tiempo real. Los procesos deben ser monitoreados con el fin de evitar la formación de sustancias peligrosas.
- Minimizar el potencial de accidentes químicos. Los materiales empleados en un proceso químico deben ser escogidos de manera de minimizar riesgos y accidentes, incluyendo emanaciones, explosiones e incendios. <sup>(11)</sup>

### **3.9 Pararosanilina y sus derivados**

#### **3.9.1 Pararosanilina**

La pararosanilina es un compuesto orgánico de estado sólido con coloración magenta utilizado comúnmente como colorante <sup>(12)</sup>, como es el caso para teñir fibras de poliacrilonitrilo, entre otros usos como prueba colorimétrica para aldehídos, en la prueba de Schiff siendo el único componente de fucsina básico adecuado para hacer la tinción de aldehído-fucsina para las células beta de los islotes pancreáticos, también posee el uso como un Antischistosomal. <sup>(13)</sup>

Es uno de los cuatro componentes de la fucsina básica (siendo los otros rosanilina, fucsina nueva y magenta II). Está relacionado estructuralmente con otros tintes de triarilmetano llamados violetas de metilo, incluido el cristal violeta que presentan grupos metilo en nitrógeno. Se prepara por condensación de anilina y para-aminobenzaldehído, aunque alternativamente, surge de la oxidación de 4,4'-bis(aminofenil)metano en presencia de anilina. <sup>(14)</sup>

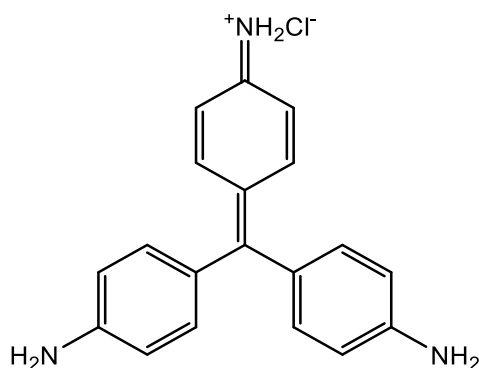


Figura N°6. Estructura molecular del colorante Pararosanilina. <sup>(14)</sup>

- Sinónimos: Parafuchsin hydrochloride, Basic Fuchsin, Magenta O, Paramagenta hydrochloride, Basic Red 9, Pararosaniline chloride, Basic Parafuchsin
- Fórmula química:  $C_{19}H_{18}N_3Cl$
- Número de CAS: 569-61-9
- Peso molecular: 323.82
- Número de índice de color: 42500
- Beilstein: 4164603
- Número de EC: 209-321-2
- Número MDL: MFCD00001657
- ID de la sustancia en PubChem: 24898444
- Usos identificados: Reactivos para laboratorio, fabricación de sustancias. <sup>(15)</sup>

### 3.9.2 Fucsina

Fucsina es un compuesto orgánico que, en estado sólido, presenta un color verde oscuro y es utilizado comúnmente como colorante para el diagnóstico celular en la medicina humana y se emplea en el examen bacteriológico e histológico de muestras de origen humano.

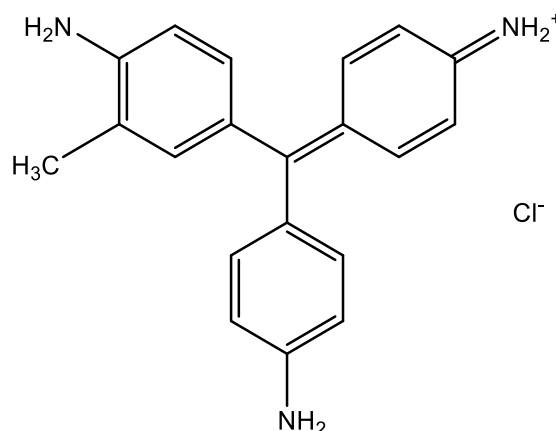


Figura N° 7. Estructura molecular del colorante Fucsina. <sup>(16)</sup>

- Sinónimos: Basic Violet 14, Benzenamine, 4-[(4-aminophenyl)(4-imino-2,5-cyclohexadien-1-ylidene)methyl]-2-methyl hydrochloride, Benzenamine, 4-[(4-aminophenyl)(4-imino-2,5-cyclohexadien-1-ylidene)methyl]-2-methyl
- Fórmula química:  $C_{20}H_{19}N_3 \cdot HCl$
- Número CAS: 632-99-5
- Peso molecular: 337.86 g/mol
- Número de índice de color: 42510
- Número de EC: 209-321-2
- ID de sustancia en PubChem: 12447
- Usos identificados: Tinción acidorresistente con carbol-fucsina, método del ácido periódico-Schiff, técnica de Feulgen para la tinción de ADN, medio de



cultivo ENDO para distinguir entre la bacteria *Escherichia coli* y *Aerobacter aerogenes*, método de Leifson para la tinción de flagelos bacterianos. <sup>(16)</sup>

### 3.9.3 Fucsina ácida

La fucsina ácida es un compuesto orgánico que, en estado sólido, presenta un color verde oscuro y es utilizado comúnmente como colorante para el diagnóstico celular en la medicina humana y se empleó en el examen histológico de muestras de origen humano.

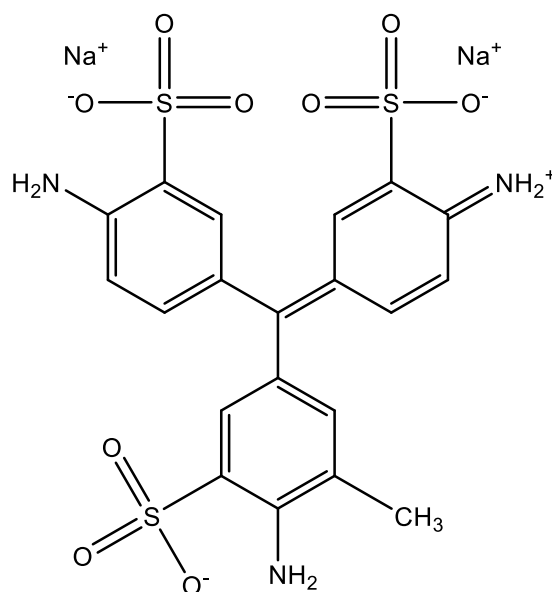


Figura N°8. Estructura molecular del colorante Fucsina Ácida. <sup>(17)</sup>

- Sinónimos: violeta ácido 19
- Fórmula química:  $C_{20}H_{17}N_3Na_2O_9S_3$
- Número CAS: 3244-88-0
- Peso molecular: 585.5 g/mol
- Número de índice de color: 42685
- Número de EC: 221-816-5
- ID de sustancia en PubChem: 5464362

- Usos identificados: Se emplea en tinciones tricrómicas de tejido conjuntivo.<sup>(17)</sup>

### 3.9.4 Neofucsina

La neofucsina es un compuesto orgánico que, en estado sólido, presenta un color verde se utiliza para la preparación de una solución de tinción que se puede usar para teñir secciones de tejido histológico u otras muestras de origen humano.

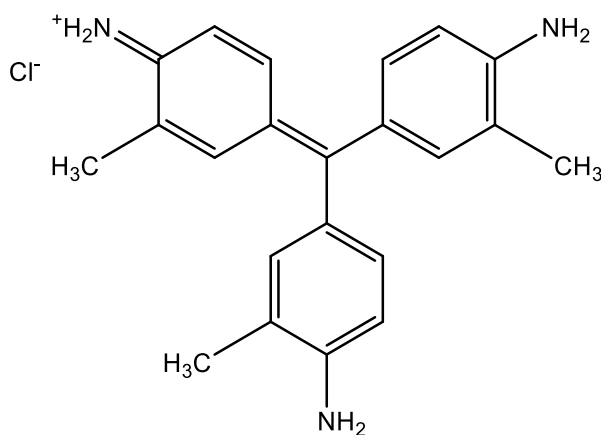


Figura N°9. Estructura molecular del colorante Neofucsina. <sup>(18)</sup>

- Sinónimos: fucsina nueva; magenta III; Violeta básica 2; CI 42520
- Fórmula química:  $C_{20}H_{19}N_3 \cdot HCl$
- Número CAS: 3248-91-7
- Peso molecular: 365.91 g/mol
- Número de EC: 221-831-7
- ID de sustancia en PubChem:18612
- Usos identificados: Reactivo de diagnóstico in vitro, Reactivo para análisis.<sup>(18)</sup>

### 3.10 Foto-reducción de Metales

La palabra reducción se empleó antiguamente para referirse a la eliminación del oxígeno de un óxido, dejando puro al elemento, con una notable reducción de la masa y/o el volumen con respecto al material original. Por ejemplo, el cobre,

posiblemente el primer metal reducido por el hombre a su forma pura o metálica puede obtenerse calentando el óxido cúprico en presencia de carbón. <sup>(19)</sup>

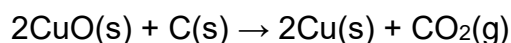


Figura N°10. Reducción térmica de óxido cúprico. <sup>(19)</sup>

Posteriormente, se asignó el nombre de reducción a aquel en que un elemento ganaba electrones, disminuyendo su número de oxidación.

Existen tres maneras de emplear la luz para promover la reducción de metales (i) irradiando complejos metálicos conformados por ligandos nitrogenados o carboxilatos; (ii) empleando un fotoiniciador, que al ser irradiado se fragmenta generando radicales capaces de reducir el metal o (iii) usando un fotocatalizador, el cual al ser irradiado genere especies excitadas que por medio de una transferencia de electrones reducen el metal.

En los dos primeros casos al absorber luz visible, éstos pasan al estado excitado desde donde pueden ser reducidos por una especie donadora de electrones de sacrificio (generalmente TEA), y esta especie reducida del cromóforo o complejo de metal de transición, transfiere un electrón al metal y genera un metal in situ.<sup>(1)</sup>

### **3.10.1 Métodos de Síntesis de Nanopartículas (NPs)**

Las NPs son partículas extremadamente pequeñas e invisibles al ojo humano, poseen tres dimensiones menores que 100 nm (milmillonésima parte de un metro), a diferencia de los fluoróforos orgánicos pueden ser extremadamente estables y someterse por horas a repetidos ciclos de excitación y emisión dando siempre altos niveles de luminiscencia, sin modificar sus propiedades morfológicas y fotofísicas, esto se conoce como fotoestabilidad. Esta propiedad depende fundamentalmente del tamaño, la concentración y en especial del pasivado (corrección de los defectos) de la superficie de las NPs. La presencia

de defectos en la superficie de las NPs reduce la eficacia de la recombinación radiativa del hueco y el electrón y, por lo tanto, la emisión de fotones (fluorescencia). Las nanopartículas se pueden preparar por métodos tanto físicos como químicos. De forma general existen dos rutas a seguir:

- a) Métodos físicos en los cuales no hay transformaciones químicas, involucra la fractura, deformación y la soldadura de partículas finas en una molienda constante para la obtención de NPs que generalmente son metálicas o aleaciones de metales. Se requiere de un molino de alta energía, como un molino horizontal de bolas o un molino atricionador. Dentro de los métodos físicos para la síntesis de NPs se destaca el método químico “TOP-DOWN” (de arriba hacia abajo) el cual consiste en reducir partículas macroscópicas a tamaño nanométrico.
- b) Los métodos químicos conllevan a la utilización de una serie de reacciones químicas, que en su mayoría son de reducción de óxidos metálicos. En este método se destaca el método “BOTTOM-UP” (de abajo hacia arriba) el cual parte con átomos que se agregan en una fase acuosa o gaseosa para la síntesis de las nanopartículas. <sup>(20)</sup>

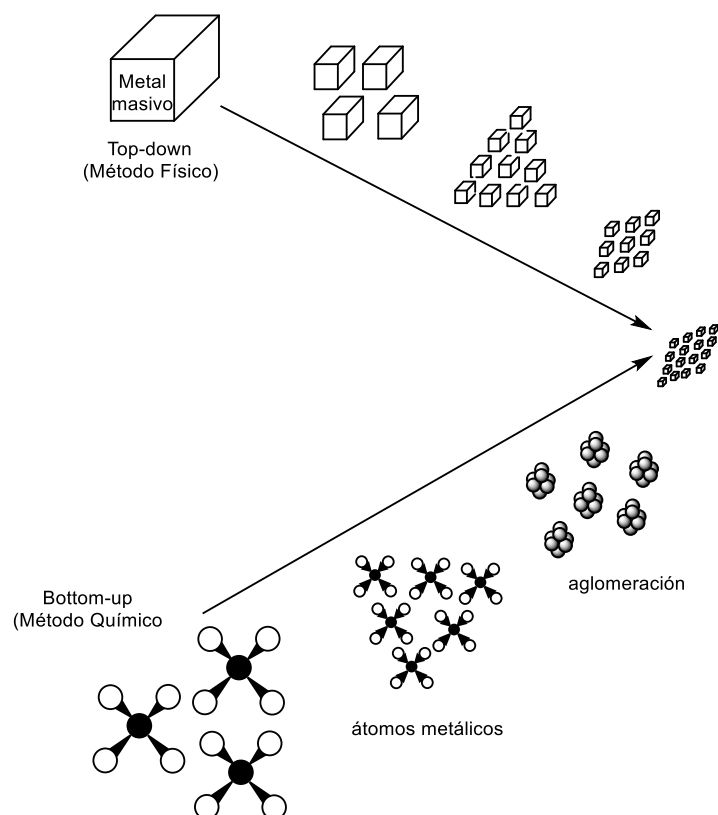


Figura N°11. Métodos de preparación de nanopartículas. (20)

### 3.11 Generación de Especies Reactivas de Oxígeno (ERO)

Las especies reactivas de oxígeno (ERO) son sustancias químicas reactivas que se derivan de la molécula de oxígeno ( $O_2$ ) por reducción química parcial. En este grupo se incluyen a los peróxidos de hidrógeno ( $H_2O_2$ ), producidos cuando el  $O_2$  es reducido con 2 electrones, y las formas reactivas del oxígeno, que abarcan a los superóxidos y al radical hidroxilo ( $HO^{\bullet}$ ). Las ERO tienen un papel indiscutible en los procesos fisiológicos habituales, sin embargo, al mismo tiempo, pueden ejercer efectos tóxicos. Las ERO se producen como consecuencia del metabolismo y son esenciales para la producción de energía, la síntesis de compuestos biológicamente esenciales y la fagocitosis, un proceso crítico para el sistema inmunológico. Éstas también juegan un papel vital en la transducción de señales, que es importante para la comunicación y función de las células. (21)

Las ERO son ubicuas, altamente reactivas, de tiempo de vida media muy corto, se producen en el metabolismo del oxígeno en todos los sistemas biológicos aeróbicos y reaccionan con todas las moléculas que se encuentran a su alrededor, empezando con aquellas que se encuentran muy cercanas a su sitio de formación. Entre las moléculas que se consideran ERO se encuentran los radicales libres, los cuales pueden ser definidos como átomos o moléculas con uno o más electrones desapareados en alguno de sus orbitales electrónicos. Este electrón es generalmente el que le proporciona su alta capacidad reactiva.

Los radicales libres derivados del oxígeno son considerados los más importantes radicales producidos por los seres vivos. El oxígeno molecular (dioxígeno) tiene una configuración electrónica única y es una molécula que naturalmente se encuentra en estado triplete ( $^3\text{O}_2$ ) y es considerada por sí mismo un radical libre (Figura N°12). Esta molécula de oxígeno puede por una EnT formar el oxígeno singlete ( $^1\text{O}_2$ ) en cual es muy reactivo y de amplio uso en síntesis orgánica. Por otra parte, la adición de un electrón al dioxígeno forma el radical superóxido ( $\text{O}_2^{\cdot-}$ ). Este radical puede ser producido por diferentes mecanismos en los que se presenta la activación del oxígeno, ya sea por procesos bioquímicos o por irradiaciones electromagnéticas, es considerado el principal ERO porque reacciona con un mayor número de moléculas para formar otras ERO secundarias en donde participa directa o indirectamente en reacciones catalizadas por metales de transición entre los que destacan el hierro y el cobre.<sup>(22)</sup>

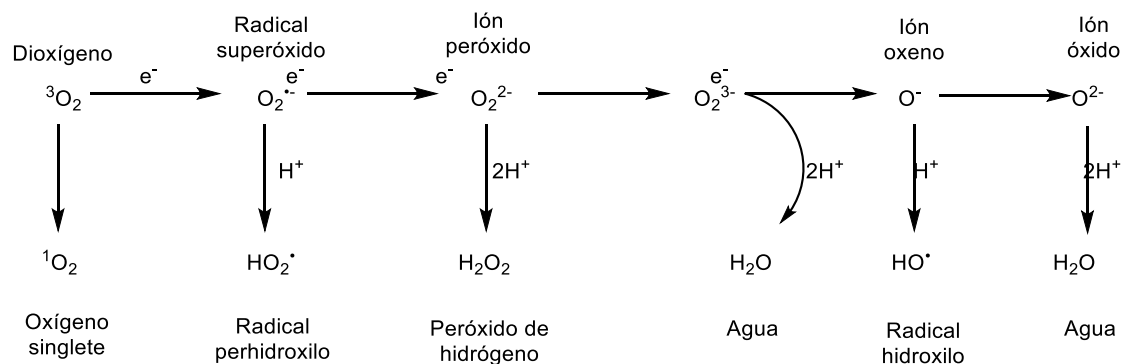


Figura N°12. Formación de especies reactivas de oxígeno a partir de  $O_2$ . (22)

La producción biológica del radical anión superóxido se origina principalmente en la mitocondria de las células. (23)

**CAPITULO IV**  
**DISEÑO METODOLOGICO**



## **4.0 DISEÑO METODOLOGICO**

El presente trabajo se desarrolló en las instalaciones del laboratorio de Fisicoquímica y de Química orgánica de la Facultad de Química y Farmacia, así como también el laboratorio A nivel 1 del Centro de Investigación y Desarrollo en Salud (CENSALUD), ambos de la Universidad de El Salvador.

### **4.1 Tipo de estudio**

4.1.1 Exploratorio: en El Salvador no se han realizado investigaciones sobre la utilización de colorantes como fotocatalizadores en catálisis fotoredox con luz visible. Este trabajo se realizó con el fin de saber si los colorantes se pueden utilizar como fotocatalizadores en reacciones catalíticas que utilizan la luz como fuente de irradiación, por lo que es un tema inexplorado.

4.1.2 Experimental: debido a que se determinó la potencial aplicación de los colorantes pararosanilina, fucsina ácida, neofucsina y fucsina en catálisis foto redox con la utilización de luz visible.

### **4.2 Investigación bibliográfica:**

La investigación bibliográfica se realizó en las siguientes bibliotecas:

- Base de datos de biblioteca Central de la Universidad de El Salvador.
- Base de datos de biblioteca Dr. Benjamín Orozco, Facultad de Química y Farmacia. Universidad de El Salvador.
- Base de datos de biblioteca de la Universidad Salvadoreña Alberto Masferrer.
- Base de datos de biblioteca de la Universidad Nueva San Salvador.
- Buscadores de internet tales como Google académico, Elsevier, Royal Society of Chemistry (RSC), American Chemical Society (ACS), entre otros más del ámbito académico-científico

### 4.3 Parte experimental:

Ámbito de aplicación: Colorantes disponibles en la bodega de la facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, específicamente los colorantes Pararosnilina, Neofucsina, Fucsina y Fucsina ácida.

El proceso experimental consta de 4 etapas dando cumplimiento a los objetivos planteados en donde se realizará:

#### 4.3.1 Etapa I: Solubilidad

Se llevaron a cabo pruebas de solubilidad de los colorantes pararosnilina, neofucsina, fucsina y fucsina ácida los cuales se encuentran disponibles en la bodega de reactivos de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador. Se realizó una solución con una concentración de 1 mg/mL debido a que es la concentración que generalmente se emplean en las reacciones fotocatalíticas, se utilizaron solventes polares y no polares próticos y apróticos tales como: agua, EtOH 90°, DMSO, acetonitrilo, acetato de etilo, acetona y DMF.

a) Procedimiento realizado para las pruebas de solubilidad:

- Numerar 7 tubos de fondo cónico.
- Pesar 5.0 mg de PA en cada uno de los tubos fondo cónico.
- Agregar 5.0 mL de EtOH 90° en el tubo 1.
- Agregar 5.0 mL de Acetonitrilo en el tubo 2.
- Agregar 5.0 mL de DMSO en el tubo 3.
- Agregar 5.0 mL de H<sub>2</sub>O en el tubo 4.
- Agregar 5.0 mL de Acetato de etilo en el tubo 5.
- Agregar 5.0 mL de Acetona en el tubo 6.
- Agregar 5.0 mL de DMF en el tubo 7.
- Agitar en un Vortex a una velocidad de 2600 rpm por 1 minuto.
- Observar detenidamente si es Soluble, Parcialmente soluble o Insoluble.

- Repetir este procedimiento con: Fucsina, Neofucsina y Fucsina ácida.
- Anotar los resultados observados en la tabla N°2.

Tabla N°2. Tabla de recolección de datos para solubilidad aparente (fuente: elaboración propia).

Colorante	Solvente																				
	EtOH 90°			ACN			DMSO			H <sub>2</sub> O			EtOAc			Me <sub>2</sub> CO			DMF		
	S	P	I	S	P	I	S	P	I	S	P	I	S	P	I	S	P	I	S	P	I
PA																					
NF																					
FU																					
FA																					

**En donde:**

**Soluble (S):** Todo el colorante está visualmente disuelto en el solvente, por lo que no se observan partículas en suspensión.

**Parcialmente soluble (PS):** Una porción del colorante es soluble en el solvente, mostrando la solución una leve coloración y observándose partículas en suspensión.

**Insoluble (I):** El colorante no se disuelve en ninguna de sus partes en el solvente, es decir la solución se mantiene incolora y se observan las partículas de colorante en suspensión.

#### 4.3.2 Etapa 2: Comportamiento frente a ácidos y bases y obtención de curva de calibración.

En los solventes que los colorantes presentan una solubilidad completa, preparar soluciones en balones volumétricos cuya concentración este en el rango de  $1 \times 10^{-3}$  M a  $1 \times 10^{-5}$  M, además se debe asegurar que las absorbancias de estas soluciones estén en el rango de 0.4 a 0.8 de tal manera que se mantenga la

linealidad de las mediciones espectrofotométricas, las cuales se tomaran haciendo uso de un Espectrofotómetro UV-Visible Thermo Scientific Serie GENESYS 10S disponible en el laboratorio de Química Física de la Facultad de Química y Farmacia.

Los espectros de absorción se midieron utilizando celdas de cuarzo en el rango de 190 nm a 800 nm para tener una visión general del espectro de absorción, a su vez esto permitió identificar experimentalmente los máximos de absorción tanto en la región ultravioleta (190 a 400 nm) como en la región visible (400 a 800 nm) y así se reconocer las zonas del espectro en la región visible en la cual los colorantes podrían ser irradiados.

Una vez identificadas las longitudes de onda de los máximos de absorción se procedió a realizar una curva de calibración a dicha longitud de onda para cada una de las soluciones en los diferentes solventes, posteriormente, por medio de la ecuación de la línea recta  $y=mx+b$  donde:  $m$  es la pendiente y  $b$  es el intercepto, se calculó experimentalmente el coeficiente de extinción molar del colorante en dicho solvente.

El enunciado de la Ley de Beer establece que la intensidad de un haz de luz monocromática, que incide perpendicularmente sobre una muestra, decrece exponencialmente con la concentración de la muestra, según esta ley:

$$A = K * C$$

Donde:  $A$  = absorbancia de la muestra

$K$  es una constante que depende de la longitud de onda usada ( $\epsilon$ ), de la sustancia que se analiza y del espesor de la celda ( $b$ ) usada.

$C$  = Concentración de la muestra

Entonces esta ecuación  $A=K \cdot C$ ; puede, ser similitud con la ecuación matemática  $y=mx+b$ .

Donde: A corresponde con y  
K corresponde con M  
C corresponde con x  
- corresponde con n

Por ende, se deduce que la ecuación  $A=K \cdot C$  no es más que una recta y como no tiene el término "n" pasara por el origen de coordenadas. En función de ello, K no es más que la pendiente de dicha recta.

- a) Procedimiento utilizado para determinar el máximo de absorción.
- Pesar la cantidad calculada de gramos de cada uno de los colorantes en balones volumétricos.
  - Aforar cada uno de los balones volumétricos con el respectivo solvente.
  - Medir el espectro de absorción usando celdas de cuarzo en el rango de 190 nm a 800 nm para cada una de las soluciones preparadas, utilizar como blanco el respectivo solvente.
  - Anotar el/los máximo/s de absorción en la región visible de cada una de los colorantes en dicho solvente.
- b) Procedimiento utilizado para realizar curva de calibración:
- Preparar una solución madre cuya concentración sea  $1 \times 10^{-4}$  M ó  $1 \times 10^{-5}$  M.
  - Realizar las diluciones necesarias asegurándose de que la absorbancia de las mismas esté en el rango de 0.4 a 0.8.
  - Para tomar las alícuotas de la solución madre hacer uso de una pipeta automática y agregarlo en balones volumétricos de 10.0 mL.
  - Aforar cada uno de los balones volumétricos con el respectivo solvente.

- \_ Realizar la medición fotométrica a la longitud de onda seleccionada para cada una de las soluciones.
- \_ Graficar en Excel Absorbancia vs. Concentración con los datos de absorbancia obtenidos.
- \_ Determinar la ecuación de la línea recta  $y = mx + b$  haciendo uso del Excel.
- \_ El valor obtenido de la pendiente del gráfico es igual al coeficiente de extinción molar del colorante a la longitud de onda seleccionada y en el solvente empleado.
- \_ Los datos obtenidos de estos experimentos se anotarán en la tabla N°3.

Tabla N°3. Tabla para recolección de datos de curvas de calibración (fuente: elaboración propia).

Colorante	Solvente	Máximo de absorción identificado en la región visible	Ecuación de la línea recta obtenida	Valor de R	Coeficiente de extinción molar ( $\epsilon$ ) obtenido
PA					
FU					
NF					
FA					

Posteriormente, se estudió el comportamiento del colorante ante el agregado de ácidos y bases, tales como: HCl, CH<sub>3</sub>COOH, HOAc, NaOH y TEA.

c) Procedimiento experimental utilizado para el comportamiento ácido base:

- Preparar soluciones acuosas 0.1 M de las siguientes sustancias: HCl, HOAc, NaOH y TEA.
- Preparar cuatro soluciones del colorante a concentraciones de  $1 \times 10^{-4}$  M.
- Calcular el número de moles del colorante y anotar datos en tabla N°4.

Tabla N°4. Tabla de recolección de datos para soluciones de colorantes a concentraciones de  $1 \times 10^{-4}$  M (fuente: elaboración propia).

Colorante	mg pesados del colorante	Masa Molar del Colorante (g/mol)	Número de moles disueltos
PA			
FU			
NF			
FA			

- Rotular cada una de las soluciones del mismo colorante y solvente de la 1 a la 4 (ver tabla N°5), donde:

Tabla N°5. Tabla de recolección de datos de microlitros a agregar a cada solución colorante de aditivo ácido o básico 0.1 M (fuente: elaboración propia).

Solución	Aditivo que agregar	Número de moles a agregar de aditivo		Microlitros que agregar a las soluciones
1	HCl 0.1 M			

Tabla N°5. (continuación)

2	HOAc 0.1 M			
3	NaOH 0.1 M			
4	TEA 0.1 M			

- \*Estos moles deben corresponder con el número de moles de colorante presentes en dicha solución.
- \*\*Calcular los microlitros necesarios de cada solución del aditivo correspondientes al número de moles necesarios a agregar.
- A la solución 1, agregar igual número de moles de HCl con respecto al número de moles de colorante presentes, agitar y observar cambios visuales de color (efecto solvatocrómico o solvatocromismo).
- A continuación, medir el espectro de absorción utilizando celdas de cuarzo en el rango de 190 a 800 nm.
- Identificar en el espectro de absorción obtenido la presencia de fenómenos tales como:
  - a. efectos batocrómicos (corrimiento de los máximos de absorción de las bandas presentes a mayores longitudes de onda).
  - b. efectos hipsocrómicos (corrimiento de los máximos de absorción de las bandas presentes a menores longitudes de onda).
  - c. efectos, hipercrómicos (aumento de la absorbancia a una longitud de onda determinada).



- d. efectos hipocrómicos (disminución de la absorbancia a una longitud de onda determinada).
- Anotar si se observan efectos batocrómicos, hipsocrómicos, hiperocrómicos o hipocrómicos en la Tabla N°6.
  - Repetir los numerales II a VII con los colorantes restantes.
  - Posteriormente, repetir los numerales del II a VIII agregando 3 veces más moles de aditivo respecto a los moles del colorante.
  - Posteriormente, repetir los numerales del II a VIII agregando 5 veces más moles de aditivo respecto a los moles del colorante.
  - Anotar resultados en la Tabla N°6.

Tabla N°6. Tabla de recolección de datos para cambios en bandas de absorción (fuente: elaboración propia).

Colorante	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No	
PA	HCl	1:1				
		1:3				
		1:5				
	HOAc	1:1				
		1:3				
		1:5				
	NaOH	1:1				
		1:3				
		1:5				
	TEA	1:1				
		1:3				
		1:5				

\*La misma tabla se realizó para los demás colorantes con los correspondientes solventes.

### 4.3.3 Etapa 3: Generación de especies reactivas de oxígeno

Se estudió la generación de oxígeno singlete el cual se utilizó para llevar a cabo la oxidación del 9,10-DMA. El producto final obtenido se detectó mediante espectroscopía UV-vis.

A. Procedimiento llevado a cabo para generación de especies reactivas de oxígeno:

Para esta reacción las condiciones iniciales de reacción se seleccionaron en base a la experiencia previa en dicho sistema. Para la optimización de las condiciones de reacción se empleó únicamente fucsina ácida como fotocatalizador y DMF como solvente. (1-3)

La generación oxígeno singlete y la oxidación del 9,10-DMA se comprobó mediante el análisis del espectro UV-vis de la mezcla de reacción ya que conforme se da la oxidación del sustrato las bandas características de sustrato van desapareciendo debido al proceso de oxidación. (4-6)

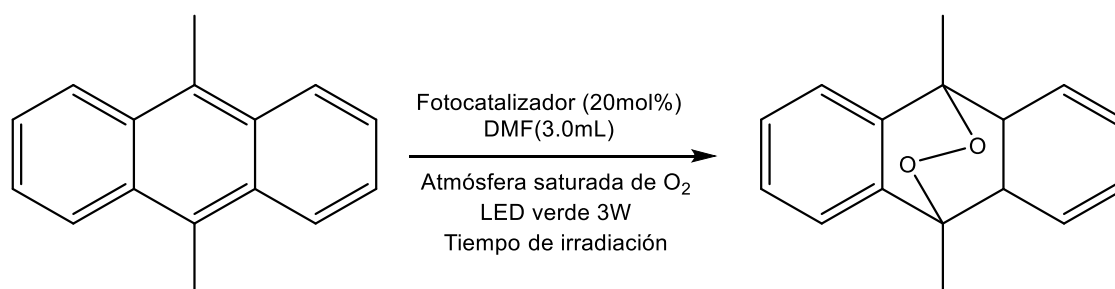


Figura N°13. Esquema general de reacción para generación de especies reactivas de oxígeno. (4-6)

En un frasco de vidrio de 10 mL equipado con un agitador magnético y tapón de goma se agregaron los siguientes reactivos: solvente DMF (3.0 mL), 9,10-DMA 5 mM (6  $\mu$ L), Colorante orgánico 0.5 mM (12  $\mu$ L, 20 mol%), se midió el espectro de absorción de dicha mezcla de reacción (medición a tiempo 0 de irradiación) en el rango de 200 a 800 nm. Posteriormente, se cerró el sistema y se saturó con

oxígeno por 5 min. Finalmente, se irradió la mezcla de reacción con LED Verde 3 W por 3 h, se apagó la luz y se midió nuevamente el espectro de absorción de la mezcla de reacción en el rango de 200 a 800 nm (medición a tiempo de 3 h).

a) Procedimiento utilizado para la preparación de 10 mL de solución de 9,10-DMA 5 mM.

- Pesar 10.3 mg de 9,10-DMA en portamuestra.
- Colocar en un balón volumétrico de 10 mL.
- Disolver con DMF hasta llegar a la línea de aforo, homogeneizar y rotular.
- Almacenar la solución en frasco ámbar debidamente rotulado.

b) Procedimiento utilizado para la preparación de 10 mL de una solución 0.5 mM de fucsina ácida.

- Pesar 2.9 mg de fucsina ácida en portamuestra.
- Colocar en un balón volumétrico de 10 mL.
- Disolver con DMF hasta llegar a la línea de aforo, homogeneizar y rotular.
- Almacenar la solución en frasco ámbar debidamente rotulado.
- Repetir el procedimiento con los demás colorantes, para FU pesar 1.7 mg, para NF pesar 1.8 mg y para PA pesar 1.6 mg.

#### **4.3.4 Etapa 4: Obtención de nanopartículas de plata.**

En ella se llevó a cabo la foto-reducción de iones plata para la generación de nanopartículas metálicas de plata, para esto se optimizó los siguientes parámetros: solventes, colorante orgánico 0.1 mol%, estabilizante (carbopol o PEG 400), reactivo de sacrificio o donador de electrones (TEOA, 5.0 equiv.), atmósfera saturada de nitrógeno, LED verde 3 W, tiempo de irradiación.

Las condiciones iniciales del sistema de reacción se seleccionaron en base a la experiencia previa en dicho tema y las mismas se optimizaron empleando un solo colorante orgánico para encontrar las condiciones más adecuadas para correcta

obtención de la AgNPs, para el caso se seleccionó Fucsina ácida para esta parte, posteriormente con las condiciones optimizadas se probaron los demás colorantes. (7-9)

El producto final obtenido AgNPs se detectó mediante espectroscopía UV-vis ya que el mismo se encuentra ampliamente documentado y caracterizado usando dicha técnica. (10-12)

A. Procedimiento utilizando carbopol como estabilizante:

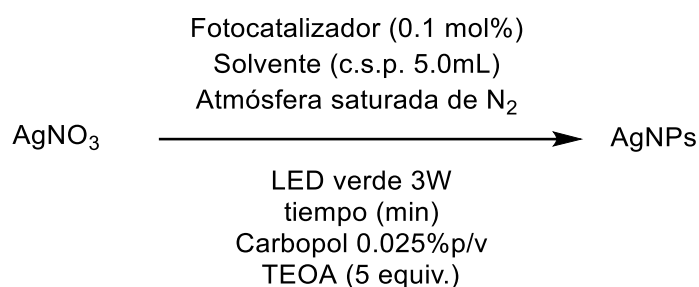


Figura N°14. Esquema general de la reacción utilizando carbopol como Estabilizante (fuente: elaboración propia).

En un tubo de vidrio con fondo cónico de 10 mL equipado con un agitador magnético en forma de veleta y tapón de hule, se agregaron los siguientes reactivos: AgNO<sub>3</sub> 100 mM (1000 μL, 0.1 mmol, 17 mg), Colorante Orgánico 5 mM (20 μL, 0.1 mol%), Carbopol 0.05%p/v (2.50 mL), TEOA (66 μL, 0.5 mmol) y cantidad suficiente de solvente hasta completar 5.0 mL, se cerró el sistema de reacción y se saturó con nitrógeno por 5 min. Posteriormente la mezcla de reacción se irradia con LED verde 3 W durante 5 minutos.

B. Procedimiento utilizando PEG 400 como estabilizante:

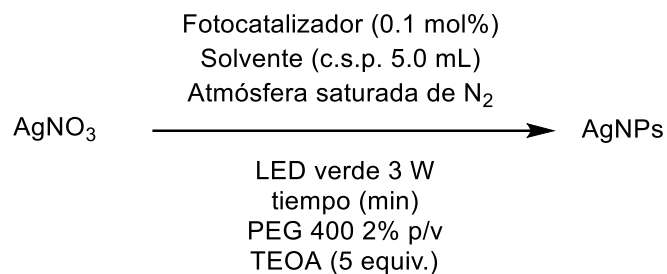


Figura N°15. Esquema general de la reacción utilizando PEG 400 como Estabilizante (fuente: elaboración propia).

En un tubo de vidrio con fondo cónico de 10 mL equipado con un agitador magnético en forma de veleta y tapón de hule, se agregaron los siguientes reactivos:  $\text{AgNO}_3$  100 mM (1000  $\mu\text{L}$ , 0.1 mmol, 17 mg), Colorante Orgánico 5 mM (20  $\mu\text{L}$ , 0.1 mol%), PEG 400 4% (2.50 mL), TEOA (66  $\mu\text{L}$ , 0.5 mmol) y cantidad suficiente de solvente hasta completar 5.0 mL, se cerró el sistema de reacción y se saturó con nitrógeno por 5 min. Posteriormente la mezcla de reacción se irradia con LED verde 3 W durante 5 minutos.

- a) Procedimiento utilizado para la preparación de 25 mL de solución  $\text{AgNO}_3$  (100 mM, 17 g/L)
  - Pesar 0.425 g de la sal nitrato de plata en un portamuestra.
  - Colocar en un balón volumétrico de 25 mL.
  - Disolver con el solvente correspondiente hasta llegar a la línea de aforo, homogeneizar y rotular.
  - Almacenar la solución en frasco ámbar debidamente rotulado.
  
- b) Procedimiento utilizado para la preparación de 25 mL de solución del FA 5 mM
  - Pesar 73.2 mg de FA en portamuestra.
  - Colocar en un balón volumétrico de 25 mL.

- Disolver con el solvente correspondiente hasta llegar a la línea de aforo, homogeneizar y rotular.
  - Almacenar la solución en frasco ámbar debidamente rotulado.
  - Repetir el procedimiento con los demás colorantes, para FU pesar 42.2 mg, para NF pesar 45.7 mg y para PA pesar 40.5 mg.
- c) Procedimiento utilizado para la preparación de 25 mL de una dispersión de Carbopol 0.05 p/v
- En un vaso de precipitados de 100 mL pesar 12.5 mg de carbopol.
  - Agregar 25 mL agua desmineralizada poco a poco con agitación constante hasta lograr una dispersión transparente.
  - Dejar reposar la dispersión por 24 h.
  - Almacenar en un frasco y rotular.
- d) Procedimiento utilizado para la preparación de 25 mL de una dispersión de PEG 400 4% p/v
- En un vaso de precipitados de 100 mL pesar 500 mg de PEG 400.
  - Agregar 25 mL agua desmineralizada poco a poco con agitación constante hasta lograr una dispersión transparente.
  - Dejar reposar la dispersión por 24 h.
  - Almacenar en un frasco y rotular.

**CAPITULO V**  
**RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS**

## 5.0 Resultados y discusión de resultados

### 5.1 Etapa I: Resultados de solubilidad

Para llevar a cabo las pruebas de solubilidad se realizaron soluciones cuya concentración era de 1 g/mL, pesando 5 mg de cada colorante y se disolvió en 5 mL de cada solvente en estudio, se agitaron con la ayuda de un vortex durante un minuto a 2600 rpm obteniéndose los siguientes resultados:

Tabla N°7. Resultados de solubilidad aparente (fuente: elaboración propia).

Colorante	Solvente																				
	EtOH 90°			ACN			DMSO			H <sub>2</sub> O			EtOAc			Me <sub>2</sub> CO			DMF		
	S	P	I	S	P	I	S	P	I	S	P	I	S	P	I	S	P	I	S	P	I
PA		x			x		x					x		x			X		x		
NF		x			x		x				x				x		X		x		
FU		x			x		x				x			x			X		x		
FA		x				x	x				x				x			x	x		

**En donde:**

**Soluble (S):** Todo el colorante está visualmente disuelto en el solvente, por lo que no se observan partículas en suspensión.

**Parcialmente soluble (PS):** Una porción del colorante es soluble en el solvente, mostrando la solución una leve coloración y observándose partículas en suspensión.

**Insoluble (I):** El colorante no se disuelve en ninguna de sus partes en el solvente, es decir la solución se mantiene incolora y se observan las partículas de colorante en suspensión.



En la tabla N°7 se muestran los resultados obtenidos de las pruebas de solubilidad frente a diferentes solventes de tipo próticos y apróticos, los solventes en donde los colorantes presentaron una mayor solubilidad fueron EtOH 90°, DMSO y DMF, es por esa razón que son los solventes seleccionados para llevar a cabo las etapas subsiguientes de la investigación.

## **5.2 Etapa II Identificación de máximos de absorción, determinación de coeficientes de extinción y efecto de agregados de ácidos y bases.**

### 5.2.1 Identificación de máximos de absorción

Se realizaron soluciones madres de concentración  $1 \times 10^{-4}$  M de cada colorante en estudio en los solventes seleccionados por su mejor solubilidad siendo estos los solventes EtOH 90°, DMSO y DMF, las soluciones se leyeron en el espectrofotómetro UV-Visible Thermo Scientific Serie GENESYS 10S a una longitud de onda de 190-800 nm con el fin de realizar un barrido e identificar de esa manera la longitud de onda a la que se observa el máximo de absorción de cada colorante (Ver ejemplo en Anexo N°6 Tabla N°31) en cada solvente en la región visible y diferenciarlo de las bandas características de las nanopartículas de plata correspondiente a la Etapa 4 del trabajo de investigación (generación de AgNPs); así como también bandas características del colorante en la región del UV y no confundirlas de las bandas características que posee el 9,10-DMA en dicha región, siendo esta parte correspondiente a la Etapa 3 del trabajo de investigación (generación de oxígeno singlete).

Los resultados obtenidos experimentalmente se demuestran con los siguientes gráficos:

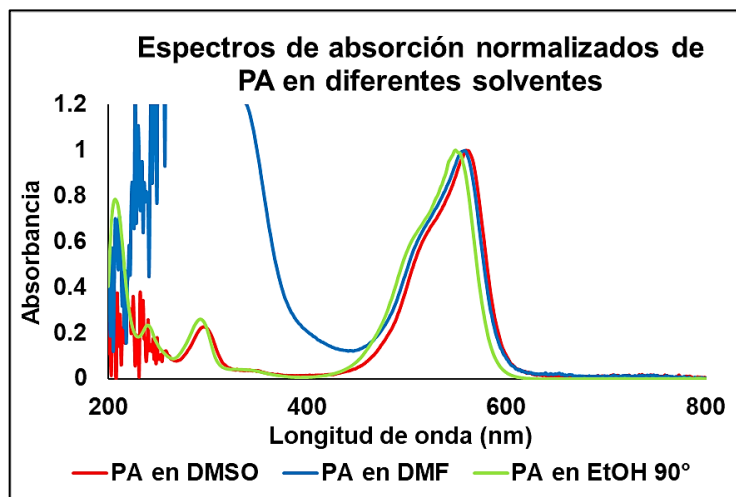


Figura N°16. Espectros de absorción normalizados del colorante PA en DMSO, DMF y EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

En la figura N°16 se evidencia experimentalmente que el máximo de absorción obtenido para PA en el solvente DMSO es a una longitud de onda de 559 nm, para el caso de PA en el solvente DMF es a 558 nm y en EtOH 90° es a una longitud de 549 nm.

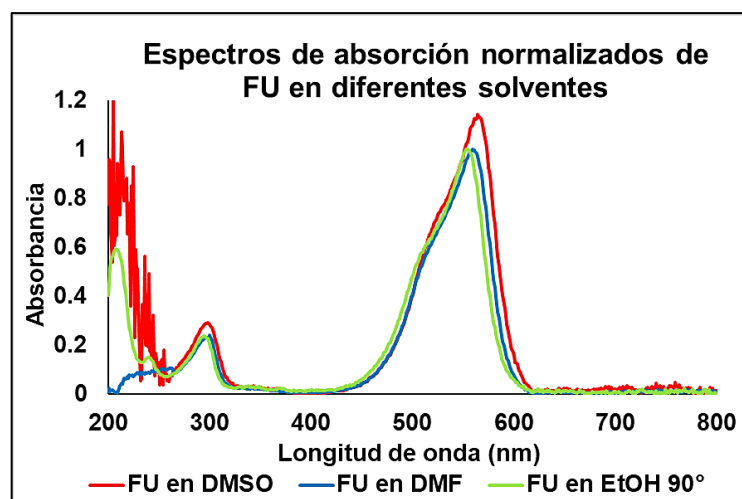


Figura N°17. Espectros de absorción normalizados del colorante FU en los solventes DMSO, DMF y EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

En la figura N°17 se puede identificar el máximo de absorción del colorante FU en el solvente DMSO a una longitud de onda de 564 nm, en el solvente DMF es de 559 nm y para FU en EtOH 90° es a una longitud de onda de 553 nm.

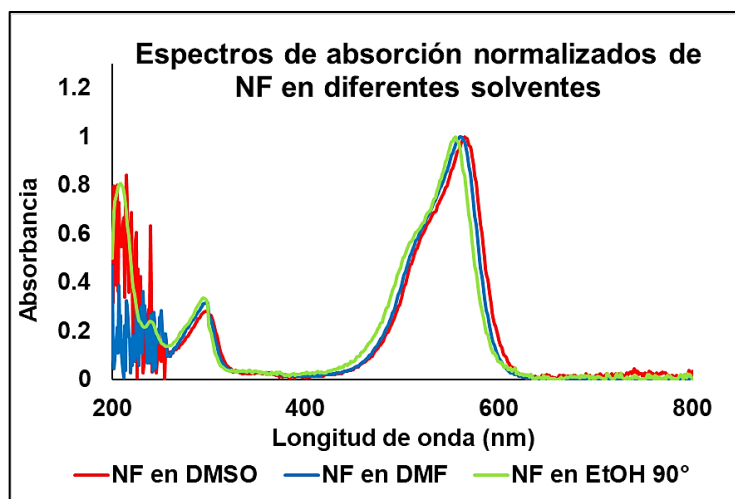


Figura N°18. Espectros de absorción normalizados del colorante NF en los solventes DMSO, DMF y EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

En la figura N°18 se evidencia experimentalmente que el máximo de absorción obtenido para NF en el solvente DMSO es a una longitud de onda de 564 nm, para el caso de NF en el solvente DMF es a 560 nm y en EtOH 90° es a una longitud de 555 nm.

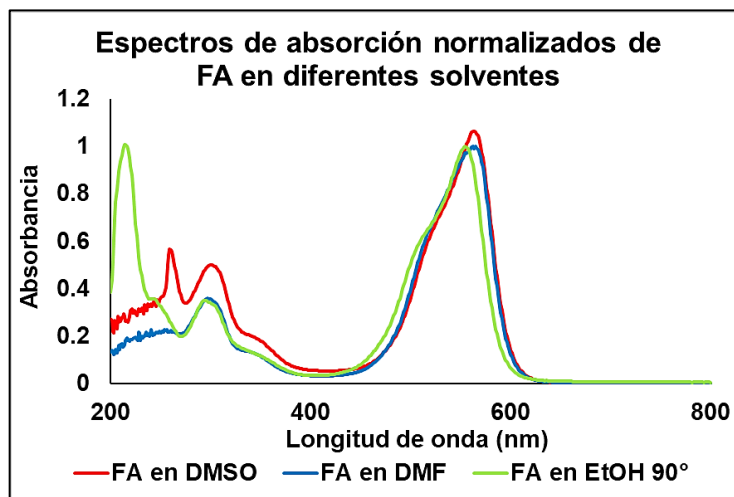


Figura N°19. Espectros de absorción normalizados del colorante FA en los solventes DMSO, DMF y EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

En la figura N°19 se puede identificar el máximo de absorción del colorante FA en el solvente DMSO a una longitud de onda de 563 nm, en el solvente DMF es de 565 nm y para NF en EtOH 90° es a una longitud de onda de 554 nm.

### 5.2.2 Determinación de coeficientes de extinción.

Partiendo de las soluciones madres de concentración  $1 \times 10^{-4}$  M anteriormente mencionadas por cada colorante en cada solvente se procedió con la elaboración de las curvas de calibración (Ver ejemplo en anexo 6 Tabla N°32), tomando como base la ley de Lambert-Beer, la cual establece que la absorbancia está relacionada directamente con la concentración de una sustancia, indicando de esta manera que una representación gráfica de la absorbancia frente a la concentración corresponde a una línea recta, de esta forma la pendiente obtenida de cada ecuación de la línea recta es equivalente al coeficiente de extinción molar, el valor de  $\epsilon$  es entonces la cantidad de luz que es capaz de absorber cada colorante en cada uno de los solventes en estudio.

Los resultados obtenidos se muestran gráficamente a continuación:

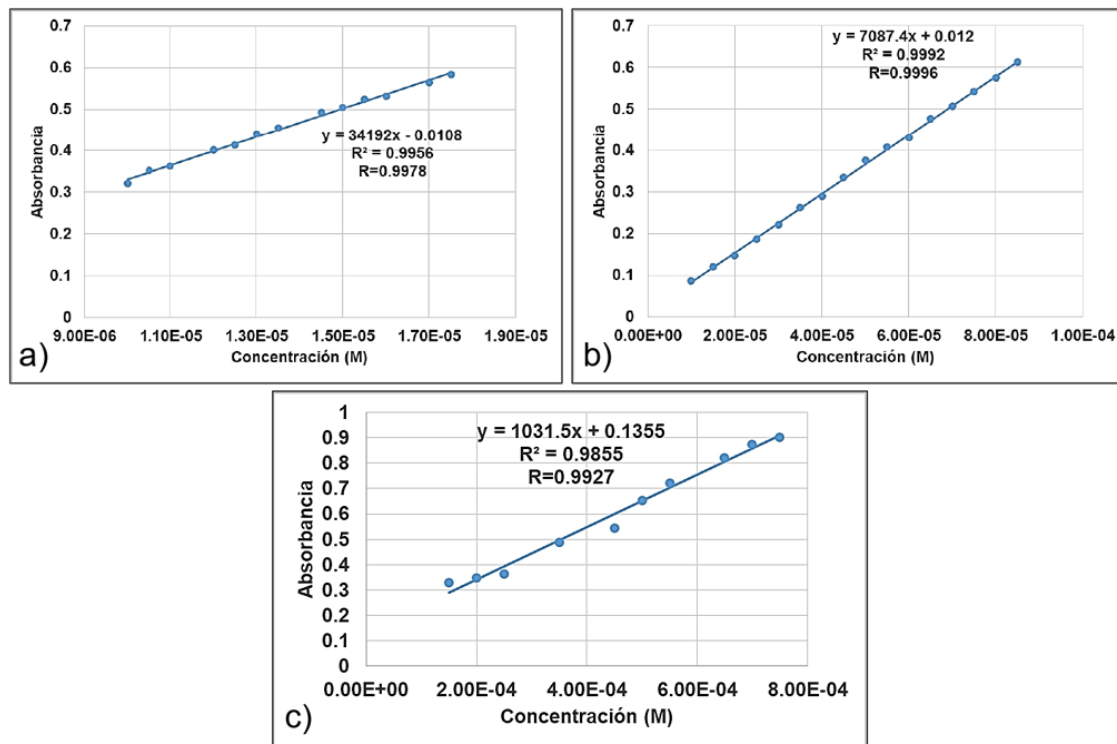


Figura N°20. Curva de calibración de PA en a) EtOH 90°, b) DMSO y c) DMF (fuente: elaboración propia).

Se puede observar en la figura N°20 el gráfico correspondiente a la curva de calibración de a) PA en EtOH 90° donde se tomó la lectura a  $\lambda = 549$  nm donde se obtuvo la ecuación de la línea recta  $y = 34192x - 0.0108$ , el valor obtenido de la pendiente (34192) es equivalente al valor del coeficiente de extinción molar, por ende, la cantidad de luz que absorbe la PA en EtOH 90° es de  $34192 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ , para b) PA en DMSO se tomó la lectura a  $\lambda = 564$  nm obteniéndose una ecuación de la línea recta  $y = 7087.4x + 0.012$ , en donde la cantidad de luz que absorbe la PA en DMSO es de  $7087.4 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$  y por último para c) PA en DMF se tomó la lectura a  $\lambda = 558$  nm se obtuvo la ecuación de la línea recta  $y = 1031.5x + 0.1355$ , en donde el valor obtenido de la pendiente (1031.5) es el equivalente al valor del

coeficiente de extinción molar, siendo así la cantidad de luz que absorbe la PA en DMF es de  $1031.5 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ .

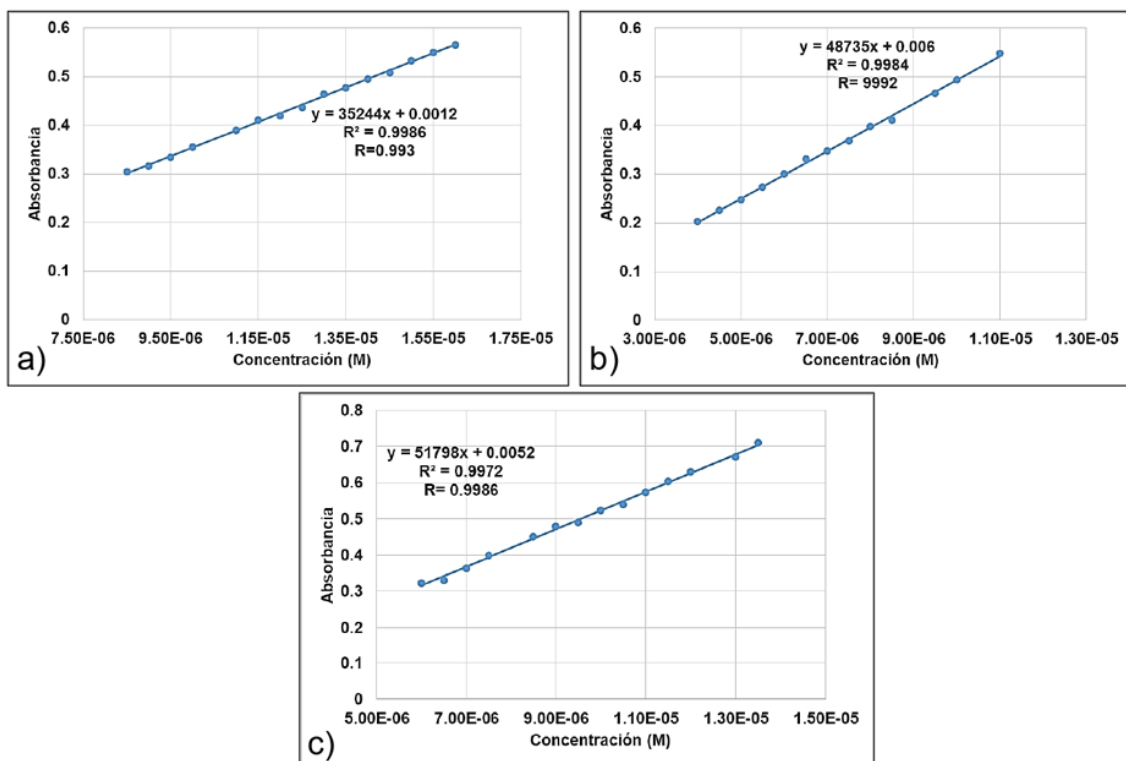


Figura N°21. Curva de calibración de FU en a) EtOH 90°, b) DMSO y c) DMF (fuente: elaboración propia).

Se puede observar en la figura N°21 el gráfico correspondiente a la curva de calibración de a) FU en EtOH 90° donde se tomó la lectura a  $\lambda = 553 \text{ nm}$  donde se obtuvo la ecuación línea recta  $y=35244x+0.0012$ , en donde el valor obtenido de la pendiente (35244) es equivalente al valor del coeficiente de extinción molar, siendo así que la cantidad de luz que absorbe FU en EtOH 90° es de  $35244 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ , para b) FU en DMSO se tomó la lectura a  $\lambda = 564 \text{ nm}$  obteniéndose una ecuación de la línea recta  $y=48735x+0.006$ , en donde la cantidad de luz que absorbe la FU en DMSO es de  $48735 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$  y por último para c) FU en DMF se tomó la lectura a  $\lambda = 559 \text{ nm}$  se obtuvo la ecuación de la línea recta  $y=51798x+0.0052$ , en donde el valor obtenido de la pendiente (1031.5) es el

equivalente al valor del coeficiente de extinción molar, siendo así la cantidad de luz que absorbe la FU en DMF es de  $51798 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ .

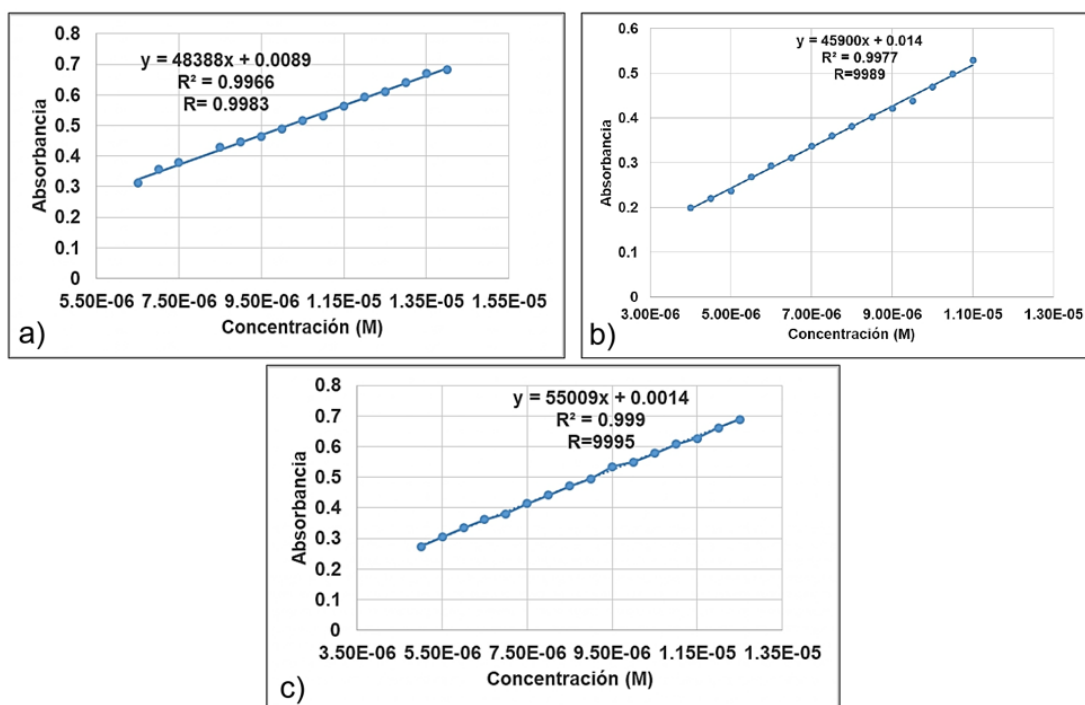


Figura N°22. Curva de calibración de NF en a) EtOH 90°, b) DMSO y c) DMF (fuente: elaboración propia).

En la figura N°22 se puede observar el gráfico correspondiente a la curva de calibración de a) NF en EtOH 90° donde se tomó la lectura a  $\lambda = 555 \text{ nm}$  donde se obtuvo la ecuación línea recta  $y=48388x+0.0089$ , en donde el valor obtenido de la pendiente (48388) es equivalente al valor del coeficiente de extinción molar, siendo así que la cantidad de luz que absorbe NF en EtOH 90° es de  $48388 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ , para b) NF en DMSO se tomó la lectura a  $\lambda = 564 \text{ nm}$  obteniéndose una ecuación de la línea recta  $y=45900x + 0.014$ , en donde la cantidad de luz que absorbe la NF en DMSO es de  $45900 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$  y por último para c) NF en DMF se tomó la lectura a  $\lambda = 560 \text{ nm}$  se obtuvo la ecuación de la línea recta  $y=55009x+0.0014$ , en donde el valor obtenido de la pendiente (1031.5) es el

equivalente al valor del coeficiente de extinción molar, siendo así la cantidad de luz que absorbe la NF en DMF es de  $55009 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ .

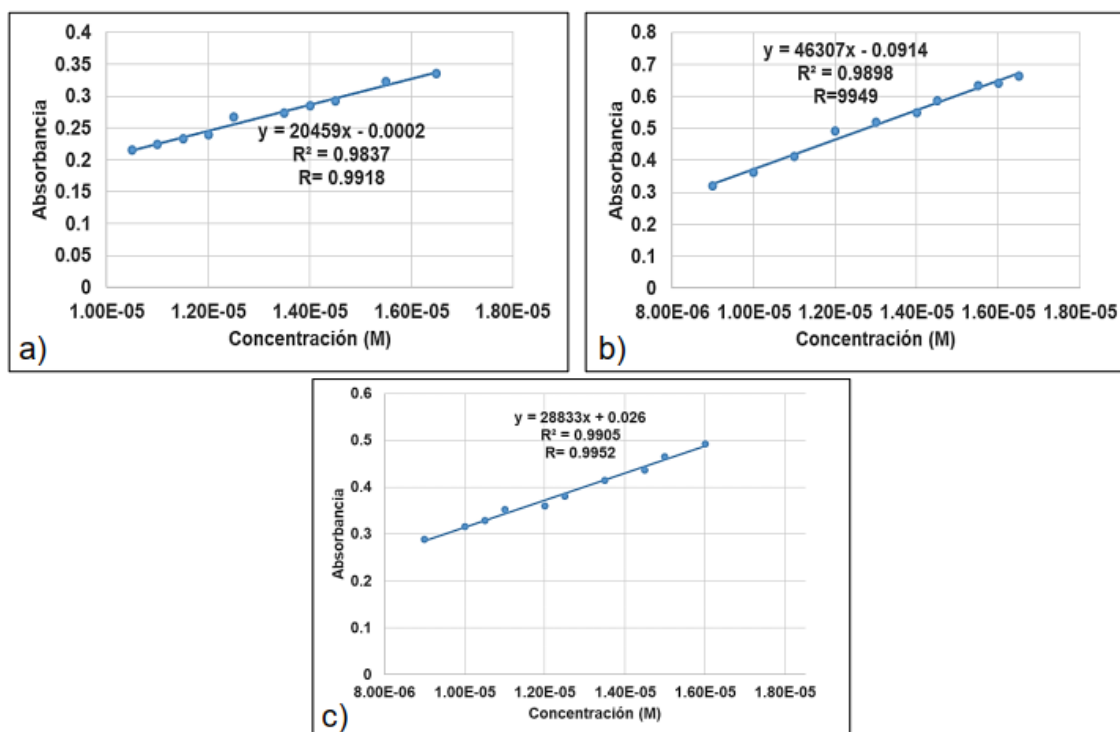


Figura N°23. Curva de calibración de FA en a) EtOH 90°, b) DMSO y c) DMF (fuente: elaboración propia).

En la figura N°23 se puede observar el gráfico correspondiente a la curva de calibración de a) FA en EtOH 90° donde se tomó la lectura a  $\lambda = 554 \text{ nm}$  donde se obtuvo la ecuación línea recta  $y=20459x - 0.0002$ , en donde el valor obtenido de la pendiente (20459) es equivalente al valor del coeficiente de extinción molar, siendo así que la cantidad de luz que absorbe FA en EtOH 90° es de  $\text{M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ , para b) FA en DMSO se tomó la lectura a  $\lambda = 563 \text{ nm}$  obteniéndose una ecuación de la línea recta  $y=46307x-0.0914$ , en donde la cantidad de luz que absorbe la FA en DMSO es de  $46307 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$  y por último para c) FA en DMF se tomó la lectura a  $\lambda = 565 \text{ nm}$  se obtuvo la ecuación de la línea recta  $y=28833x+0.026$ , en donde el valor obtenido de la pendiente (28833) es el equivalente al valor del



coeficiente de extinción molar, siendo así la cantidad de luz que absorbe la FA en DMF es de  $55009 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ .

Los resultados obtenidos se resumen de una mejor manera en la tabla N°8.

Tabla N°8. Resultados de curvas de calibración (fuente: elaboración propia).

Colorante	Solvente	Máximo de absorción identificado en la región visible	Ecuación de la línea recta obtenida	Valor de R	Coeficiente de extinción molar ( $\epsilon$ ) obtenido
PA	DMSO	559 nm	$y = 7087.4x + 0.012$	0.9996	$7087.4 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
	DMF	558 nm	$y = 1031.5x + 0.1355$	0.9927	$1031.5 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
	EtOH 90°	549 nm	$y = 34192x - 0.0108$	0.9978	$34192 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
FU	DMSO	564 nm	$y = 48735x + 0.006$	0.9992	$48735 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
	DMF	559 nm	$y = 51798x + 0.0052$	0.9986	$51798 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
	EtOH 90°	553nm	$y = 35244x + 0.0012$	0.9993	$35244 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
NF	DMSO	564 nm	$y = 45900x + 0.014$	0.9989	$45900 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
	DMF	560 nm	$y = 55009x + 0.0014$	0.9995	$55009 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
	EtOH 90°	555 nm	$y = 48388x + 0.0089$	0.9983	$48388 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
FA	DMSO	563 nm	$y = 46307x - 0.0914$	0.9949	$46307 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
	DMF	565 nm	$y = 28833x + 0.026$	0.9952	$28833 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$
	EtOH 90°	554 nm	$y = 20459x - 0.0002$	0.9918	$20459 \text{ M}^{-1} \text{ cm}^{-1}$

En la tabla N°8 se muestran de manera general los resultados obtenidos de la elaboración de las curvas de calibración para cada colorante en su respectivo solvente. Identificando por medio del coeficiente de extinción molar la cantidad de luz que es capaz de absorber cada uno de los colorantes en su respectivo solvente con la obtención de la ecuación de la línea recta, en donde el valor de la pendiente es equivalente al coeficiente de extinción molar, los valores obtenidos del coeficiente de correlación (R) son muy cercanos a 1 por lo cual nos demuestra una relación lineal, por ello se refleja en la tabla de datos.

### 5.2.3 Efecto del agregado ácidos y bases

Identificados los máximos de absorción de cada colorante en cada solvente, así como sus respectivos coeficientes de extinción molar se procedió al cálculo del número de moles disueltos del colorante en una solución  $1 \times 10^{-4}$  M (ver tabla N°9) y posteriormente calcular la cantidad en microlitros (ver tabla N°10) de cada aditivo ácido o básico a agregar a cada solución de colorante preparada y poder identificar efectos de tipo solvatocrómicos.

Tabla N°9. Resultados para colorante a concentraciones de  $1 \times 10^{-4}$  M (fuente: elaboración propia).

Colorante	mg pesados del colorante	Masa Molar del Colorante (g/mol)	Número de moles disueltos
PA	0.3	323.82	$9.26 \times 10^{-7}$
FU	0.3	337.85	$8.88 \times 10^{-7}$
NF	0.4	365.90	$10.9 \times 10^{-7}$
FA	0.6	585.538	$10.2 \times 10^{-7}$

Tabla N°10. Moles de aditivo a adicionar a las soluciones de colorantes (fuente: elaboración propia).

Solución	Aditivo que agregar	Número de moles a agregar de aditivo		Microlitros que agregar a las soluciones
1	HCl 0.1 M	PA	$9.26 \times 10^{-7}$	9.3
		FU	$8.88 \times 10^{-7}$	9.0
		NF	$10.9 \times 10^{-7}$	11.0
		FA	$10.2 \times 10^{-7}$	10.2
2	HOAc 0.1 M	PA	$9.26 \times 10^{-7}$	9.3
		FU	$8.88 \times 10^{-7}$	9.0
		NF	$10.9 \times 10^{-7}$	11.0
		FA	$10.2 \times 10^{-7}$	10.2
3	NaOH 0.1 M	PA	$9.26 \times 10^{-7}$	9.3
		FU	$8.88 \times 10^{-7}$	9.0
		NF	$10.9 \times 10^{-7}$	11.0
		FA	$10.2 \times 10^{-7}$	10.2
4	TEA 0.1 M	PA	$9.26 \times 10^{-7}$	9.3
		FU	$8.88 \times 10^{-7}$	9.0
		NF	$10.9 \times 10^{-7}$	11.0
		FA	$10.2 \times 10^{-7}$	10.2

Los resultados obtenidos se muestran en los siguientes gráficos, cabe destacar que en cada gráfico la escala en el eje y ha sido ajustado para mayor visualización del efecto:

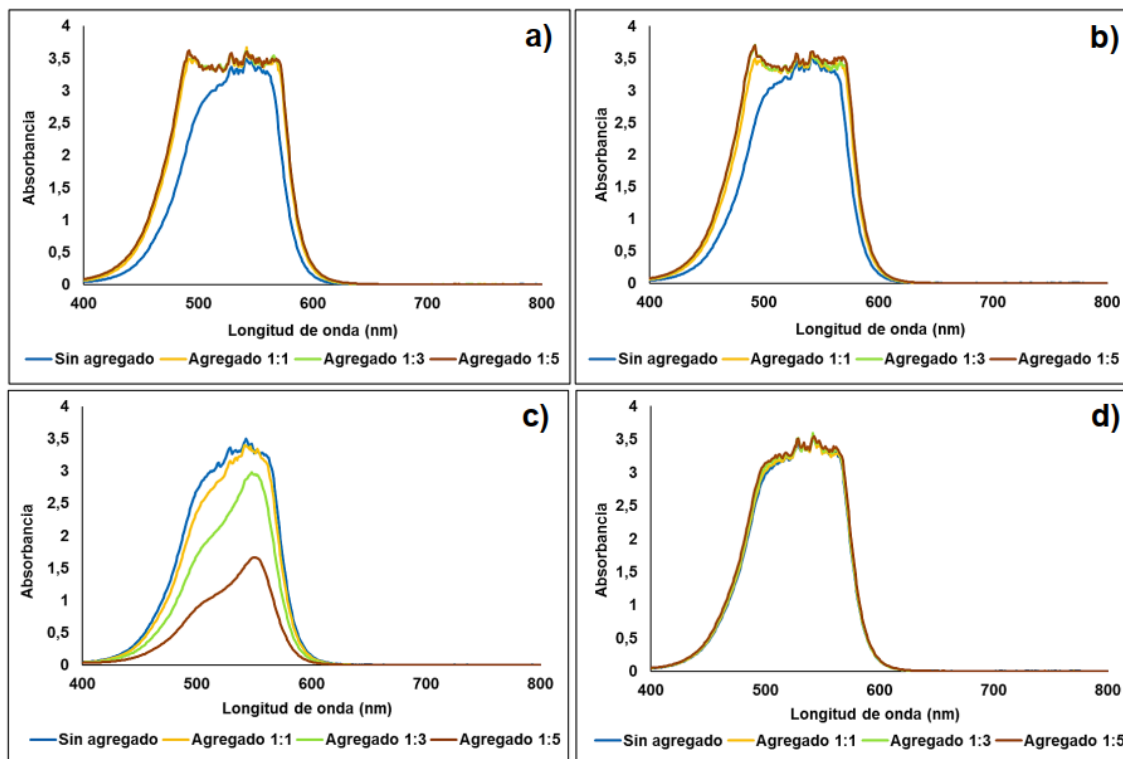


Figura N°24. Efectos solvatocrómicos de PA en EtOH 90° con agregado de:  
 a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°24 se puede observar el comportamiento de PA en EtOH 90° con los agregados de los ácidos a) HCl, b) HOAc y las bases c) NaOH y d) TEA respectivamente, en donde al realizar el primer agregado en relación molar de 1:1 de HCl y HOAc la banda a una longitud de onda de 549 nm para ambos agregados de ácidos tiende a tener un desplazamiento hacia arriba (efecto conocido como hiperocrómico) al mismo tiempo se observa un leve desplazamiento a la izquierda (efecto denominado hipsocrómico), dichos fenómenos observados se mantienen conforme se realiza un agregado del ácido 1:3 y 1:5; mientras que para el agregado de NaOH en el agregado a concentración 1:1 se observó un leve desplazamiento hacia abajo siempre en la longitud de onda de 549 nm (efecto conocido como hipocrómico), al realizar el agregado 1:3 y 1:5 se vuelve más evidente el efecto hipocrómico; caso contrario

con el agregado de TEA en donde bajo las condiciones estudiadas al hacer agregados 1:1, 1:3 y 1:5 no se observa ningún cambio en el máximo de absorbancia a la longitud de onda de 549 nm del colorante, siendo indiferente el agregado de dicha base.

Tabla N°11. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante PA en EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

Colorant e/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción en la región visible (Tipo de efecto)
				Sí	No		
PA / EtOH 90°	HCl	1:1	9.26x10 <sup>-7</sup>	X		549	Hiperocrómico e hipsocrómico
		1:3	27.8x10 <sup>-7</sup>	X		549	Hiperocrómico e hipsocrómico
		1:5	46.3x10 <sup>-7</sup>	X		549	Hiperocrómico e hipsocrómico
	HOAc	1:1	9.26x10 <sup>-7</sup>	X		549	Hiperocrómico e hipsocrómico
		1:3	27.8x10 <sup>-7</sup>	X		549	Hiperocrómico e hipsocrómico
		1:5	46.3x10 <sup>-7</sup>	X		549	Hiperocrómico e hipsocrómico

Tabla N°11. (continuación)

	NaOH	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$	X		549	Hipocrómico	
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$	X		549	Hipocrómico	
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$	X		549	Hipocrómico	
	TEA	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$		X		549	No se observa
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$		X		549	No se observa
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$		X		549	No se observa

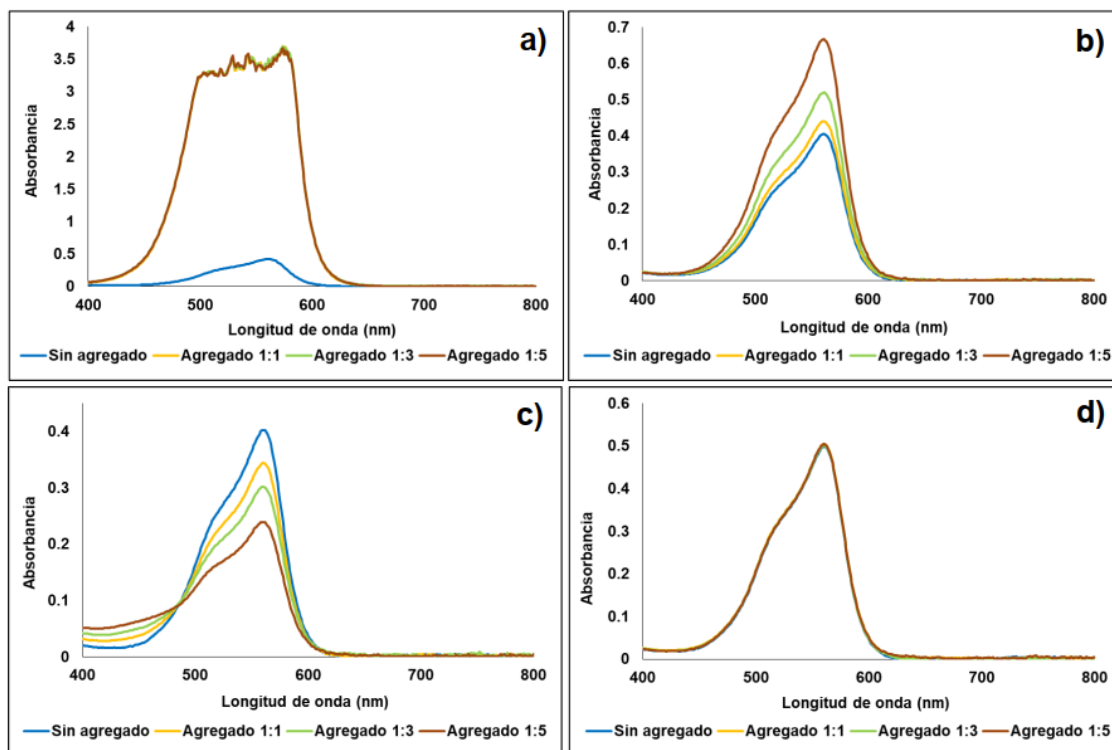


Figura N°25. Efectos solvato-crómicos de PA en DMSO con agregado de: a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°25 se observa el comportamiento de PA en DMSO con agregado de los ácidos a) HCl, b) HOAc y de las bases c) NaOH y d) TEA respectivamente, para el caso del primer agregado a una relación molar de 1:1 de HCl a la longitud de onda de 559 nm se observó claramente un desplazamiento hacia arriba (efecto hiper-crómico), conforme se realizó el agregado a relaciones molares de 1:3 y 1:5 se mantuvo el efecto hiper-crómico en comparación con el colorante sin ningún agregado del ácido pero sin ningún cambio con respecto al agregado 1:1; con el agregado a concentración 1:1 para HOAc el máximo de absorción del colorante a 559 nm comienza a desplazarse levemente hacia arriba (fenómeno hiper-crómico) y el fenómeno continúa notablemente conforme los siguientes agregados 1:3 y 1:5; caso contrario en donde se realiza el agregado de NaOH en donde la banda se desplaza hacia abajo (fenómeno hipocrómico) continuando conforme los siguientes agregados 1:3 y 1:5; mientras que con el agregado de TEA bajo las condiciones estudiadas no se observa ningún cambio de absorbancia del colorante a ninguna concentración siendo indiferente el agregado de esta base.

Tabla N°12. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante PA en DMSO (fuente: elaboración propia).

Colorante / Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
PA / DMSO	HCl	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$	X		559	Hiperocrómico
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$	X		559	Hiperocrómico
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$	X		559	Hiperocrómico
	HOAc	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$	X		559	Hiperocrómico
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$	X		559	Hiperocrómico
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$	X		559	Hiperocrómico
	NaOH	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$	X		559	Hipocrómico
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$	X		559	Hipocrómico
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$	X		559	Hipocrómico



Tabla N°12. (continuación)

	TEA	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa

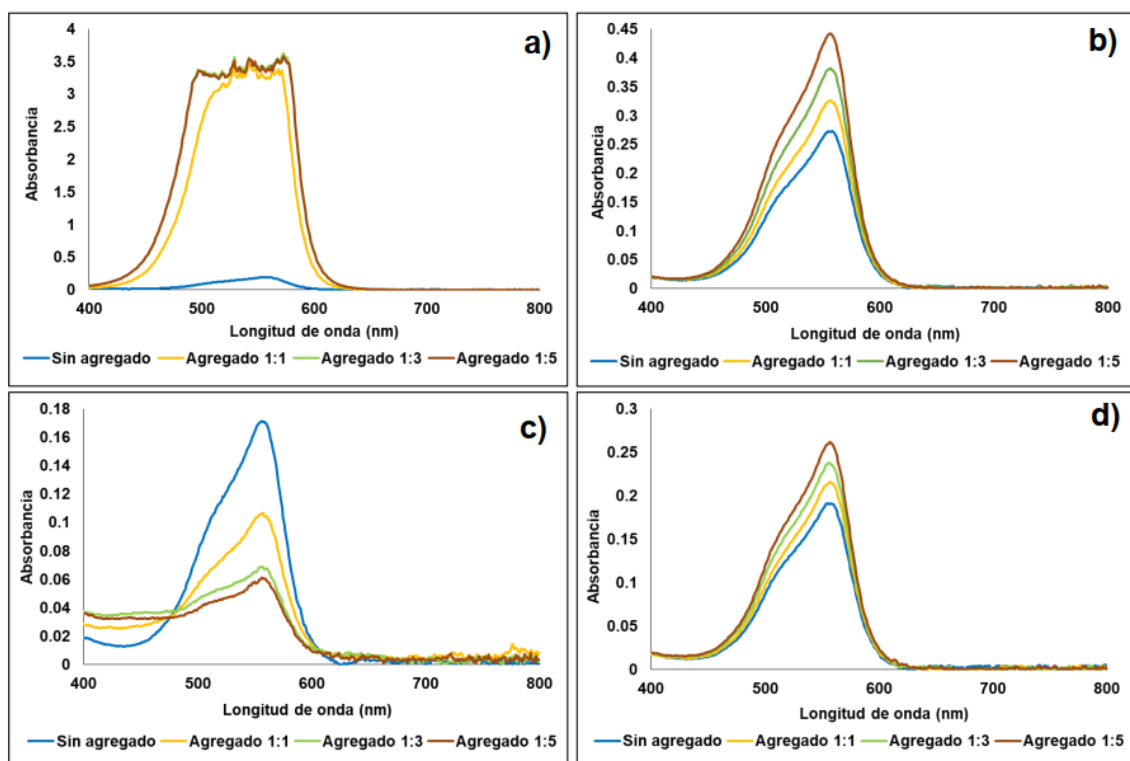


Figura N°26. Efectos solvatocrómicos de PA en DMF con agregado de: a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°26 se observa el comportamiento de PA en DMF con agregado de los ácidos a) HCl, b) HOAc y de las bases c) NaOH y d) TEA respectivamente, para el caso del primer agregado en relación molar 1:1 de HCl se evidencia un aumento en el máximo de absorción a la longitud de onda de 558 nm en

comparación al colorante sin ningún agregado de ácido, al realizar el agregado a concentración 1:3 y 1:5 no solo se evidencia un aumento en el máximo de absorción sino también un leve desplazamiento a la izquierda (efecto conocido como hipsocrómico) en el máximo de absorción; en cambio al realizar un agregado a concentración 1:1 de HOAc el máximo de absorción del colorante comienza a desplazarse levemente hacia arriba (efecto hipercrómico) y este efecto continúa notoriamente conforme los siguientes agregados 1:3 y 1:5, efecto muy parecido con el agregado de TEA a las concentraciones 1:1, 1:3 y 1:5; caso contrario en donde al realizar agregado de NaOH desde la concentración 1:1 el máximo de absorción siempre a 558 nm del colorante comienza a desplazarse levemente hacia abajo (efecto hipsocrómico) y este efecto continúa notoriamente conforme los siguientes agregados 1:3 y 1:5.

Tabla N°13. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante PA en DMF (fuente: elaboración propia).

Colorant e/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
PA / DMF	HCl	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico e Hipsocrómico
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico e Hipsocrómico

Tabla N°13. (continuación)

	HOAc	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico
	NaOH	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$	X		558	Hipocrómico
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$	X		558	Hipocrómico
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$	X		558	Hipocrómico
	TEA	1:1	$9.26 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico
		1:3	$27.8 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico
		1:5	$46.3 \times 10^{-7}$	X		558	Hipercrómico

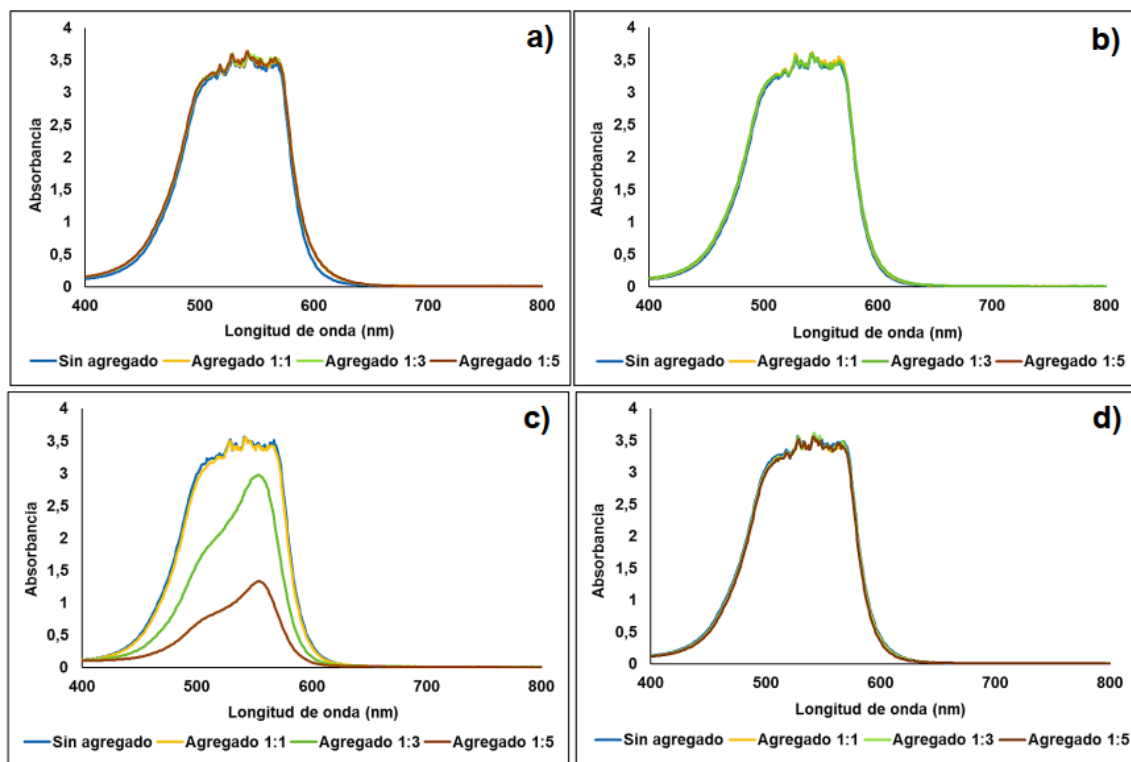


Figura N°27. Efectos solvatocrómicos de NF en EtOH 90° con agregado de:  
a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°27 se puede observar el comportamiento NF en EtOH 90° sin ningún agregado de a) HCl, b) HOAc y las bases c) NaOH y d) TEA respectivamente, en donde al realizar agregados en relaciones molares de 1:1, 1:3 y 1:5 de HCl, en HOAc y de TEA bajo las condiciones estudiadas no se observaron ningún cambio en los máximos de absorbancia a la longitud de onda de 555 nm siendo así indiferente el agregado de estos ácidos y la base; caso contrario con el agregado de la base NaOH en donde en un inicio el agregado a concentración 1:1 es indiferente comparado con el colorante sin ningún agregado de la base, hasta realizar agregados a concentraciones 1:3 y 1:5 en donde el máximo de absorción tiene un desplazamiento hacia abajo (efecto hipocrómico).

Tabla N°14. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante NF en EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

Colorante/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
NF / EtOH 90°	HCl	1:1	10.9x10 <sup>-7</sup>		X	555	No se observa
		1:3	32.7x10 <sup>-7</sup>		X	555	No se observa
		1:5	54.5x10 <sup>-7</sup>		X	555	No se observa
	HOAc	1:1	10.9x10 <sup>-7</sup>		X	555	No se observa
		1:3	32.7x10 <sup>-7</sup>		X	555	No se observa
		1:5	54.5x10 <sup>-7</sup>		X	555	No se observa
	NaOH	1:1	10.9x10 <sup>-7</sup>		X	555	No se observa
		1:3	32.7x10 <sup>-7</sup>	X		555	Hipocrómico
		1:5	54.5x10 <sup>-7</sup>	X		555	Hipocrómico
	TEA	1:1	10.9x10 <sup>-7</sup>		X	555	No se observa

Tabla N°14. (continuación)

		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$		X	555	No se observa
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$		X	555	No se observa

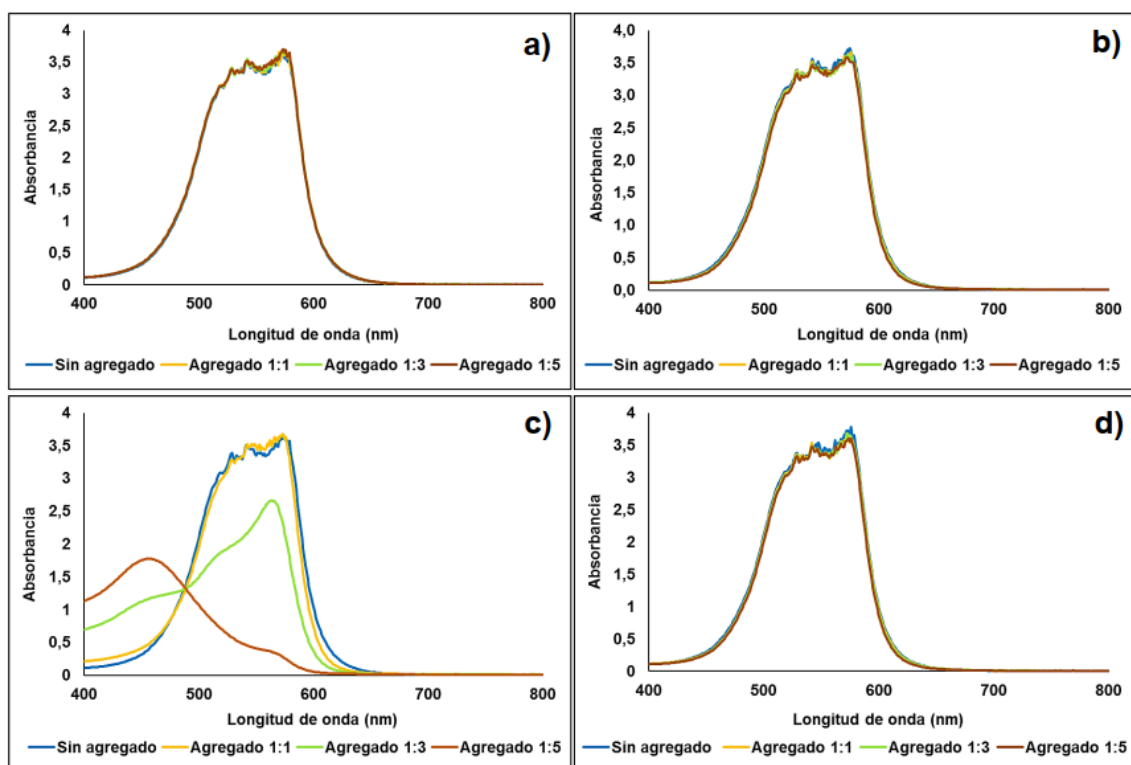


Figura N°28. Efectos solvatocrómicos de NF en DMSO con agregado de: a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°28 se puede observar el comportamiento de NF en DMSO con el agregado de a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA respectivamente, en donde al realizar agregados a concentraciones 1:1, 1:3 y 1:5 de HCl, HOAc y TEA a la longitud de onda de 564 nm bajo las condiciones estudiadas se observa que es indiferente el agregado de los ácidos así como también de la base, caso muy

diferente con el agregado de NaOH en donde en un inicio a concentración 1:1 no se observan cambios en el máximo de absorción del colorante, si no que este se empieza a ver afectado hasta agregar una concentración 1:3 de la base disminuyendo el máximo de absorción pero manteniéndose siempre a 564 nm (efecto hipocrómico) y continuando con el agregado a concentración 1:5 este no solo sufre un efecto hipocrómico sino que también el máximo de absorción se ve desplazado hacia la izquierda (efecto hipsocrómico) observándose ahora a una longitud de onda de 446 nm.

Tabla N°15. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante NF en DMSO (fuente: elaboración propia).

Colorant e/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
NF / DMSO	HCl	1:1	$10.9 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
	HOAc	1:1	$10.9 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa

Tabla N°15. (continuación)

	NaOH	1:1	$10.9 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$	X		564	Hipocrómico
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$	X		564	Hipocrómico e Hipsocrómico
	TEA	1:1	$10.9 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$		X	446	No se observa



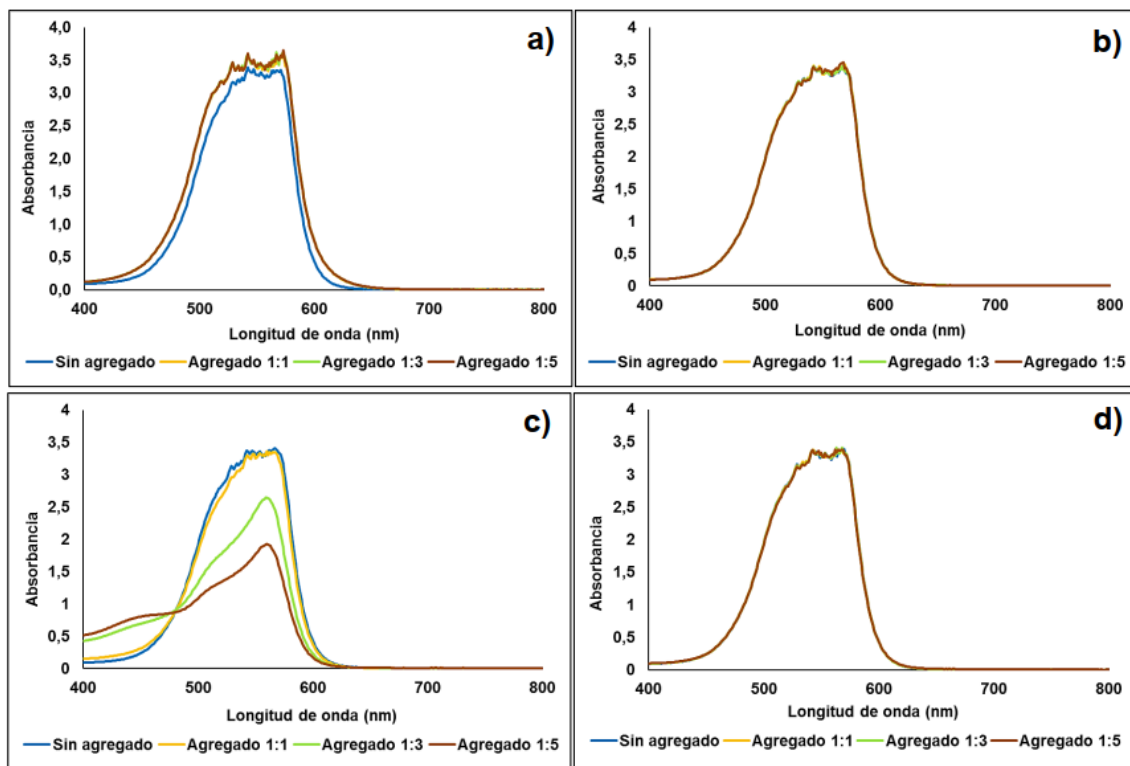


Figura N°29. Efectos solvatocrómicos de NF en DMF con agregado de: a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

Como se puede observar en la figura N°29 como el comportamiento de NF en DMF con el agregado de a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA respectivamente, en donde el colorante a la longitud de onda de 560 nm sufre un desplazamiento hacia arriba (efecto hiperocrómico) conforme se realizan los agregados de ácido HCl a concentraciones 1:1, 1:3 y 1:5 esto en comparación al colorante sin ningún agregado del ácido, caso contrario el agregado de la base NaOH en donde a un inicio de concentración 1:1 no se observan cambios si no hasta los agregados a concentraciones 1:3 y 1:5 en donde el máximo de absorción sufre un desplazamiento hacia abajo (efecto hipocrómico), observándose a su vez la formación de una nueva banda a una longitud de onda de 444 nm; mientras que para el agregado de HOAc y TEA al hacer agregados a concentraciones 1:1, 1:3

y 1:5 es indiferente tanto el agregado del ácido como de la base correspondiente siempre a la longitud de 560 nm.

Tabla N°16. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante NF en DMF (fuente: elaboración propia).

Colorante / Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)	
				Sí	No			
NF / DMF	HCl	1:1	$10.9 \times 10^{-7}$	X		560	Hiperocrómico	
		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$	X		560	Hiperocrómico	
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$	X		560	Hiperocrómico	
	HOAc	1:1	$10.9 \times 10^{-7}$			X	560	No se observa
		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$			X	560	No se observa
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$			X	560	No se observa
	NaOH	1:1	$10.9 \times 10^{-7}$			X	560	No se observa
		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$	X			560	Hipocrómico
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$	X			560	Hipocrómico

Tabla N°16. (continuación)

	TEA	1:1	$10.9 \times 10^{-7}$		X	560	No se observa
		1:3	$32.7 \times 10^{-7}$		X	560	No se observa
		1:5	$54.5 \times 10^{-7}$		X	560	No se observa

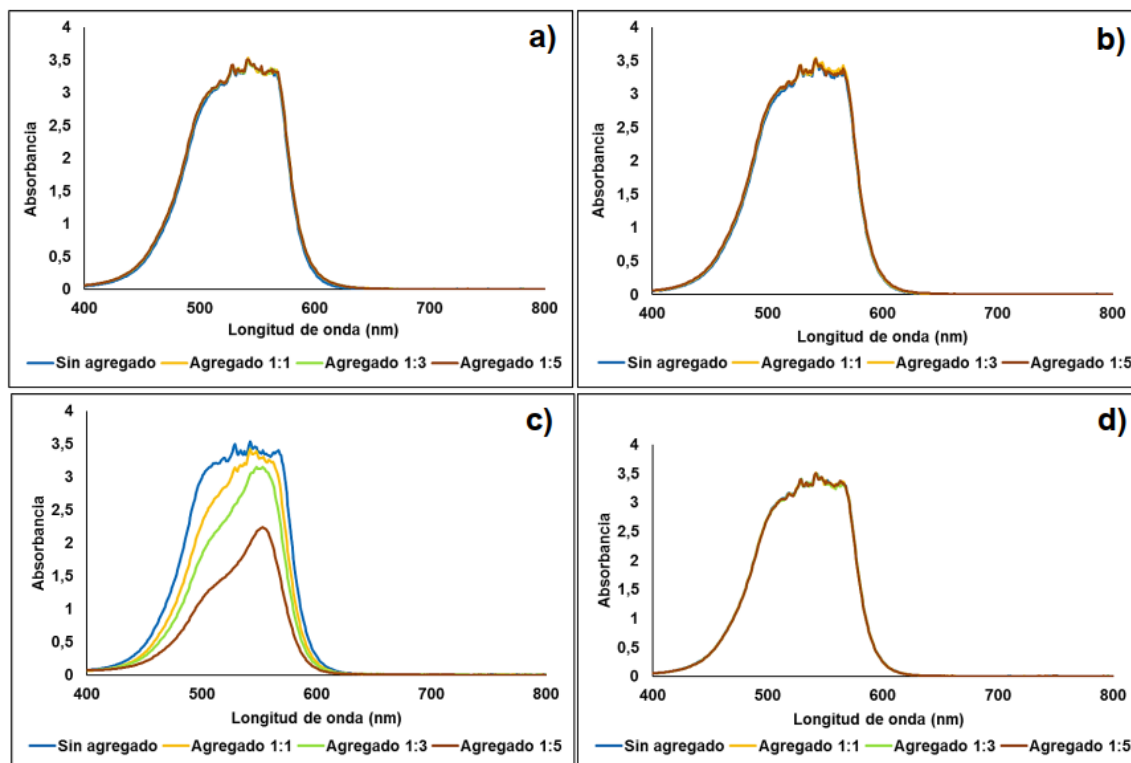


Figura N°30. Efectos solvatocrómicos de FU en EtOH 90° con agregado de:  
 a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°30 se puede observar el comportamiento de FU en EtOH 90° con el agregado de a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA respectivamente en donde el colorante a una longitud de onda de 553 nm con agregado de HCl, HOAc y

TEA no se ve afectado por ningún agregado de ácido y base a las concentraciones 1:1, 1:3 y 1:5 considerándose despreciables; caso contrario en el agregado de NaOH en donde el máximo de absorción del colorante si se ve afectado por la base tendiendo a desplazarse hacia abajo (efecto hipocrómico), disminuyendo cada vez más conforme el agregado a concentraciones 1:3 y 1:5.

Tabla N°17. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FU en EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

Colorante/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
FU / EtOH 90°	HCl	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa
	HOAc	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa
	NaOH	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$	X		553	Hipocrómico
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$	X		553	Hipocrómico

Tabla N°17. (continuación)

	TEA	1:5	$44.4 \times 10^{-7}$	X		553	Hipocrómico
		1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$		X	553	No se observa

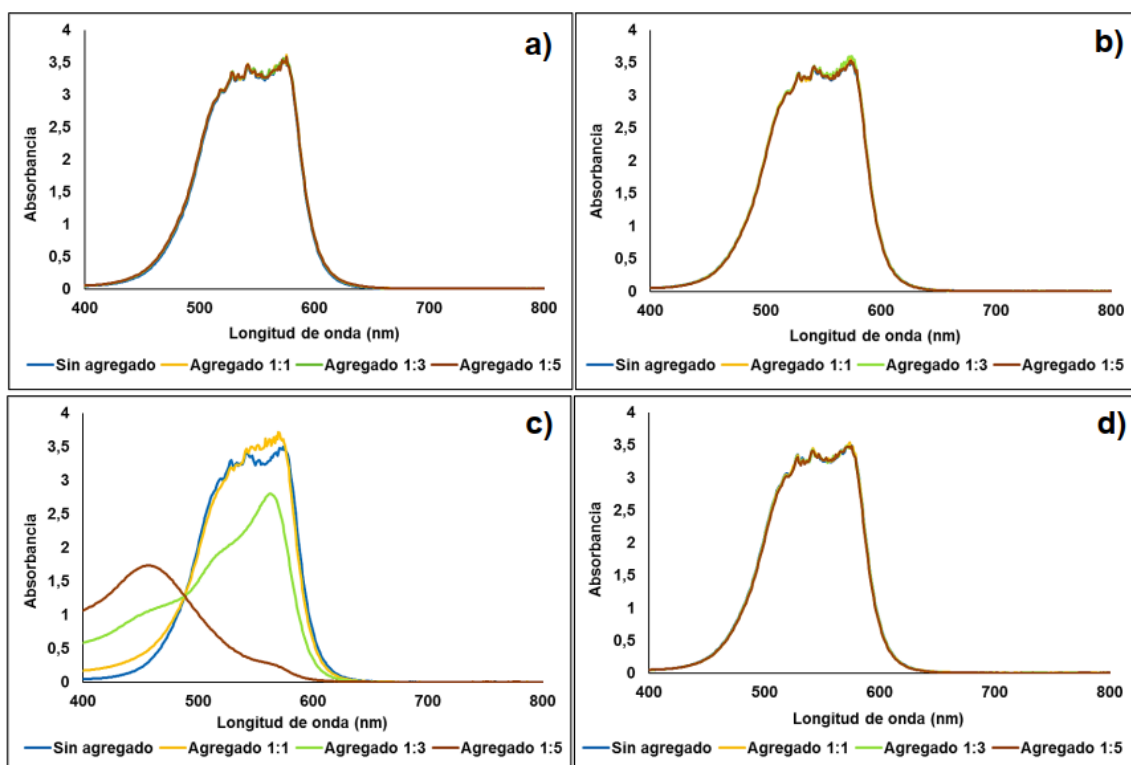


Figura N°31. Efectos solvatocrómicos de FU en DMSO con agregado de: a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°31 se puede observar el comportamiento de FU en el solvente DMSO con el agregado de a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA respectivamente en donde el colorante a una longitud de onda de 564 nm con el agregado de HCl, HOAc y TEA no se ve afectado por ningún agregado de los ácidos y la base a las concentraciones 1:1, 1:3 y 1:5 considerándose despreciables; caso contrario con el agregado de NaOH a concentración 1:1 en donde en un inicio no se observan cambios, sino hasta realizar un agregado a concentración 1:3 de la base donde se observa una disminución en el máximo de absorción (efecto hipocrómico) y continuando con el agregado a concentración 1:5 este no solo sufre un efecto hipocrómico sino que también el máximo de absorción se ve desplazado hacia la izquierda observándose a una longitud de onda de 457 nm(efecto hipsocrómico).

Tabla N°18. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FU en DMSO (fuente: elaboración propia).

Colorant e/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
FU / DMSO	HCl	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
	HOAc	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa

Tabla N°18. (continuación)

		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
	NaOH	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$	X		564	Hipocrómico
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$	X		564	Hipocrómico e hipsocrómico
		1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
	TEA	1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$		X	564	No se observa

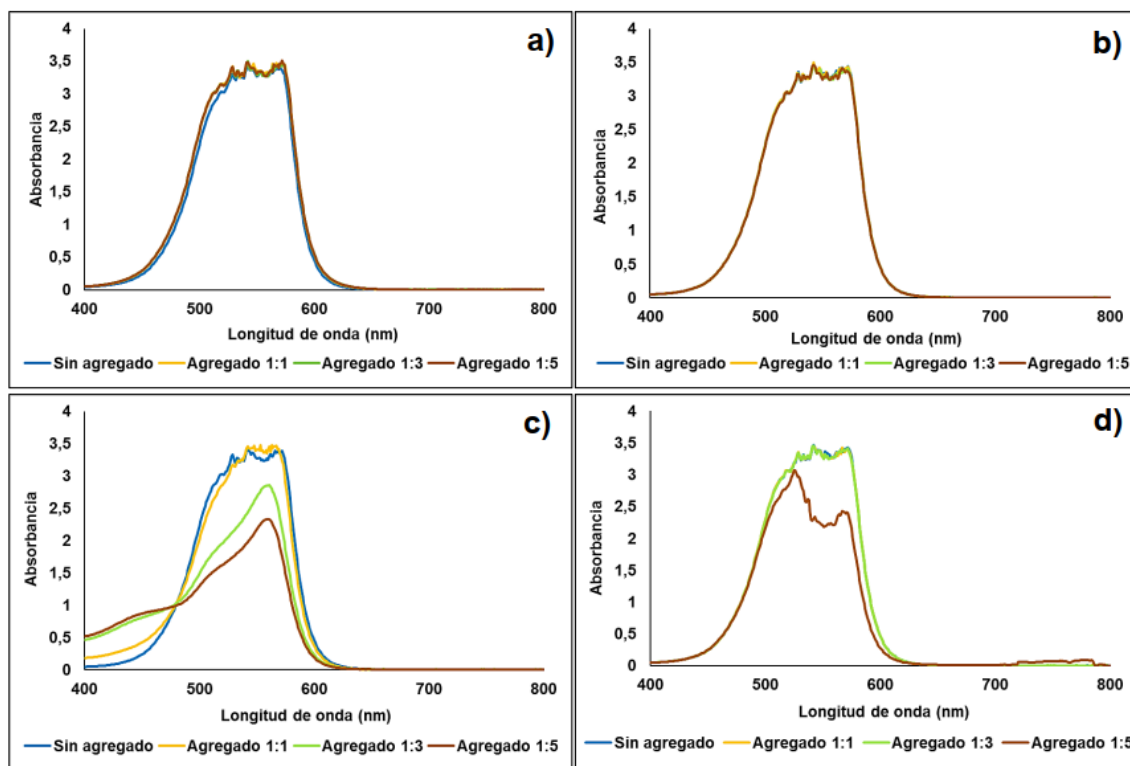


Figura N°32. Efectos solvatocrómicos de FU en DMF con agregado de: a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°32 se puede observar el comportamiento de FU en DMF con el agregado de a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA respectivamente en donde el colorante a una longitud de onda de 559 nm con el agregado de HCl y HOAc a las concentraciones 1:1, 1:3 y 1:5 no generan cambios en el máximo de absorción del colorante considerándose despreciables; si no es hasta el agregado de NaOH en donde el máximo de absorción del colorante se ve afectado por la base en donde este tiende a desplazarse hacia abajo (efecto hipocrómico), disminuyendo cada vez más conforme el agregado a concentraciones 1:3 y 1:5; caso contrario con el agregado de TEA a concentración 1:1 y 1:3 en donde en un inicio es indiferente el agregado comparado con el colorante sin ningún agregado de la base, hasta realizar un agregado a concentración 1:5 en donde el máximo de absorción se desplazó notoriamente hacia abajo (efecto hipocrómico) y



observándose a su vez la formación de una nueva banda a una longitud de onda de 572 nm.

Tabla N°19. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FU en DMF (fuente: elaboración propia).

Colorante/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
FU / DMF	HCl	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
	HOAc	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
	NaOH	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$	X		559	Hipocrómico
		1:3	$26.64 \times 10^{-7}$	X		559	Hipocrómico
		1:5	$44.4 \times 10^{-7}$	X		559	Hipocrómico

Tabla N°19. (continuación)

TEA	1:1	$8.88 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
	1:3	$26.64 \times 10^{-7}$		X	559	No se observa
	1:5	$44.4 \times 10^{-7}$	X		559	Hipocrómico

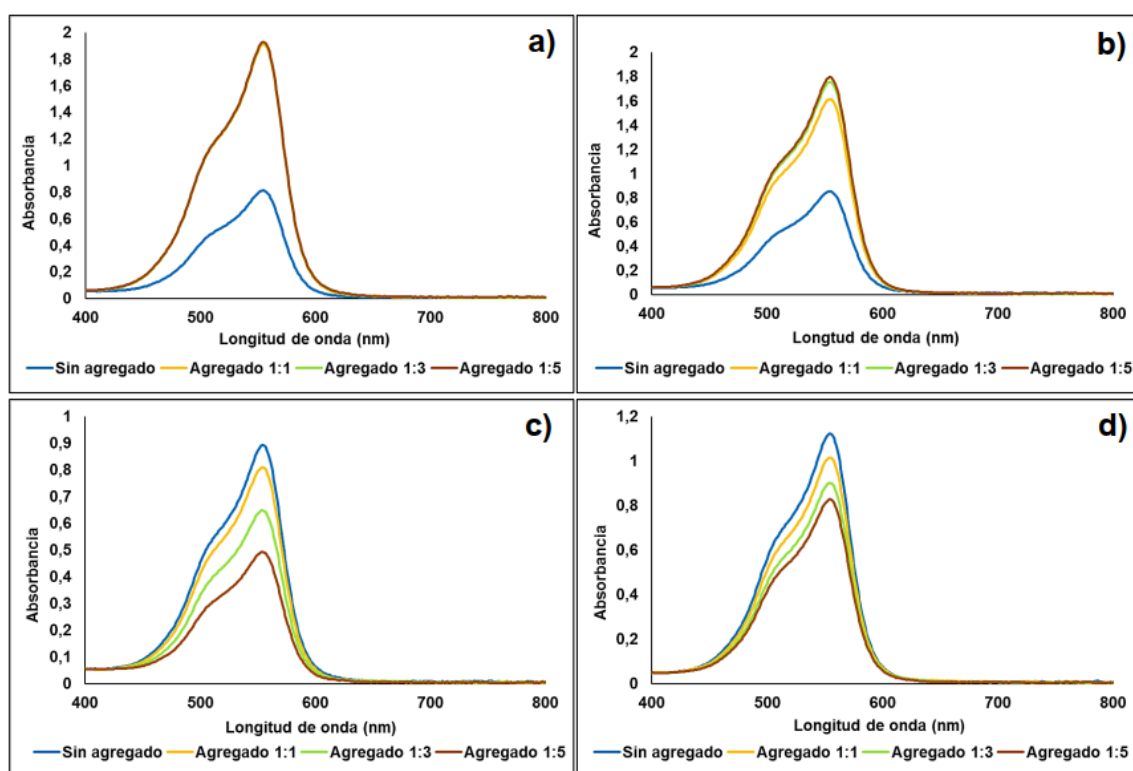


Figura N°33. Efectos solvatocrómicos de FA en EtOH 90° con agregado de:  
 a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°33 se puede observar el máximo de absorción de FA en EtOH 90° con los agregados de a) HCl, b) HOAc y las bases c) NaOH y d) TEA respectivamente en donde el máximo de absorción a la longitud de onda de 554 nm se ve afectado por el agregado de HCl y HOAc en donde este tiende a

desplazarse hacia arriba (efecto hipercrómico) aumentando cada vez más conforme el agregado a concentraciones 1:3 y 1:5; caso contrario para el agregado de NaOH y TEA en donde el máximo de absorción tiende a desplazarse hacia abajo (efecto hipocrómico), disminuyendo cada vez más conforme el agregado a concentraciones 1:3 y 1:5.

Tabla N°20. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FA en EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

Colorant e/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
FA / EtOH 90°	HCl	1:1	10.2x10 <sup>-7</sup>	X		554	Hipercrómico
		1:3	30.6x10 <sup>-7</sup>	X		554	Hipercrómico
		1:5	51x10 <sup>-7</sup>	X		554	Hipercrómico
	HOAc	1:1	10.2x10 <sup>-7</sup>	X		554	Hipercrómico
		1:3	30.6x10 <sup>-7</sup>	X		554	Hipercrómico
		1:5	51x10 <sup>-7</sup>	X		554	Hipercrómico
	NaOH	1:1	10.2x10 <sup>-7</sup>	X		554	Hipocrómico
		1:3	30.6x10 <sup>-7</sup>	X		554	Hipocrómico

Tabla N°20. (continuación)

	TEA	1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		554	Hipocrómico
		1:1	$10.2 \times 10^{-7}$	X		554	Hipocrómico
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$	X		554	Hipocrómico
		1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		554	Hipocrómico

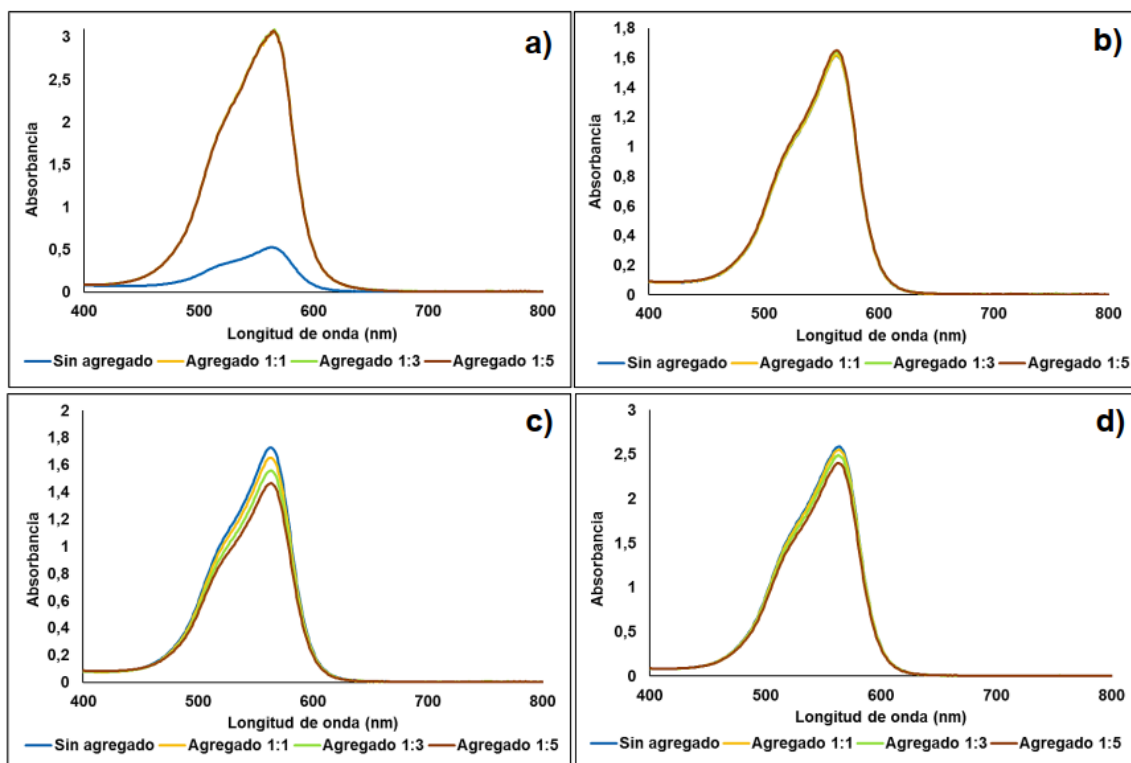


Figura N°34. Efectos solvatocrómicos de FA en DMSO con agregado de: a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°34 se puede observar el máximo de absorción de FA en DMSO con los agregados de a) HCl, b) HOAc y las bases c) NaOH y d) TEA respectivamente en donde el máximo de absorción a la longitud de onda de 563 nm se ve afectado por el agregado de HCl tendiendo a desplazarse hacia arriba (efecto hiperocrómico) con los agregado 1:1, 1:3 y 1:5 en comparación con el máximo de absorción del colorante sin ningún agregado; para el caso del agregado de HOAc este es despreciable pues no se observa ningún cambio en los máximos de absorción a los agregados 1:1, 1:3 y 1:5; caso contrario para el agregado de NaOH y TEA en donde el máximo de absorción tiende a desplazarse hacia abajo (efecto hipocrómico), disminuyendo cada vez más conforme el agregado a concentraciones 1:3 y 1:5.

Tabla N°21. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FA en DMSO (fuente: elaboración propia).

Colorant e/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
FA / DMSO	HCl	1:1	$10.2 \times 10^{-7}$	X		563	Hiperocrómico
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$	X		563	Hiperocrómico
		1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		563	Hiperocrómico
	HOAc	1:1	$10.2 \times 10^{-7}$		X	563	No se observa
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$		X	563	No se observa

Tabla N°21. (continuación)

		1:5	$51 \times 10^{-7}$		X	563	No se observa
	NaOH	1:1	$10.2 \times 10^{-7}$	X		563	Hipocrómico
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$	X		563	Hipocrómico
		1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		563	Hipocrómico
	TEA	1:1	$10.2 \times 10^{-7}$	X		563	Hipocrómico
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$	X		563	Hipocrómico
		1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		563	Hipocrómico

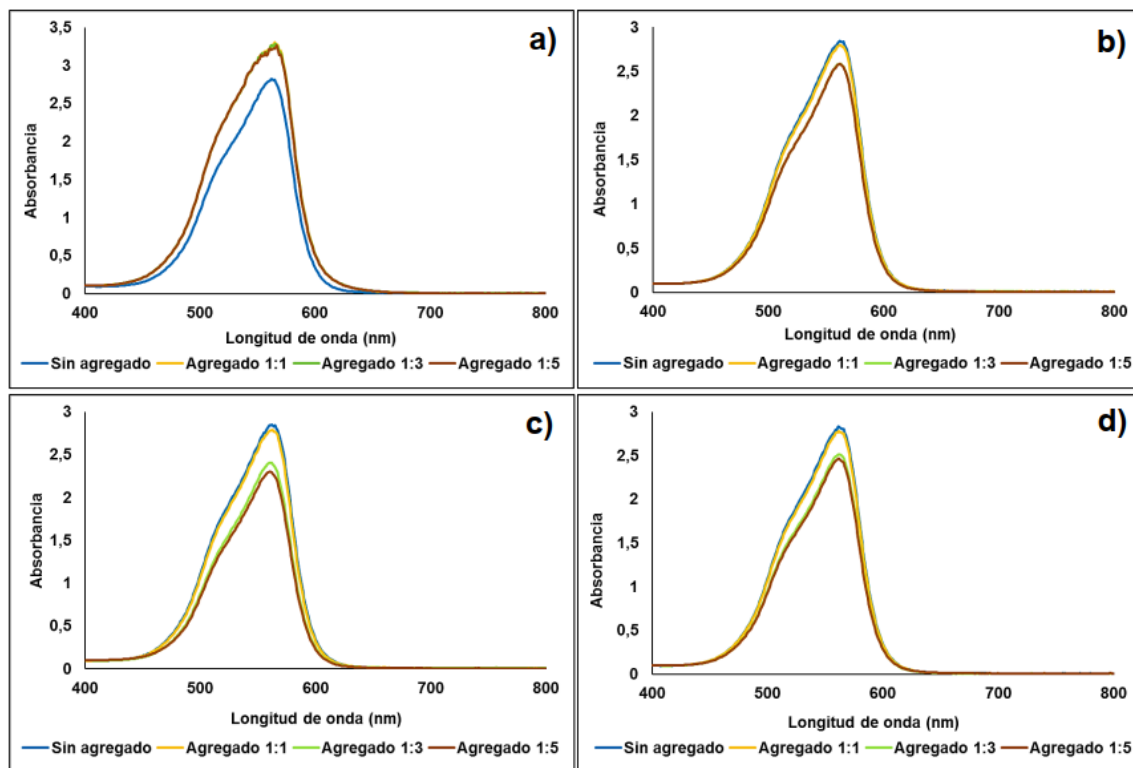


Figura N°35. Efectos solvatocrómicos del FA en DMF con agregado de: a) HCl, b) HOAc, c) NaOH y d) TEA (fuente: elaboración propia).

En la figura N°35 se pueden observar los máximos de absorción de FA en DMF sin ningún agregado de los a) HCl, b) HOAc y las bases c) NaOH y d) TEA, en donde el colorante a la longitud de onda de 565 nm al proceder con el agregado de HCl a una concentración 1:1 se puede observar que el máximo de absorción sufre un desplazamiento hacia arriba (efecto hiperocrómico) manteniéndose constante con los agregados 1:3 y 1:5, caso contrario con el agregado de HOAc en donde al realizar el primer agregado de ácido a una concentración 1:1 el máximo de absorción sufre un leve desplazamiento hacia abajo (efecto hipocrómico), el cual sigue disminuyendo levemente con los agregados subsiguientes a concentraciones 1:3 y 1:5 del ácido. Para el caso de los agregados de NaOH y TEA sufren efectos muy parecidos en donde al realizar el primer agregado de base a una concentración 1:1 el máximo de absorción no

sufre cambios significativos si no es hasta el agregado 1:3 de la base el cual desplaza hacia abajo (efecto hipocrómico) el máximo de absorción el cual continúa desplazándose levemente con el agregado 1:5 de la base.

Tabla N°22. Resultados de cambios en banda de absorción del colorante FA en DMF (fuente: elaboración propia).

Colorant e/ Solvente	Aditivo	Relación en moles de colorante vs el aditivo	Cantidad de moles de aditivo a agregar	Efecto solvatocrómico		Longitud de onda en análisis (nm)	Cambio en las bandas de absorción (Tipo de efecto)
				Sí	No		
FA / DMF	HCl	1:1	$10.2 \times 10^{-7}$	X		565	Hiperocrómico
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$	X		565	Hiperocrómico
		1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		565	Hiperocrómico
	HOAc	1:1	$10.2 \times 10^{-7}$	X		565	Hipocrómico
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$	X		565	Hipocrómico
		1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		565	Hipocrómico
	NaOH	1:1	$10.2 \times 10^{-7}$		X	565	No se observa
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$	X		565	Hipocrómico



Tabla N°22. (continuación)

		1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		565	Hipocrómico
	TEA	1:1	$10.2 \times 10^{-7}$		X	565	No se observa
		1:3	$30.6 \times 10^{-7}$	X		565	Hipocrómico
		1:5	$51 \times 10^{-7}$	X		565	Hipocrómico

### 5.3 Etapa III: Generación de especies reactivas de oxígeno

En esta etapa ocurre un proceso de fotosensibilización en donde por absorción de los fotones de la luz el fotocatalizador (el colorante) pasa al estado excitado y desde este estado cede la energía de excitación al oxígeno molecular mediante una transferencia de energía (sensibilización del sustrato), resultando así el oxígeno singlete el cual es capaz de reaccionar con el 9,10 DMA llevando a cabo una reacción de oxidación.

Las condiciones de reacción para llevar a cabo el proceso de oxidación fueron seleccionadas en base a la experiencia previa de los asesores e investigaciones bibliográficas consultadas<sup>(13)</sup>, siendo las siguientes: solvente DMF (3.0mL), 9,10 DMA 5mM (6 $\mu$ L), colorante orgánico 0.5mM (12 $\mu$ L, 20 mol%), irradiación de luz LED verde de 3 W por 3 h. <sup>(4-6)</sup>

Con el fin de comprobar la generación de la ERO y la oxidación del 9,10 DMA se midió la disminución en las bandas de absorción del 9,10 DMA en función del tiempo, inicialmente se midió el espectro a tiempo 0 y posteriormente a 3 h de irradiación. Bajo las condiciones de reacción seleccionadas, los resultados obtenidos fueron los siguientes:

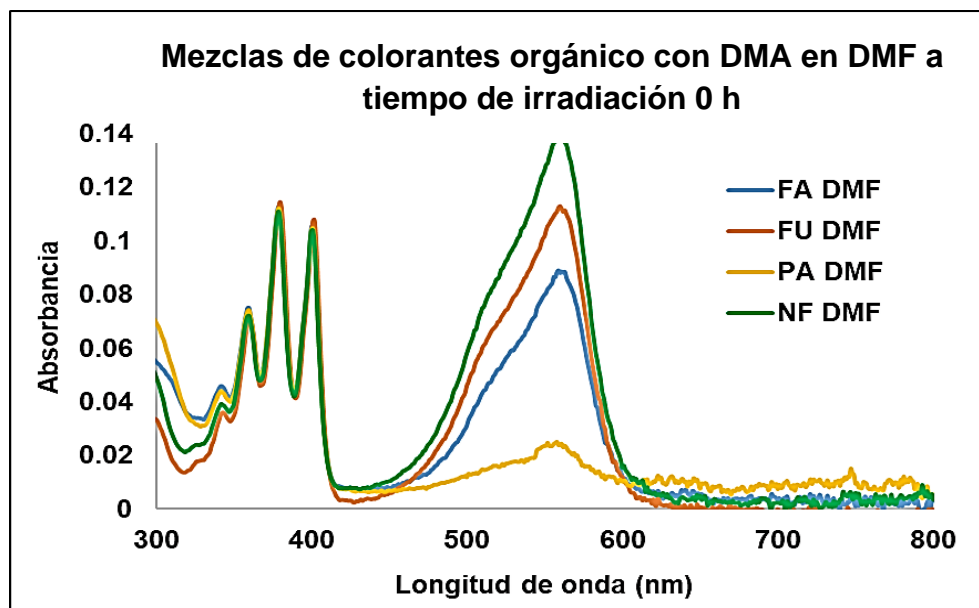


Figura N°36. Espectro de absorción de las mezclas de colorante (0.5 mM) y 9,10 DMA (5 mM) a tiempo 0 de irradiación (fuente: elaboración propia).

En la figura N°36 se muestran los espectros de absorción de las mezclas de los colorantes y del 9,10 DMA a tiempo 0 de irradiación, en donde se evidenciaron las bandas características del 9,10 DMA (en la región UV). En la región visible del espectro aparecen las bandas de absorción de los colorantes y se observan con diferente intensidad debido a que en un mismo solvente cada colorante posee su propio coeficiente de extinción molar (ver tabla N°8).

Al cabo de las 3 h de irradiación los resultados obtenidos se resumen en la figura N°37:

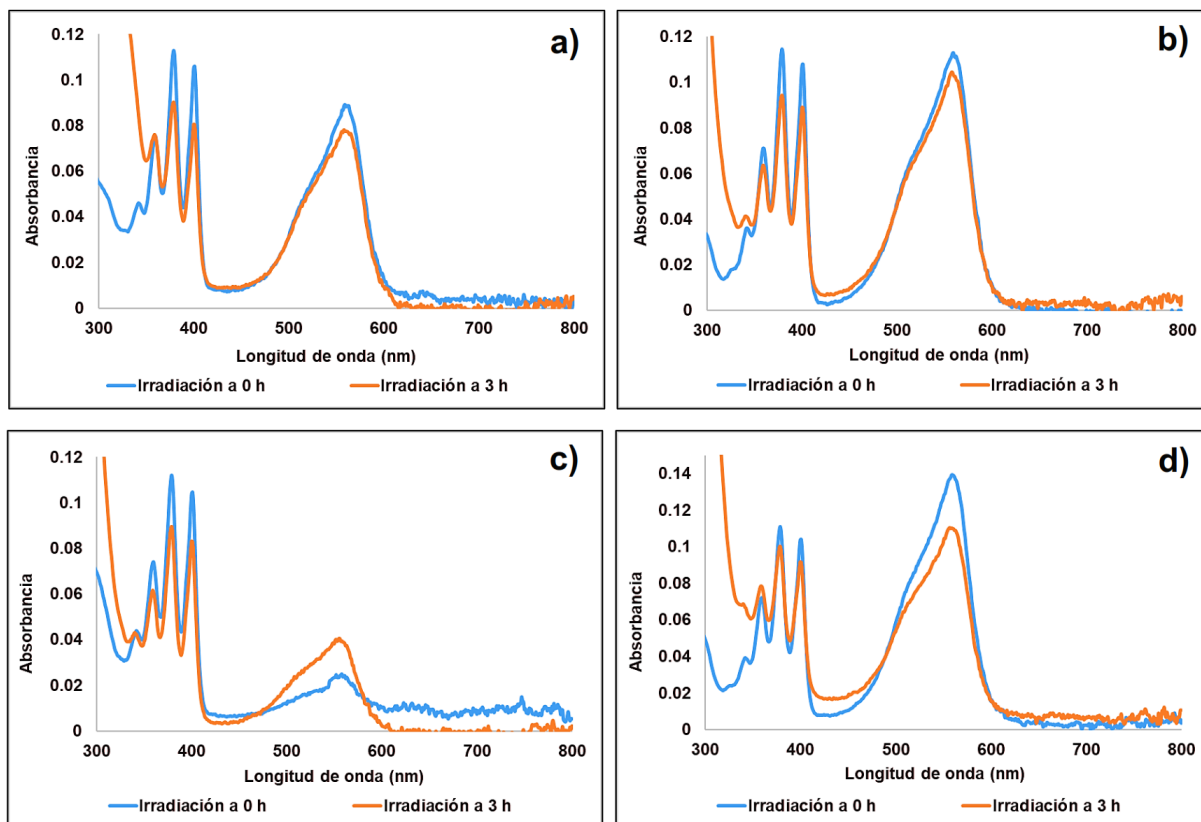
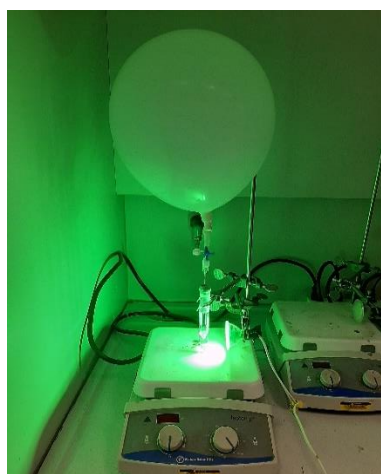


Figura N°37. Espectro de absorción del 9,10 DMA a 0 minutos y 3 horas de irradiación (Intensidad de luz LED verde 3W) de: a) FA; b) FU; c) PA; y d) NF (fuente: elaboración propia).

En la figura N°37 se puede evidenciar que se ha dado una disminución en la intensidad de las bandas de absorción tanto del 9,10 DMA como del colorante conforme avanza el tiempo, esto es debido a que se está llevando a cabo el proceso de oxidación del 9,10 DMA por la generación de oxígeno singlete, además esta misma ERO genera la autodegradación del colorante, este fenómeno se conoce como “foto-blanqueamiento” (photobleaching). <sup>(14-17)</sup>

Como puede observarse, todos los colorantes estudiados fueron capaces de generar oxígeno singlete en presencia de luz, lo cual se evidencia en la oxidación de las bandas características del 9,10 DMA. En la figura N°39 letra a y b) se

puede apreciar el fotoreactor utilizado para llevar a cabo dicho proceso. Los resultados obtenidos demuestran que utilizar FA, PA, FU y NF como fotocatalizador es una alternativa eficiente y eficaz para llevar a cabo reacciones fotocatalíticas con el fin de obtener el oxígeno singlete y llevar a cabo la oxidación del 9,10 DMA u otras especies orgánicas.



a)



b)

Figura N°38. a) Reactor utilizado para la generación de ERO y b) Tubo de muestra (fuente: elaboración propia).

Para corroborar la necesidad de la presencia de la irradiación en esta reacción, se llevó a cabo la reacción control en ausencia de luz (ver fotoreactor utilizado en la figura N°38), donde se corroboró que la reacción de oxidación no se produjo en condiciones de oscuridad lo cual confirma que el oxígeno singlete se genera solo en presencia de la irradiación del colorante orgánico.



Figura N°39. Fotoreactor utilizado para la reacción sin irradiación (fuente: elaboración propia).

Cabe destacar que las ERO son utilizadas en procesos de oxidación avanzada para la degradación de aguas contaminadas con productos orgánicos tóxicos y/o difícilmente biodegradables. Los procesos de oxidación avanzada son métodos de oxidación en fase acuosa con especies altamente reactivas que se utilizan para lograr la destrucción oxidativa de los contaminantes objetivo, cabe recalcar que los colorantes utilizados en estas degradaciones pueden ser contaminantes.

(18)

#### **5.4 Etapa IV: Generación de Nanopartículas de Plata (AgNPs)**

Para llevar a cabo la síntesis de AgNPs es necesaria la presencia de un agente estabilizante.<sup>(19)</sup> En el caso de disoluciones coloidales de alta fuerza iónica o en fase orgánica es necesario la presencia de agentes estabilizantes como monocapas autoensambladas, surfactantes, polímeros o dendrímeros. Estos agentes no solo protegen a las nanopartículas y previenen su aglomeración sino que juegan también un importante papel en el control de su tamaño y forma.<sup>(20)</sup>

Para la optimización de las condiciones de reacción para la obtención de las AgNPs se decidió utilizar únicamente el colorante FA en el solvente DMF debido

a que dicho colorante presentaba una solubilidad completa en el solvente y su espectro de absorción mostraba una mejor definición como se ha mostrado en las figuras anteriores. Las condiciones de reacción para llevar a cabo el proceso de reducción fueron seleccionadas en base a la experiencia previa de los asesores e investigaciones bibliográficas consultadas<sup>(13)</sup>, siendo las siguientes: 5.0 mol% de colorante orgánico, 5 equiv. de TEOA, 0.05% p/v de Carbopol, 0.1 mmol de  $\text{AgNO}_3$ , en solvente DMF hasta un volumen final de 5 mL, luz LED verde de 3 W como fuente de irradiación y tiempo de irradiación de 16 h. Bajo estas condiciones los resultados obtenidos fueron: la formación de un precipitado grisáceo el cual se presume es óxido o hidróxido de plata el cual ya ha sido reportado en otros trabajo similares con otros fotocatalizadores<sup>(21, 22)</sup> finalmente se obtenía un espejo de plata y un precipitado sólido de Ag. La formación del espejo de plata demostró que el proceso de reducción de los iones plata estaba ocurriendo pero que el estabilizante no estaba funcionando adecuadamente, ya que la plata obtenida se aglomeraba hasta formar el espejo de plata o el precipitado de Ag; debido a que la plata precipitaba no fue posible tomar las lecturas en el espectrofotómetro UV-vis.

Posteriormente se decidió probar el estabilizante carbopol a una concentración de 0.025%, colorante orgánico al 1%, 3% y 5% y para los demás componentes presentes en la mezcla de reacción se mantuvieron las condiciones de reacción descritas anteriormente, sin embargo, se obtuvo el mismo resultado que inicialmente se observaba, un precipitado grisáceo que finalmente formaba un espejo de plata en las paredes del tubo como se muestra en la figura N°40.

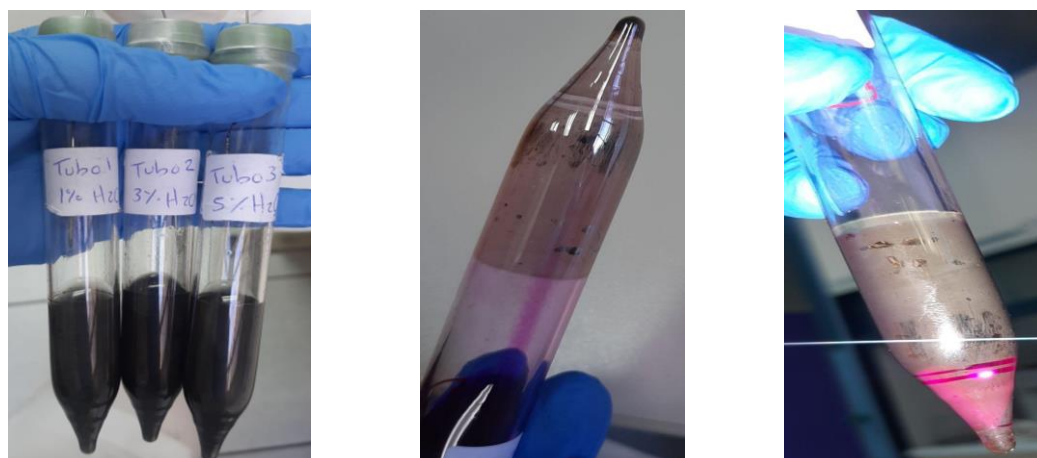


Figura N°40. Pruebas de carbopol utilizado como estabilizante a diferentes Concentraciones (fuente: elaboración propia).

En base a los resultados previos y con el fin de optimizar las condiciones de reacción para obtener el mejor rendimiento posible se decidió utilizar PEG 400 como agente estabilizante. Las condiciones para la obtención de AgNPs que se utilizaron fueron: 0.1 mol% de colorante orgánico, 5.0 equiv. de TEOA, PEG 400 al 2% p/v, 0.1 mmol de  $\text{AgNO}_3$ , en solvente DMF hasta un volumen final de 5 mL, luz LED verde 3W como fuente de irradiación y tiempo de irradiación de 5 min.

Inicialmente la mezcla de reacción presentaba un color violeta y al cabo de 5 min de irradiación se obtenía una coloración anaranjada - rojiza como se observa en la figura N°41. Cabe destacar que al observar que en los primeros minutos de la reacción se daba un cambio de color se decidió tomar un espectro de absorción a este tiempo, al presentar resultados favorables en el espectro de absorción se decidió seleccionar el tiempo de 5 minutos de irradiación.

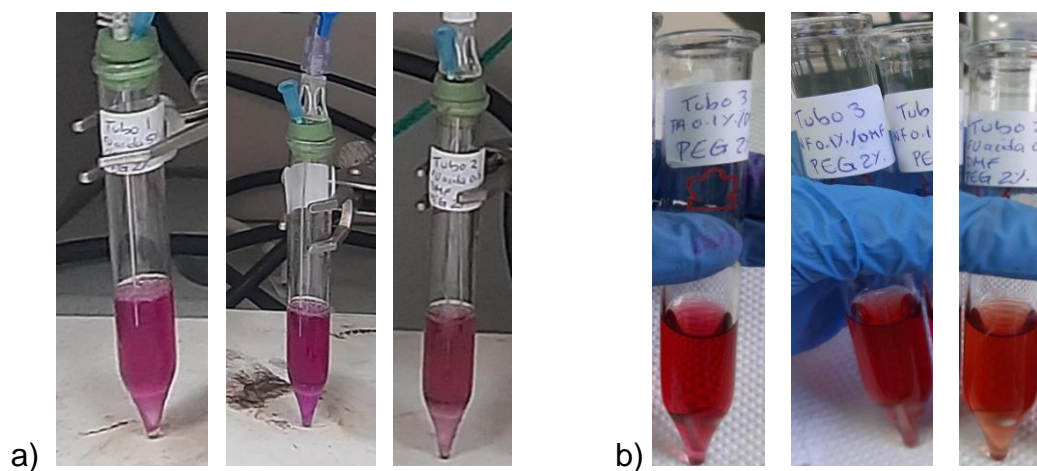


Figura N°41. Pruebas utilizado como estabilizante PEG 400 al 2% p/v,  
 a) reacción sin irradiación y b) reacción a los 5 minutos de  
 irradiación (fuente: elaboración propia).

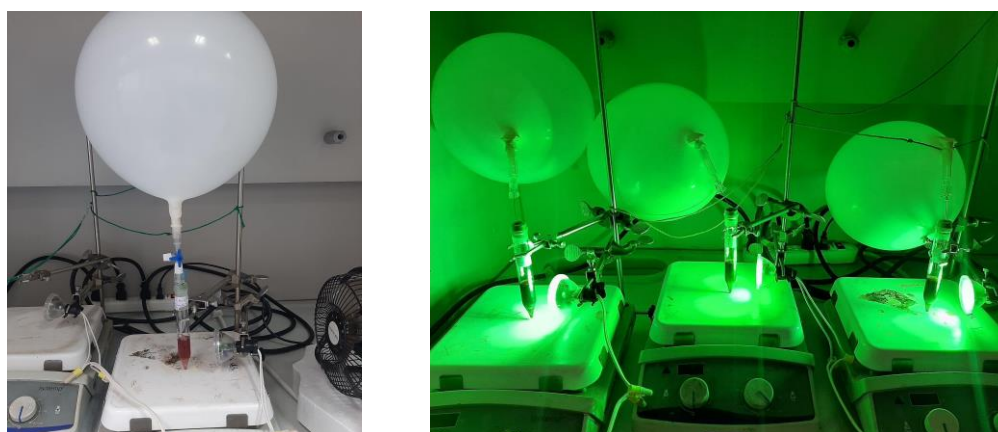


Figura N°42. Fotoreactor utilizado para generación de AgNPs (fuente:  
 elaboración propia).

En la figura N°42 se puede observar el fotoreactor que se utilizó para llevar a cabo la reacción. Los resultados al cabo de 5 minutos se demuestran mediante el gráfico de la figura N°43:



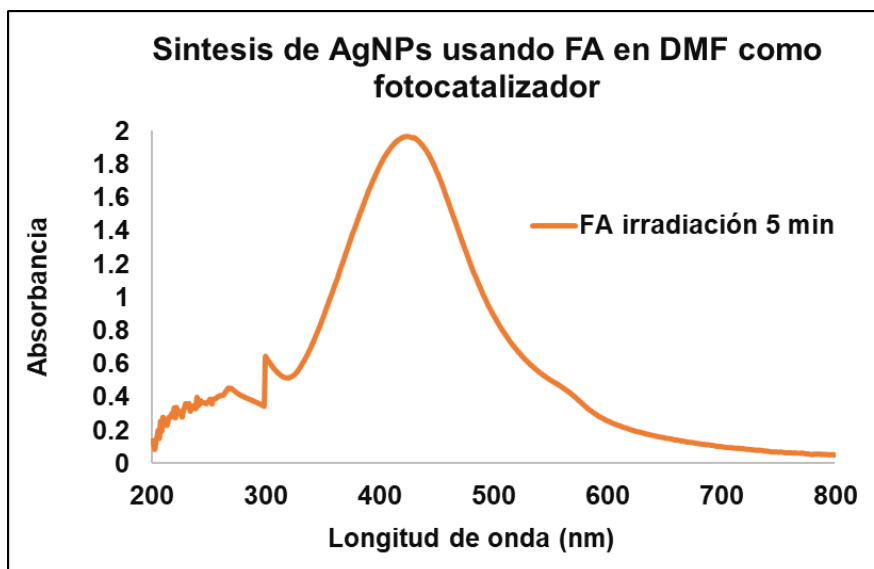


Figura N°43. Espectro de absorción de AgNPs de plata utilizando FA, PEG 400 y como solvente DMF (fuente: elaboración propia).

En la figura N°43 puede observarse el espectro de absorción medido para la síntesis de AgNPs utilizando FA, PEG 400 y solvente DMF en donde se evidencia claramente la formación de un pico alrededor de los 400 nm, siendo este característico de las nanopartículas de plata. <sup>(23)</sup>

Para corroborar que la irradiación era necesaria para llevar a cabo el proceso de fotoreducción, se llevó a cabo una reacción de control donde el sistema utilizado era a oscuras (figura N°44), la cual contenía todos los reactivos y aditivos necesarios para que ocurriera la formación de las AgNPs en ausencia de luz (LED Verde 3 W).



Figura N°44. Sistema a oscuras para la síntesis de AgNPs (fuente: elaboración propia).

Como resultado de esta parte experimental, se obtuvo el siguiente gráfico:

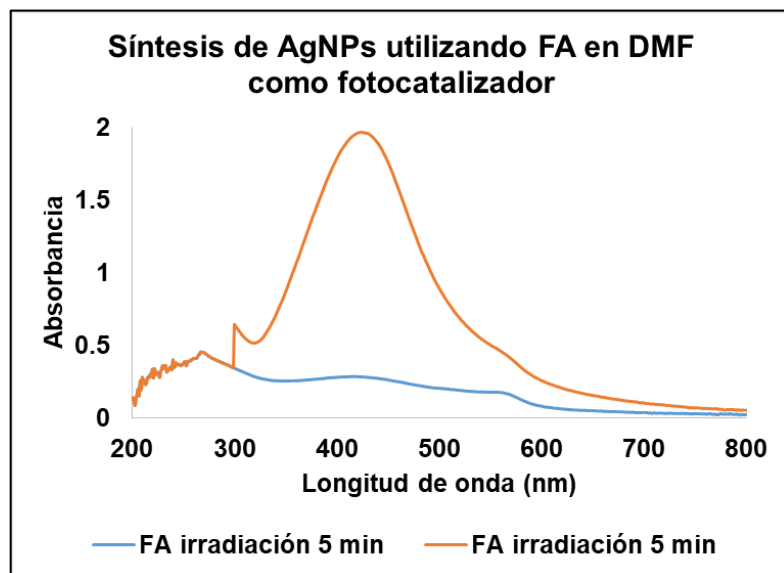


Figura N°45. Espectro de absorción de la reacción control de síntesis de AgNPs utilizando PEG 400 y FA en DMF (reacción a oscuras línea azul, reacción en presencia de luz línea anaranjada) (fuente: elaboración propia).

En la figura N°45 se muestran los resultados de los controles de reacción tomados con FA como fotocatalizador debido a que fue el colorante con el que se optimizaron las condiciones en las que se trabajó, en donde se puede observar la formación de nanopartículas en ausencia de luz esto debido a que al utilizar aminas como reactivos (TEA) y solventes (DMF) estas pueden llevar a cabo reacciones de transferencia de electrones desde su estado basal, sin embargo con la presencia de irradiación la reacción muestra mejores resultados en comparación cuando no hay irradiación de luz, se evidencia que con 5 min de irradiación la formación de nanopartículas es mucho mayor que la reacción en ausencia de luz.

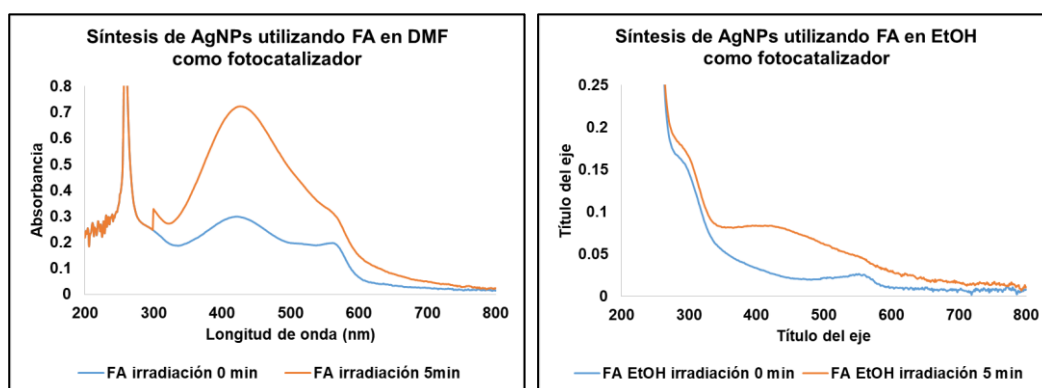


Figura N°46. Espectro de absorción de la reacción control de síntesis de AgNPs utilizando PEG 400 de FA en DMSO y EtOH 90° (reacción a oscuras línea azul, reacción en presencia de luz línea anaranjada) (fuente: elaboración propia).

Como se observa en la figura N°46 también se llevó a cabo la reacción control en ausencia de irradiación para las condiciones optimizadas usando DMSO y EtOH 90°, obteniéndose resultados similares a los que se obtuvieron con DMF.

Posteriormente, una vez corroborado que los resultados obtenidos con las condiciones optimizadas y los solventes eran favorables, se procedió a probar los

otros colorantes como fotocatalizadores, en esta parte los resultados obtenidos fueron los siguientes:

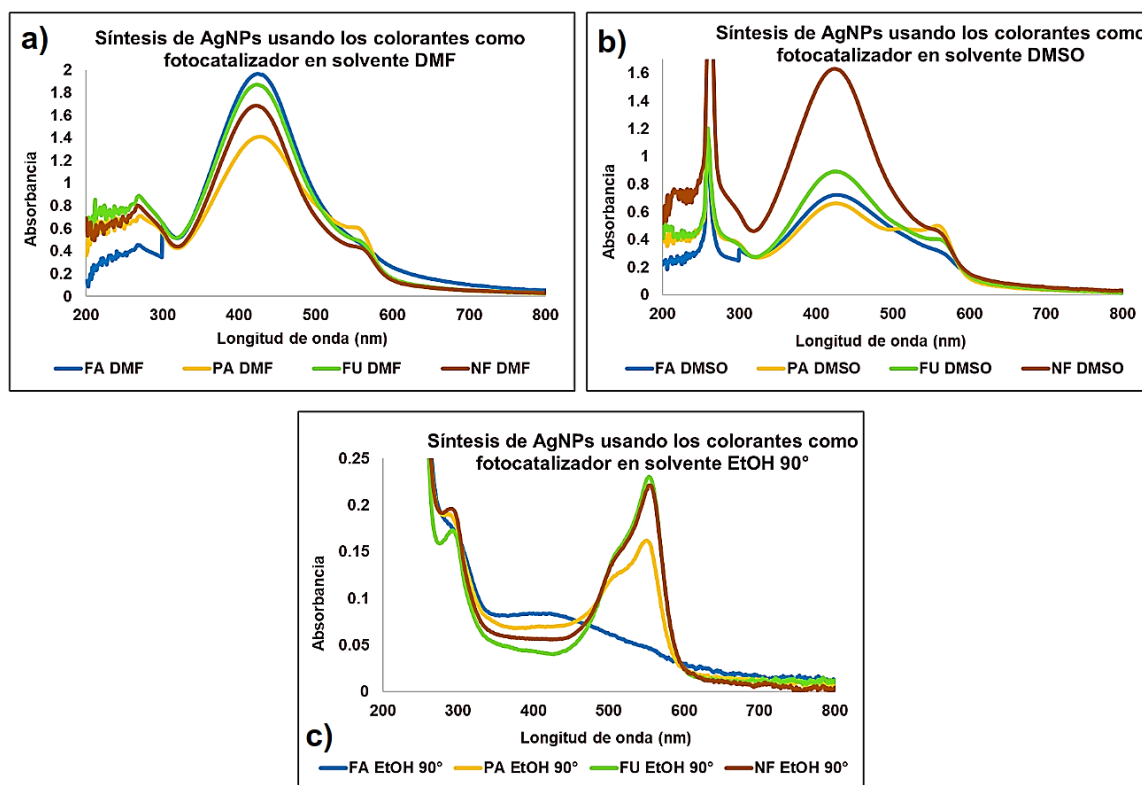


Figura N°47. Espectros de absorción de la síntesis de AgNPs utilizando PA, FU y NF en los solventes: a) DMF; b) DMSO; y c) EtOH 90° (fuente: elaboración propia).

En la figura N°47 se muestra los resultados obtenidos con los colorantes en los diferentes solventes utilizados, como puede observarse se lleva a cabo formación de AgNPs y se evidencia claramente la aparición de un pico cuya longitud de onda está alrededor de los 400 nm, siendo esta longitud a la cual aparecen las AgNPs. El colorante que presentó un mejor resultado en a) DMF fue FA presentando una banda de absorción más intensa en comparación con los demás colorantes, cabe destacar que al realizar la reacción inicialmente se tiene una coloración violeta que al ser irradiada torna a un color rojizo la cual se produce

por la mezcla de colores ya que la coloración de las AgNPs es en su defecto es amarilla. En el caso del solvente b) DMSO el colorante que presentó un mejor resultado fue NF teniendo este la banda con mayor intensidad en el espectro. Para el caso de c) EtOH 90° se puede observar que se da la formación muy escasa de AgNPs utilizando el colorante FA como fotocatalizador y en los restantes colorantes no se llevó a cabo la formación de AgNPs.

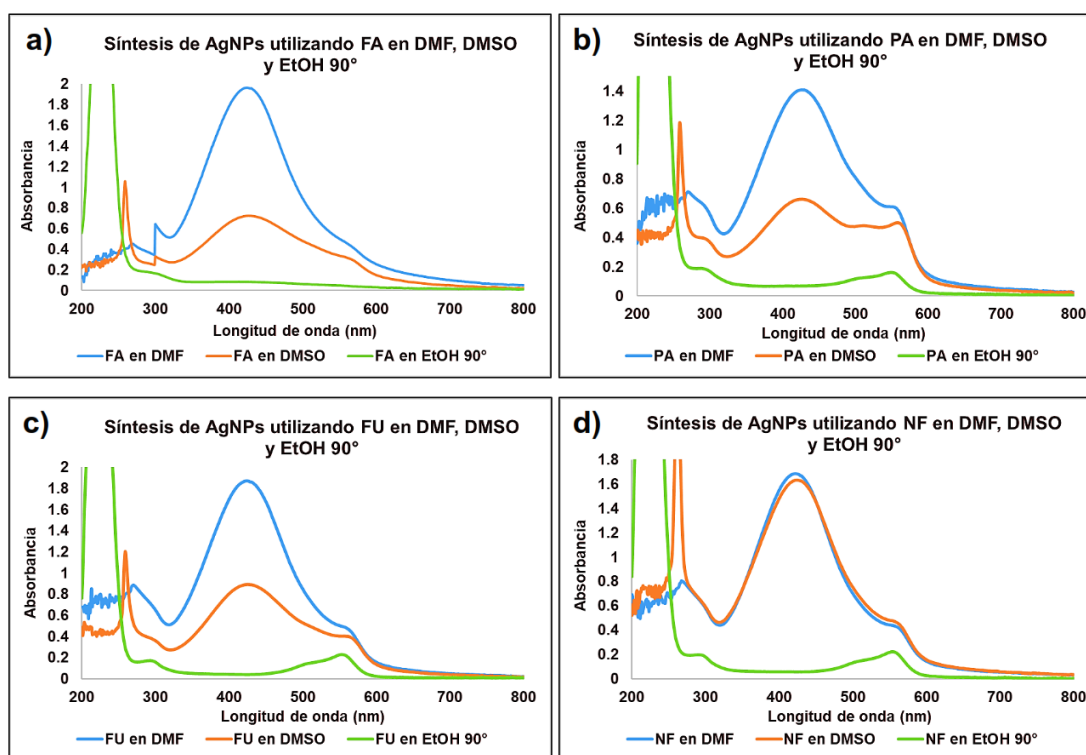


Figura N°48. Espectros de absorción de AgNPs formadas en los colorantes

a) FA b) PA c) FU d) NF en los diferentes solventes (fuente: elaboración propia).

En la figura N°48 se muestran los espectros de absorción de AgNPs que se obtuvieron cuando se emplearon como fotocatalizadores los diferentes colorantes en los solventes utilizados para esta investigación, como puede observarse en todos los casos el solvente que presentó mejores resultados fue

DMF, obteniéndose en cada caso un pico de mayor intensidad a una longitud de onda de 400 nm, demostrando que este es el solvente más efectivo.

Para corroborar la forma y el tamaño de las AgNPs, se envió una muestra de estas a la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Nacional de Córdoba (FCQ-UNC) en donde se les tomó fotografías mediante el uso del equipo microscopio óptico de transmisión JEOL 1200 EXII. En la figura N°49 se muestra las imágenes de microscopía electrónica de transmisión (TEM) obtenidas. Como puede notarse las AgNPs sintetizadas tienen una forma aproximadamente esférica y son polidispersas, es decir que se tiene AgNPs de tamaños pequeños (aprox. 20 nm) y otras de mayor tamaño (aprox.100 nm), esta característica de polidispersidad también puede evidenciarse en lo ancho que son las bandas de absorción de las AgNPs sintetizadas.

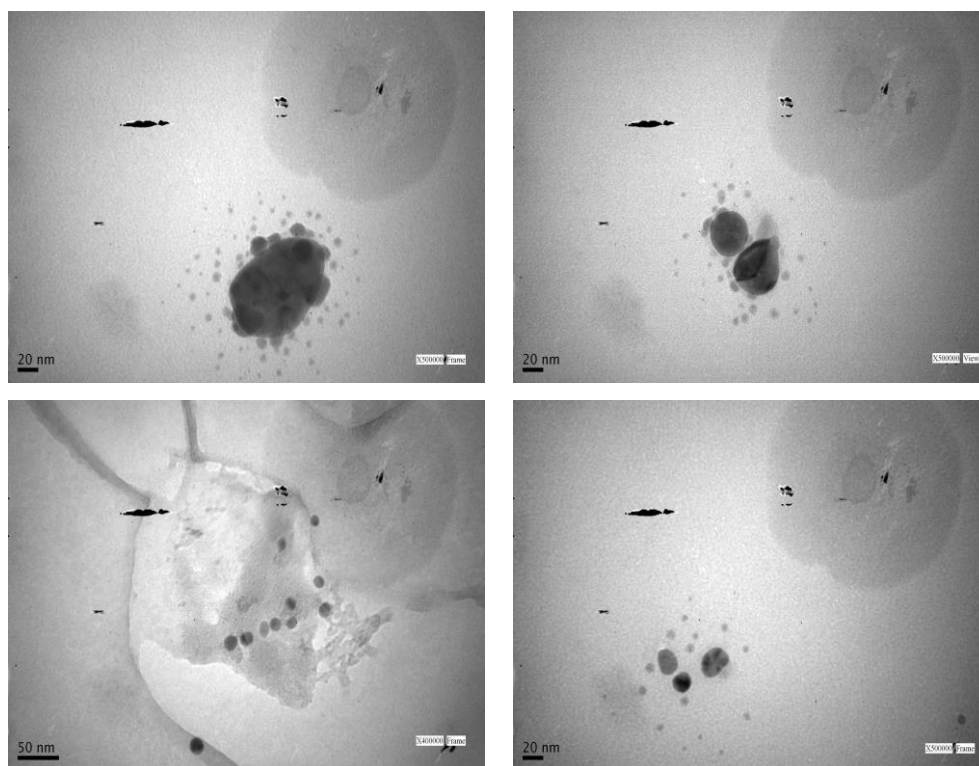


Figura N°49. Fotografías de TEM de las nanopartículas de plata sintetizadas (fuente: elaboración propia).

**CAPITULO VI**  
**CONCLUSIONES**

## 6.0 CONCLUSIONES

1. Los solventes en donde los colorantes presentaron una mejor solubilidad fueron DMF, DMSO y EtOH 90° respectivamente por lo que fueron los solventes utilizados para el desarrollo de todo el trabajo de investigación.
2. A partir del espectro de absorción de cada colorante se obtuvo el valor de longitud de onda máxima donde el colorante presenta mayor absorbancia, dicha longitud de onda se utilizó al momento de realizar las curvas de calibración de acuerdo con la Ley de Lambert-Beer, haciendo uso del método de la línea recta logrando de esta manera determinar los coeficientes de extinción molar ( $\epsilon$ ) para cada colorante en su respectivo solvente, permitiendo de esta manera conocer la cantidad de luz que es capaz de absorber el colorante en su respectivo solvente y ver como este coeficiente de extinción varia para cada colorante pudiendo influenciar así los resultados obtenidos para la obtención de oxígeno singlete y la generación de nanopartículas de plata.
3. Se pudo comprobar que la adición de ácidos y bases tienen efectos solvatocrómicos en las bandas de absorción de los colorantes en los solventes estudiados, observándose que con la adición de HCl para el caso de las bandas que experimentaron un cambio en su absorbancia, el efecto siempre fue de tipo hiperocrómico, caso contrario con la adición de NaOH, donde el efecto solvatocrómico que siempre se observó fue de tipo hipocrómico. Con el caso de la PA en el solvente EtOH 90° y DMSO la adición de TEA es irrelevante debido a no observarse cambios en las bandas a excepción con el solvente DMF, con el colorante NF el agregado de CH<sub>3</sub>COOH y TEA bajo las condiciones estudiadas no presentaron ningún cambio en las bandas de absorción en ningún solvente de estudio; la adición de HCl y CH<sub>3</sub>COOH al colorante FU fue irrelevante en los solventes



estudiados ya que no se evidenció cambio en las bandas de absorción; el agregado de  $\text{CH}_3\text{COOH}$  al colorante FA en DMSO no afectó la banda a ninguna longitud de onda.

4. Se ha demostrado que los colorantes empleados en esta investigación presentan resultados positivos para llevar a cabo procesos fotocatalíticos para la obtención de EROS, en este estudio la obtención de oxígeno singlete permitió llevar a cabo la oxidación del 9,10 DMA, evidenciándose en los espectros de absorción, donde se aprecia la disminución de las bandas características del mismo y la degradación del colorante en presencia del oxígeno singlete formado.
  
5. El presente trabajo mostró que es posible obtener AgNPs empleando PEG 400 como estabilizante y colorantes como fotocatalizadores los cuales han sido indispensables en el proceso de fotoreducción, la reacción se logró por medio de irradiación con luz LED verde de 3 W y la utilización de un reactivo de sacrificio para llevar a cabo la reducción siendo esta la TEOA. Se logró evidenciar la formación de las mismas por medio de los espectros de absorción donde se logra distinguir claramente la formación de un pico alrededor de los 400 nm en la cual las AgNPs tienden a aparecer. Los resultados más favorables fueron con la utilización de DMF como solvente.

**CAPITULO VII**  
**RECOMENDACIONES**

## 7.0 RECOMENDACIONES

1. Continuar la investigación con otra variedad de colorantes, siempre enfocada al estudio de las propiedades fotofísicas y fotoquímicas de colorantes con potencial aplicación en catálisis foto-redox con luz visible.
2. Realizar concentraciones más bajas de los colorantes utilizados en la investigación, para optimizar aún más los recursos e investigar al mismo tiempo si se obtienen los efectos deseados o son despreciables para la investigación.
3. Experimentar si se observan efectos solvatocrómicos con agregado de diferentes ácidos utilizados comúnmente como el ácido sulfúrico o la base hidróxido de potasio para ampliar más la investigación a futuro.
4. Emplear el uso del equipo fotoreactor led para la generación de oxígeno singlete y generación de nanopartículas con el fin de optimizar al 100% la irradiación de luz LED, al mismo tiempo que se podría evitar el uso de ventiladores ya que el equipo cuenta con regulador de temperatura.
5. Abordar el estudio de la cinética de la generación de oxígeno singlete para cada colorante y así poder calcular la constante de velocidad de formación de oxígeno singlete para cada colorante y posteriormente determinar cuál es el que mayor formación de oxígeno singlete daría.
6. Estudiar aplicaciones en posibles formulaciones farmacéuticas donde se les dé uso a las nanopartículas como antimicrobiano y antiviral, así mismo estudiar la potencial aplicación de estas en el tratamiento de aguas contaminadas, en la industria de pinturas, dispositivos médicos, etc.

## BIBLIOGRAFIA

1. Rosa-Pardo I, Roig-Pons M, Heredia AA, Usagre JV, Ribera A, Galian RE, et al. Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@Au@mSiO<sub>2</sub> as an enhancing nanoplatform for Rose Bengal photodynamic activity. *Nanoscale*. 2017;9(29):10388-96.
2. Cao Y, Koo Y-EL, Koo SM, Kopelman R. Ratiometric Singlet Oxygen Nano-optodes and Their Use for Monitoring Photodynamic Therapy Nanoplatforms. *J Photochemistry and Photobiology*(6):1489-98, 10.
3. Sasikumar D, Kohara R, Takano Y, Yuyama K-i, Biju V. Kinetics of singlet oxygen sensing using 9-substituted anthracene derivatives. *Journal of Chemical Sciences*. 2019;131(1):5.
4. Felip-León C, Puche M, Miravet JF, Galindo F, Feliz M. A spectroscopic study to assess the photogeneration of singlet oxygen by graphene oxide. *Materials Letters*. 2019;251:45-51.
5. Díaz-Uribe CE, Vallejo-Lozada WA, Martínez-Ortega FJRFDIUdA. Photooxidation of anthracene under visible light with metallocarboxyphenylporphyrins. *J Photochem Photobiol*. 2014(73):225-30.
6. Oelckers S, Hanke T, Röder B. Quenching of singlet oxygen in dimethylformamide. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*. 2000;132(1):29-32.
7. Eya'ane Meva F, Segnou ML, Okalla Ebongue C, Ntomba AA, Belle Ebanda Kedi P, Deli V, et al. Spectroscopic synthetic optimizations monitoring of silver nanoparticles formation from Megaphrynium macrostachyum leaf extract. *Revista Brasileira de Farmacognosia*. 2016;26(5):640-6.

8. Fu L-M, Hsu J-H, Shih M-K, Hsieh C-W, Ju W-J, Chen Y-W, et al. Process Optimization of Silver Nanoparticle Synthesis and Its Application in Mercury Detection. 2021;12(9):1123.
9. Akintelu SA, Bo Y, Folorunso AS. A Review on Synthesis, Optimization, Mechanism, Characterization, and Antibacterial Application of Silver Nanoparticles Synthesized from Plants. Journal of Chemistry. 2020;2020:3189043.
10. Tiara Egga A, Windri H, Cuk I, editors. The UV-VIS Spectrum Analysis From Silver Nanoparticles Synthesized Using Diospyros maritima Blume. Leaves Extract. Proceedings of the 3rd KOBICONGRESS, International and National Conferences (KOBICONGRESS 2020); 2021 2021/06/23: Atlantis Press.
11. Masum MMI, Siddiqa MM, Ali KA, Zhang Y, Abdallah Y, Ibrahim E, et al. Biogenic Synthesis of Silver Nanoparticles Using Phyllanthus emblica Fruit Extract and Its Inhibitory Action Against the Pathogen Acidovorax oryzae Strain RS-2 of Rice Bacterial Brown Stripe. Frontiers in microbiology. 2019;10:820.
12. Moumen A, Zougagh S, Halim W, Lachhab T, Mouslim J, Badawi M, et al. Latex/AgNPs: Synthesis, and Their Antibacterial Activity. Journal of Cluster Science. 2022;33(3):1211-21.
13. Castro W. Catalysis fotoredox. 2018: UNC; 2018.
14. Demchenko AP. Photobleaching of organic fluorophores: quantitative characterization, mechanisms, protection. Methods and applications in fluorescence. 2020;8(2):022001.

15. Zheng Q, Jockusch S, Zhou Z, Blanchard SC. The Contribution of Reactive Oxygen Species to the Photobleaching of Organic Fluorophores. 2014;90(2):448-54.
16. DeRosa MC, Crutchley RJ. Photosensitized singlet oxygen and its applications. Coordination Chemistry Reviews. 2002;233-234:351-71.
17. Kaminow IP, Stulz LW, Chandross EA, Pryde CA. Photobleaching of Organic Laser Dyes in Solid Matrices. Appl Opt. 1972;11(7):1563-7.
18. Castro-Peña L, Durán-Herrera JEJRTeM. Degradación y decoloración de agua contaminada con colorantes textiles mediante procesos de oxidación avanzada. 2014;27(2):ág. 40-50.
19. Guerrero M, García-Antón J, Tristany M, Pons J, Ros J, Philippot K, et al. Design of new N,O hybrid pyrazole derived ligands and their use as stabilizers for the synthesis of Pd nanoparticles. Langmuir. 2010;26(19):15532-40.
20. Miguel Monge O. Nanopartículas de plata: métodos de síntesis en disolución y propiedades bactericidas. Anales de Química de la RSEQ. 2009;1:33-41.
21. Nalawade P, Mukherjee P, Kapoor S. Triethylamine induced synthesis of silver and bimetallic (Ag/Au) nanoparticles in glycerol and their antibacterial study. Journal of Nanostructure in Chemistry. 2014;4(3):113.
22. Filippo E, Serra A, Buccolieri A, Manno D. Controlled synthesis and chain-like self-assembly of silver nanoparticles through tertiary amine. Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects. 2013;417:10-7.

23. Singh S, Bharti A, Meena V. Green synthesis of multi-shaped silver nanoparticles: optical, morphological and antibacterial properties. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*. 2015;26.

## **ANEXOS**



**ANEXO 1**  
**MATERIALES, EQUIPO Y SOLVENTES UTILIZADOS.**

## **Material y cristalería**

- Pipetas volumétricas
- Tubos de fondo cónico
- Tubos de hemólisis
- Balones volumétricos de 25 mL, 50 mL y 100 mL
- Vasos de precipitado de 30 mL, 50 mL y 100 mL
- Probetas de 25 mL
- Micropipetas automáticas de 5–50  $\mu\text{L}$ , 20–200  $\mu\text{L}$  y 100–1000  $\mu\text{L}$ .
- Microespátula
- Brocha
- Soportes metálicos
- Pinzas de extensión
- Gradillas
- Agitador de vidrio
- Agitadores de veleta
- Mortero y pistilo
- Frascos ámbar de 30 mL
- Pipetas Pasteur
- Globos
- Jeringas
- Agujas epidurales (10 cm)
- Agujas de tuberculina (1 cm)
- Papel Parafilm
- Puntas para micropipetas de 1000  $\mu\text{L}$  y 200  $\mu\text{L}$
- Celdas de Cuarzo

## Equipo

- Balanza analítica OKAUS AR2140
- Espectrofotómetro UV-Visible Thermo Scientific Serie GENESYS S10
- Fisher Scientific Hot Plate/Stirrer, 11-100-49SH
- Ventilador
- Foco tecnolite de luz led verde 3 W
- Manómetro de oxígeno
- Vortex Bunsen AGT-9
- Sonicador J.P Selecta
- Campanas de extracción Burdinola OR-ST 1500

## Reactivos

- Pararosanilina ( $C_{19}H_{18}ClN_3$ ) (PA)
- Fucsina ( $C_{20}H_{20}N_3 \cdot HCl$ ) (FU)
- Neofucsina ( $C_{22}H_{24}ClN_3$ ) (NF)
- Fucsina ácida ( $C_{20}H_{17}N_3Na_2O_9S_3$ )
- Trietilamina ( $C_6H_{15}N$ ) (TEA o  $Et_3N$ )
- Trietanolamina ( $C_6H_{15}NO_3$ ) (TEOA)
- Ácido clorhídrico (HCl)
- Ácido acético ( $CH_3COOH$ ) (HOAc)
- Hidróxido de sodio (NaOH)
- Dimetilantraceno ( $C_{16}H_{14}$ )(DMA)
- Nitrato de plata ( $AgNO_3$ )
- Cilindro de Oxígeno ( $O_2$ )
- Cilindro de Nitrógeno ( $N_2$ )
- Polietilenglicol (PEG 400)
- Carbopol

## Solventes

- Dimetilformamida ( $C_3H_7NO$ ) (DMF)
- Dimetilsulfóxido ( $C_2H_6OS$ ) (DMSO)
- Etanol 90° ( $C_2H_6O$ ) (EtOH)
- Acetonitrilo ( $C_2H_3N$ ) (ACN)
- Agua ( $H_2O$ )
- Acetato de etilo ( $C_4H_8O_2$ ) (EtOAc)
- Acetona ( $C_3H_6O$ ) ( $Me_2CO$ )

**ANEXO 2**  
**PRUEBAS DE SOLUBILIDAD**

Tabla N°23. Resultados de solubilidad de fucsina ácida (fuente: elaboración propia).

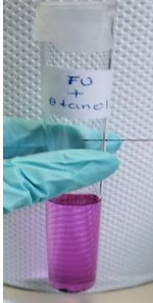



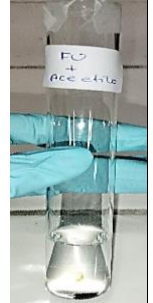


FA						
EtOH 90°	ACN	DMSO	H <sub>2</sub> O	Acetato de Etilo	Acetona	DMF
						
Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.
PS	I	S	S	I	I	S
Peso de FA	Peso de FA	Peso de FA	Peso de FA	Peso de FA	Peso de FA	Peso de FA
5.1 mg	5.3 mg	5.0 mg	5.3 mg	5.1 mg	5.0 mg	5.5 mg
mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente
5.1	5.3	5	5.3	5.1	5	5.5

Tabla N°24. Resultados de solubilidad de pararosanilina (fuente: elaboración propia).








PA						
EtOH 90°	ACN	DMSO	H <sub>2</sub> O	Acetato de Etilo	Acetona	DMF
						

Tabla N°24. (continuación)

Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.
Peso de PA	Peso de FA	Peso de PA	Peso de PA	Peso de PA	Peso de PA	Peso de PA
5.0 mg	5.0 mg	5.0 mg	5.1 mg	5.0 mg	5.0 mg	5.0 mg
mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente
5.0	5.0	5.0	5.1	5.0	5.0	5.0

Tabla N°25. Resultados de solubilidad de neofucsina (fuente: elaboración propia).















NF						
EtOH 90°	ACN	DMSO	H <sub>2</sub> O	Acetato de Etilo	Acetona	DMF
						
Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.
PS	PS	S	PS	I	PS	S
Peso de NF	Peso de NF	Peso de NF	Peso de NF	Peso de NF	Peso de NF	Peso de NF
5.1 mg	5.1 mg	5.0 mg	5.0 mg	5.1 mg	5.1 mg	5.0 mg
mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente
5.1	5.1	5.0	5.0	5.1	5.1	5.0

Tabla N°26. Resultados de solubilidad de fucsina (fuente: elaboración propia).

FU						
EtOH 90°	ACN	DMSO	H <sub>2</sub> O	Acetato de Etilo	Acetona	DMF
						
Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.	Obs.
PS	PS	S	PS	PS	PS	S
Peso de FU	Peso de FU	Peso de FU	Peso de FU	Peso de FU	Peso de FU	Peso de FU
5.2 mg	5.0 mg	5.1 mg	5.3 mg	5.0 mg	5.3 mg	5.0 mg
mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente	mL de solvente
5.0	5.0	5.1	5.3	5.0	5.3	5.0



**ANEXO 3**  
**CALCULO PARA LA PREPARACION DE SOLUCIONES DE CADA**  
**COLORANTE A CONCENTRACION  $1 \times 10^{-4}$  M**

### Fórmula general

$$g = (M) \left( \text{Masa molar} \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) (V_L)$$

- Cálculo de mg de colorante PA a pesar para preparar 10 mL

$$g = (1 \times 10^{-4} M) \left( 323.82 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) (0.01 \text{ L}) = 3.2382 \times 10^{-4} \text{ g} = 0.3 \text{ mg}$$

- Cálculo de mg de colorante FU a pesar para preparar 10 mL

$$g = (1 \times 10^{-4} M) \left( 337.85 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) (0.01 \text{ L}) = 3.3785 \times 10^{-4} \text{ g} = 0.3 \text{ mg}$$

- Cálculo de mg de colorante NF a pesar para preparar 10 mL

$$g = (1 \times 10^{-4} M) \left( 365.90 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) (0.01 \text{ L}) = 3.659 \times 10^{-4} \text{ g} = 0.4 \text{ mg}$$

- Cálculo de mg de colorante FA a pesar para preparar 10 mL

$$g = (1 \times 10^{-4} M) \left( 585.538 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \right) (0.01 \text{ L}) = 5.85538 \times 10^{-4} \text{ g} = 0.6 \text{ mg}$$

- Cálculo para encontrar el número de moles disueltos del colorante PA

$$0.3 \text{ mg} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{1 \text{ mol}}{323.82 \text{ g}} = 9.26 \times 10^{-7} \text{ mol de colorante}$$

- Cálculo para encontrar el número de moles disueltos del colorante FU

$$0.3 \text{ mg} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{1 \text{ mol}}{337.85 \text{ g}} = 8.88 \times 10^{-7} \text{ mol de colorante}$$

- Cálculo para encontrar el número de moles disueltos del colorante NF

$$0.4 \text{ mg} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{1 \text{ mol}}{365.90 \text{ g}} = 10.9 \times 10^{-7} \text{ mol de colorante}$$

- Cálculo para encontrar el número de moles disueltos del colorante FA

$$0.6 \text{ mg} \times \frac{1 \text{ g}}{1000 \text{ mg}} \times \frac{1 \text{ mol}}{585.538 \text{ g}} = 10.2 \times 10^{-7} \text{ mol de colorante}$$

**ANEXO 4**  
**CÁLCULO DE EQUIVALENCIA MOLAR DEL SOLVENTE CON EL**  
**COLORANTE PARA AGREGADO DE ÁCIDOS Y BASES**

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de HCl 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante PA

$$9.26 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 9.26 \times 10^{-6} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 9.26 \text{ uL} = 9.3 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de HCl 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante FU

$$8.88 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 8.88 \times 10^{-6} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 8.88 \text{ uL} = 9.0 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de HCl 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante NF

$$10.9 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 1.09 \times 10^{-5} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 10.9 \text{ uL} = 11.0 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de HCl 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante FA

$$10.2 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 1.02 \times 10^{-5} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 10.2 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de HOAc 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante PA

$$9.26 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 9.26 \times 10^{-6} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 9.26 \text{ uL} = 9.3 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de HOAc 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante FU

$$8.88 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 8.88 \times 10^{-6} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 8.88 \text{ uL} = 9.0 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de HOAc 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante NF

$$10.9 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 1.09 \times 10^{-5} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 10.9 \text{ uL} = 11.0 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de HOAc 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante FA

$$10.2 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 1.02 \times 10^{-5} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 10.2 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de NaOH 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante PA

$$9.26 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 9.26 \times 10^{-6} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 9.26 \text{ uL} = 9.3 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de NaOH 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante FU

$$8.88 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 8.88 \times 10^{-6} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 8.88 \text{ uL} = 9.0 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de NaOH 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante NF

$$10.9 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 1.09 \times 10^{-5} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 10.9 \text{ uL} = 11.0 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de NaOH 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante FA

$$10.2 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 1.02 \times 10^{-5} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 10.2 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de TEA 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante PA

$$9.26 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 9.26 \times 10^{-6} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 9.26 \text{ uL} = 9.3 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de TEA 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante FU

$$8.88 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 8.88 \times 10^{-6} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 8.88 \text{ uL} = 9.0 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de TEA 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante NF

$$10.9 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 1.09 \times 10^{-5} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 10.9 \text{ uL} = 11.0 \text{ uL}$$

- Cálculo para la cantidad en microlitros a agregar de TEA 0.1 M equivalente al número de moles disueltos del colorante FA

$$10.2 \times 10^{-7} \text{ mol} \times \frac{1 \text{ L}}{0.1 \text{ mol}} = 1.02 \times 10^{-5} \text{ L} \times \frac{1,000,000 \text{ uL}}{1 \text{ L}} = 10.2 \text{ uL}$$

**ANEXO 5**  
**DATOS DE LA GRÁFICA DE CURVA DE CALIBRACIÓN**

Tabla N°27. Datos para curva de calibración del colorante PA en cada solvente  
(fuente: elaboración propia).

PA / DMSO		PA / DMF		PA / EtOH 90°	
Concentración (M)	Absorbancia	Concentración	Absorbancia	Concentración	Absorbancia
1.00X10 <sup>-05</sup>	0.087	1.50X10 <sup>-04</sup>	0.329	1.00X10 <sup>-05</sup>	0.321
1.50X10 <sup>-05</sup>	0.119	2.00X10 <sup>-04</sup>	0.349	1.05X10 <sup>-05</sup>	0.352
2.00X10 <sup>-05</sup>	0.147	2.50X10 <sup>-04</sup>	0.365	1.10X10 <sup>-05</sup>	0.363
2.50X10 <sup>-05</sup>	0.187	3.50X10 <sup>-04</sup>	0.489	1.20X10 <sup>-05</sup>	0.401
3.00X10 <sup>-05</sup>	0.221	4.50X10 <sup>-04</sup>	0.545	1.25X10 <sup>-05</sup>	0.413
3.50X10 <sup>-05</sup>	0.262	5.00X10 <sup>-04</sup>	0.652	1.30X10 <sup>-05</sup>	0.44
4.00X10 <sup>-05</sup>	0.29	5.50X10 <sup>-04</sup>	0.721	1.35X10 <sup>-05</sup>	0.455
4.50X10 <sup>-05</sup>	0.335	6.50X10 <sup>-04</sup>	0.822	1.45X10 <sup>-05</sup>	0.493
5.00X10 <sup>-05</sup>	0.376	7.00X10 <sup>-04</sup>	0.875	1.50X10 <sup>-05</sup>	0.505
5.50X10 <sup>-05</sup>	0.408	7.50X10 <sup>-04</sup>	0.901	1.55X10 <sup>-05</sup>	0.524
6.00X10 <sup>-05</sup>	0.431			1.60X10 <sup>-05</sup>	0.531
6.50X10 <sup>-05</sup>	0.477			1.70X10 <sup>-05</sup>	0.564
7.00X10 <sup>-05</sup>	0.508			1.75X10 <sup>-05</sup>	0.584
7.50X10 <sup>-05</sup>	0.542				
8.00X10 <sup>-05</sup>	0.576				
8.50X10 <sup>-05</sup>	0.613				

Tabla N°28. Datos para curva de calibración del colorante FA en cada solvente  
(fuente: elaboración propia).

FA / DMSO		FA / DMF		FA / EtOH 90°	
Concentración (M)	Absorbancia	Concentración	Absorbancia	Concentración	Absorbancia
9.00X10 <sup>-06</sup>	0.319	9.00X10 <sup>-06</sup>	0.288	1.05X10 <sup>-05</sup>	0.216
1.00X10 <sup>-05</sup>	0.362	1.00X10 <sup>-05</sup>	0.316	1.10X10 <sup>-05</sup>	0.224
1.10X10 <sup>-05</sup>	0.411	1.05X10 <sup>-05</sup>	0.329	1.15X10 <sup>-05</sup>	0.233
1.20X10 <sup>-05</sup>	0.492	1.10X10 <sup>-05</sup>	0.352	1.20X10 <sup>-05</sup>	0.239
1.30X10 <sup>-05</sup>	0.519	1.20X10 <sup>-05</sup>	0.36	1.25X10 <sup>-05</sup>	0.267
1.40X10 <sup>-05</sup>	0.549	1.25X10 <sup>-05</sup>	0.381	1.35X10 <sup>-05</sup>	0.274
1.45X10 <sup>-05</sup>	0.585	1.35X10 <sup>-05</sup>	0.414	1.40X10 <sup>-05</sup>	0.285



Tabla N°38. (continuación)

1.55X10 <sup>-05</sup>	0.634	1.45X10 <sup>-05</sup>	0.437	1.45X10 <sup>-05</sup>	0.292
1.60X10 <sup>-05</sup>	0.641	1.50X10 <sup>-05</sup>	0.465	1.55X10 <sup>-05</sup>	0.323
1.65X10 <sup>-05</sup>	0.663	1.60X10 <sup>-05</sup>	0.493	1.65X10 <sup>-05</sup>	0.335

Tabla N°29. Datos para curva de calibración del colorante NF en cada solvente  
(fuente: elaboración propia).

NF / DMSO		NF / DMF		NF / EtOH 90°	
Concentración (M)	Absorbancia	Concentración	Absorbancia	Concentración	Absorbancia
4.00X10 <sup>-06</sup>	0.2	5.00X10 <sup>-06</sup>	0.273	6.50X10 <sup>-06</sup>	0.311
4.50X10 <sup>-06</sup>	0.221	5.50X10 <sup>-06</sup>	0.304	7.00X10 <sup>-06</sup>	0.356
5.00X10 <sup>-06</sup>	0.238	6.00X10 <sup>-06</sup>	0.334	7.50X10 <sup>-06</sup>	0.379
5.50X10 <sup>-06</sup>	0.268	6.50X10 <sup>-06</sup>	0.362	8.50X10 <sup>-06</sup>	0.429
6.00X10 <sup>-06</sup>	0.293	7.00X10 <sup>-06</sup>	0.38	9.00X10 <sup>-06</sup>	0.446
6.50X10 <sup>-06</sup>	0.312	7.50X10 <sup>-06</sup>	0.414	9.50X10 <sup>-06</sup>	0.464
7.00X10 <sup>-06</sup>	0.338	8.00X10 <sup>-06</sup>	0.441	1.00X10 <sup>-05</sup>	0.488
7.50X10 <sup>-06</sup>	0.361	8.50X10 <sup>-06</sup>	0.471	1.05X10 <sup>-05</sup>	0.516
8.00X10 <sup>-06</sup>	0.382	9.00X10 <sup>-06</sup>	0.495	1.10X10 <sup>-05</sup>	0.531
8.50X10 <sup>-06</sup>	0.402	9.50X10 <sup>-06</sup>	0.535	1.15X10 <sup>-05</sup>	0.563
9.00X10 <sup>-06</sup>	0.422	1.00X10 <sup>-05</sup>	0.55	1.20X10 <sup>-05</sup>	0.594
9.50X10 <sup>-06</sup>	0.439	1.05X10 <sup>-05</sup>	0.578	1.25X10 <sup>-05</sup>	0.61
1.00X10 <sup>-05</sup>	0.47	1.10X10 <sup>-05</sup>	0.608	1.30X10 <sup>-05</sup>	0.641
1.05X10 <sup>-05</sup>	0.499	1.15X10 <sup>-05</sup>	0.627	1.35X10 <sup>-05</sup>	0.671
1.10X10 <sup>-05</sup>	0.529	1.20X10 <sup>-05</sup>	0.662	1.40X10 <sup>-05</sup>	0.683
		1.25X10 <sup>-05</sup>	0.689		

Tabla N°30. Datos para curva de calibración del colorante FU en cada solvente  
(fuente: elaboración propia).

FU / DMSO		FU / DMF		FU / EtOH 90°	
Concentración (M)	Absorbancia	Concentración	Absorbancia	Concentración	Absorbancia
4.00X10 <sup>-06</sup>	0.202	6.00X10 <sup>-06</sup>	0.323	8.50X10 <sup>-06</sup>	0.304
4.50X10 <sup>-06</sup>	0.226	6.50X10 <sup>-06</sup>	0.331	9.00X10 <sup>-06</sup>	0.316
5.00X10 <sup>-06</sup>	0.247	7.00X10 <sup>-06</sup>	0.364	9.50X10 <sup>-06</sup>	0.334
5.50X10 <sup>-06</sup>	0.273	7.50X10 <sup>-06</sup>	0.399	1.00X10 <sup>-05</sup>	0.355
6.00X10 <sup>-06</sup>	0.3	8.50X10 <sup>-06</sup>	0.451	1.10X10 <sup>-05</sup>	0.39
6.50X10 <sup>-06</sup>	0.331	9.00X10 <sup>-06</sup>	0.479	1.15X10 <sup>-05</sup>	0.411
7.00X10 <sup>-06</sup>	0.347	9.50X10 <sup>-06</sup>	0.49	1.20X10 <sup>-05</sup>	0.42
7.50X10 <sup>-06</sup>	0.368	1.00X10 <sup>-05</sup>	0.524	1.25X10 <sup>-05</sup>	0.436
8.00X10 <sup>-06</sup>	0.397	1.05X10 <sup>-05</sup>	0.54	1.30X10 <sup>-05</sup>	0.464
8.50X10 <sup>-06</sup>	0.411	1.10X10 <sup>-05</sup>	0.574	1.35X10 <sup>-05</sup>	0.476
9.50X10 <sup>-06</sup>	0.466	1.15X10 <sup>-05</sup>	0.604	1.40X10 <sup>-05</sup>	0.495
1.00X10 <sup>-05</sup>	0.494	1.20X10 <sup>-05</sup>	0.631	1.45X10 <sup>-05</sup>	0.508
1.10X10 <sup>-05</sup>	0.548	1.30X10 <sup>-05</sup>	0.671	1.50X10 <sup>-05</sup>	0.532
		1.35X10 <sup>-05</sup>	0.71	1.55X10 <sup>-05</sup>	0.55
				1.60X10 <sup>-05</sup>	0.565

**ANEXO 6**  
**DETERMINACION DE COEFICIENTE DE EXTINCION MOLAR**  
**(CURVA DE CALIBRACION FA EN DMF)**

Tabla N°31 Datos para determinación de máximo de absorción de FA en DMF  
(fuente: elaboración propia).

FA DMF Solución madre 1E-4					
nm	A				
190	0.3795	216	0.5876	245	0.6701
191	0.4018	217	0.5613	246	0.6575
192	0.423	218	0.5745	247	0.6654
193	0.3576	219	0.5495	248	0.658
194	0.3724	220	0.5751	249	0.6812
195	0.3654	221	0.5657	250	0.6509
196	0.3397	222	0.5808	251	0.6751
197	0.4278	223	0.591	252	0.6809
198	0.4317	224	0.5942	253	0.6679
199	0.4375	225	0.6021	254	0.6967
200	0.4144	226	0.5702	255	0.691
201	0.4274	227	0.5624	256	0.6974
202	0.413	228	0.6651	257	0.6638
203	0.3798	229	0.6597	258	0.681
204	0.3892	230	0.5648	259	0.665
205	0.4428	231	0.6096	260	0.6844
206	0.4037	232	0.5956	261	0.6652
207	0.4427	233	0.6177	262	0.6811
208	0.4941	234	0.6173	263	0.6645
209	0.4424	235	0.6702	264	0.6675
210	0.501	236	0.623	265	0.6571
211	0.5154	237	0.6345	266	0.6424
212	0.4755	238	0.6469	267	0.6485
213	0.4875	239	0.611	268	0.6455
214	0.5095	240	0.694	269	0.6418
215	0.5565	241	0.6518	270	0.6471
		242	0.6245	271	0.6472
		243	0.6467	272	0.6509
		244	0.63	273	0.658

274	0.671
275	0.6848
276	0.7031
277	0.7219
278	0.7407
279	0.7629
280	0.7867
281	0.8087
282	0.8319
283	0.8531
284	0.8736
285	0.898
286	0.9203
287	0.94
288	0.9613
289	0.9846
290	1.0075
291	1.0287
292	1.0469
293	1.064
294	1.0808
295	1.0916
296	1.0976
297	1.1003
298	1.0995
299	1.0961
300	1.0902
301	1.0822
302	1.0735
303	1.0631
304	1.0526

305	1.0406
306	1.0252
307	1.0075
308	0.9865
309	0.9602
310	0.9308
311	0.8962
312	0.8574
313	0.8179
314	0.7726
315	0.7306
316	0.6976
317	0.6602
318	0.621
319	0.5887
320	0.5628
321	0.5398
322	0.5182
323	0.4992
324	0.4852
325	0.4746
326	0.4642
327	0.456
328	0.4491
329	0.4426
330	0.4376
331	0.4341
332	0.4301
333	0.4273
334	0.4248
335	0.4226

336	0.4203
337	0.418
338	0.4159
339	0.4132
340	0.4102
341	0.4066
342	0.4027
343	0.3984
344	0.393
345	0.3882
346	0.3826
347	0.3766
348	0.3698
349	0.3623
350	0.3555
351	0.3478
352	0.3404
353	0.3311
354	0.3229
355	0.3138
356	0.3045
357	0.2952
358	0.2871
359	0.2777
360	0.2676
361	0.2579
362	0.2502
363	0.2432
364	0.2337
365	0.2253
366	0.2171

367	0.2094
368	0.2026
369	0.1956
370	0.1886
371	0.1824
372	0.1771
373	0.1715
374	0.1657
375	0.161
376	0.1558
377	0.1519
378	0.1483
379	0.1449
380	0.1416
381	0.1383
382	0.1352
383	0.1324
384	0.1296
385	0.1274
386	0.1251
387	0.1226
388	0.12
389	0.1185
390	0.1166
391	0.1147
392	0.113
393	0.1115
394	0.1101
395	0.1092
396	0.1081
397	0.1071

398	0.1061
399	0.1056
400	0.1044
401	0.1039
402	0.1034
403	0.1027
404	0.1024
405	0.1021
406	0.1021
407	0.1015
408	0.102
409	0.1011
410	0.1015
411	0.1011
412	0.1011
413	0.1015
414	0.1016
415	0.1014
416	0.102
417	0.1024
418	0.1027
419	0.103
420	0.1035
421	0.1043
422	0.105
423	0.1057
424	0.1063
425	0.1074
426	0.1082
427	0.1093
428	0.1104

429	0.1114
430	0.1127
431	0.1138
432	0.1153
433	0.1171
434	0.119
435	0.1208
436	0.1227
437	0.1253
438	0.1272
439	0.1295
440	0.132
441	0.1347
442	0.1373
443	0.1401
444	0.1432
445	0.1473
446	0.1511
447	0.1545
448	0.1586
449	0.1629
450	0.1677
451	0.1731
452	0.1782
453	0.184
454	0.1899
455	0.1963
456	0.2038
457	0.2117
458	0.2204
459	0.2292

460	0.2378
461	0.2468
462	0.2571
463	0.2676
464	0.2779
465	0.29
466	0.3022
467	0.3144
468	0.3284
469	0.342
470	0.3578
471	0.3726
472	0.3886
473	0.405
474	0.4213
475	0.4387
476	0.4574
477	0.4761
478	0.4949
479	0.5166
480	0.5387
481	0.562
482	0.5874
483	0.614
484	0.6338
485	0.6565
486	0.6862
487	0.7172
488	0.7454
489	0.7745
490	0.8109

491	0.8524
492	0.8857
493	0.9205
494	0.9643
495	1.0071
496	1.0525
497	1.0939
498	1.1364
499	1.1823
500	1.2277
501	1.2755
502	1.3271
503	1.3767
504	1.4218
505	1.4702
506	1.5166
507	1.5613
508	1.6056
509	1.6487
510	1.6901
511	1.7301
512	1.768
513	1.8063
514	1.8443
515	1.8767
516	1.9103
517	1.9448
518	1.9749
519	2.0035
520	2.0285
521	2.0534

522	2.0822
523	2.1078
524	2.1347
525	2.1667
526	2.1964
527	2.2259
528	2.2587
529	2.2843
530	2.303
531	2.3225
532	2.3488
533	2.3835
534	2.4074
535	2.431
536	2.459
537	2.4908
538	2.5117
539	2.5373
540	2.5777
541	2.6287
542	2.6592
543	2.6826
544	2.705
545	2.7287
546	2.7614
547	2.7974
548	2.8245
549	2.8459
550	2.8703
551	2.8803
552	2.9109

553	2.9406
554	2.9738
555	2.9658
556	2.9792
557	2.9863
558	3.0022
559	3.0153
560	3.034
561	3.0462
562	3.0563
563	3.0335
564	3.048
565	3.0575
566	3.0419
567	3.0214
568	2.9976
569	2.9589
570	2.9297
571	2.8587
572	2.7899
573	2.7105
574	2.6216
575	2.5079
576	2.4038
577	2.2936
578	2.1744
579	2.0556
580	1.9324
581	1.8021
582	1.6815
583	1.5658

584	1.4562
585	1.3525
586	1.2494
587	1.1569
588	1.0715
589	0.9855
590	0.909
591	0.8389
592	0.7664
593	0.7002
594	0.6406
595	0.5864
596	0.5365
597	0.489
598	0.4517
599	0.4132
600	0.3763
601	0.3432
602	0.3135
603	0.2834
604	0.2585
605	0.2356
606	0.2169
607	0.1971
608	0.1792
609	0.1647
610	0.1521
611	0.1398
612	0.129
613	0.1181
614	0.1091

615	0.0989
616	0.0921
617	0.0843
618	0.0777
619	0.0715
620	0.0667
621	0.0616
622	0.058
623	0.0535
624	0.0504
625	0.0463
626	0.0439
627	0.0402
628	0.0373
629	0.0357
630	0.0327
631	0.0312
632	0.0297
633	0.0288
634	0.0279
635	0.0254
636	0.024
637	0.0228
638	0.0218
639	0.0206
640	0.0204
641	0.019
642	0.0171
643	0.0162
644	0.0166
645	0.0168



646	0.0163
647	0.0151
648	0.014
649	0.0149
650	0.0139
651	0.0127
652	0.0109
653	0.0126
654	0.0118
655	0.0129
656	0.0124
657	0.012
658	0.0123
659	0.0114
660	0.0112
661	0.0105
662	0.01
663	0.0112
664	0.0106
665	0.0107
666	0.0099
667	0.0094
668	0.0097
669	0.0096
670	0.0089
671	0.0087
672	0.0085
673	0.0077
674	0.0073
675	0.0082
676	0.0067

677	0.0084
678	0.008
679	0.0084
680	0.0078
681	0.0079
682	0.0086
683	0.0085
684	0.0088
685	0.0094
686	0.0088
687	0.0093
688	0.0083
689	0.0081
690	0.0087
691	0.0085
692	0.0085
693	0.0092
694	0.0077
695	0.0071
696	0.0067
697	0.0074
698	0.0072
699	0.007
700	0.0064
701	0.0061
702	0.0054
703	0.0071
704	0.0065
705	0.0078
706	0.0077
707	0.0085

708	0.0081
709	0.0074
710	0.0076
711	0.0073
712	0.0076
713	0.0077
714	0.0081
715	0.009
716	0.0076
717	0.0069
718	0.0067
719	0.0087
720	0.0066
721	0.0058
722	0.0087
723	0.008
724	0.0074
725	0.0079
726	0.0079
727	0.0096
728	0.0095
729	0.0061
730	0.0073
731	0.0084
732	0.0061
733	0.0076
734	0.0059
735	0.0071
736	0.0099
737	0.0094
738	0.0103

739	0.0097
740	0.009
741	0.0101
742	0.008
743	0.007
744	0.0057
745	0.0088
746	0.01
747	0.009
748	0.0075
749	0.0084
750	0.0084
751	0.0079
752	0.0088
753	0.009
754	0.0078
755	0.0092
756	0.0082
757	0.006
758	0.0076
759	0.0074

760	0.007
761	0.004
762	0.0077
763	0.006
764	0.0062
765	0.0066
766	0.0063
767	0.0075
768	0.0108
769	0.0085
770	0.0104
771	0.0095
772	0.01
773	0.0087
774	0.0086
775	0.0116
776	0.01
777	0.0084
778	0.011
779	0.0092
780	0.0098

781	0.0103
782	0.0121
783	0.0121
784	0.012
785	0.0104
786	0.0098
787	0.0103
788	0.0096
789	0.0086
790	0.0081
791	0.0074
792	0.0092
793	0.008
794	0.0086
795	0.0092
796	0.0081
797	0.0077
798	0.0063
799	0.0047
800	0.0033

Tabla N°32. Datos para elaboración de curva de calibración de FA en DMF (fuente: elaboración propia)

Fucsina ácida / DMF	
Concentración (M)	Absorbancia
9.00E-06	0.288
1.00E-05	0.316
1.05E-05	0.329
1.10E-05	0.352
1.20E-05	0.36
1.25E-05	0.381
1.35E-05	0.414
1.45E-05	0.437
1.50E-05	0.465
1.60E-05	0.493

**ANEXO 7**  
**CALCULOS PARA LA GENERACION DE ESPECIES REACTIVAS DE**  
**OXIGENO**

- Cantidad en mg de antraceno para obtener una concentración 0.1 mmol

$$\text{mg} = \left(178.23 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) (5 \text{ mmol}) = 891.15 \text{ mg} \approx 0.0089 \text{ g}$$

- Fórmula para calcular la cantidad en mg de colorante para obtener una concentración de 5 mmol%

$$0.1 \text{ mmol} \times 5\% = 5 \times 10^{-3} \text{ mmol\%}$$

- Cálculo en mg del colorante pararosanilina para obtener una concentración de 5 mmol%

$$5 \times 10^{-3} \text{ mmol\%} \left(323.82 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) = 1.6 \text{ mg}$$

- Cálculo en mg del colorante fucsina para obtener una concentración de 5 mmol%

$$5 \times 10^{-3} \text{ mmol\%} \left(337.85 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) = 1.7 \text{ mg}$$

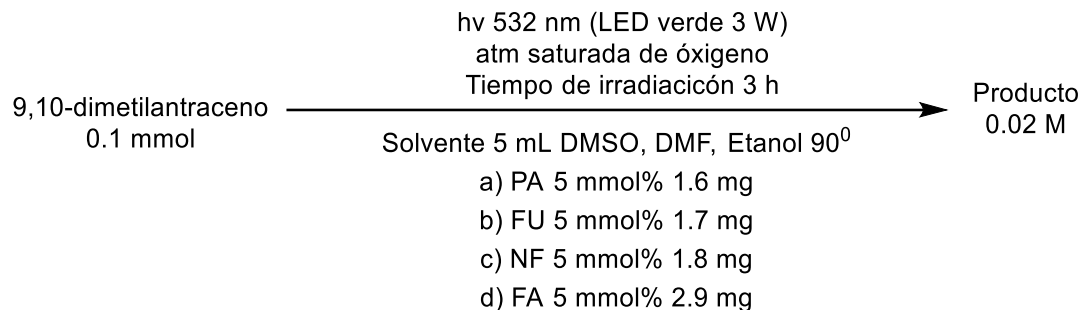
- Cálculo en mg del colorante neofucsina para obtener una concentración de 5 mmol%

$$5 \times 10^{-3} \text{ mmol\%} \left(365.90 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) = 1.8 \text{ mg}$$

- Cálculo en mg del colorante fucsina ácida para obtener una concentración de 5 mmol%

$$5 \times 10^{-3} \text{ mmol\%} \left(585.538 \frac{\text{g}}{\text{mol}}\right) = 2.9 \text{ mg}$$

- Ecuación general de reacción



- Cálculo de cantidad en microlitros a tomar para obtener una concentración de  $5 \times 10^{-5} \text{ M}$  de los solventes:

Fórmula general

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

- DMSO

$$V_1 = \frac{(5 \times 10^{-5} \text{ M})(25 \text{ mL})}{0.02 \text{ M}} = 0.0625 \text{ mL} \approx 62.5 \mu\text{L}$$

- DMF

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$V_1 = \frac{(5 \times 10^{-5} \text{ M})(25 \text{ mL})}{0.02 \text{ M}} = 0.0625 \text{ mL} \approx 62.5 \mu\text{L}$$

- EtOH  $90^{\circ}$

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$

$$V_1 = \frac{(5 \times 10^{-5} \text{ M})(25 \text{ mL})}{0.02 \text{ M}} = 0.0625 \text{ mL} \approx 62.5 \mu\text{L}$$

**ANEXO 8**  
**CALCULO PARA REACCION DE REDUCCION DE METALES**

- Cálculo para obtener una concentración de 5 mM

$$5 \text{ mM} \left\{ \begin{array}{l} 5 \text{ mmol} \\ 1000 \text{ mL} \end{array} \right.$$

En donde  $(0.1 \text{ mmol Ag}^+)(5 \text{ mol}\%) = 5 \times 10^{-3} \text{ mol}$

- Cálculo de la cantidad en gramos a pesar del colorante pararosanilina:

$$(5 \times 10^{-3} \text{ mol}) \left( \frac{323.82 \text{ g}}{\text{mol}} \right) = 1.6 \text{ g}$$

$$25 \text{ mL} \times \frac{5 \text{ mmol}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol}}{1000 \text{ mmol}} \times \frac{323.82 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 0.0405 \text{ g} \approx 40.5 \text{ mg}$$

- Cálculo de la concentración en mg/mL del colorante pararosanilina:

$$M = \frac{40.5 \text{ mg}}{25 \text{ mL}} = 1.62 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

- Cálculo de la cantidad en gramos a pesar del colorante fucsina:

$$(5 \times 10^{-3} \text{ mol}) \left( \frac{337.85 \text{ g}}{\text{mol}} \right) = 1.7 \text{ g}$$

$$25 \text{ mL} \times \frac{5 \text{ mmol}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol}}{1000 \text{ mmol}} \times \frac{337.85 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 0.0422 \text{ g} \approx 42.2 \text{ mg}$$

- Cálculo de la concentración en mg/mL del colorante fucsina:

$$M = \frac{42.2 \text{ mg}}{25 \text{ mL}} = 1.7 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

- Cálculo de la cantidad en gramos a pesar del colorante neofucsina:



$$(5 \times 10^{-3} \text{ mmol}) \left( \frac{365.90 \text{ g}}{\text{mol}} \right) = 1.8 \text{ g}$$

$$25 \text{ mL} \times \frac{5 \text{ mmol}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol}}{1000 \text{ mmol}} \times \frac{365.90 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 0.0457 \text{ g} \approx 45.7 \text{ mg}$$

- Cálculo de la concentración en mg/mL del colorante neofucsina:

$$M = \frac{45.7 \text{ mg}}{25 \text{ mL}} = 1.83 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

- Cálculo de la cantidad en gramos a pesar del colorante fucsina ácida:

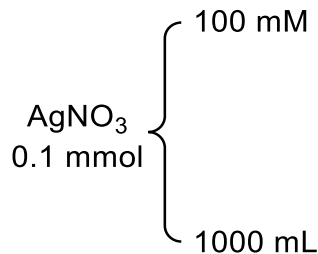
$$(5 \times 10^{-3} \text{ mmol}) \left( \frac{585.538 \text{ g}}{\text{mol}} \right) = 2.9 \text{ g}$$

$$25 \text{ mL} \times \frac{5 \text{ mmol}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{1 \text{ mol}}{1000 \text{ mmol}} \times \frac{585.538 \text{ g}}{1 \text{ mol}} = 0.0732 \text{ g} \approx 73.2 \text{ mg}$$

- Cálculo de la concentración en mg/mL del colorante fucsina ácida:

$$M = \frac{73.2 \text{ mg}}{25 \text{ mL}} = 2.928 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

- Cálculo de la cantidad en gramos a pesar de nitrato de plata:



$$\frac{100 \text{ mL}}{1000 \text{ mL}} \times \frac{169.87 \text{ mg}}{1 \text{ mmol}} = \frac{16.987 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}} \approx 16.98 \frac{\text{g}}{\text{L}}$$

$$\begin{array}{l} 17 \text{ g} \xrightarrow{\hspace{2cm}} 1000 \text{ mL} \\ X \xrightarrow{\hspace{2cm}} 25 \text{ mL} \\ x = 0.425 \text{ g} \end{array}$$

– Cálculo de la cantidad de nitrato de plata a tomar:

$$0.1 \text{ mmol}_{\text{AgNO}_3} \times \frac{1000 \text{ mL}}{100 \text{ mol}} \times \frac{1000 \mu\text{L}}{1 \text{ mL}} = 1000 \mu\text{L} \approx 1 \text{ mL}$$

– Cálculo de la cantidad de estabilizante a tomar:

a) Carbopol en solución de concentración al 0.05% p/v

$$\begin{array}{l} 0.05 \text{ g} \xrightarrow{\hspace{2cm}} 0.0125 \text{ g} \\ \left. \begin{array}{l} 0.05 \% \text{ P/V} \\ 100 \text{ mL} \end{array} \right\} \xrightarrow{\hspace{2cm}} 25 \text{ mL} \end{array}$$

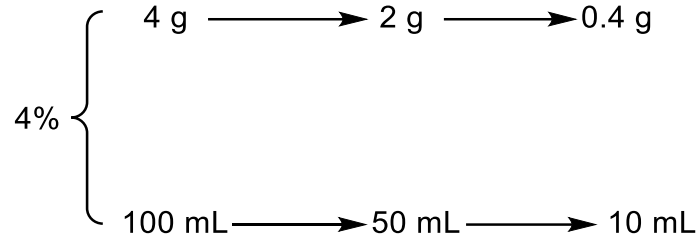
$$\frac{0.0125 \text{ g}}{25 \text{ mL}} = \frac{12.5 \text{ mg}}{25 \text{ mL}} = 0.5 \frac{\text{mg}}{\text{mL}}$$

$$5 \text{ mL} \times \frac{0.05 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \times \frac{1000 \text{ mg}}{1 \text{ g}} = 2.5 \text{ mg}$$

Tomar 2.5 mL de solución de carbopol para obtener una concentración de 0.5% p/v.

Tomar 1.25 mL de solución de carbopol para obtener una concentración de 0.025% p/v.

b) (PEG 400) en solución de concentración al 4% p/v



$$2 \text{ g} \times \frac{1 \text{ mL}}{1.13 \text{ g}} = 1.77 \text{ mL} \approx 1770 \mu\text{L}$$

Tomar 1770  $\mu\text{L}$  de PEG 400 para diluir en 50 mL de solvente y obtener solución al 4% p/v.

c) PEG 400 en solución de concentración al 2% p/v



$$0.5 \text{ g} \times \frac{1 \text{ mL}}{1.13 \text{ g}} = 0.442 \text{ mL} \approx 442 \mu\text{L}$$

Tomar 442  $\mu\text{L}$  de PEG 400 para diluir en 50 mL de solvente y obtener solución al 4% p/v

– Cálculo de la cantidad de TEOA a tomar:

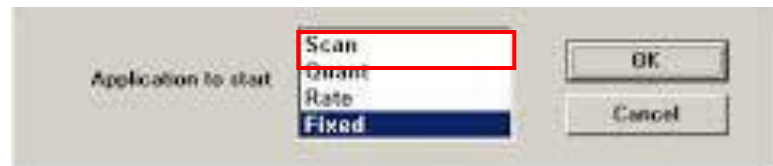
$$0.5 \text{ mmol} \times \frac{149.188 \text{ mg}}{1 \text{ mmol}} \times \frac{1 \mu\text{L}}{1.13 \text{ mg}} = 66 \mu\text{L}$$

**ANEXO 9**  
**MARCHA ESQUEMATICA DE USO DEL EQUIPO**  
**ESPECTOFOTOMETRO UV-VISIBLE THERMO SCIENTIFIC SERIE**  
**GENESYS 10S**

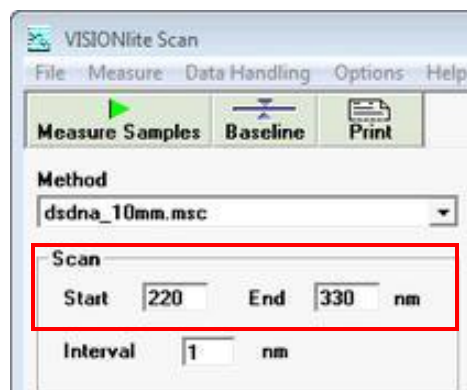
1. Revisar que las conexiones del equipo se encuentran conectadas a un tomacorriente.
2. Encender por lo menos 30 minutos antes la computadora y espectrofotómetro (ver manual del equipo).
3. Abrir software del equipo (previamente instalado en la computadora) denominado VisionLite



4. Dar click en la opción Scan.



5. Seleccionar el rango de longitud de onda a la que se desea trabajar.



6. Colocar celda en casilla B de blanco y las muestras correspondientes en el orden del 1 al 5.
7. Dar click en “Baseline” para registra línea base del blanco.



8. Al terminar de registrar línea base dar click en “Measure Sample” para empezar con la lectura de las muestras.



9. Aparecerá el cuadro de dialogo siguiente en donde se colocará en:  
 Operator: Nombre del analista.  
 Sample name: Nombre de ID de la muestra a analizar.  
 Dilution factor: Concentración de la muestra a analizar.  
 Al finalizar dar click en “Measure”.

Result filename

Operator

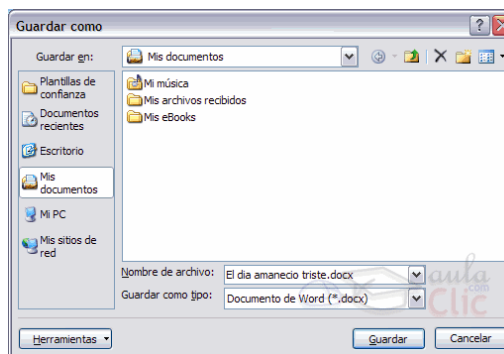
Measure blank

Cell	Sample name	Dilution factor
1	Blank	
2	Sample 1	1
3	Sample 2	10
4		1
5		1
6		1
7		1

10. El equipo procederá con la lectura de cada muestra indicando en su pantalla el porcentaje de lectura que lleva, al terminar indicará un 100% de lectura y cargará el espectro obtenido de cada lectura.
11. Una vez obtenidas los espectros correspondientes para guardar dar click en "File".



12. Luego dar click en "Spect As", y se abrirá una ventanilla para crear o buscar la carpeta en el computador donde se desea guardar los espectros.



13. Seleccionar carpeta de destino y dar click en "Guardar".
14. Para guardar los datos numéricos del equipo, dar click en "File", "Method As" y se desplegará nuevamente la ventanilla de guardar como.
15. Seleccionar carpeta de destino y dar click en "Guardar".
16. Al terminar, sacar celdas del compartimiento de muestras, limpiarlas, cerrar ventanilla de VisionLite y proceder a apagar el computador y luego el espectrofotómetro.
17. Verificar que todo quede desconectado y tapar equipos.

**ANEXO 10**  
**TABLAS DE DATOS OBTENIDAS DEL EQUIPO THERMO SCIENTIFIC**  
**SERIE GENESYS 10S**



- Para más información de los datos de Absorbancias vs. Longitudes de onda obtenidas del Espectrofotómetro UV-Visible Thermo Scientific Serie GENESYS 10S se puede acceder por medio del enlace:

<https://drive.google.com/drive/folders/13JFptflrTPuKoZZouK10d5ZYcbsPKQAB?usp=sharing>

- Para más información de los datos obtenidos del espectrofotómetro UV-Visible Thermo Scientific para gráficos de generación de nanopartículas. se puede acceder por medio del enlace:

<https://drive.google.com/file/d/1GnLnoOX5FmHZSkz75fURdBqHCEUe0E-8/view?usp=sharing>

- Para más información de los datos obtenidos del espectrofotómetro UV-Visible Thermo Scientific para gráficos de generación de oxígeno singlete se puede acceder por medio del enlace:

<https://drive.google.com/file/d/1sJ7lyjU2X5vLfcMzY7SVhPrNUec1ORkl/view?usp=sharing>