



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE QUÍMICA

**PREPARACIÓN Y SÍNTESIS DE
NANOPARTÍCULAS DE PLATA IMPREGNADAS
EN TELAS DE ALGODÓN CON PROPIEDADES
FOTOCATALÍTICAS**

T E S I S

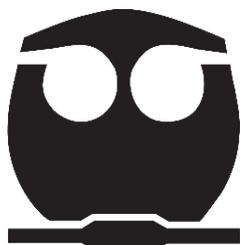
**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO**

PRESENTA

PERLA RODRIGUEZ PEREZ

DIRECTOR DE TESIS:

LUIS CEDEÑO CAERO



MÉXICO, CDMX

2023



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Jurado asignado

Presidente: LUIS CEDEÑO CAERO

Vocal: PERLA YOLANDA CASTILLO VILLALON

Secretario: VILLARREAL MEDINA ALINE

1er. SUPLENTE: KLIMOVA BERESTNEVA TATIANA KLIMOVA

2do. SUPLENTE: ARCOS CASARRUBIAS JOSE ANTONIO

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA

UNIDAD DE INVESTIGACIÓN DE CATÁLISIS, UNICAT,
LABORATORIO 225, DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA,
CONJUNTO E, FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM.

ASESOR DEL TEMA:



DR. LUIS CEDEÑO CAERO

SUSTENTANTE:



PERLA RODRIGUEZ PEREZ

Agradecimientos

Agradezco a mi madre que ha sido la persona que me ha dado todo y me motiva para cumplir mis sueños.

A mi familia quienes me han apoyado incondicionalmente en todo momento.

A mi mamá minga por su cariño y confianza en mí.

A mis tíos por contar con su ayuda y apoyo.

Al Dr. Luis por la oportunidad, dedicación y paciencia para realizar este trabajo.

A la Universidad Nacional Autónoma de México y a la Facultad de Química por haberme formado como ingeniera química.

Y al proyecto DGAPA IV100121 por los recursos necesarios para la elaboración de este trabajo.

Índice

RESUMEN.....	1
INTRODUCCIÓN.....	2
2 MARCO TEÓRICO	4
2.1 Concepto de nanotecnología.....	4
2.2 Concepto de nanopartículas.....	5
2.3 Nanopartículas de plata (AgNPs).....	7
2.3.1 Propiedades físicas de las AgNPs.....	8
2.3.2 Área superficial de las AgNPs	9
2.3.3 Toxicidad de las AgNPs.....	9
2.3.4 Propiedades antibacteriales y antivirales	11
2.4 Nanopartículas de titania (TiO ₂ NPs)	12
2.5 Métodos de síntesis de las nanopartículas	13
2.6 Caracterización de las nanopartículas	14
2.6.1 Espectroscopia UV-visible	15
2.6.2 Microscopia electrónica de barrido SEM (Scanning Electron Microscope).....	16
2.6.3 Espectroscopía de dispersión de energía EDS (Energy Dispersive Spectroscopy).....	18
2.6.4 Espectroscopía infrarroja de reflectancia total atenuada (FTIR-ATR)	19
2.7 Nanotecnología aplicada en el sector textil.....	20
2.8 Tejido de algodón	21
2.8.1 Características del tejido de algodón	21
2.9 El efecto del pretratamiento con álcali en la adsorción de plata sobre el textil	25
2.10 Tejidos de algodón con AgNPs.....	25
3 OBJETIVOS	27
3.1 Objetivo general	27
3.2 Objetivos específicos.....	27
4 PARTE EXPERIMENTAL	28

ÍNDICE

4.1	Generalidades	28
4.2	Procedimiento de activación de la tela de algodón	29
4.3	Procedimiento de síntesis de nanopartículas de plata (AgNPs) en tela de algodón	29
4.4	Procedimiento de síntesis de nanopartículas de titania (TiO ₂ NPs) en tela de algodón	29
4.5	Procedimiento de síntesis de nanopartículas de plata y titania (TiO ₂ -AgNPs) en tela de algodón	30
5	ANÁLISIS DE RESULTADOS Y SU DISCUSIÓN	31
5.1	Técnicas de análisis de aparición de nanopartículas de plata en la síntesis	31
5.1.1	Titulación de NaBH ₄ con AgNO ₃	32
5.2	Caracterización de las AgNPs y TiO ₂ NPs en la muestra de tela de algodón	36
5.2.1	Espectroscopia de Reflectancia Difusa (DRS)	36
5.2.2	Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (FTIR-ATR)	38
5.2.3	Microscopía electrónica de barrido y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (SEM-EDS)	40
5.3	Prueba de tracción y fuerza de compresión de la tela	49
5.4	Análisis fotocatalítico de la tela de algodón impregnada con NPs	51
5.4.1	Espectroscopia de Reflectancia Difusa (DRS) en telas impregnadas con Azul de Metileno	53
	CONCLUSIONES	59
	REFERENCIAS	61

Índice de figuras

Figura 2. 1 Esquema de comparación del diámetro del SARS-CoV-2 y otras dimensiones en la escala nanométrica (Alphang et al. 2021)	6
Figura 2. 2 Espectro UV-vis de AgNPs de diferentes tamaños (Petit et al. 1993)	9
Figura 2. 3 Esquema del microscopio electrónico de barrido (SEM)	17
Figura 2. 4 Micrografías nanofibras de nylon 6 cubiertas con nanopartículas de plata (Joshi et al. 2008)	18
Figura 2. 5 Diagrama de la emisión de rayos X debido a la colisión de un electrón sobre un átomo determinado	19
Figura 2. 6 Esquema de urdimbre y trama en tela	22
Figura 4. 1 Diagrama del procedimiento de activación e impregnación con nanopartículas de la tela de algodón	28
Figura 4. 2 Muestras de tela impregnadas con TiO ₂ -AgNPs	30
Figura 5. 1 Esquema de titulación de NaBH ₄ con AgNO ₃	32
Figura 5. 2 Curva de titulación de NaBH ₄ agregando AgNO ₃ en presencia de la tela	33
Figura 5. 3 Método de primera derivada para determinar punto de equivalencia	34
Figura 5. 4 Espectro UV-Vis de las alícuotas de la titulación de NaBH ₄ agregando AgNO ₃	35
Figura 5. 5 Espectroscopia de Reflectancia Difusa (DRS) de las muestras de tela impregnadas con AgNPs y TiO ₂ NPs	37
Figura 5. 6 Espectros ATR-FTIR de las muestras de tela	39
.....	42
Figura 5. 7 Espectro de rayos X de dispersión de energía (EDS) de AgNPs sintetizadas	42
.....	42
Figura 5. 8 Micrografías de tela con plata a diferentes escalas (c,d) y su correspondiente análisis elemental de plata (a,b).	43
Figura 5. 9 Espectro de rayos X de dispersión de energía (EDS) de TiO ₂ NPs sintetizadas.	44

ÍNDICE

Figura 5. 10 Micrografías de tela con titanio a diferentes escalas (c,d) y su correspondiente análisis elemental de titanio (a,b).	45
Figura 5. 11 Espectro de rayos X de dispersión de energía (EDS) de AgNPs y TiO ₂ NPs.	46
Figura 5. 12 Micrografías de tela con plata y con titanio a diferentes escalas (e,f) y su correspondiente análisis elemental de plata (a,c) y titanio (b,d).....	48
Figura 5. 13 Esquema del tejido textil	49
Figura 5. 14 Pruebas de tensión y compresión de las muestras.....	49
Figura 5. 15 Ruta fotoquímica para la formación de nanocompuestos con TiO ₂ . CB: banda de conducción; VB: banda de valencia; M: Ag; e-: electrones fotoexcitados; h+: agujeros fotoexcitados; NP: nanopartículas.	52
Figura 5. 16 Fotorreactor utilizado para realizar las pruebas de fotocatalisis de las muestras.....	53
Figura 5. 17 Espectroscopia de reflectancia difusa de (a) tela con Titania (Algodón Ti) lado A, (b) tela con Titania (Algodón Ti) lado B, (c) tela con AgNPs (Tela Ag) lado A, (d) tela con AgNPs (Tela Ag) lado B, (e) tela con AgNPs y Titania (Tela Ag-Ti) lado A y (f)	55
Figura 5. 18 Seguimiento de la decoloración de azul de metileno en las telas en los lados A y B.	56
Figura 5. 19 Correlación grafica de la degradación de azul de metileno de acuerdo con la cinética de primer orden en los lados A y B de las muestras.	57
Figura 5. 20 Gráficos de la cinética de degradación de las muestras	58

RESUMEN

Las nanopartículas (NPs) metálicas han sido utilizadas recientemente en diferentes aplicaciones ligadas a la industria textil, salud, embalaje de alimentos, aeronáutica, etc. En el presente proyecto se describe la optimización de fibras de algodón mediante la impregnación de nanopartículas de plata.

El desarrollo de impregnación de los hilos de algodón impregnados con nanopartículas de plata (AgNPs) ha requerido un proceso previo de activación mediante la impregnación previa de la tela, y posteriormente se realizó la síntesis. En esta metodología se utilizó un agente reductor, el cual facilitó la formación de las NPs, así mismo con este procedimiento de síntesis con AgNPs, se analizó adicionalmente con TiO₂NPs mediante una impregnación de la tela con butóxido de titanio (TBT) en una mezcla con tert-butanol y ácido acético mediante tratamiento hidrotérmico.

En el estudio se analizaron las propiedades fotocatalíticas de las AgNPs impregnadas en el textil de algodón impregnando azul de metileno. Posteriormente, se dejó la tela a exposición de luz ultravioleta por periodos de tiempo para ver la efectividad de degradación en la tela impregnada con NPs. De esta manera, se analiza la funcionalización de este material textil con el objetivo de que estas fibras exhiban propiedades fotocatalíticas, aumentando así sus posibilidades de aplicación en el campo de textiles de uso médico, industrial, entre otros.

Las propiedades fisicoquímicas de las NPs se caracterizaron usando espectroscopía UV-vis y espectroscopia UV-vis por reflectancia difusa (UV-Vis DRS) donde se determinó el rango de absorción de las nanopartículas de plata. Además, se usó la técnica de microscopia electrónica de barrido (SEM) para observar las nanopartículas en las fibras de la tela de algodón.

INTRODUCCIÓN

La enfermedad del coronavirus 2019 (COVID-19) es uno de los mayores desafíos del siglo XXI. Los Centros para el Control y la Prevención de Enfermedades recomendaron en abril de 2020 que el público use mascarillas para la cara en áreas con altas tasas de transmisión. Esta protección contra el SARS- CoV-2 y otros patógenos transportados por el aire, impulsa el diseño y la producción de soluciones innovadoras (Palmieri et al. 2021).

En el campo de los textiles médicos, se utilizan una gran cantidad de equipos médicos como batas quirúrgicas, gasas, soportes para brazos y rodillas, mascarillas quirúrgicas, etc. Si bien, la mascarilla es uno de los equipos importantes que se utiliza básicamente para atrapar las secreciones respiratorias (bacterias y virus presentes en el aire), la calidad protectora de dicha mascarilla depende de la sequedad e hidrofobia de la capa exterior llamada capa protectora. Si la capa protectora no es resistente a los microorganismos, puede causar un riesgo para la salud del usuario. Hoy en día, las mascarillas fabricadas a partir de fibras sintéticas y textiles tienen más resistencia al ataque de bacterias debido a su alta naturaleza hidrofóbica. Además, el uso de ciertos nanomateriales puede mejorar las propiedades antimicrobianas. Las nanopartículas de plata (AgNPs), debido a sus propiedades ópticas, fisicoquímicas y biológicas, se han utilizado para una amplia gama de aplicaciones potenciales en diversos campos como: dispositivos biomédicos, cosméticos, productos y aparatos para el cuidado de la salud, terapias ambientales y energías renovables (Hiragond et al. 2018, Ren et al. 2019, Martínez- Gutiérrez et al. 2010).

Gracias al desarrollo de la nanociencia y la nanotecnología en las últimas dos décadas, se sabe que la materia a escala nanométrica, en comparación con partículas a mayor escala, presentan nuevas propiedades fisicoquímicas; lo cual ha dado origen a lo que hoy en día se conoce como ingeniería de nanopartículas (NPs). Esta ha

proporcionado una nueva alternativa microbicida a los antibióticos convencionales por medio de los materiales “nano-antimicrobianos”. Cuando una bacteria o un virus se enfrentan a NPs, la interacción del microorganismo con su superficie puede ocasionar que se adhiera y se inactive. (Murrieta-Rico et al. 2020).

Se han realizado numerosas investigaciones sobre la aplicación de NPs en materiales textiles para conseguir tejidos funcionales con diferentes aplicaciones (Ten Breteler et al.2002, Dastjerdi et al. 2010). En la deposición de NPs sobre dichos sustratos, la adhesión juega un papel importante. La adhesión depende de las características tanto de las nanopartículas como del sustrato textil. Las nanopartículas de plata y de óxidos metálicos son, con diferencia las más extensamente empleadas en la modificación de superficies textiles. Las AgNPs destacan por su elevada actividad antimicrobiana, propiedad de gran utilidad para su aplicación en textiles de uso médico (Zhang et al. 2010, Hebeish et al. 2011). En cuanto a la incorporación de óxidos metálicos sobre tejido de algodón se podría resaltar el uso de nanopartículas de TiO_2 (TiO_2NPs), las cuales tienen la capacidad de conferir al tejido actividad fotocatalítica, entre otras propiedades(Karimi et al. 2010, Mihailović et al. 2011).

Por tal motivo el enfoque principal de este trabajo es aprovechar las características que presenta la plata a nivel nanométrico para su aplicación en tela (100% de algodón) y así mediante estas fibras obtener propiedades fotocatalíticas e indirectamente propiedades antivirales y antibacterianas.

2 MARCO TEÓRICO

En este capítulo se presentan temas de interés de acuerdo con el presente trabajo, se comienza exponiendo los conceptos generales de las nanopartículas (NPs), así como sus propiedades más importantes. Posteriormente se exponen los métodos de obtención y caracterización necesarios para definir los procedimientos de síntesis de NPs de plata y titanía.

Para poder comprender los experimentos realizados, es necesario definir también en que consiste la impregnación de NPs en tejidos de algodón, por lo que conocer las características y propiedades de este forman parte importante de este proceso.

2.1 Concepto de nanotecnología

La nanotecnología es la manipulación de la materia a un nivel casi atómico para crear nuevas estructuras, materiales y dispositivos. La tecnología promete avances científicos en muchos campos, como la medicina, los bienes de consumo, la energía, entre otros. La nanotecnología se refiere a estructuras técnicas, dispositivos y sistemas. Los nanomateriales tienen una escala de longitud entre 1 y 100 nanómetros. Con este tamaño, los materiales comienzan a exhibir propiedades únicas que afectan su comportamiento físico, químico y biológico. La investigación, el desarrollo y el uso de estas propiedades están en el corazón de la nueva tecnología (Centers for Disease Control and Prevention (CDC) et al. 2020).

Una ventaja de la nanotecnología es que permite el desarrollo de nuevos materiales con propiedades y usos diferentes a los que comúnmente se encuentran en la naturaleza, y dado que los materiales a nanoescala requieren menos reactivos,

ahorran energía y optimizan los procesos (Ramsden et al. 2011). Un área en la que la nanotecnología está sobresaliendo es la medicina para tratar enfermedades, en algunos casos utilizando nanopartículas de oro. Además, estos nanomateriales se han utilizado en una variedad de productos, como pinturas para mejorar el brillo y la dureza y reducir la corrosión, así como textiles, donde brindan protección antibacteriana y UV, entre otros (Gupta et al. 2008, Wong et al. 2006).

Debido a su auge en los últimos años, la nanotecnología está presente en muchas áreas relacionadas con el medio ambiente, la salud y la tecnología. Por ello, colabora con otras ciencias como la biología, la medicina, la química, la física y otras. Gracias a las nanociencias, ha sido posible obtener nuevos nanomateriales que presentan propiedades catalíticas, eléctricas, ópticas, biológicas y magnéticas, así como un aumento del área superficial en relación con el volumen (Karkare et al. 2008).

2.2 Concepto de nanopartículas

La nanotecnología describe a las ciencias y técnicas que se aplican a un nivel de nanoescala, es una de las áreas de investigación mas activas en la ciencia debido al gran interés y creciente desarrollo de técnicas para sintetizar y caracterizar materiales y dispositivos a escala nanométrica. Hoy en día las tecnologías requieren reducir lo mas posible el tamaño de los componentes que utilizan con propiedades específicas que realicen algún tipo de reacción útil, razón por la cual, la producción de nanopartículas es uno de los desafíos mas importantes de la nanotecnología.

En relación con sus dimensiones físicas, las nanopartículas se definen como partículas que poseen un tamaño en un intervalo de 1 a 100 nm (1 Nanómetros = 1.0×10^{-7} centímetros). Estas dimensiones son comparables a las de los virus, que miden entre 70 y 90 nm, aunque en el aire estos pueden formar partículas virales de mayor tamaño (Figura 2. 1) (Alphang et al. 2021).

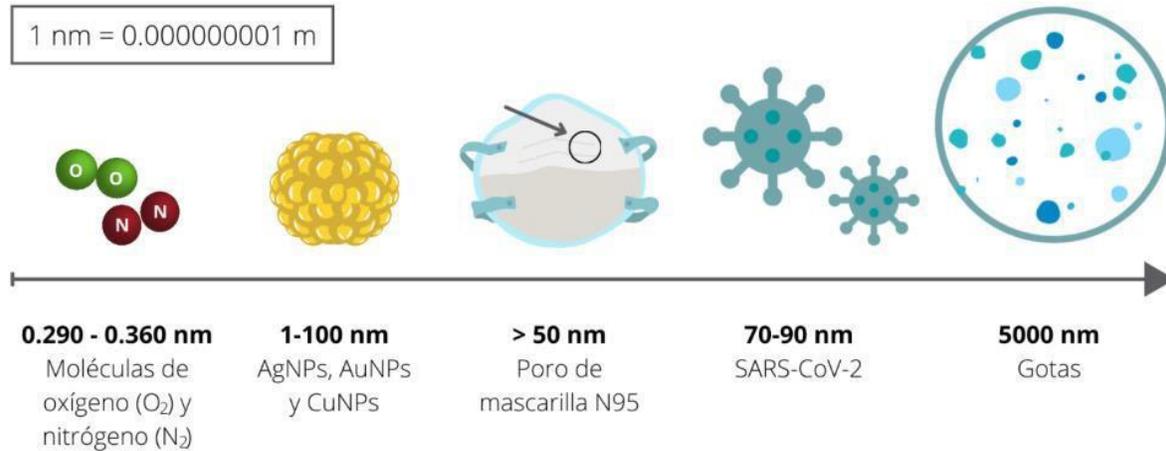


Figura 2. 1 Esquema de comparación del diámetro del SARS-CoV-2 y otras dimensiones en la escala nanométrica (Alphang et al. 2021)

Existen dos maneras de obtener nanopartículas, la primera es conocida como “top-down”, el cual parte de un material de mayores dimensiones y trata de descomponer una sustancia sólida. Este proceso se realiza por procedimientos como corte y molienda, la desventaja que presenta es que los materiales obtenidos presentan imperfecciones en su estructura. Dado que la condensación de partículas pequeñas también tiene lugar simultáneamente con la pulverización, es difícil obtener tamaños de partícula de menos de 3 μm por refinado de grano. Por otro lado, el otro método es conocido como “bottom-up” que parten de las estructuras más pequeñas como átomos y moléculas que se auto organizan para obtener estructuras de mayor tamaño. La ventaja de este método es que se obtienen estructuras con características definidas pues el proceso permite controlar mejor su tamaño y forma. Las técnicas que se utilizan en el método “bottom-up” son síntesis química, síntesis en fase gaseosa, entre otras técnicas más (Ghosh et al. 2009, Varadan et al. 2010).

La forma y tamaño de las nanopartículas es importante, puesto que de esto dependen sus propiedades, por lo tanto, es importante escoger los adecuados agentes reductores, precursores y estabilizantes, pues son los que definen en estas características. El agente reductor cede electrones a un agente oxidación que los adquiere en una reacción de reducción-oxidación, en la que se da una transferencia de átomos y electrones, es el responsable de la forma de las nanopartículas luego de la síntesis. El precursor químico es una sustancia indispensable o necesaria para producir otra mediante los compuestos químicos que constituyen una primera etapa en un proceso químico y que actúan como sustrato en las etapas posteriores. (Altavilla et al. 2017, Ghosh et. al 2009).

2.3 Nanopartículas de plata (AgNPs)

La preparación de nanopartículas (NPs) metálicas es de gran interés debido a sus propiedades ópticas, catalíticas, bactericidas, entre otras. Estas propiedades dependen del tamaño, forma y la dispersión de las NPs, que pueden ser controladas a partir del método de síntesis. dentro de los parámetros que influyen en la morfología de las nanopartículas se encuentran la elección del agente reductor, las cantidades relativas y las concentraciones de reactivos, la temperatura y la duración de la reacción (Solomon et al. 2007).

Estudios recientes han mostrado que las AgNPs son altamente efectivas como agentes antimicrobiales contra bacterias y virus. Diferentes rutas de producción han sido investigadas. Algunas están basadas en la reducción de nitrato de plata por borohidruro de sodio o citrato de sodio. Otros métodos incluyen el uso de microondas, electrolisis, condensación, microemulsión y foto reducción de iones de Ag (Moralez et al. 2009).

2.3.1 Propiedades físicas de las AgNPs

La forma de la nanopartícula es una característica importante que se toma en cuenta para las posibles aplicaciones en el área de la nanotecnología. En base a su forma encontramos nanopartículas esféricas, cilíndricas, en barras y plaquetas. Sus propiedades físicas están relacionadas con su tamaño y composición química. Debido a las nuevas aplicaciones encontradas para las nanopartículas, se busca la preparación de nuevos métodos de síntesis con un mejor control en los parámetros de crecimiento, dirigidos a la producción de nanopartículas con propiedades a la medida para aplicaciones específicas, por lo que es fundamental la comprensión del mecanismo de formación, así como de su crecimiento (Pattabi et. al 2009)

La longitud de onda a la cual se detecta la absorción de las nanopartículas depende de factores como tamaño de partícula, morfología, naturaleza del medio que lo rodea, así como distancia promedio entre nanopartículas vecinas, entre otros (Mock et al. 2002). Las técnicas más utilizadas para la identificación y caracterización de nanopartículas de plata son: espectrofotometría ultravioleta visible (UV-Vis), apoyado por el uso del microscopio electrónico de transmisión (TEM) (Matsumura et al 2011).

La Figura 2. 2 muestra el espectro de absorción UV-Vis de nanopartículas de plata que aumenta la intensidad del pico de absorción al incrementar el tamaño de las nanopartículas donde se observa una variación del diámetro de las NPs de 20 a 80 nm, y a su vez, disminuye en el ancho de la banda, mientras que al disminuir el tamaño de las partículas, ocurre el efecto contrario, el espectro de absorción de nanopartículas es menos intenso y con un incremento en el ancho de la banda (Petit et al. 1993, Pal et al. 2008).

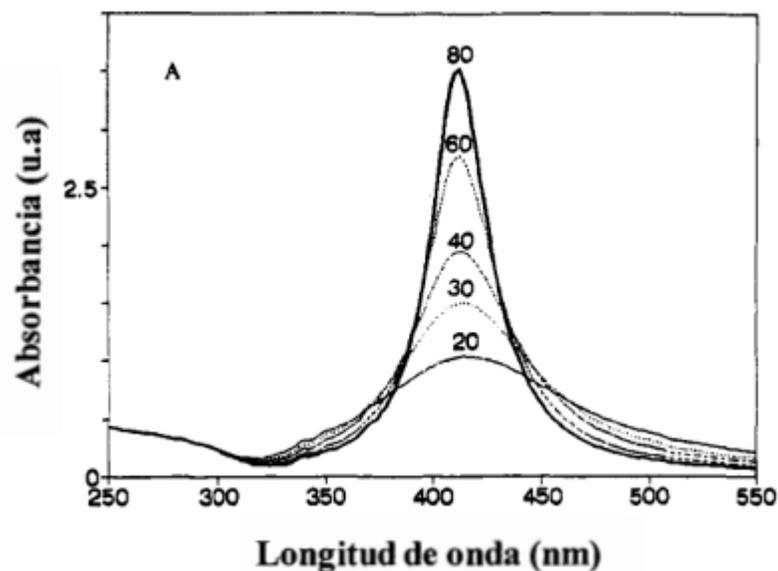


Figura 2. 2 Espectro UV-vis de AgNPs de diferentes tamaños (Petit et al. 1993)

2.3.2 Área superficial de las AgNPs

El área superficial específica disponible de las nanopartículas de plata para reacciones químicas e interacciones superficiales se incrementa significativamente con la disminución del tamaño. Sin embargo, el control del tamaño en la síntesis de nanopartículas representa un paso crucial en la preparación de formulaciones con funcionalidades específicas deseadas (Jeong et al. 2005).

2.3.3 Toxicidad de las AgNPs

Los efectos, sobre la salud humana, de la exposición a cualquier sustancia van a depender de la dosis, la duración y el tipo de exposición a ésta. La exposición al polvo como nanopartículas con niveles relativamente altos de compuestos de plata, como el nitrato de plata o el óxido de plata, puede causar problemas respiratorios, irritación en

los pulmones y la garganta, así como dolor de estómago. Se han observado estos efectos en los trabajadores de las plantas químicas donde se produce nitrato de plata y óxido de plata. (Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades (ATSDR) et al. 1999).

Para la aplicación práctica de telas recubiertas con nanopartículas de plata, especialmente en apósitos antisépticos, se realizó un experimento de irritación de la piel utilizando conejillos de indias de acuerdo con el código de cosméticos coreanos funcionales, que es la pauta oficial para las pruebas de irritación de la piel, regulada por la administración de alimentos y medicamentos de Corea (KFDA). En estas pruebas se observó que no se presenta edema en las pieles probadas con la tela por lo cual se puede concluir que estas telas con nanopartículas de plata no causan irritación en la piel al estar en contacto directo. Por lo que tiene aplicación médica para tratamiento de quemaduras y heridas en la piel, y como un antiséptico universal para aparatos de aplicaciones clínicas (Lee et al. 2013).

La plata nanométrica ha sido utilizada en una gran cantidad de productos para el cuidado de la salud, como preparaciones para quemaduras, sistemas de purificación de agua y dispositivos médicos, entre muchos otros, todos ellos están directamente en contacto con el ser humano sin llegar a ser perjudiciales de ninguna manera. Tan es así, que las nanopartículas de plata tienen abierta una nueva era en la lucha contra las enfermedades como fibrosis quística, síndrome de inmunodeficiencia adquirida y en el tratamiento de heridas (Varsha et al. 2007). También se ha demostrado in vitro la interacción de nanopartículas de plata de 1-10 nm con el virus HIV-1 que inhiben la unión del virus a las células (Smetana et al. 2008).

2.3.4 Propiedades antibacteriales y antivirales

Las acciones antibacteriales y antivirales de la plata, iones plata, y compuestos de plata han sido ampliamente estudiadas. Entre los agentes antibacteriales inorgánicos la plata ha sido identificada como un material extensamente estudiado desde tiempos atrás para luchar contra las infecciones, debido a que tiene una historia en curaciones de heridas que data de al menos 2000 años, en la antigua Roma y Grecia (Varsha et al. 2007, Wu et al. 2009).

Las civilizaciones más antiguas como los egipcios o los fenicios ya construían las cisternas de almacenamiento de agua con plata para reducir las enfermedades causadas por el consumo de aguas contaminadas o para mantenerla en buenas condiciones durante sus largas travesías en barco (Smetana et al. 2008).

Los compuestos con AgNPs son agentes antimicrobiales atractivos debido a dos ventajas únicas (Wu et al. 2009):

- 1.- Poseen un amplio espectro antimicrobial contra las bacterias constituidas por el tipo de membrana, tanto Gram positiva, como Gram negativa.
- 2.- Pueden atacar múltiples blancos u objetivos celulares dentro de las bacterias, y por consiguiente proporcionan a la bacteria menos oportunidad para desarrollar resistencia a las nanopartículas.

La plata ha sido descrita como "oligodinámica" porque tiene la capacidad de ejercer un efecto bactericida a bajas concentraciones, y es capaz de acabar con más de 650 tipos de microorganismos que causan enfermedades (Raffi et al. 2008).

2.4 Nanopartículas de titania (TiO₂NPs)

Uno de los nanomateriales más utilizados en la industria química es el dióxido de titanio (TiO₂). El titanio es un elemento de transición de baja densidad, lustroso y blanco, altamente resistente a la corrosión, anfótero y muy estable químicamente. Está disponible en la forma de óxido de titanio, dióxido de titanio, trióxido de titanio y pentóxido de titanio.

El TiO₂ es un material adecuado para su uso industrial debido a su no toxicidad y bajo coste. Éste existe en formas amorfas y cristalinas. La forma amorfa es fotocatalíticamente inactiva. Por otro lado, existen tres formas cristalinas naturales de TiO₂: anatasa, rutilo y brookita. Las formas de anatasa y rutilo tienen una estructura tetragonal, mientras que la estructura de brookita es ortorrómbica. La brookita es menos común que las dos otras formas y es mucho más difícil de obtener. La anatasa y el rutilo son fotocatalíticamente activos, mientras que a la brookita nunca se le ha comprobado actividad fotocatalítica (Chaudhari et al. 2012).

Cuando una superficie tratada con un material fotocatalítico como el dióxido de titanio, es expuesta a la luz UV, se genera una excitación de los electrones en la banda de valencia y estos saltan a la banda de conducción, resultando en la formación de un agujero positivo (p+) en la banda de valencia y la ganancia de un electrón (e-) por parte de la banda de conducción. El agujero positivo oxida los contaminantes para producir radicales HO·, mientras que el electrón en la banda de conducción reduce al oxígeno adsorbido al fotocatalizador.

Es importante mencionar que, dado que el TiO₂ solo actúa como catalizador, este no se agota y puede seguir actuando durante exposiciones posteriores. Esto lleva a valorar otra de las bondades de este producto ya que, en la actualidad, los materiales reutilizables, sin residuos y en general amigables con el medio ambiente, son lo que más se busca.

El dióxido de titanio al ser irradiado tiene capacidad de destruir compuestos orgánicos, inactivar microorganismos patógenos y generar superficies hidrofílicas, esta propiedad ha generado que este material pueda ser aplicado como superficies auto limpiantes y bactericidas (Heller et al. 1995, Fujishima et al. 2000). Esta técnica es de gran valor debido a que es posible utilizar la energía solar, bajo el espectro ultravioleta, y reducir costes de mantenimiento y uso de detergentes. Otra aplicación prometedora de auto limpieza es la que se presenta en textiles recubiertos con TiO_2 , estudios realizados por equipo de trabajo el año 2015 reportan decoloración de manchas de café y vino en algodón tratado y textiles sintéticos al ser irradiados con luz solar (Rtimi et al., 2015). Esta propiedad de auto limpieza del TiO_2 puede ser aprovechada en prácticamente cualquier tipo de fibra. Sin embargo, resulta de gran interés evaluar los resultados en tejidos 100% de algodón. La fibra de algodón es en su mayoría celulosa, un polímero natural formado únicamente por unidades de glucosa lo que lo convierten en un homopolisacárido. Con esta fibra es posible obtener tejidos con suavidad y permeabilidad al aire lo que la ha hecho la fibra natural más popular del mundo (Huang et al. 2004).

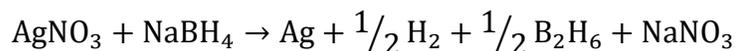
En el proceso fotocatalítico, se emplea un TiO_2 como catalizador para degradar los compuestos orgánicos bajo la activación de la luz ultravioleta (UV). Entre los fotocatalizadores las TiO_2NPs son el más popular siendo reconocido como el fotocatalizador más eficiente, no tóxico y estable (Zuluaga et al. 2009, Uddin et al. 2007).

2.5 Métodos de síntesis de las nanopartículas

Las AgNPs pueden ser sintetizadas mediante gran variedad de métodos, sin embargo, la reducción química ha sido uno de los métodos más utilizados. El método de reducción química empleando nitrato de plata como material de plata y borohidruro de sodio como agente reductor, permite obtener soluciones coloidales de plata amarilla, estable y transparente. Un exceso de NaBH_4 es necesario para reducir los

iones de Ag^+ y para estabilizar las AgNPs que se forman. La reacción química correspondiente es:

Ecuación 1



La adsorción de NaBH_4 en el textil juega un papel clave para llevar a cabo la síntesis, tiene el propósito de poder reducir los cationes de plata y estabilizar las NPs que se vayan generando. La cantidad de NaBH_4 debe ser suficiente para estabilizar las partículas.

Otro método de síntesis denominado Método de Reducción Química en Fase Acuosa, se basa en síntesis de las AgNPs a través del método de reducción química del nitrato de plata (AgNO_3) en agua, empleando como agente reductor y para estabilización y control del tamaño de partícula la polivinilpirrolidona (PVP). El método consiste en disolver PVP en 100 ml de una solución acuosa 12mM de AgNO_3 , manteniendo la relación molar entre la unidad repetitiva del PVP y Ag, la mezcla se agita en ultrasonido a temperatura ambiente durante 30 minutos. Luego, se calienta a razón de $2^\circ\text{C}/\text{min}$ y manteniéndose durante 2h a 85°C (Saenz et al. 2011).

2.6 Caracterización de las nanopartículas

Cuando se trabaja con partículas tan pequeñas se requiere de tecnología avanzada con el fin de obtener las características ópticas y estructurales de las nanopartículas, la caracterización de las nanopartículas es crucial para lograr entender y controlar su síntesis. Entendemos por caracterización, la determinación de diferentes parámetros, como son el tamaño, la forma, área superficial, orientación, dispersión, etc. Esta caracterización se lleva a cabo por diferentes técnicas instrumentales.

2.6.1 Espectroscopia UV-visible

La espectrofotometría UV-visible es una técnica analítica que permite determinar la concentración de un compuesto en solución. Se basa en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez que la cantidad de luz absorbida depende de forma lineal de la concentración. Para hacer este tipo de medidas se emplea un espectrofotómetro, en el que se puede seleccionar la longitud de onda de la luz que pasa por una solución y medir la cantidad de luz absorbida por la misma.

Cuando la luz atraviesa la muestra, la cantidad de luz absorbida es la diferencia entre la intensidad de la radiación incidente (P_0) y la cantidad de radiación transmitida (P). Se define la transmitancia como

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

y la absorbancia como

$$A = -\log (\%T)$$

En la mayoría de las aplicaciones se utiliza la absorbancia, ya que esta se relaciona con la concentración de manera lineal. La manera en que se relaciona la absorbancia con la concentración nos la da la ley de Lambert-Beer

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

donde ϵ es la absorptividad molar, b el tamaño de la celda y c la concentración (Owen et al. 2000).

Se debe señalar que existirá un pico característico de pendiente de la muestra, esto debido a la resonancia del plasmon superficial que es un conjunto de excitaciones de electrones. La resonancia del plasmon se produce debió a la oscilación de electrones libres de nanopartículas metálicas en resonancia con la onda de luz, este

fenómeno se produce únicamente en materiales metálicos. Por otro lado, la ubicación del plasmón dependerá de que tanto las partículas absorban o dispersen la luz a longitudes de onda específicas. Cabe mencionar que las nanopartículas que proceden de metales presentan resonancia de plasmón superficial en el visible e incluso en el infrarrojo (Cobley et al. 2009).

Las AgNPs presentan una resonancia del plasmón superficial que se produce en el rango del visible que va desde 300 a 438 nm. Por lo tanto, con la respuesta de estos plasmones se puede tener información de la forma y tamaño de las nanopartículas (Casanova et al. 2018, Mulfinger et al. 2007).

2.6.2 Microscopia electrónica de barrido SEM (Scanning Electron Microscope)

El Microscopio electrónico de barrido o SEM (Scanning Electron Microscopy), utiliza un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen ampliada de la superficie de un objeto. Es un instrumento que permite la observación y caracterización superficial de sólidos inorgánicos y orgánicos.

El microscopio electrónico de barrido está equipado con diversos detectores, entre los que se pueden mencionar: el detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retrodispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) permite coleccionar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis semicuantitativo y de distribución de elementos en superficies.

El proceso comienza cuando los electrones que provienen de una fuente se aceleran hasta alcanzar energías entre cientos de eV y 50 keV a través de ánodo para luego pasar por unos lentes magnéticos y posteriormente llegar a la muestra. Los electrones realizan un barrido y esta misma por su parte emite electrones secundarios

y de retrodispersión que irán hacia un colector que posteriormente los transformara en luz visible, esta a su vez se dirige hacia un amplificador que proyectara la imagen deseada. Las emisiones de energía se traducen en picos espectrales de intensidad variable, lo que da como resultado un perfil de espectro, que identifica los diferentes elementos inorgánicos presentes en la muestra (es decir, plomo, hierro, cobre, zinc, etc.) (Joshi et al. 2008).

Mediante esta técnica se puede realizar también microanálisis químico elemental para determinar la presencia cualitativa y/o semicuantitativa de elementos que forman las fases presentes en una muestra. Con este fin se emplea la técnica de espectroscopia de dispersión de electrones, o por sus siglas en inglés (EDS). En la Figura 2. 3 se puede observar el esquema del microscopio con sus partes detalladas (Pineda et al. 2015).

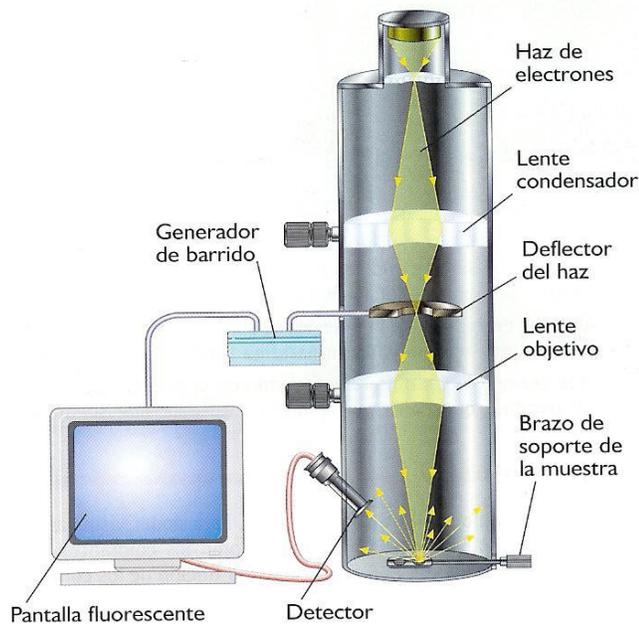


Figura 2. 3 Esquema del microscopio electrónico de barrido (SEM)

La preparación de las muestras es relativamente simple. Las principales características que deben tener es ser sólidas y conductoras. La Figura 2. 4 muestra un ejemplo de la posibilidad de obtener imágenes de fibras textiles recubiertas con nanopartículas.

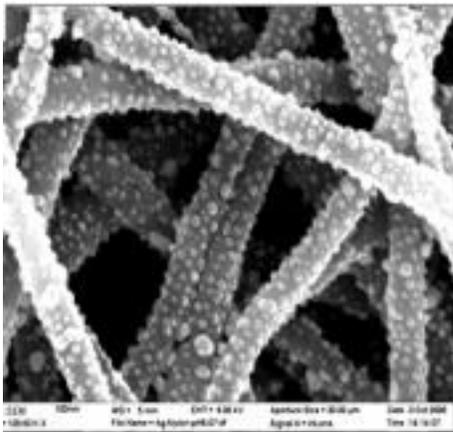


Figura 2. 4 Micrografías nanofibras de nylon 6 cubiertas con nanopartículas de plata (Joshi et al. 2008)

2.6.3 Espectroscopía de dispersión de energía EDS (Energy Dispersive Spectroscopy)

Para determinar la composición elemental de las muestras estudiadas se utilizó la técnica de Espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDS, por sus siglas en inglés); ésta utiliza una sonda adicional en el equipo de microscopía electrónica de barrido. El principio básico de operación de esta técnica consiste en hacer incidir un haz de electrones sobre la muestra, con energías entre 1.5 y 3 veces la energía de ionización con lo que se logra desprender electrones profundos en los átomos, generando un hueco listo para que otro electrón de un nivel de energía superior ocupe su lugar, generándose la emisión de energía como rayos X (Figura 2. 5). La energía de estas radiaciones es igual a la diferencia entre las energías de ambos niveles y es, por lo tanto, característica del átomo considerado. Entonces, mediante el análisis de

excitados y muestran los modos de vibración específicos, característicos de cada estructura molecular que depende de la fuerza de enlace, estructura, masas de los átomos

2.7 Nanotecnología aplicada en el sector textil

Si bien la nanotecnología se ha aplicado en diferentes campos como el electrónico, médico, entre otros, el ámbito textil ha sido uno de los más estudiados y en el que se ha incursionado en gran medida. Esto debido a que en la actualidad se cuenta con muchas herramientas y técnicas para la obtención de productos textiles que ha permitido la modificación y mejoramiento de características ya existentes como son retención de color, flexibilidad, durabilidad, entre otros. Por otro lado, se ha podido descubrir nuevas características aplicables en textiles como son el cuidado de la piel, curación de heridas, auto limpieza, propiedades antiestáticas y antibacterianas, entre otras. La versatilidad que presenta promete grandes avances tecnológicos que buscan facilitar y mejorar la vida de las personas (Kaounides et al. 2007).

La modificación de los productos textiles a través de la incorporación de nanocompuestos poliméricos, así como también la modificación superficial de los materiales textiles con materiales nanoestructurados metálicos e inorgánicos se han desarrollado debido a las propiedades únicas que presentan estas estructuras. Los tratamientos antibacterianos aplicados en textiles buscan en primer lugar evitar el contagio de enfermedades o problemas de infección en heridas, además buscan evitar el mal olor producido por la transpiración o la suciedad. Finalmente se busca evitar el deterioro de las prendas que puedan ser atacadas por microorganismos (Chapman et al. 2012). La plata es uno de los nanomateriales más utilizados para este fin, lo cual evidencia claramente la importancia de estudios relacionados con este tema (Kaounides et al. 2007).

Aunque hay requerimientos comunes en la mayoría de los textiles, como serían altos niveles de resistencia, durabilidad, resistencia al desgarre de la tela, etc., dependiendo de la aplicación surgen otros distintos a los tradicionales, como serían flexibilidad, suavidad, respirabilidad, propiedades ópticas, etc., que sólo son posibles a través de los avances recientes en materiales (Ashby et al. 2009). Se ha reportado que las AgNPs han sido utilizadas en productos tales como cosméticos, dispositivos médicos desinfectantes y en el empaque de alimentos (Wasmuth et al. 2016). Estas nanopartículas han mostrado actividad antimicrobial en telas de algodón contra (Bera et al. 2015), así como antifúngicas (El-Rafie et al. 2010).

2.8 Tejido de algodón

2.8.1 Características del tejido de algodón

Los textiles juegan un papel importante en nuestra vida cotidiana, todos deberíamos tener conocimiento sobre las fibras básicas y sus propiedades. Las fibras textiles son utilizadas en un amplio rango de aplicaciones para cubrir, calentar, de adorno personal e incluso para mostrar la riqueza personal. La tecnología textil ha recorrido un largo camino buscando cumplir estos requisitos.

La urdimbre y la trama son los dos componentes básicos que se utilizan en el tejido para convertir el hilo en tela (Figura 2. 6). Los hilos de urdimbre longitudinal se mantienen estacionarios en tensión en un marco o telar mientras la trama transversal se pasa y se inserta por encima y por debajo de la urdimbre. La urdimbre debe ser fuerte para mantenerse bajo alta tensión durante el proceso de tejido, a diferencia de la trama que casi no soporta tensión. (Coats et al. 2022).

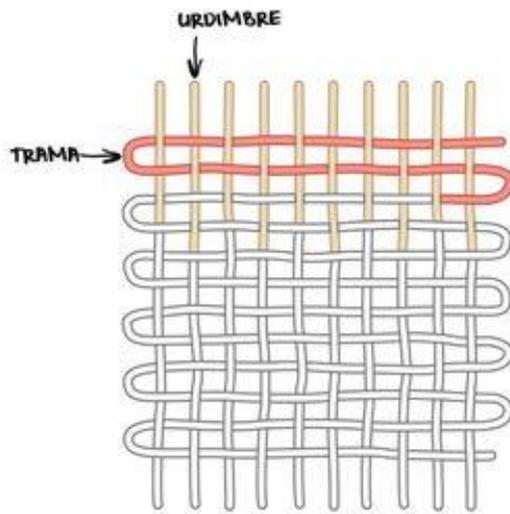


Figura 2. 6 Esquema de urdimbre y trama en tela

La palabra algodón significa tejido fino. El algodón es un tejido de origen natural que se remonta a la antigüedad y cuya procedencia originaria corresponde a la India, aunque es conocida también su expansión en el antiguo Egipto y México.

Las características y propiedades del algodón lo hacen ser uno de los cultivos textiles más extendidos y demandados por la sociedad. El algodón tiene unas características excepcionales y por ello sigue siendo la fibra natural más popular y utilizada en el mundo para la confección de ropa.

Las principales características y propiedades del algodón son:

Transpirabilidad: las telas de algodón, por su procedencia natural, permiten que el aire fluya libremente. Los tejidos fabricados en algodón absorben el sudor y permiten a la piel respirar. También, al permitir una ventilación apropiada, evita que puedan aparecer hongos.

Absorbencia: la tela de algodón puede absorber hasta 27 veces su peso en agua. Esto hace a la ropa de algodón sea la más apropiada contra el sudor, es tela la más utilizada para confeccionar toallas y paños.

Tejido hipoalergénico: se trata de un tejido dermatológicamente testado, que atenúa y ayuda a prevenir los riesgos de irritaciones, picores, infecciones y alergias. Por ello es el tejido más recomendado en el uso para la ropa que vaya pegada al cuerpo.

Suavidad: es un tejido de tacto suave y agradable que proporciona una máxima protección a la piel que se encuentre en contacto con él.

Versatilidad: Las fibras de algodón pueden tejerse y trenzarse de muchas maneras diferentes, consiguiendo, por tanto, productos muy variados. Las fibras de algodón también se tiñen muy bien, permitiendo crear tejidos con colores vivos.

Durabilidad: las prendas de algodón son muy resistentes y duraderas. Soportan muy bien los lavados continuos a máquina y a elevadas temperaturas.

Los materiales fibrosos deben poseer ciertas propiedades para convertirse en una materia prima textil adecuada. Las propiedades que son esenciales para la aceptación como materia prima adecuada pueden clasificarse como “Propiedades Primarias”. Las demás propiedades que añaden un carácter o una estética específicos deseables al producto final y su uso pueden clasificarse como “Propiedades Secundarias” (Coats et al. 2022). En las tablas 2.1, 2.2 y 2.3 se describen las propiedades primarias, secundarias y efectos característicos de la tela de algodón.

Tabla 2.1 Propiedades físicas y químicas del algodón

Propiedad	Característica
Apariencia	Sólido formado por la mezcla de fibras cortas de origen textil, de color blanco.
Olor	Inodoro.
Estado físico	Sólido
pH	No aplica
Presión de vapor	No aplica
Densidad de vapor	No aplica

Punto de ebullición	No determinado
Punto de fusión	No determinado
Solubilidad en agua	Insoluble
Elasticidad	Bajo
Resistencia a solventes, químicos corrosivos y microorganismos	Bajo
Inflamabilidad	Alta

Tabla 2.3 Efectos de solventes y condiciones ambientales sobre la tela

Efecto	Comportamiento
Efectos a Ácidos	Se desintegra en calor y ácidos concentrados
Efectos a Solventes Orgánicos	Se oxida, se vuelve amarillo y pierde fuerza en exposición prolongada
Efectos a la luz solar	Se oxida, se vuelve amarillo y pierde fuerza en exposición prolongada
Efectos por limpieza y lavado	Se lava bien y la suciedad es fácilmente removida
Efectos a la transpiración	Resistente al sudor alcalino, ligero efecto de deterioro con sudor ácido
Efecto al calor	Resiste calor moderado

2.9 El efecto del pretratamiento con álcali en la adsorción de plata sobre el textil

El algodón como la fuente más importante y también la más pura de fibras de celulosa que se usa comúnmente para diferentes áreas de productos textiles. Se han realizado varios estudios sobre la modificación antimicrobiana de AgNPs sobre los textiles de algodón. En la mayoría de los casos, las AgNPs pre sintetizadas se depositaron sobre las fibras mediante procesos de inmersión, acolchado o pulverización (El-Rafie et al. 2010, Ilic et al. 2014). El principal problema de usar estos métodos es la baja adhesión de las NPs a las fibras que limita la deposición uniforme y también una alta cobertura de la superficie. Por lo tanto, encontrar nuevos métodos con mayor eficiencia para aumentar la deposición de AgNPs en textiles celulósicos es uno de los desafíos (Montazer et al. 2012, Shateri et al. 2009, Song et al. 2012).

El tratamiento alcalino de la celulosa tiene influencia sustancial en su estructura física, morfológica, molecular y supramolecular. El tratamiento álcali puede mejorar el brillo, la afinidad por el agua, la reactividad, la capacidad de teñido y la resistencia a la tracción (Bahar et al. 2007). Wade y Welch investigaron el efecto de los hidróxidos metálicos alcalinos en la activación del algodón, algunos de estos hidróxidos fueron LiOH, NaOH y KOH. Informaron que la activación alcalina tiene una eficacia sustancial en la bencilación del algodón (Wade et al. 1965). Por lo tanto, se sabe que la activación alcalina es un método eficaz para la modificación de la superficie de la fibra de celulosa con el fin de aumentar el depósito de AgNPs en los sustratos celulósicos.

2.10 Tejidos de algodón con AgNPs

Según estadísticas alrededor del 30 % de productos que usan nanotecnología contienen nanopartículas de plata, por lo que se puede decir que su campo de acción es bastante fuerte dentro de esta rama de productos (Reidy et al. 2013). Es por ello por lo que se ha buscado nuevas alternativas para controlarlos entre las que destaca el uso de material con AgNPs en diferentes presentaciones entre ellas la textil, esto

debido a que se encuentran en contacto directo con la piel de las personas lo que las hace más propensas al contagio de enfermedades (Perelshtein et al. 2008).

La aplicación que se desea dar a las NPs es la de incorporarlas en la tela de algodón. Esto debido principalmente a que la misma está formada por fibras naturales por lo que tiene mayor susceptibilidad a ser atacada por microorganismos, lo cual debido a la cercanía que tiene la tela con el cuerpo humano permite la transferencia de enfermedades, infecciones e incluso el incremento del mal olor corporal (Wasif et al 2009). Entre los productos desarrollados se encuentran, en el ámbito médico las máscaras de protección, vendajes, entre otros, porque en los hospitales es donde mayor posibilidad de contagio existe, debido a los distintos microorganismos presentes, la plata en textiles se usa no solo debido a sus buenas propiedades antimicrobianas sino por sus propiedades eléctricas, de conductividad térmica y de reflectividad óptica (Windler et al. 2013).

Por todo lo mencionado anteriormente mediante este proyecto se planteó la posibilidad de obtener un producto textil con NPs. Para ello como primer paso se obtuvieron nanopartículas, que, a su vez fueron incorporadas a la tela de algodón, la misma que fue expuesta con azul de metileno para determinar su actividad fotocatalítica.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo general

Sintetizar nanopartículas de plata sobre tela de algodón (100%) para analizar su actividad fotocatalítica.

3.2 Objetivos específicos

1. Sintetizar nanopartículas de plata ancladas a una fibra textil, utilizando un agente reductor y con un método apropiado que no dañe las fibras.
2. Utilizar técnicas de caracterización para determinar el tamaño y la estructura de las nanopartículas obtenidas: tales como: espectroscopía UV-visible, espectroscopía de reflectancia difusa (DRS), espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (FTIR-ATR) y microscopía electrónica de barrido y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (SEM-EDS).
3. Evaluar la efectividad fotocatalítica de las telas impregnadas con AgNPs modificadas con TiO₂.
4. Implementar una técnica fotocatalítica, con el fin de obtener un método que genere la máxima degradación de azul de metileno de la tela de algodón impregnada con AgNPs. Porque con ella se determinará la actividad fotocatalítica de las AgNPs e indirectamente su capacidad antiviral y antimicrobiana.

4 PARTE EXPERIMENTAL

En el presente capítulo se detalla la parte experimental seguida durante el desarrollo del proyecto, desde la preparación y técnicas de caracterización de las telas impregnadas hasta la realización de pruebas fotocatalíticas de las muestras.

Se describe la impregnación de los hilos de algodón con NPs de plata y titania, para posteriormente analizar su actividad fotocatalítica y realizar las técnicas de caracterización correspondientes.

4.1 Generalidades

Con el fin de cumplir con los objetivos establecidos, al inicio del proyecto se desarrolló una metodología general para la síntesis e impregnación de NPs en los hilos de algodón. A continuación, se detalla el procedimiento a seguir (Figura 4. 1).

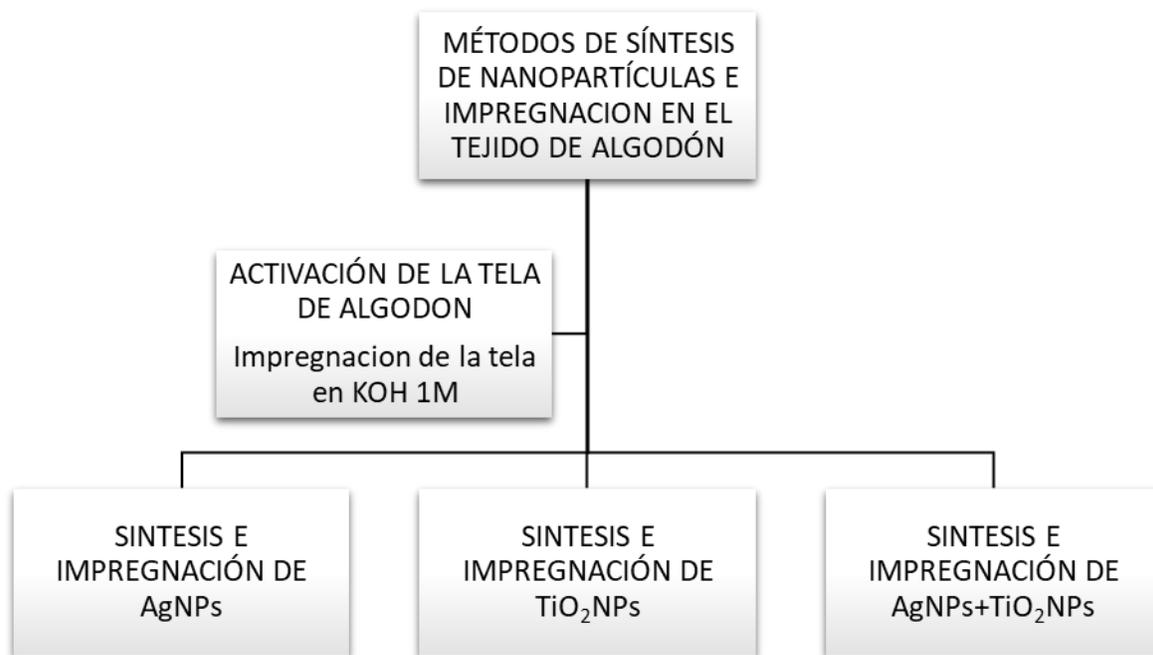


Figura 4. 1 Diagrama del procedimiento de activación e impregnación con nanopartículas de la tela de algodón

4.2 Procedimiento de activación de la tela de algodón

El pretratamiento del tejido se llevó a cabo para impregnarlo y así facilitar y mejorar el posterior anclaje de las nanopartículas sobre la muestra. Como procedimiento previo se realizó la activación de la tela de algodón preparando una solución de hidróxido de potasio (KOH) 1M. Se inició pesando 5.61 gramos de hidróxido de potasio y se aforó en un matraz de 100 ml con agua destilada. Posteriormente la tela de algodón se impregnó en la solución a temperatura ambiente bajo agitación constante durante 10 minutos, la tela se enjuagó con agua destilada y se secó a 90° durante 45 minutos.

4.3 Procedimiento de síntesis de nanopartículas de plata (AgNPs) en tela de algodón

La generación de AgNPs en una muestra de tela de algodón tratada (tela 100% algodón con tamaño de 5cm x 5cm) inició preparando una solución de AgNO_3 con concentración 0.02M, la muestra de tela fue sumergida en la solución de AgNO_3 bajo agitación moderada por 30 minutos a temperatura ambiente y se secó a 90°C durante 45 minutos. Posteriormente la tela fue sumergida en una solución de borohidruro de sodio (NaBH_4) con concentración 0.01M durante 30 minutos bajo agitación a temperatura ambiente para reducir la Ag absorbida. Al término de la reacción, la muestra fue enjuagada con agua para eliminar el exceso de reactivos y tratada térmicamente a 90°C por 45 minutos, finalmente se obtuvo una muestra de tela con nanopartículas de plata (Tela con Ag).

4.4 Procedimiento de síntesis de nanopartículas de titania (TiO_2 NPs) en tela de algodón

La generación de TiO_2 NPs en una muestra de algodón (tela 100% algodón con tamaño de 5cm x 5cm) se realizó mediante tratamiento hidrotermal. Se inició agregando en un matraz de 500 ml 1ml de butóxido de titanio (TBT), 100 ml de tert-butanol y 10 ml de ácido acético, se sumergió la tela y se dejó en calentamiento a 30°C durante 24 horas. Posteriormente la tela fue sumergida en autoclave con 60 ml de agua destilada y se dejó en tratamiento hidrotermal a 110°C durante 3 horas. La tela

fue secada a 50°C durante dos horas, finalmente se obtuvo una muestra de tela con nanopartículas de titania (tela con Ti).

4.5 Procedimiento de síntesis de nanopartículas de plata y titania (TiO₂-AgNPs) en tela de algodón

La generación TiO₂-AgNPs de una muestra de algodón (tela 100% algodón con tamaño de 5cm x 5cm) con nanopartículas de plata y titania se realizó comenzado con la síntesis de nanopartículas plata.

La muestra de tela de algodón al tener impregnadas las nanopartículas de plata (AgNPs) fue posteriormente tratada para su impregnación de nanopartículas de titania realizando el procedimiento de síntesis correspondiente, sumergiendo la tela en un matraz de 500 ml que contenía 1ml de butóxido de titanio (TBT), 100ml de terc-butanol y 10 ml de ácido acético, la muestra se dejó en calentamiento a 30°C durante 24 horas. Después, la tela fue sumergida en un autoclave con 60 ml de agua destilada y se dejó en tratamiento hidrotermal a 110°C durante 3 horas, la tela fue secada a 50°C durante dos horas. Finalmente se obtuvo una muestra de tela de algodón impregnada con nanopartículas de plata y nanopartículas de titania (tela con Ag-Ti) (Figura 4. 2).



Figura 4. 2 Muestras de tela impregnadas con TiO₂-AgNPs

5 ANÁLISIS DE RESULTADOS Y SU DISCUSIÓN

En este capítulo se presentan los resultados del proyecto, además de ofrecer una discusión de estos. Este apartado inicia con las técnicas de análisis de formación de nanopartículas de plata, seguido de los análisis de caracterización de cada muestra de tela impregnada con nanopartículas. Enseguida se presenta la sección relacionada con el análisis de resultados de las pruebas de actividad fotocatalítica de las muestras de tela y una discusión de estas.

5.1 Técnicas de análisis de aparición de nanopartículas de plata en la síntesis

Para realizar el análisis del desarrollo de AgNPs, durante la síntesis se realizaron valoraciones potenciométricas con el fin de detectar la presencia de las nanopartículas, una valoración potenciométrica consiste en medir el potencial a medida que se va agregando titulante para así ver el punto final de una reacción química, el punto final de la reacción será el punto de equivalencia, este es el punto en que la cantidad de valorante añadida es exactamente la necesaria para que reaccione estequiométricamente con el analito; asimismo mediante espectroscopía se observó su espectro UV para observar la presencia de nanopartículas de Ag.

Se realizaron dos titulaciones potenciométricas que consistieron en medir el potencial (voltaje) en dos soluciones por medio de un electrodo como función de volumen de agente titulante. El voltaje (E) que se mide en la solución por medio de un electrodo es representativo de la concentración de la especie en solución.

5.1.1 Titulación de NaBH_4 con AgNO_3

Para llevar a cabo una valoración potenciométrica se conectó un electrodo indicador y un electrodo de referencia a un pHmetro formando así una celda para medidas potenciométricas. A continuación, se midió y representó el potencial de celda (en unidades de voltios y pH) después de cada adición de reactivo valorante.

Inicialmente se realizó la titulación de NaBH_4 0.02M agregando alícuotas de AgNO_3 0.02M (Figura 5. 1), se midió el potencial eléctrico y pH de una solución de 25 ml de NaBH_4 0.02M, el cual dio un valor de -627(E). Posteriormente se agregó una muestra de tela pretratada con KOH, donde el valor de potencial cambió a -582 E y después se fueron agregando consecutivamente alícuotas de 5 ml de AgNO_3 , en cada adición del precursor se midió el cambio de potencial eléctrico (E) y de pH, interpretando que conforme disminuyó el potencial y el pH se crearon AgNPs hasta que hubo un exceso de AgNO_3 .

Para representar el potencial (E) en función del volumen de AgNO_3 , tal como se observa en la Figura 5. 2 se obtiene una gráfica en forma de curva sigmoidea. El punto final se estima en el punto medio del tramo de subida rápida de la curva.

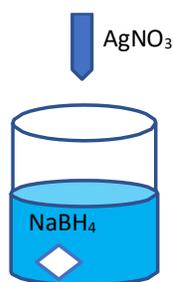


Figura 5. 1 Esquema de titulación de NaBH_4 con AgNO_3

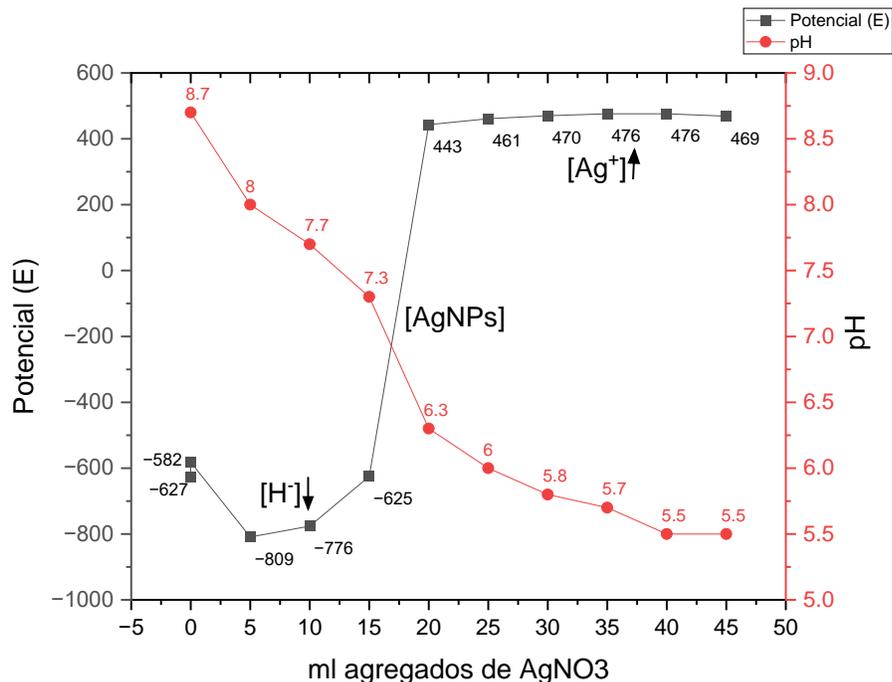


Figura 5. 2 Curva de titulación de NaBH₄ agregando AgNO₃ en presencia de la tela

Mediante el método de la primera derivada se determinó el punto de equivalencia del AgNO₃ teniendo los valores de potencial vs volumen del titulante agregado durante la titulación, en la Figura 5. 3 se observa que el punto de equivalencia aparece en 20ml con una variación de 1068 V.

En conclusión, mediante la titulación de NaBH₄ con AgNO₃ se puede observar gráficamente que al ir agregando alícuotas de AgNO₃ se va creando una curva donde el punto de equivalencia es aquel en que las dos sustancias reaccionan por completo por lo que al ocurrir la reacción se tienen presentes las AgNPs, las cuales hacen contacto con la tela de algodón en la solución, ocurriendo asimismo su impregnación en ella.

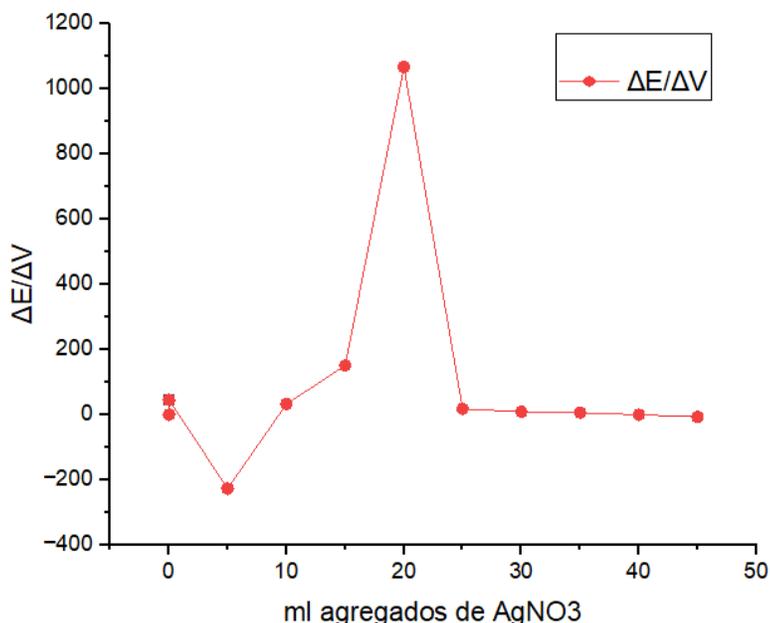


Figura 5. 3 Método de primera derivada para determinar punto de equivalencia

Durante la adición de precursor en la solución, se tomaron alícuotas de 0.2 ml por cada adición y estas fueron analizadas por Espectroscopía UV-Vis (Figura 5. 4) donde la posición de los picos de aproximadamente 390 nm corresponde a la presencia de partículas de Ag formadas por la adición de AgNO_3 en la solución de NaBH_4 .

Se observó que en la primera adición de 5ml de alícuota hubo aparición de AgNPs y posteriormente, se observó que en cada adición de alícuota la concentración de nanopartículas fue disminuyendo hasta la alícuota final de 45 ml donde se observó que hubo un exceso de precursor con un pico de aproximadamente 300nm que corresponde al exceso de AgNO_3 que es igual a la alícuota inicial de 0ml que corresponde al precursor en la solución antes de iniciar la valoración.

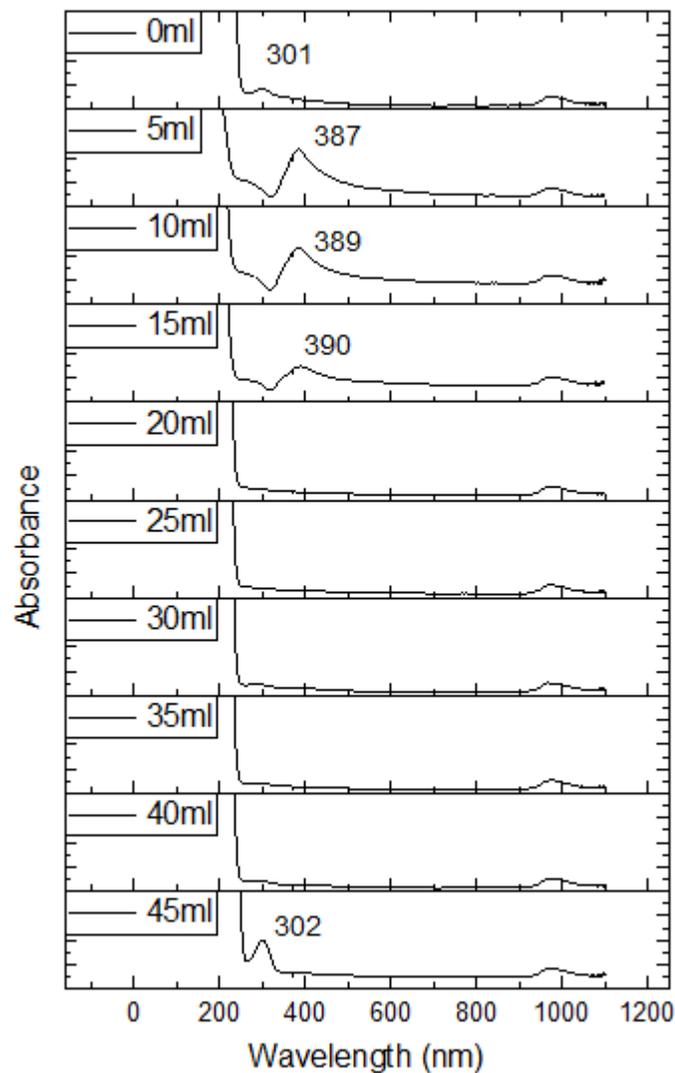


Figura 5. 4 Espectro UV-Vis de las alícuotas de la titulación de NaBH₄ agregando AgNO₃

5.2 Caracterización de las AgNPs y TiO₂NPs en la muestra de tela de algodón

Para observar las características de las telas al ser impregnadas con nanopartículas, se discutirán las muestras que fueron caracterizadas mediante espectroscopia de Reflectancia Difusa (DRS), espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (FTIR-ATR), microscopía electrónica de barrido y espectroscopia de rayos X de energía dispersiva (SEM-EDS). Cada muestra de tela fue rotulada de acuerdo con sus características para poder realizar cada análisis en las caracterizaciones, la muestra de algodón fue rotulada como Algodón, la muestra impregnada con nanopartículas de titania fue rotulada como tela con Ti, la muestra impregnada con nanopartículas de plata y titania fue rotulada como tela con Ag-Ti y la tela impregnada con nanopartículas de plata fue rotulada como tela con Ag.

5.2.1 Espectroscopia de Reflectancia Difusa (DRS)

De acuerdo con los procedimientos de síntesis de nanopartículas, se obtuvieron tres muestras de tela de algodón impregnadas, las cuales fueron rotuladas como tela con Ag, tela con Ti y tela con Ag-Ti. Este análisis se realizó mediante caracterización por espectroscopia de Reflectancia Difusa (DRS), la Figura 5. 5, muestra los espectros de absorción, donde cada tela analizada mostró una respectiva longitud de onda, en el cual, los espectros de absorción son característicos de las NPs que fueron impregnadas en las muestras de tela.

En la figura 5.5, el gráfico (a) corresponde a la tela de algodón sin nanopartículas que fue el gráfico de referencia para ver la diferencia en los espectros de las muestras que están impregnadas con nanopartículas. El gráfico (b) corresponde a la muestra de algodón impregnado con nanopartículas de titania (tela con Ti) que mostró un espectro de absorción entre 250 y 300 nm. El gráfico (c) corresponde a la muestra de algodón impregnada de nanopartículas de plata y titania (tela con Ag-Ti) que mostró un espectro de absorción entre 250 y 300 nm que corresponden a las nanopartículas de titania y una longitud de onda máxima de 427 nm que corresponde a las nanopartículas de plata. Por último, el gráfico (d), el cual corresponde a la muestra de

algodón impregnado de nanopartículas de plata (tela con Ag) y el cual mostró una longitud de onda máxima de 432 nm. En el gráfico (c) de tela con plata y titania y el gráfico (d) de tela con plata hay una espectro de absorción característico de las AgNPs, en la muestra con tela y titania la longitud de onda máxima es de 427 nm y en la muestra de tela solo con plata la longitud de onda máxima es de 437 nm.

La gráfica muestra que concentración de AgNPs fue mayor en la tela que solo contiene plata ya que su espectro de absorción tiene una longitud de onda máxima mayor en comparación con la tela que contiene nanopartículas de plata y titania, donde la curva espectral tiene menor absorbancia.

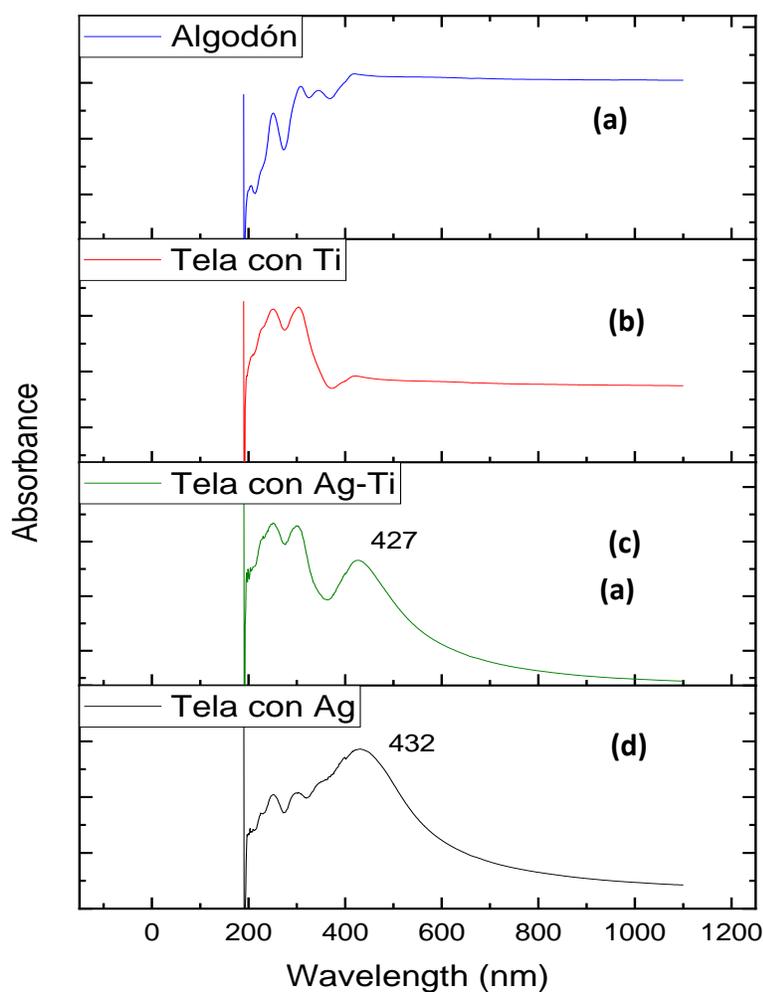


Figura 5. 5 Espectroscopia de Reflectancia Difusa (DRS) de las muestras de tela impregnadas con AgNPs y TiO₂NPs

5.2.2 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier y reflectancia total atenuada (FTIR-ATR)

La espectroscopia FTIR es una técnica muy utilizada y conocida que proporciona información cuantitativa y cualitativa sobre la estructura de un compuesto (grupos funcionales presentes). Cada molécula presenta una serie de bandas de absorción y ellas a su vez corresponden a un movimiento de vibración de un enlace específico; este grupo de bandas es conocido como "huella dactilar" (Bruker et al. 2023).

La espectroscopía infrarroja (IR) se basa en el hecho de que la mayoría de las moléculas absorben la luz en la región infrarroja del espectro electromagnético, convirtiéndola en vibración molecular. Esta absorción es característica de la naturaleza de los enlaces químicos presentes en una muestra. Se utiliza para estudiar e identificar sustancias químicas o grupos funcionales en forma sólida, líquida o gaseosa. El método o técnica de espectroscopía infrarroja se realiza con un instrumento llamado espectrómetro infrarrojo (o espectrofotómetro) que produce un espectro infrarrojo. Un espectro de infrarrojos se puede visualizar en un gráfico de absorbancia (o transmitancia) de luz infrarroja en el eje vertical frente a la frecuencia o longitud de onda en el eje horizontal.

La reflexión total atenuada (ATR) se ha convertido en la técnica estándar para la medición de espectros FT-IR. La luz infrarroja pasa a través de un cristal de un determinado material (diamante o germanio) e interactúa con la muestra, que se presiona sobre el cristal. Se obtiene un espectro que muestra bandas de absorción características específicas de la sustancia.

En la Figura 5. 6 se presentan los espectros ATR-FTIR en la región de 500 a 4000 cm^{-1} de los tejidos de algodón sin NPs y las telas impregnadas con NPs. Las bandas de absorción en la región de 900-1200 cm^{-1} y 1250-1500 cm^{-1} están asociadas con las vibraciones de C-O y C-H, que son los picos característicos de las fibras de celulosa y se observan en todos los espectros de las telas de algodón. La banda de 2910 cm^{-1} se puede atribuir a las vibraciones de estiramiento de C-H de la celulosa. Una banda

ancha entre 3100-3700 cm^{-1} centrada alrededor de 3334 cm^{-1} es característica del grupo funcional -OH (libre y unido por hidrógeno) (Barani et al. 2020).

Se determinaron los grupos funcionales que están presentes en las muestras de tela impregnadas, las bandas de resonancia observadas son correspondientes a las fibras de celulosa, los espectros de tela impregnada de NPs fueron similares a los de la muestra de algodón sin NPs. Los resultados de los espectros FTIR-ATR sugieren que la carga de partículas no cambió la estructura química de las fibras de algodón.

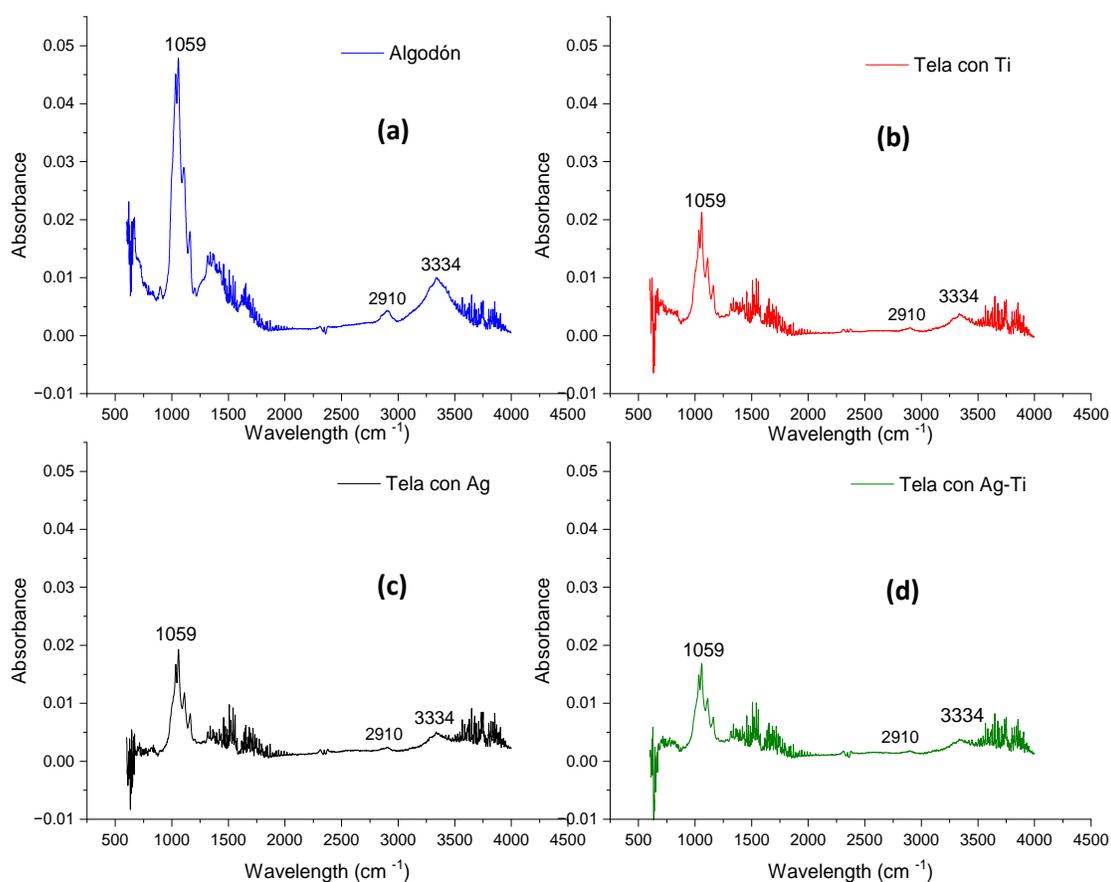


Figura 5. 6 Espectros ATR-FTIR de las muestras de tela

5.2.3 Microscopía electrónica de barrido y espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (SEM-EDS)

La microscopía electrónica se fundamenta en la emisión de un barrido de haz de electrones sobre la muestra, los cuales interaccionan con la misma produciendo diferentes tipos de señales que son recogidas por detectores. Finalmente, la información obtenida en los detectores es transformada para dar lugar a una imagen de alta definición de la topografía de la superficie de nuestra muestra (Innovation et al. 2021)

Los microscopios electrónicos de barrido (SEM) cuentan con un filamento que genera un haz de electrones que impactan con la muestra. Estos electrones interaccionan con la muestra que se está estudiando y devuelven distintas señales que son interpretadas por distintos detectores. Con esta información somos capaces de obtener información superficial de forma, topografía, textura y composición. Los detectores más habituales son los siguientes:

- Detector de electrones secundarios (SE)

Capta la energía proveniente de los electrones secundarios generados en el material por la interacción del haz de electrones. Aportan la información de la textura/topografía más superficial al provenir de la capa más externa.

- Detector de electrones retrodispersados (BSE)

Capta la energía proveniente de los electrones retrodispersados. Posee menos resolución de la superficie, pero es sensible a las variaciones en el número atómico de los elementos de la superficie, y por tanto en la composición.

- Detector de Rayos X (EDX, EDS o EDAX)

Este detector capta la energía proveniente de los rayos X generados en la superficie y son característicos de cada elemento de la muestra por lo que nos aportan información sobre la composición elemental. Cuando el análisis se aplica en un área, cabe la posibilidad de obtener un mapa con los diferentes elementos que posee el área seleccionada de la muestra, siendo representado cada elemento con un color diferente. Las emisiones de energía se traducen en picos espectrales de intensidad variable, lo que da como resultado un perfil de espectro, que identifica los diferentes elementos inorgánicos presentes en la muestra (es decir, plomo, hierro, cobre, zinc, etc.).

- ❖ Análisis SEM-EDS de tela de algodón impregnada con nanopartículas de plata

El espectro EDS (Figura 5. 7) exhibió señales elementales de átomos de plata sintetizados a alrededor de 3 keV y reveló una distribución homogénea de NPs. Informes anteriores también sugieren que el patrón EDS de AgNPs comúnmente exhibe un pico de absorción de casi 3 keV (Wang et al. 2016). Dentro de las composiciones se encontró un pequeño porcentaje de aluminio, el cual puede estar presente debido a algún tipo de impureza o contaminación en los reactivos o en el material utilizado para la síntesis de las nanopartículas.

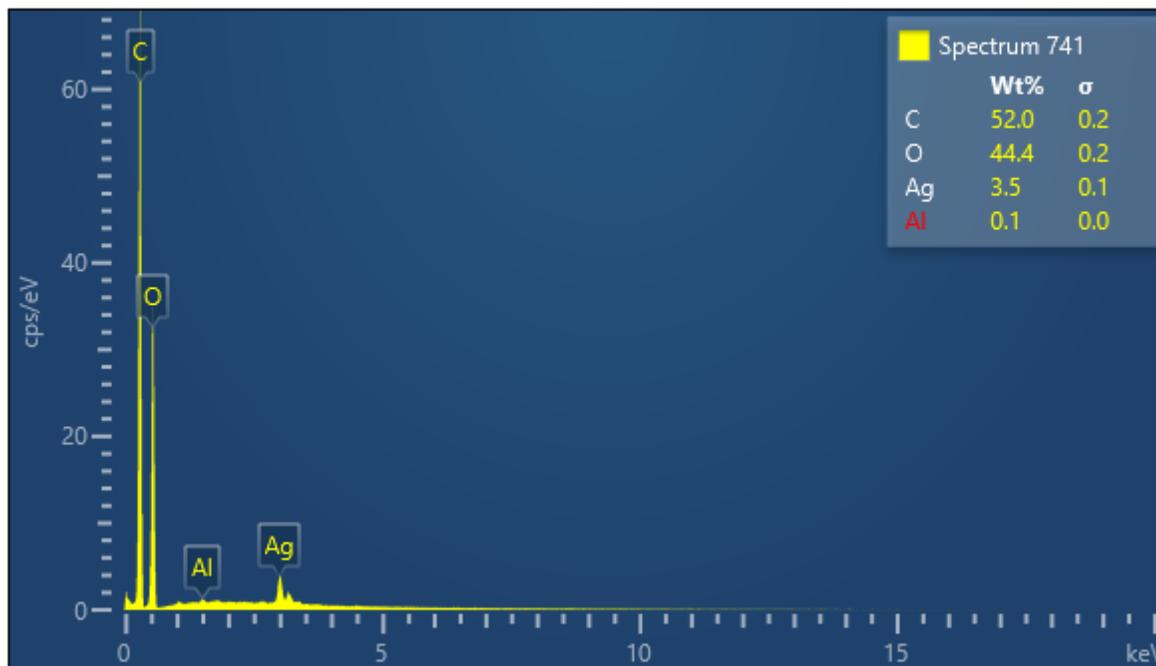


Figura 5. 7 Espectro de rayos X de dispersión de energía (EDS) de AgNPs sintetizadas

Una vez observada la composición química de la tela impregnada con AgNPs, se caracterizaron a nivel superficial con micrografías SEM e imágenes de mapeo elemental y se proporcionó más información de la topografía de la superficie de la muestra de tela.

En la Figura 5. 8a y 5.8b se pueden ver en conjunto el análisis elemental de las AgNPs, donde se detectó la presencia de NPs a través de las micrografías que confirma que la impregnación homogénea sobre el tejido de algodón. De igual manera en la Figura 5.8c y Figura 5.8d se muestran las micrografías SEM de los electrones retrodispersados y secundarios, donde se aprecia que las AgNPs fueron adheridas en la tela de algodón, lo que indica la buena calidad de depósito en la tela.

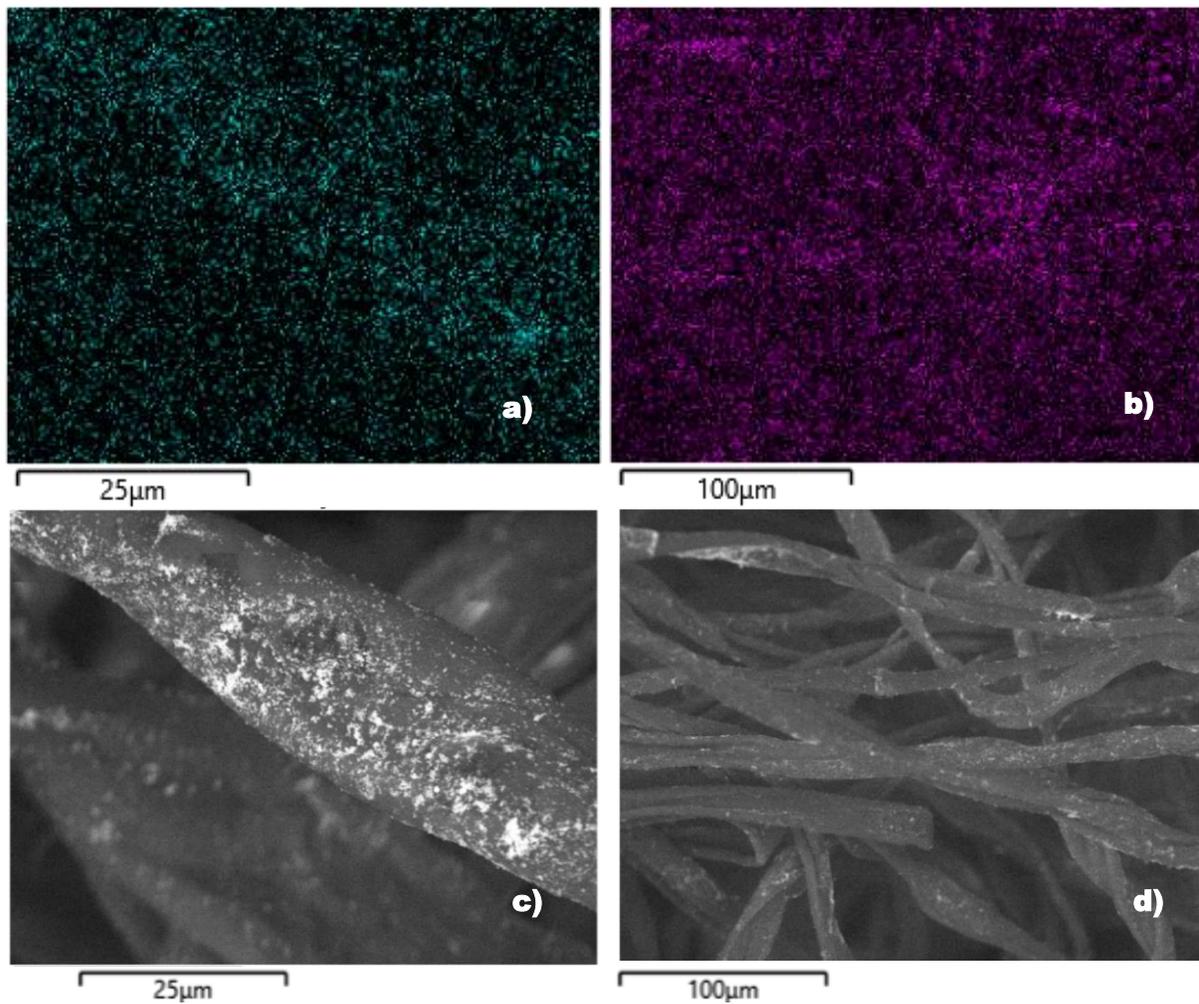


Figura 5. 8 Micrografías de tela con plata a diferentes escalas (c,d) y su correspondiente análisis elemental de plata (a,b).

❖ Análisis SEM-EDS de tela de algodón impregnada con nanopartículas de titanio

La Figura 5. 9 muestra los espectros de dispersión de energía de rayos X de la muestra de tela de algodón impregnada con nanopartículas de titanio. En este análisis se obtuvo la composición elemental de las muestras, obteniéndose altos porcentajes de titanio a una energía aproximada de 4.5eV (Aravind et al. 2021).

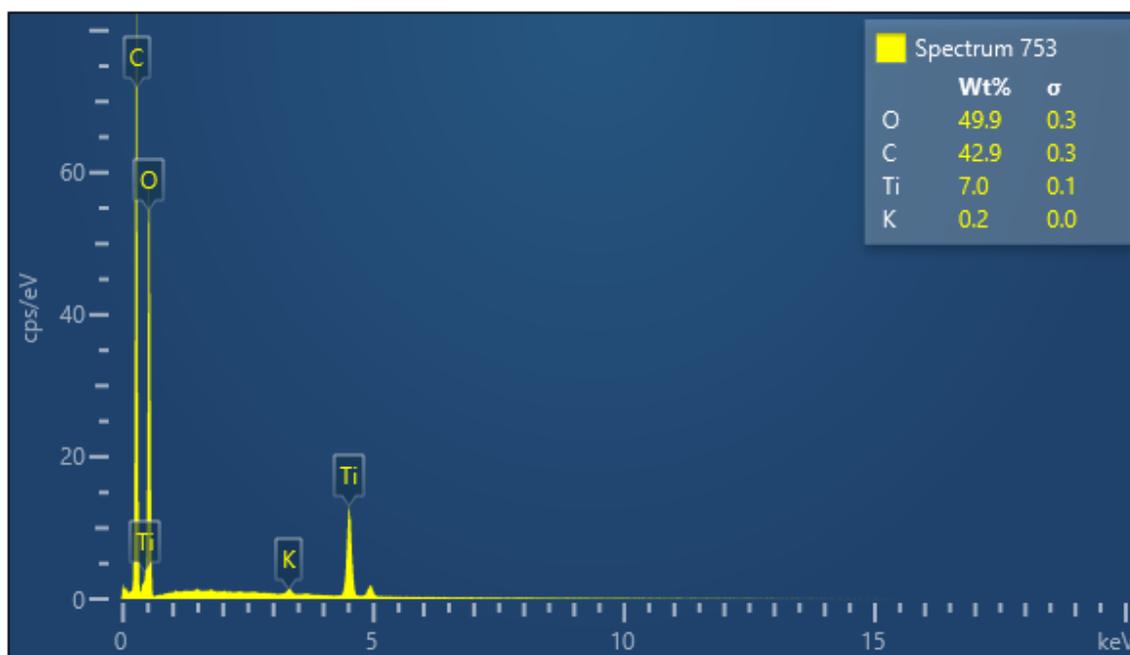


Figura 5. 9 Espectro de rayos X de dispersión de energía (EDS) de TiO_2 NPs sintetizadas.

Una vez comprobada la composición química de la tela impregnada con nanopartículas de titanio, se caracterizaron a nivel superficial con micrografías SEM e imágenes de mapeo elemental del microscopio electrónico y se proporcionó más información en los detalles de la topografía de la superficie de la muestra de tela. En la Figura 5. 10a y Figura 5. 10b se pueden ver en conjunto el mapeo elemental de las

NPs, donde se detectaron TiO_2 NPs a través de las micrografías que confirma que las nanopartículas fueron adsorbidas homogéneamente sobre el tejido de algodón. De igual manera en la Figura 5. 10c y Figura 5. 10d se muestran las micrografías SEM en las que se aprecia que las nanopartículas de titanio adheridas en la tela de algodón, lo que indica una buena calidad de depósito en la tela.

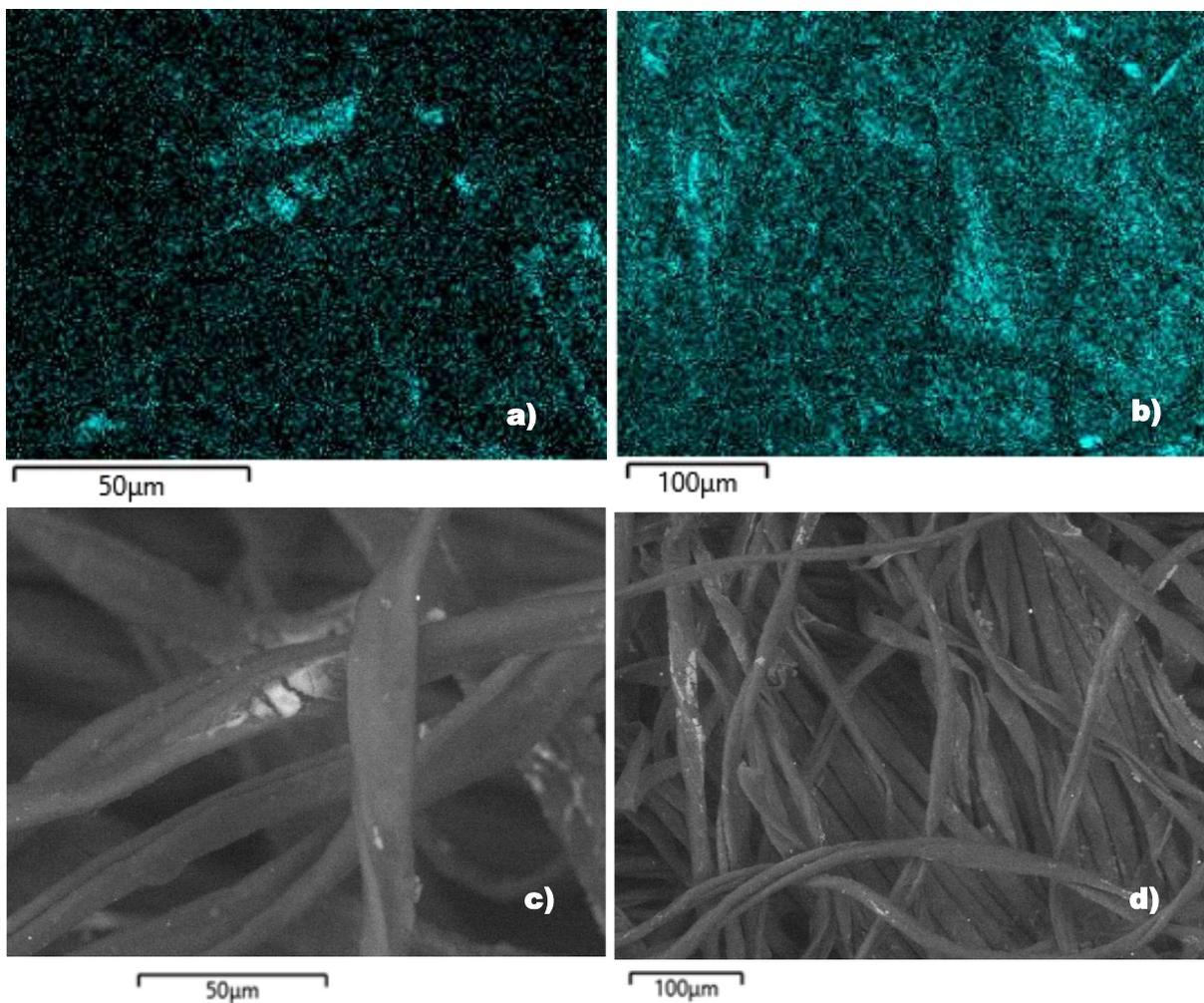


Figura 5. 10 Micrografías de tela con titanio a diferentes escalas (c,d) y su correspondiente análisis elemental de titanio (a,b).

❖ Análisis SEM-EDS de tela de algodón impregnada con nanopartículas de plata y titanía

La Figura 5. 11 muestra los espectros de dispersión de energía de rayos X de la muestra de tela de algodón impregnada con nanopartículas de titanía y plata. . En este análisis se obtuvo la composición elemental de las muestras, obteniendo un porcentaje de titanía con una energía aproximada de 4.5eV y 3.0eV para las nanopartículas de plata. Dentro de las composiciones se puede encontrar un pequeño porcentaje de aluminio, el cual puede estar presente debido a algún tipo de impureza o contaminación en los reactivos o en el material utilizado para la síntesis de las nanopartículas.

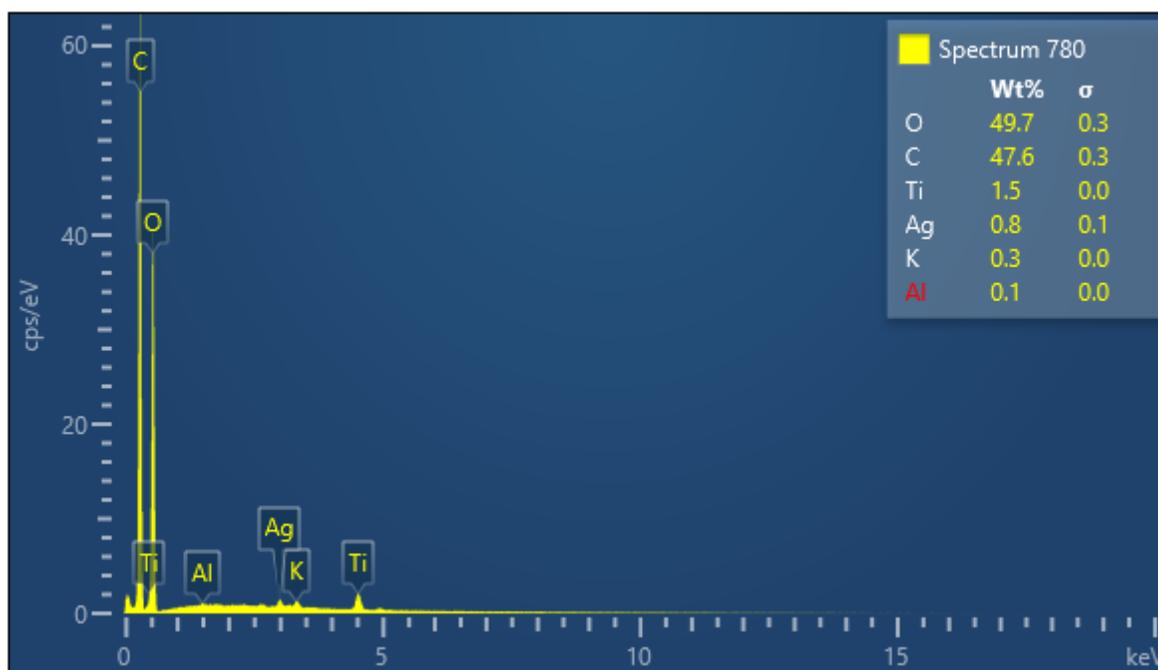


Figura 5. 11 Espectro de rayos X de dispersión de energía (EDS) de AgNPs y TiO₂NPs.

Una vez comprobada la composición química de la tela impregnada con nanopartículas de titania, se caracterizaron a nivel superficial con micrografías SEM e imágenes de mapeo elemental del microscopio electrónico y se proporcionó más información en los detalles de la topografía de la superficie de la muestra de tela. En la Figura 5. 12a y Figura 5. 12c se pueden ver en conjunto el mapeo elemental de las TiO_2 -AgNPs correspondientes a la micrografía SEM de 50 micrómetros de acercamiento, en la (Figura 5. 12e) se observa la micrografía SEM y se confirma que las nanopartículas fueron adsorbidas homogéneamente sobre el tejido de algodón. De igual manera en la Figura 5. 12b y Figura 5. 12d se pueden ver en conjunto el mapeo elemental de las nanopartículas de plata y titania que corresponde a la micrografía SEM de 100 micrómetros de acercamiento (Figura 5. 12) en las que se aprecia que las nanopartículas de plata y de titania adheridas en la tela de algodón, lo que indica la buena calidad de depósito en la tela.

El análisis SEM-EDS proporcionó información mediante imágenes de las muestras sobre como las NPs fueron absorbidas en la tela. Mediante SEM se pudo observar el análisis topográfico de la superficie de la tela de algodón, en las imágenes se pudo observar como las NPs fueron impregnadas de manera uniforme en la tela, así también se observaron regiones de la tela donde la cantidad de nanopartículas esta más concentrada, pero mediante el mapeo elemental se corroboró que las NPs se absorbieron de manera uniforme en toda la tela. Asimismo, el análisis EDS permitió observar las emisiones de energía de los rayos X mediante picos espectrales que ayudó a identificar los diferentes elementos presentes en la muestra tales como la plata y titanio.

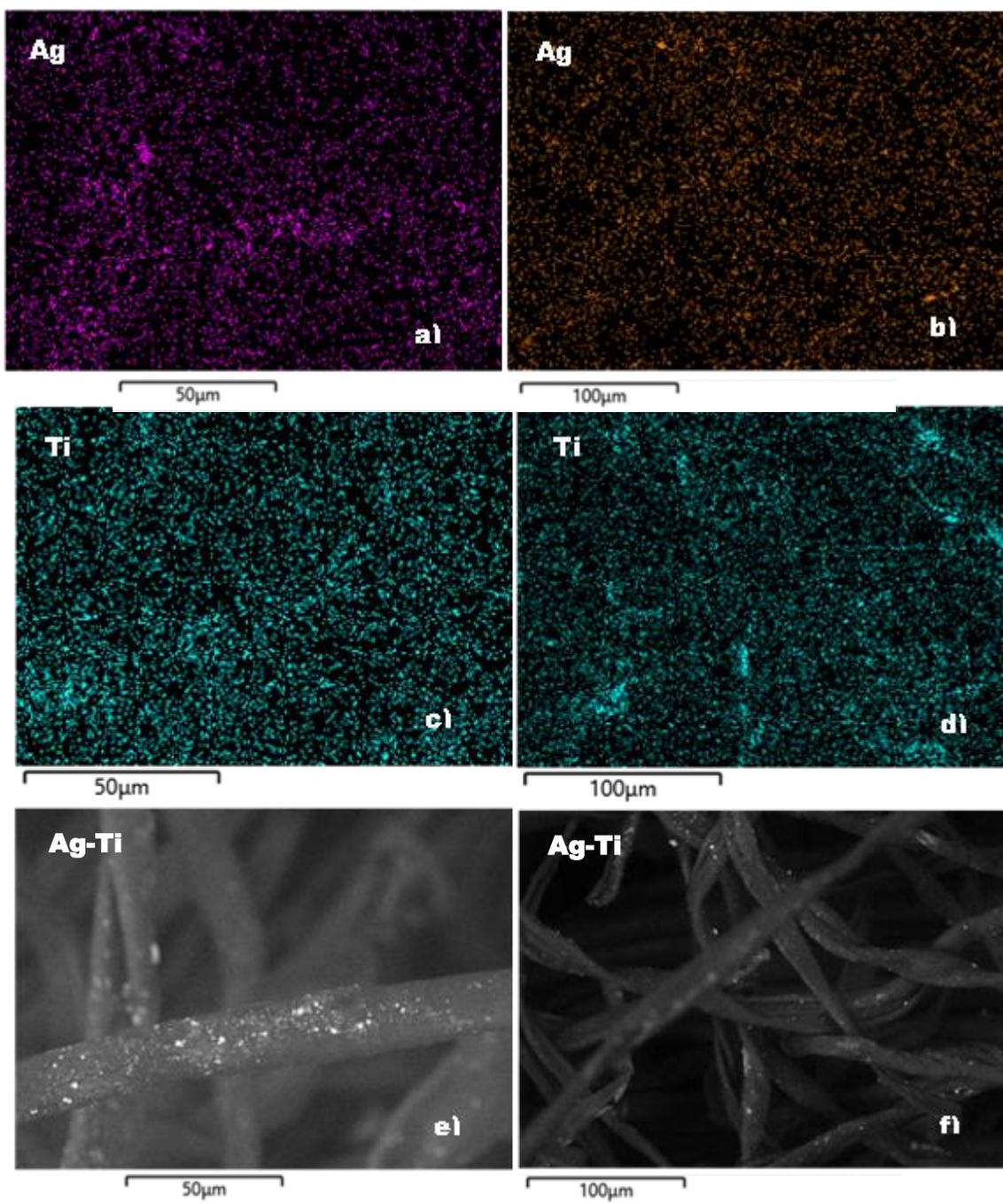


Figura 5. 12 Micrografías de tela con plata y con titanio a diferentes escalas (e,f) y su correspondiente análisis elemental de plata (a,c) y titanio (b,d).

5.3 Prueba de tracción y fuerza de compresión de la tela

Para convertir el hilo en un tejido o tela se utilizan dos componentes básicos que son la urdimbre y la trama (Figura 5. 13). Los hilos de urdimbre son longitudinales y se mantienen estacionarios en tensión en el telar mientras la trama transversal se pasa e inserta por encima y por debajo de la urdimbre.

Mediante un dinamómetro, se registró la fuerza de resistencia (N) de tracción y compresión (Figura 5. 14) de las fibras de algodón antes y después de ser tratadas con hidróxido de potasio 1M (Tabla 5.1) y lavadas por 5 minutos en un baño por ultrasonido.

Mediante esta prueba se pudo determinar que después de que las telas fueran ser pretratadas, la fuerza de tensión tuvo un aumento poco significativo al no alterar la fuerza de tracción y compresión de la tela y que indicó que la tela no perdió fuerza, por lo que fue posible el poder trabajar con tela de algodón en los experimentos.

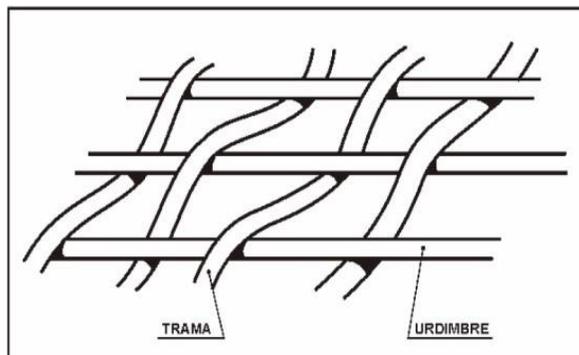


Figura 5. 13 Esquema del tejido textil



Figura 5. 14 Pruebas de tensión y compresión de las muestras

Tabla 5.1 Fuerza de tracción y compresión de la tela

Urdimbre Algodón (N)		Trama Algodón (N)	
Fuerza de tracción	Fuerza de compresión	Fuerza de tracción	Fuerza de compresión
8.34	10.13	3.18	2.7
9.64	10.95	3.17	2.31
8.33	9.07	4.36	2.99
8.47	9.75	4.35	2.79
9.51	9.86	3.53	2.67
Promedio	8.86	3.72	2.69

Urdimbre con KOH 1M (N)		Trama con KOH 1M (N)	
Fuerza de tracción	Fuerza de compresión	Fuerza de tracción	Fuerza de compresión
10.42	9.97	3.81	2.89
12.41	10.51	2.83	2.31
10.62	8.33	3.67	2.59
12.31	9.64	4.39	2.31
10.97	8.82	4.05	3.09
Promedio	11.35	3.75	2.64

5.4 Análisis fotocatalítico de la tela de algodón impregnada con NPs

Una amplia gama de NPs han sido inmovilizados en tejido de algodón, entre ellos el TiO_2 ha sido el más estudiado y ha recibido mucha atención debido a sus propiedades fotocatalíticas (bajo radiación ultravioleta) y de alta oxidación.

La actividad fotocatalítica (Figura 5. 15) es una forma prometedora de formar in situ nanocompuestos semiconductores de metales nobles al reducir los iones de metales nobles adsorbidos en la superficie de un semiconductor; un semiconductor puede ser excitado y luego generar electrones (e^-) y huecos (h^+) en la banda de conducción (CB) y banda de valencia (VB), si la separación de las cargas se mantiene, el electrón y el hueco pueden migrar a la superficie de TiO_2 donde son capaces de reaccionar con las especies absorbidas sobre el TiO_2 , generalmente el hueco de la banda de valencia puede reaccionar con H_2O o con OH^- del medio para producir el radical hidroxilo ($\cdot\text{OH}$), y el electrón de la banda de conducción puede reaccionar con el oxígeno disuelto en el agua para generar el radical superóxido ($\cdot\text{O}_2^-$). Los radicales $\cdot\text{OH}$ y $\cdot\text{O}_2^-$ son oxidantes fuertes que atacan fácilmente a cualquier molécula orgánica absorbida cerca de la superficie de TiO_2 provocando así la degradación de la materia orgánica (Chen et al. 2010).

La fotogeneración de pares de huecos de electrones (e^- , h^+) y fotodegradación de azul de metileno por AgTiO_2NPs en la superficie de tela están asociados con varias reacciones. En primer lugar, los pares electrón-hueco se fotogeneran en la superficie de TiO_2 , dependiendo de la energía fotónica de la luz incidente. El e^- fotogenerado se puede transferir a la Ag, mientras que el O_2 adsorbido en la superficie de las AgNPs o TiO_2NPs se reduce a $\cdot\text{O}_2^-$. El h^+ puede oxidar el H_2O adsorbido en la superficie del TiO_2 , dando lugar a la formación de radicales hidroxilo $\cdot\text{OH}$ (da Silva et al. 2022)

Los electrones acumulados en Ag o en TiO_2 en la banda de conducción CB se transfieren al oxígeno adsorbido en la superficie de Ag para formar radicales de anión superóxido ($\cdot\text{O}_2^-$), que pueden iniciar aún más la reacción de degradación de azul de

metileno. Simultáneamente, los agujeros fotogenerados en el TiO_2 en la banda de valencia VB reaccionan con H_2O para formar especies de oxígeno altamente activas $\cdot\text{OH}$. Los $\cdot\text{OH}$ y $\cdot\text{O}_2^-$ generados son los responsables de la degradación del colorante (Abid et al. 2017).

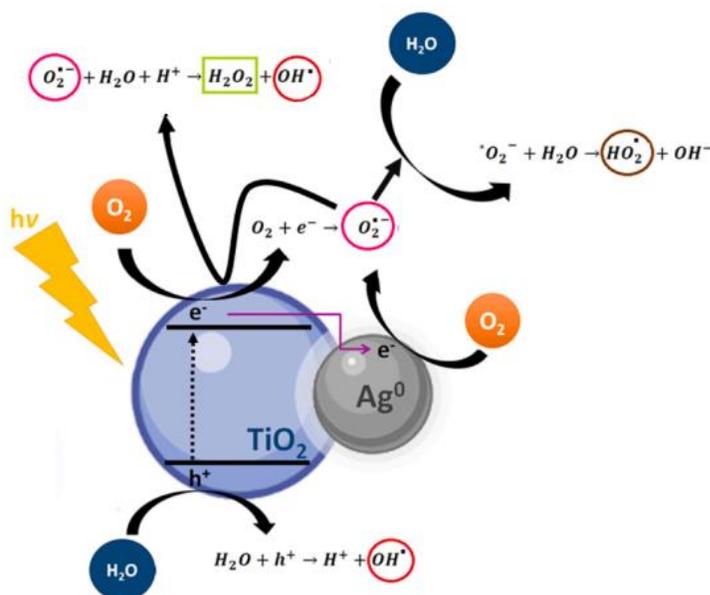


Figura 5. 15 Ruta fotoquímica para la formación de nanocompuestos con TiO_2 . CB: banda de conducción; VB: banda de valencia; M: Ag; e^- : electrones fotoexcitados; h^+ : agujeros fotoexcitados; NP: nanopartículas.

En este trabajo se demostró que la fotocatalisis mediante la asociación de AgNPs con las de TiO_2 NPs es un enfoque valioso para aumentar la actividad fotocatalítica bajo irradiación de luz visible sin excluir el efecto beneficioso de Ag para inhibir el crecimiento de microorganismos (Abid et al 2017).

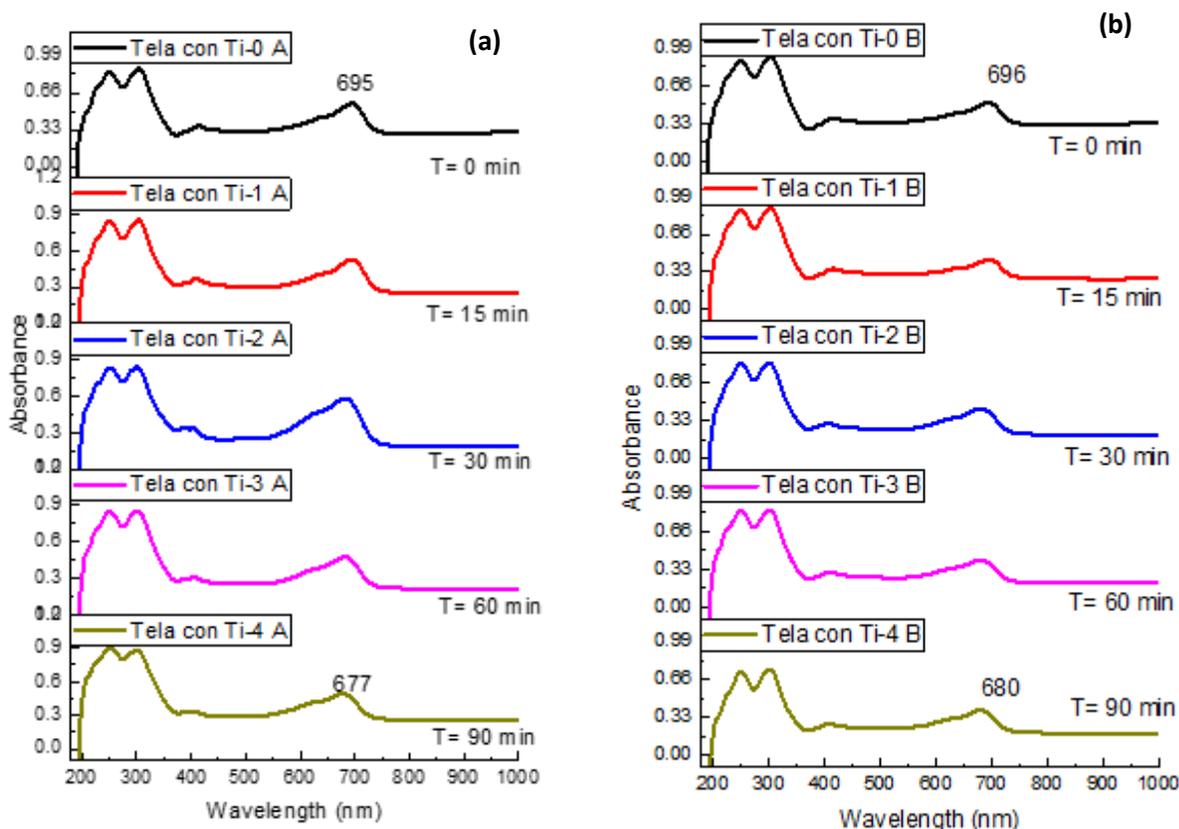
5.4.1 Espectroscopia de Reflectancia Difusa (DRS) en telas impregnadas con Azul de Metileno

Una vez caracterizadas las muestras de TiO_2NPs y AgNPs , se realizaron pruebas de fotodecoloración de azul de metileno (AM) en las telas impregnadas. Por medio de un fotorreactor (Figura 5. 16) se creó un sistema cerrado donde la intensidad de la luz ultravioleta con una densidad de potencia constante de 170W incidió sobre las telas impregnadas con NPs y azul de metileno. Las telas fueron expuestas a la luz UV durante periodos de tiempo, y posteriormente, se analizó la decoloración mediante Espectroscopia de reflectancia difusa (DRS).



Figura 5. 16 Fotorreactor utilizado para realizar las pruebas de fotocatalisis de las muestras

Mediante espectroscopia de reflectancia difusa (DRS) se analizaron muestras de tela con AgNPs (Tela Ag), tela con Titania (Algodón Ti) y tela con AgNPs y Titania (Tela Ag-Ti), impregnadas con azul de metileno 5ppm que fueron expuestas a luz ultravioleta por periodos de 15 minutos. La Figura 5. 17 corresponde a los espectros de las muestras del lado A y el lado B, tomando en cuenta que el lado “A” es el lado que fue expuesto a la luz ultravioleta y donde se impregnó con azul de metileno la tela al inicio y al final de la exposición, la posición de los picos ayudó a observar la degradación al inicio y al final del experimento, se tomó en cuenta la degradación en cada tela con AgNPs y con Titania observando los puntos máximos de absorción de azul de metileno en cada muestra, al comparar ambos lados de las muestras y cada tipo de tela se concluyó que la tela con plata y Titania (Tela con Ag-Ti) muestra una mayor degradación en ambos lados comparadas con las telas con plata y sin Titania, las telas de Titania sin plata y las muestras sin NPs.



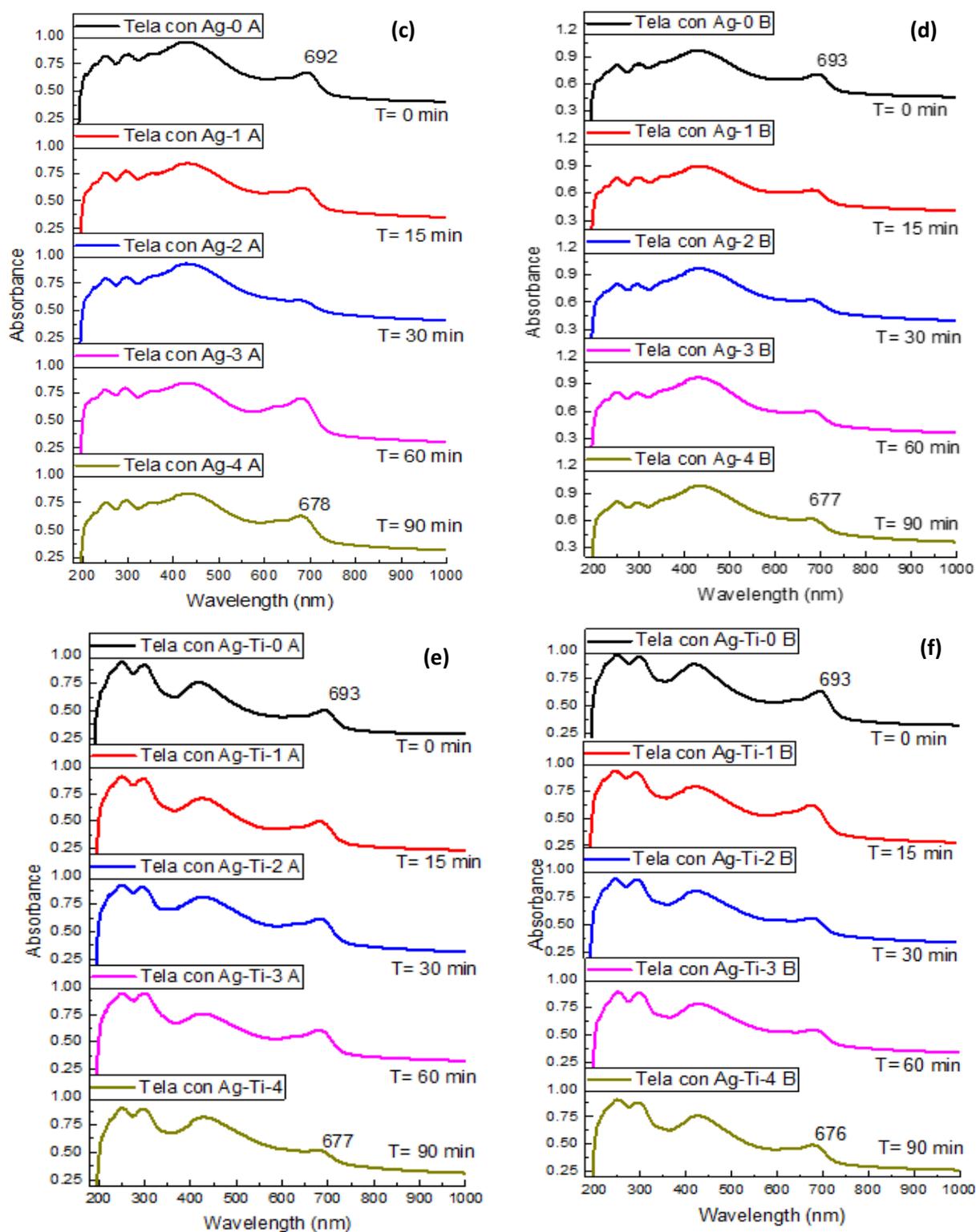


Figura 5. 17 Espectroscopia de reflectancia difusa de (a) tela con Titania (Algodón Ti) lado A, (b) tela con Titania (Algodón Ti) lado B, (c) tela con AgNPs (Tela Ag) lado A, (d) tela con AgNPs (Tela Ag) lado B, (e) tela con AgNPs y Titania (Tela Ag-Ti) lado A y (f)

Los resultados de la impregnación demostraron que hay una decoloración de azul de metileno. En la Figura 5. 18 se observó la disminución de colorante en cada muestra de tela por ambos lados, se graficó la diferencia de concentración de azul de metileno en cada periodo de tiempo, donde C_0 es la concentración de solución inicial de colorante y C_F es la concentración de solución de colorante después de la degradación, la concentración relativa (C_F/C_0) se puede calcular mediante la absorbancia relativa (A_F/A_0) ya que la disminución de absorbancia es relativa a la concentración:

$$\frac{A_F}{A_0} \propto \frac{C_F}{C_0}$$

Los gráficos mostraron que la tela con plata y titanio (Tela con Ag-Ti) en ambos lados mostró mayor diferencia de degradación comparada con las otras muestras.

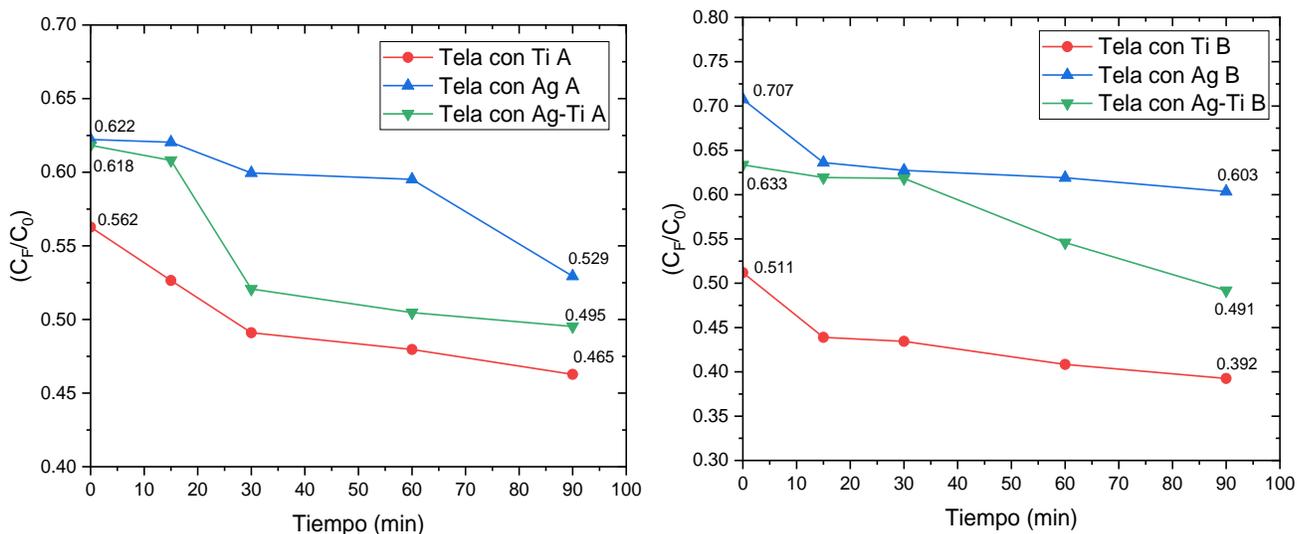


Figura 5. 18 Seguimiento de la decoloración de azul de metileno en las telas en los lados A y B.

La actividad fotocatalítica se evaluó mediante el modelo cinético de pseudo primer orden, que es adecuado para casos fotocatalíticos con baja concentración de colorante e implica un efecto predominante de la etapa de adsorción (Yuste et al. 2003).

Ecuación de Primer orden

$$\ln\left(\frac{C}{C_0}\right) = -k t$$

donde C_0 es la concentración inicial de solución de azul de metileno; C es la concentración de azul de metileno en la solución después de tiempo de iluminación; k es la constante de velocidad de la reacción fotocatalítica (min^{-1}). La Figura 5. 19 muestra que el proceso de degradación que se ajusta a la cinética de primer orden.

La tabla 5.2 y la Figura 5. 20 muestran los resultados que indican que el mayor valor de la constante de velocidad fue de $2.9 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ en el lado A y $2.6 \times 10^{-2} \text{ min}^{-1}$ en el lado B para la tela con plata y Titania (Tela con Ag-Ti).

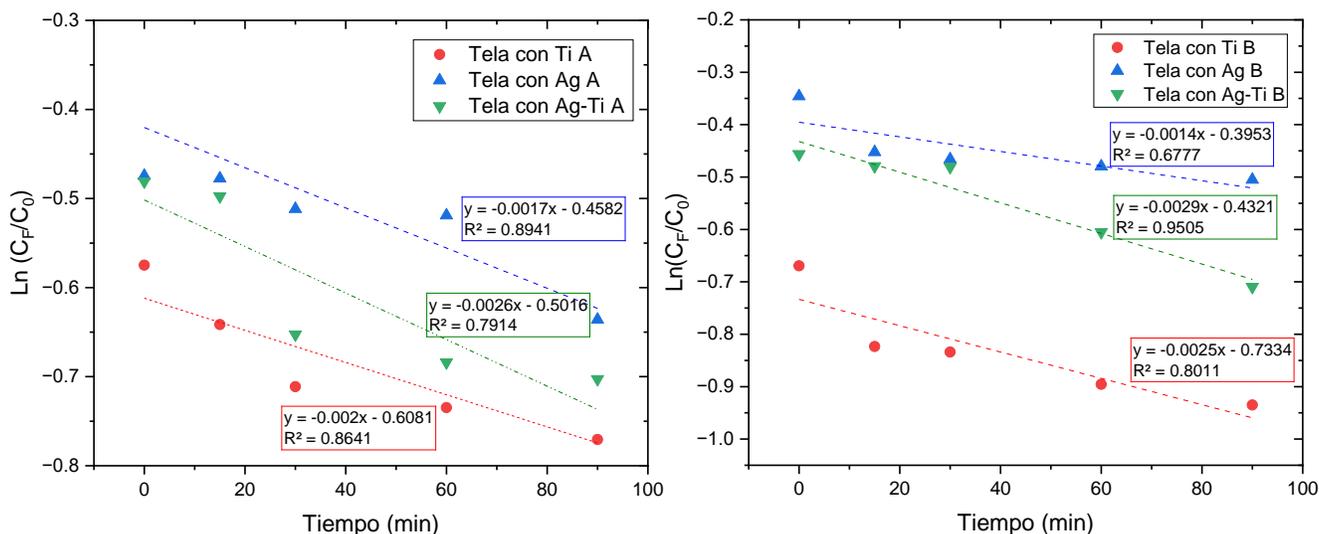


Figura 5. 19 Correlación grafica de la degradación de azul de metileno de acuerdo con la cinética de primer orden en los lados A y B de las muestras.

Tabla 5.2 Cinética de degradación de las muestras

Lado A	Tela con Ag	Tela con Ti	Tela con Ag-Ti
$k(\text{min}^{-1})$	0.0017	0.0020	0.0026
R^2	0.8941	0.8641	0.7914

Lado B	Tela con Ag	Tela con Ti	Tela con Ag-Ti
$k(\text{min}^{-1})$	0.0014	0.0025	0.0029
R^2	0.6777	0.8011	0.9505

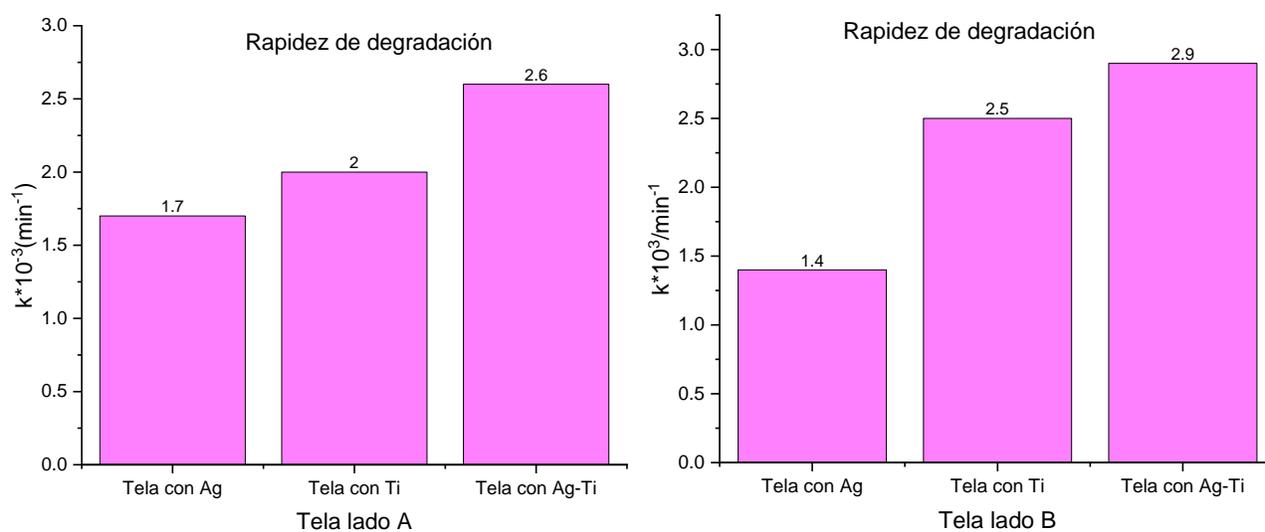


Figura 5. 20 Gráficos de la cinética de degradación de las muestras

CONCLUSIONES

Tomando en consideración los resultados discutidos en el apartado anterior se pueden formular las siguientes conclusiones para este trabajo:

Desde un punto de vista general y de acuerdo con el objetivo principal de la investigación, el trabajo ha permitido desarrollar hilos de algodón aditivados con nanopartículas de plata. Se obtuvo una adecuada dispersión de las nanopartículas de plata sobre el sustrato textil de algodón "in situ" y se corroboró la presencia de AgNPs a través de titulación potenciométrica.

Se desarrolló un procedimiento para funcionalizar tejidos de algodón con plata y titanía. Las AgNPs se generaron primero en las fibras de algodón mediante síntesis con borohidruro de sodio y a continuación, se realizó por vía sol-gel la inserción de TBT sobre las fibras. Después de un tratamiento hidrotérmico a 110 °C, se formó una capa nanoestructurada de TiO₂NPs. Finalmente se obtuvo una muestra textil modificada con TiO₂-AgNPs.

La presencia de las nanopartículas de plata se comprobó mediante las técnicas de caracterización (UV-vis, FTIR, DRS). Estas pruebas demostraron la existencia de las nanopartículas en las síntesis obtenidas con picos característicos de las AgNPs en un rango de 400 a 450 nm.

Se analizó la actividad fotocatalítica de las nanopartículas de plata con y sin titanía en telas de algodón, logrando ver la eficiencia para degradar un colorante. Las pruebas de degradación del colorante de azul de metileno (AM) analizadas mediante espectroscopía de reflectancia difusa (DRS) muestra la actividad fotocatalítica de las superficies de algodón impregnadas con NPs bajo luz UV, donde se observó que la mayor actividad de fotocatálisis fue en la muestra de algodón modificada con TiO₂ y AgNPs.

CONCLUSIONES

El material textil resultante modificado con TiO_2 -AgNPs demostró una mayor actividad fotocatalítica, esto debido a que a los electrones acumulados en Ag o en TiO_2 en la banda de conducción (CB) se transfieren al oxígeno adsorbido en la superficie de Ag para formar radicales de anión superóxido ($\cdot\text{O}_2^-$), que pueden iniciar aún más la reacción de degradación de azul de metileno. Simultáneamente, los agujeros fotogenerados en el TiO_2 en la banda de valencia (VB) reaccionan con H_2O para formar especies de oxígeno altamente activas $\cdot\text{OH}$. Los $\cdot\text{OH}$ y $\cdot\text{O}_2^-$ generados son los responsables de la eficiencia de degradación del colorante.

En general, se puede concluir que fue posible obtener un sustrato textil de algodón con nanopartículas de plata y de titania, con buenas propiedades fotocatalíticas; el cual podría emplearse en una gran variedad de productos que requieran de cierto efecto antimicrobiano como en la elaboración de: vendas adhesivas para heridas, ropa de quirófano desechable como guantes, batas, etc.

REFERENCIAS

1. Abid, M., Bouattour, S., Ferraria, AM, Conceição, DS, Carapeto, AP, Ferreira, LFV, ... & Boufi, S. (2017). Fácil funcionalización de algodón con plata/titania nanoestructurada para fotocátalisis plasmónica de luz visible. *Journal of colloid and interface science*, 507, 83-94.
2. Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades (ATSDR). (Diciembre de 1999). Resúmenes de Salud Pública-Plata(Silver). Obtenido de https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs146.html
3. Alphanh Ly, S., & Galarreta, B. (2021). El potencial de la nanotecnología para evitar que el SARS-Cov-2 ingrese a nuestro organismo. *Revista de Química*, 31-36.
4. Altavilla, C., & Ciliberto, E. (2017). *Inorganic Nanoparticles: Synthesis, Applications, and Perspectives*. Florida, USA: CRC Press.
5. Aravind, M., Amalanathan, M. & Mary, M.S.M. Synthesis of TiO₂ nanoparticles by chemical and green synthesis methods and their multifaceted properties. *SN Appl. Sci.* **3**, 409 (2021). <https://doi.org/10.1007/s42452-021-04281-5>
6. Ashby, M., Ferreira, P., & Schodek, D. (2009). *Nanomaterials, nanotechnologies and design*. Burlington, MA.
7. Bahar Ozturk, H., & Bechtold, T. (2007). Swelling behavior of cellulosic materials - part I: changes in physical properties. *Fibers and Textiles in Eastern Europe*, 46-48.
8. Barani, H., & Mahltig, B. (2020). Using microwave irradiation to catalyze the in-situ manufacturing of silver nanoparticles on cotton fabric for antibacterial and UV-protective application. *Springer Nature*, 9105-9121.
9. Bera, A., Garai, P., Singh, R., Gupta, P. P., Malav, S., Singh, D., ... & Vaijapurkar, S. G. (2015). Gamma radiation synthesis of colloidal AgNPs for its potential application in antimicrobial fabrics. *Radiation Physics and Chemistry*, 115, 62-67.
10. Centers for Disease Control and Prevention (CDC). (27 de 03 de 2020). Nanotechnology. Obtenido de Centers for Disease Control and Prevention (CDC): <https://www.cdc.gov/niosh/topics/nanotech/default.html#:~:text=Nanotechnology%20i>

REFERENCIAS

- s%20the%20manipulation%20of,%2C%20energy%2C%20materials%20and%20manufaturing.
11. Chapman, J., Regan, F., & Sullivan, T. (2012). *Nanoparticles in anti-microbial materials: Use and characterisation* (Vol. 23). Royal Society of Chemistry.
 12. Chaudhari, S. B., Mandot, A. A., & Patel, B. H. (2012). Effect of nano TiO₂ pretreatment on functional properties of cotton fabric. *International Journal of Engineering Research and Development*, 1(9), 24-29.
 13. Chen, SF, Li, JP, Qian, K., Xu, WP, Lu, Y., Huang, WX y Yu, SH (2010). Síntesis fotoquímica a gran escala de nanocompuestos de M@ TiO₂ (M= Ag, Pd, Au, Pt) y sus propiedades ópticas, rendimiento de oxidación de CO y efecto antibacteriano. *Investigación Nano* , 3 (4), 244-255.
 14. Coats. (2 de Septiembre de 2022). Obtenido de <https://www.coats.com/es/Contacts/Corporate-contacts>
 15. Cogley, C., Skrabalak, S., Campbell, D., & Xia, Y. (2009). Shape-Controlled Synthesis of Silver Nanoparticles for Plasmonic and Sensing Applications. *Plasmonics*, 171-179.
 16. da Silva, D. J., Duran, A., Cabral, A. D., Fonseca, F. L., Bueno, R. F., Wang, S. H., & Rosa, D. S. (2022). Delta SARS-CoV-2 inactivation and bactericidal performance of cotton wipes decorated with TiO₂/Ag nanoparticles like Brazilian heavy-fruited *Myrciaria cauliflora*. *Materials Today Communications*, 33, 104288.
 17. Dastjerdi, R., & Montazer, M. (2010). A review on the application of inorganic nanostructured materials in the modification of textiles: focus on anti-microbial properties. *Colloids and surfaces B: Biointerfaces*, 79(1), 5-18.
 18. El-Rafie, M. H., Mohamed, A. A., Shaheen, T. I., & Hebeish, A. (2010). Antimicrobial effect of silver nanoparticles produced by fungal process on cotton fabrics. *Carbohydrate Polymers*, 80(3), 779-782.
 19. *Espectroscopía FTIR-ATR*. (2021, 22 septiembre). Enlace UNAM. <https://enlace.unam.mx/espectroscopia-ftir-atr/>
 20. Fujishima A., Rao T.N., Tryk D.A., (2000). Titanium Dioxide Photocatalysis. *Journal of Photochemistry and Photobiology C: Photochemistry Reviews*, 1, 1-21.
 21. Ghosh, P. (2009). *Colloid And Interface Science*. New Delhi, India: PHI Learning.
 22. *Guía sobre espectroscopía FT-IR*. (2023). Bruker. <https://www.bruker.com/es/products-and-solutions/infrared-and-raman/ft-ir-routine-spectrometer/what-is-ft-ir-spectroscopy.html>

REFERENCIAS

23. Gupta, P., Bajpai, M., & Bajpai, S. K. (2008). Development of Cotton Fabric with Antibacterial Properties: Part I: Preparation of Poly (acrylamide-co-itaconic acid) grafted Cotton Fabric and its Water Uptake Analysis. *Journal of Macromolecular Science*, 179-185.
24. Hebeish, A., El-Naggar, M. E., Fouda, M. M., Ramadan, M. A., Al-Deyab, S. S., & El-Rafie, M. H. (2011). Highly effective antibacterial textiles containing green synthesized silver nanoparticles. *Carbohydrate Polymers*, 86(2), 936-940.
25. Heller, A. (1995). Chemistry and applications of photocatalytic oxidation of thin organic films. *Accounts of Chemical Research*, 28(12), 503-508.
26. Hiragond, C. B., Kshirsagar, A. S., Dhapte, V. V., Khanna, T., Joshi, P., & More, P. V. (2018). Enhanced anti-microbial response of commercial face mask using colloidal silver nanoparticles. *Vacuum*, 156, 475-482.
<https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2018.08.007>
27. Huang, X. P., & Monk, C. (2004). Purification and characterization of a cellulase (CMCase) from a newly isolated thermophilic aerobic bacterium *Caldibacillus cellulovorans* gen. nov., sp. nov. *World journal of Microbiology and Biotechnology*, 85-92.
28. Ilic, V., Zaponjic, Z., Vodnik, V., Potkonjak, B., Jovancic, P., & Nedeljkovic, J. (2014). Synthesis, characterization, and antimicrobial activity of silver nanoparticles on poly (GMA-co-EGDMA) polymer support. *Journal of Materials Science*, 564-569.
29. Innovation, A. (2021). Microscopía electrónica de barrido (SEM), ¿para qué me sirve? *ATRIA Innovation*. <https://www.atriainnovation.com/microscopia-electronica-de-barrido-sem-utilidades/>
30. Jeong, S. H., & Lee, H. J. (2005). Bacteriostasis and Skin Innoxiousness of Nanosize Silver Colloids on Textile Fabrics. *Textile Research Journal*, 551-556.
31. Joshi, M., Bhattacharyya, A., & Ali, S. (2008). Characterization techniques for nanotechnology applications in textiles. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 304-317.
32. Joshi, M., Bhattacharyya, A., & Ali, S. (2008). Characterization techniques for nanotechnology applications in textiles. *Indian Journal of Fibre & Textile Research*, 305.
33. Kaounides, L., Yu, H., & Harper, T. (2007). Nanotechnology innovation and applications in textiles industry: current markets and future growth trends. *Materials Technology*, 22(4), 209-237.

REFERENCIAS

34. Karimi, L., Mirjalili, M., Yazdanshenas, M. E., & Nazari, A. (2010). Effect of nano TiO₂ on self-cleaning property of cross-linking cotton fabric with succinic acid under UV irradiation. *Photochemistry and photobiology*, 86(5), 1030-1037.
35. Karkare, M. (2008). *Nanotechnology: Fundamentals and Applications*. New Delhi: I K International Publishing House.
36. Lee, H., Park, H., Lee, H., Kim, K., & Park, S. B. (2013). Nanopartículas de plata: Aplicaciones y riesgos tóxicos para la salud humana y el medio ambiente. *Revista Complutense de Ciencias Veterinarias (RCCV)*, 2959-2961.
37. Martinez-Gutierrez, F., Olive, P. L., Banuelos, A., Orrantia, E., Nino, N., Sanchez, E. M., & Av-Gay, Y. (2010). Synthesis, characterization, and evaluation of antimicrobial and cytotoxic effect of silver and titanium nanoparticles. *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology and Medicine*, 6(5), 681-688.
38. Matsumura, Y., Yoshikata, K., Kunisaki, S., & Tsuchido, T. (2011). Mode of Bactericidal Action of Silver Zeolite and Its Comparison with That of Silver Nitrate. *Journal of Biomaterials and Nanobiotechnology*, 4278-4281.
39. Mettler-Toledo International Inc. all rights reserved. (2022, 7 octubre). Reflectancia total atenuada (ATR). https://www.mt.com/mx/es/home/products/L1_AutochemProducts/ReactIR/attenuated-total-reflectance-atr.html
40. Mihailović, D., Šaponjić, Z., Radoičić, M., Lazović, S., Baily, C. J., Jovančić, P., ... & Radetić, M. (2011). Functionalization of cotton fabrics with corona/air RF plasma and colloidal TiO₂ nanoparticles.
41. Mock, J., Barbic, M., Smith, D. R., Schultz, D. A., & Schultz, S. (2002). Shape effects in plasmon resonance of individual colloidal silver nanoparticles. *The Journal of Chemical Physics*, 6755-6759.
42. Montazer, M., Alimohammadi, F., Shamei, A., & Rahimi, M. K. (2012). In situ synthesis of nano silver on cotton using Tollens' reagent. *Carbohydrate Polymers*, 1706-1712.
43. Morales, J., Moran, J., Quintana, M., & Estrada, W. (2009). Síntesis y caracterización de nanopartículas de plata por ruta Sol-Gel a partir de nitrato de plata. *Sociedad Química Perú*, 75.
44. Mulfinger, L., Solomon, S. D., Bahadory, M., Jeyarajasingam, A. V., Rutkowsky, S. A., & Boritz, C. (2007). Synthesis and study of silver nanoparticles. *Journal of chemical education*, 84(2), 322

REFERENCIAS

45. Murrieta-Rico, F. N. (2020). Prospects for Further Development of Face Masks to Minimize Pandemics–Functionalization of Textile Materials with Biocide Inorganic Nanoparticles: A Review. *IEEE Latin America Transactions*, 100(1e).
46. Murty, B., Shankar, P., Raj, B., Rath, B., & Murday, J. (2013). *Textbook of Nanoscience and Nanotechnology*. Chennai, India: Springer University Press.
47. Owen, T. (2000). *Fundamentals of Modern UV-Visible Spectroscopy: A Primer*. edit. *Agilent Technologie, German*.
48. Pal, S., Tak, Y., & Song, J. M. (2008). Mie Theory 1908-2008. Conference Germany 15th-17th September 2008.
49. Palmieri, V., De Maio, F., De Spirito, M., & Papi, M. (2021). Face masks and nanotechnology: Keep the blue side up. *Nano Today*, 37, 101077. <https://doi.org/10.1016/j.nantod.2021.101077>
50. Panigrahi, S., Praharaj, S., Basu, S., Ghosh, S., Jana, S., & Pande, S. (2006). Self-assembly of silver nanoparticles: Synthesis, stabilization, optical properties and application in surface-enhanced Raman Scattering. *Journal of Physical Chemistry*, 13436-13444.
51. Pattabi, M., Pattabi, R. M., & Sanjeev, G. (2009). Studies on the growth and stability of silver nanoparticles synthesized by electron beam irradiation. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 20, 1233-1238
52. Perelshtein, I., Applerot, G., Perkas, N., Guibert, G., Mikhailov, S., & Gedanken, A. (2008). Sonochemical coating of silver nanoparticles on textile fabrics (nylon, polyester and cotton) and their antibacterial activity. *Nanotechnology*, 19(24), 245705.
53. Petit, C., Lixon, P., & Pileni, M. P. (1993). In situ synthesis of silver nanocluster in AOT reverse micelles. *The Journal of Physical Chemistry*, 97(49), 12974-12983.
54. Pineda Aguilar, N. (2015). *Microscopia Electronica de Barrido - CIMAV Unidad Monterrey*. Retrieved June 3, 2018, from <http://mty.cimav.edu.mx/sem/>
55. Pinkert, A., Marsh, K., Pang, S., & Staiger, M. (2009). Ionic liquids and their interaction with cellulose. *Chemical Reviews*, 6712-6728.
56. Raffi, M., Hussain, F., Bhatti, T. M., Akhter, J. I., Hameed, A., & Hasan, M. M. (2008). Antibacterial Characterization of Silver Nanoparticles against. *Journal of Materials Science & Technology*, 192-196.
57. Ramsden, J. (2011). *Nanotechnology: An Introduction*. Massachusetts, USA: William Andrew.

REFERENCIAS

58. Reidy, B., Haase, A., Luch, A., Dawson, K. A., & Lynch, I. (2013). Mechanisms of silver nanoparticle release, transformation and toxicity: a critical review of current knowledge and recommendations for future studies and applications. *Materials*, 6(6), 2295-2350.
59. Ren, G., Hu, D., Cheng, E. W., Vargas-Reus, M. A., Reip, P., & Allaker, R. P. (2009). Characterisation of copper oxide nanoparticles for antimicrobial applications. *International journal of antimicrobial agents*, 33(6), 587-590.
60. Rtimi, S., Pulgarin, C., Sanjines, R., & Kiwi, J. (2015). Kinetics and mechanism for transparent polyethylene-TiO₂ films mediated self-cleaning leading to MB dye discoloration under sunlight irradiation. *Applied Catalysis B: Environmental*, 162, 236-244.
61. Saenz, G., Hernandez, M., & Martinez, L. (2011). Síntesis Acuosa de Nanopartículas de Plata. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 34-35.
62. Severin, K.P., *Energy Dispersive Spectrometry of Common Rock Forming Minerals*, Klummer Academic Publishers, 2004.
63. Shateri Khalil-Abad, M., Yazdanshenas, M. E., & Nateghi, M. R. (2009). Effect of cationization on adsorption of silver nanoparticles on cotton surfaces and its antibacterial activity. *Cellulose*, 1147-1157.
64. Smetana, A., Klabunde, K., Marchin, G., & Sorensen, C. (2008). Biocidal Activity of Nanocrystalline Silver Powders and Particles. *American Chemical Society*, 7457-7464.
65. Solomon, S. D, Bahadory, M., Jeyarajasingam, A. V., Rutkowsky, S. A., Boritz, C., & Mulfingher, L. (2007). Nanopartículas of Silver. *Journal of Chemical Education*, 322-325.
66. Song, J., Birbach, N. L., & Hinestroza, J. P. (2012). Deposition of silver nanoparticles on cellulosic fibers via stabilization of carboxymethyl groups. *Cellulose*, 411-424.
67. Ten Breteler, M. R., Nierstrasz, V. A., & Warmoeskerken, M. M. C. G. (2002). Textile slow-release systems with medical applications. *Autex Res. J*, 2(4).
68. Uddin, M. J., Cesano, F., Bonino, F., Bordiga, S., Spoto, G., Scarano, D., & Zecchina, A. (2007). Photoactive TiO₂ films on cellulose fibres: synthesis and characterization. *Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 286-294.
69. Varadan, V., Pillai, S., Mukherji, D., Dwivedi, M., & Chen, L. (2010). *Nanoscience and Nanotechnology in Engineering*. Arkansas, USA: World Scientific Publishing Company.
70. Varsha, T., Yallapu, M., Sreedhar, B., & Bajpai, S. K. (2007). A versatile strategy to fabricate hydrogel-silver nanocomposites and investigation of their antimicrobial activity. *J Colloid Interface Sci*, 315-395.

REFERENCIAS

71. Wade, R. H., & Welch, C. M. (1965). The Role of Alkali Metal Hydroxides in the Benzoylation of Cotton Cellulose. *Textile Research Journal*, 930-934.
72. Wang, C., Kim, Y., Singh, P., Mathiyalagan, R., Jin, Y., & Yang, C. D. (2016). Green synthesis of silver nanoparticles by *Bacillus methylothrophicus*, and their antimicrobial activity. *Artificial Cells, Nanomedicine, and Biotechnology*, 1127-1132.
73. Wasif, A.I. & Laga, s.K.. (2009). Use of nanosilver as antimicrobial agent for cotton. *AUTEX Res. J.* 9.
74. Wasmuth, C., Rüdell, H., Düring, R. A., & Klawonn, T. (2016). Assessing the suitability of the OECD 29 guidance document to investigate the transformation and dissolution of silver nanoparticles in aqueous media. *Chemosphere*, 144, 2018-2023.
75. Williams, D., & Carter, B. (2009). *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. New York, USA: Springer.
76. Windler, L., Height, M., & Nowack, B. (2013). Comparative evaluation of antimicrobials for textile applications. *Environment international*, 53, 62-73.
77. Wong, Y., Yuen, C., Lam, H., Leung, M., & Ku, S. (2006). SELECTED APPLICATIONS OF NANOTECHNOLOGY IN TEXTILES. *Autex Research Journal*.
78. Wu, J., Hou, S., Ren, D., & T, P. (2009). Antimicrobial properties of nanostructured hydrogel webs containing silver. *Biomacromolecules*, 2686-2693.
79. Yuste, R (2003). "Degradación Fotocatalítica del fenol", trabajo de fin de carrera, España, Universidad Rey Juan Carlos.
80. Zhang, F., Wu, X., Chen, Y., & Lin, H. (2009). Application of silver nanoparticles to cotton fabric as an antibacterial textile finish. *Fibers and Polymers*, 10, 496-501.
81. Zhang, Q., Zhang, P., Pei, Z., & Wang, D. (2013). Relationships between cellulosic biomass particle size and enzymatic hydrolysis sugar yield: Analysis of inconsistent reports in the literature. *Renewable Energy*, 127-136.
82. Zuluaga, R., Putaux, J. L., Cruz, J., Velez, J., Mondragon, I., & Gañan , P. (2009). "Cellulose microfibrils from banana rachis: Effect of alkaline treatments on structural and morphological features." ("Cellulose microfibrils from banana rachis: effect of alkaline ...") *Carbohydrate Polymers*, 51-59.