



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

*“DETERMINACIÓN Y ESTUDIO DEL EFECTO DEL
pH EN LA SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE
Ag_xO_y”*

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRA EN CIENCIA E INGENIERÍA DE
MATERIALES

P R E S E N T A

Ing. LOURDES SOLEDAD BAZÁN DÍAZ

Tutor: Dr. RAÚL HERRERA BECERRA

México, D.F

2011



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.

Este trabajo se lo dedico:

A mis padres Magdaleno y Marina, por el apoyo que me han brindado a lo largo de toda mi vida y por ser los maravillosos padres que son.

A mi hermana Guadalupe por ser mi mejor amiga, por enseñarme esa regla de tres que tan útil me ha sido, por escucharme en todo momento aunque esté ocupada.

y a mis dos adoradas abuelas, por darme siempre todo su cariño.

A Rubén, mi compañero de vida, mi patita izquierda, gracias por estar siempre a mi lado, por alentarme a seguir adelante, por todos los momentos maravillosos que hemos compartido

Al Dr. Raúl Herrera y al Dr. José Luis Rius Alonso, quienes me han brindado todo su apoyo.

AGRADECIMIENTOS

En primer lugar quiero agradecerle especialmente a mi asesor de tesis el Dr. Raúl Herrera Becerra quien no solo me dio una oportunidad de realizar una estancia de licenciatura y la tesis de maestría con él, si no también me brindo su confianza y apoyo en todo momento, muchas gracias por la paciencia que me ha tenido a lo largo de la realización de este trabajo.

A la Ing. cristina Zorrilla Cangas por valiosa ayuda, consejos y la amistad que me ha brindado a lo largo de estos años.

Al Dr. Miguel José Yacamán por permitirme realizar una estancia en su laboratorio ubicado en la UTSA en Texas. Y brindarme la oportunidad de aprender a manejar nuevos equipos

A mis sinodales los Doctores: José Luis Aragón Vera, Raúl Herrera, Jorge Ascencio, Enrique Geffroy y Jose Luis Rius Alonso.

Al Dr. José Reyes, al Dr. Jesús Arenas y a María Esther Carrillo Espinosa por explicarme las dudas que surgen en todo momento.

A mis amigos y compañeros del laboratorio de nuevos materiales: Francisco Ascencio, Marisela Santana, Soledad San Germán, Rubén Mendoza.

A Germán Villa, Alejandra García, Jesús Velázquez, Amado García, Carlos Castro, Arturo Ponce, Lyda la Torre, con quienes compartí maravillosos momentos durante mi estadía en Texas.

POR EL APOYO TÉCNICO:

A la Ing. Cristina Zorrilla Cangas y al Fis. Roberto Hernández y al I.Q. Samuel Tehuacanero por el apoyo en los Microscopios Electrónicos.

A los Doctores José Manuel Hernández, Enrique Camarillo y Hector Murrieta por permitirme usar el espectrofotómetro.

A Rafael Galicia por la ayuda que me brindo con el programa DPIP.

A los Doctores Rodrigo Esparza Muñoz, J. Jesús Velázquez Salazar, Germán Plascencia Villa, Carlos Castro, Arturo Ponce, a todos ustedes gracias por enseñarme a usar diferentes equipos y técnicas de caracterización.

Durante la realización de este trabajo se contó con el apoyo económico de CONACyT (beca 39917).

INDICE

RESUMEN	1
INTRODUCCION	3
CAPITULO 1. Conceptos Básicos	7
1.1 Una breve historia de la Nanotecnología y su evolución.	8
1.2 ¿Qué es la Nanotecnología?	10
1.3 Nanociencia	10
1.4 Nanopartículas y nanomateriales	10
1.4.1 Clasificación de las Nanopartículas	11
1.5 Propiedades de las Nanopartículas	13
1.6 Relación superficie/Volumen.	15
1.7 Efectos de tamaño	16
1.8 Estructura cristalográfica.	17
1.8.1 Estructura de la plata y óxidos de plata.	17
1.9 Métodos de síntesis.	20
1.9.1 Métodos Químicos.	20
1.9.2 Métodos físicos.	20
1.9.3 Método de Biorreducción	21
1.9.3.1 Taninos	24
1.10 Técnicas de caracterización.	25
1.10.1 Espectroscopia de absorción.	25
1.10.1.1 La transmitancia y Absorbancia.	27
1.10.1.2 Ley de Lambert – Beer.	28
1.10.1.3 Instrumentación: Espectrofotómetro	28
1.10.2 Microscopía electrónica de transmisión	30

CAPITULO 2. METODO EXPERIMENTAL	32
2.1 Síntesis de nanopartículas por bioreducción	33
2.2 Reactivos	34
2.3 Procedimiento	34
CAPITULO 3. RESULTADOS	37
3.1 CASO 1. Correspondiente al pH 2.09	40
3.2 CASO 2. Correspondiente al pH 3.81	43
3.3 CASO 3. Correspondiente al pH 4.29	46
3.4 CASO 4. Correspondiente al pH 4.63	49
3.5 CASO 5. Correspondiente al pH 5.80	52
3.6 CASO 6. Correspondiente al pH 7.12	55
3.7 CASO 7. Correspondiente al pH 8.31	58
3.8 CASO 8. Correspondiente al pH 10.05	61
3.9 CASO 9. Correspondiente al pH 11.95	64
3.10 CASO 10. Correspondiente al pH 13	67
CAPITULO 4. ANALISIS Y CONCLUSIONES	70
BIBLIOGRAFIA	81
ANEXOS	86

RESUMEN

Durante los últimos años ha sido de gran interés el desarrollar nuevos materiales de dimensiones nanométricas, ya que poseen gran diversidad en aplicaciones en áreas como semiconductores, dispositivos ópticos, aplicaciones foto electroquímicas entre otras. El objetivo principal de este trabajo fue sintetizar nanopartículas menores a 10 nanómetros por el método de biosíntesis utilizando taninos sintéticos. Para este trabajo se utilizó el ácido tánico como agente reductor y estabilizador.

El método utilizado en este estudio para la obtención de nanopartículas de Plata y/o Oxido de Plata se resume de la siguiente forma: se mezcla Ácido tánico y Nitrato de plata variando el pH de la solución utilizando Hidróxido de sodio a bajas concentraciones, además las soluciones fueron sometidas a tratamiento ultrasónico y centrifugación. La preparación de la muestra para la caracterización se llevó a cabo una hora después de terminada cada solución, para luego hacer un estudio de las nanopartículas en cuanto a su tamaño, forma y estructura. La caracterización fue realizada mediante espectrofotometría y Microscopia electrónica. Con las micrografías obtenidas se observó que las partículas más pequeñas se encuentran en las muestras de pH dos y trece, mientras que para valores de pH cercanos al neutro hay una gran diversidad de tamaño de partícula.

ABSTRACT

During the last years has been of great interest to develop new nanosized materials, as they have great diversity in applications in areas such as semiconductors, optical devices, photo electrochemical applications, among others. The main objective of this work was to synthesize nanoparticles smaller than 10 nm by the method of biosynthesis using synthetic tannins. For this work, tannic acid is used both as a reducing agent and stabilizer.

The method used in this study for obtaining silver nanoparticles and/or silver oxide is summarized as follows: tannic acid is mixed with silver nitrate varying the pH of the solution by addition of sodium hydroxide at low concentrations; also the solutions were subjected to ultrasonic treatment and centrifugation. The sample preparation for characterization was performed one hour after completion of each solution in order to study the nanoparticles in terms of size, shape and structure. The characterization was done by spectrophotometry and electron microscopy. With the obtained micrographs it was showed that the smaller particles were found in samples with pH 2 and 13, whereas for pH values close to neutral value there is great diversity of particle size.

INTRODUCCIÓN

En 1959 Richard Feynman (ganador del premio Nóbel en 1965) hizo la siguiente reflexión acerca de intervenir en el orden de los átomos: “*Los principios de la física, tal y como yo los entiendo, no niegan la posibilidad de manipular las cosas átomo por átomo... Los problemas de la química y la biología podrían evitarse si desarrollamos nuestra habilidad para ver lo que estamos haciendo, y para hacer cosas al nivel atómico*” [1]. Esta idea se fortalece en 1980 con el descubrimiento de los clústeres (la unión de dos átomos de tamaño intermedio entre una molécula y una partícula sólida) y el invento del microscopio de efecto túnel [2]. Por otra parte, científicos como Norio Taniguchi y Eric Drexler contribuyeron de manera significativa con la nanotecnología, ya que Taniguchi introdujo por vez primera el término “*Nanotecnología*” y Drexler describió como construir moléculas manipulando átomos. Estas contribuciones han llevado a un crecimiento acelerado en la nanotecnología y a la nanociencia.

Actualmente se manejan tres términos muy importantes en el estudio de los materiales nanométricos; nanotecnología, nanociencia y nanopartículas. El término *nanopartículas* (NPs) se usa para denominar a las partículas que poseen un tamaño menor a 100 nm; en general una partícula que cuenta con una o más dimensiones en el rango de 0.1 milésimas de milímetro (100 nm) o menos, se considera una nanopartícula. Por otro lado decimos que la *Nanociencia* estudia los fenómenos y la manipulación de materiales a escala atómica, molecular y escala macromolecular, donde las propiedades difieren significativamente de las que encontramos en la escala convencional. Finalmente la *Nanotecnología* interviene en el diseño, caracterización, producción y el empleo de estructuras, dispositivos y sistemas mediante el control de forma y tamaño a escala nanométrica [3].

Según el Nanotech Report (Forbes, 2004), entre los primeros productos con contenidos nanotecnológicos comercializados en 2004 se encuentran: cosméticos personales, ropa para evitar infecciones en los heridos; desinfectantes y limpiadores que

se aplican en los aviones, barcos; tratamiento para repeler el agua, la nieve e insectos; adhesivos dentales; en lentes para evitar rayones; pinturas anti grafitis; protectores solares; en los neumáticos han ayudado a mejorar la adherencia; en los autos para la rigidez del chasis o evitando que los cristales se empañen; en el campo de la biología y la medicina, sirven por ejemplo para dirigir fármacos hacia órganos o hacia las células deseadas [4], etc.

Para este trabajo es de gran importancia el poder generar nanopartículas de AgO en el rango de 1 -5 nanómetros con un tamaño controlado, debido a sus propiedades cristalinas, magnéticas, ópticas, etc.

Una magnitud importante, para comprender a las nanopartículas es la relación superficie/volumen (s/v), también conocida como superficie específica de un material. La naturaleza de la superficie, así como el tamaño de la partícula son altamente responsables de las propiedades fisicoquímicas de la partícula. Tenemos entonces que las propiedades físicas, químicas, ópticas de las nanopartículas dependen en general de numerosos parámetros, como son [5]:

- a) La composición química de las partículas y su estructura.
- b) Su tamaño (en el intervalo de 1 – 100 nm).
- c) Su distribución de tamaños.
- d) Su forma.
- e) Su interacción con el medio que las rodea.
- f) Estructura atómica.
- g) Temperatura.

Dichas variables son controladas por medio de una gran variedad de métodos de síntesis de NPs que existen actualmente, ya sea por métodos físicos o químicos. Los métodos físicos son los procesos en los cuales interviene un cambio físico y no cambia el estado químico del material. Dentro de dichos métodos se pueden mencionar: la

mecano-síntesis, la evaporación térmica, el sputtering (espreado atomizado), la abrasión láser [6], la abrasión iónica, moldes [7], por mencionar algunas. Entre los métodos químicos están el sol-gel [8], transición de fase [7], la polimerización [9], electroquímica [10], las reacciones en superficies sólidas, la reacción en superficie de matriz [11], etc. En ambos casos la capacidad de producción y restricción del tamaño de agregados nanométricos se define por variables antes mencionadas.

Actualmente diversos grupos de investigación han tratado de encontrar nuevos métodos de síntesis químicos y físicos para la elaboración de nanopartículas, en dichos métodos tratan de obtener un mejor control del tamaño y forma [11], a su vez se busca mecanismos ideales, los cuales deben poseer el mayor control al menor costo energético e impacto ambiental. Por tanto, el uso de métodos de la “química – verde” se está convirtiendo más importante cada día, particularmente para la obtención de materiales nuevos en el rango de los nanómetros basados en metales [12].

Como sabemos, los mecanismos ideales deben poseer el mayor control al menor costo energético e impacto ambiental. Con el fin de modificar el tamaño de las partículas de AgO, llevándolas a dimensiones menores a los 10 nm, hemos utilizado uno de los llamados métodos “verdes” también conocido como química verde, tratando de hacer énfasis en la caracterización de su forma y estructura. Se trabajó con ácidos orgánicos, ya que resultan ser compuestos “limpios” a diferencia de otros reductores usados para la síntesis de nanopartículas, que pueden resultar nocivos para la salud.

Por otro lado, el mecanismo de reducción y nucleación es afectado directamente por las diferentes condiciones en las que se realiza la síntesis, como pueden ser temperatura, pH de las soluciones, proporción molar entre el reductor y el precursor, etc. Una gran cantidad de trabajos han sido reportados para la producción de nanopartículas metálicas usando alguna biomasa de por ejemplo, hongos, pastos, geranio, tamarindo, líquenes entre otras.

Con base a lo anterior, se planteo el siguiente objetivo:

- ❖ Producir nanopartículas de Ag y AgO mediante el método de biosíntesis utilizando taninos sintéticos.

Metas:

- 1) Sintetizar nanopartículas utilizando taninos sintéticos en este caso con el ácido tánico.
- 2) Realizar un estudio sobre el efecto que tiene el pH en la formación de nanopartículas de óxidos de plata, con el fin de determinar el cambio en sus propiedades estructurales y ópticas, utilizando Microscopía Electrónica de transmisión (TEM) y Espectrofotometría UV-Vis.
- 3) Producir nanopartículas de Ag_xO_y menores de 10 nm, estableciendo los 5 nm promedio como meta de producción de nanopartículas.

El cuerpo de la tesis de aquí en adelante lo hemos establecido de la siguiente manera: En el capítulo uno hacemos introducción a los conceptos mayormente involucrados en el estudio de las nanopartículas, además de mencionar características de Ag_xO_y , descripción del método de biosíntesis y la química verde, estudio de la absorción y dispersión de la luz por una partícula, principios de la microscopía electrónica, conceptos que nos van a ser de utilidad para el entendimiento de esta tesis. En el capítulo dos se muestra la parte experimental de la producción de nanopartículas de Ag_xO_y utilizando ácido tánico como agente reductor y a la vez como agente estabilizante, los resultados encontrados y la caracterización de dichas nanopartículas son presentados en el capítulo tres. El capítulo 4 contiene el análisis y las conclusiones de este trabajo y finalmente se enlista la bibliografía utilizada a lo largo de este trabajo.

A microscopic image of plant tissue, likely an onion skin, showing various cells. The cells are mostly rectangular and arranged in a brick-like pattern. Some cells are larger and more prominent, while others are smaller. The background is a solid green color.

CAPITULO 1

CONCEPTOS BÁSICOS

1.1 Una breve historia de la Nanotecnología y su evolución.

La *Nanotecnología*, *Nanociencia* y *las Nanopartículas* son términos relativamente nuevos y en desarrollo, pero la existencia de dispositivos y estructuras de dimensiones nanométricas no son nuevas. De hecho, dichas estructuras han existido sobre la tierra desde hace muchos años, además, las nanopartículas han existido naturalmente y no solo por la manipulación del hombre. Un ejemplo muy claro de las nanopartículas existentes naturalmente son las conchas del abulón (Fig. 1.1 a), conchas fuertes y con superficies internas brillantes cuya composición es el carbonato de calcio (CaCO_3), presenta una dureza excepcional, ya que está compuesta de bloques nanoestructurados de carbonato de calcio unidos por un aditivo hecho con la mezcla de carbohidratos y proteínas, las conchas de abulón suelen ser más resistentes que otros materiales.

Otro ejemplo claro de la existencia de las nanopartículas en la naturaleza son los volcanes (Fig. 1.1b) ya que las cenizas volcánicas contienen nanopartículas. En la Fig.1.1c se observa un claro ejemplo de nanopartículas en la naturaleza y las cuales se ha tratado de reproducir. Los colores vivos en las alas de las mariposas no son producidos por pigmentación sino por iridiscencia de nanoestructuras naturales; la figura 1.1c muestra el ala de una mariposa *Morphorhetenos*, y la figura 1.1d muestra las alas sometidas a TEM (la barra indica 1.8 micras) en el estudio de Vulkusic y Sambles [13].



Fig. 1.1 a) Concha de abulón, b) volcán en erupción, c) mariposa *Morphorhetenos*, d) detalle de ala de la mariposa (1.8 micras).

No solo la naturaleza produce nanopartículas, podemos decir que los primeros nanotecnólogos aun sin saberlos ellos mismos, fueron los artesanos que desde hace mas de 1000 años, usaban la nanotecnología al trabajaban el vidrio y el decorado de la

cerámica. A este respecto, se han encontrado materiales con características nanométricas que datan de diferentes fechas, aunque el material más antiguo data del siglo IV d. C. Se trata de la *copa de Licurgo* [14], que representa la muerte del Rey Licurgo, la cual fue fabricada con vidrios de sosa y cal que contenían metales nanométricos de oro y plata, la copa presenta una variación en los colores dependiendo de la luz, verde con luz refleja y rojo con luz transmitida como se muestra en la figura 1.2.

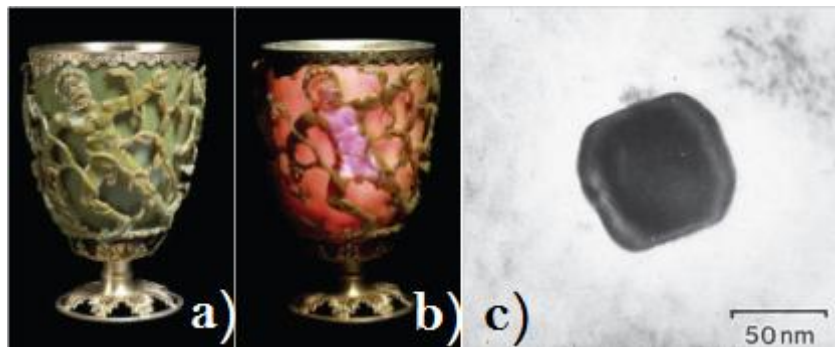


Fig. 1. 2 La Copa de Licurgo a) con luz refleja y b) con luz transmitida c) Imagen de TEM de una aleación de nanopartículas de oro y plata encontradas en la copa. © The Trustees of the British Museum.

Los artesanos vitralistas sabían que al agregar pequeñas cantidades de oro y plata durante la fabricación del vidrio podían producir las tonalidades rojas y amarillas en los vitrales. Los científicos de hoy en día saben que pequeñas cantidades de nanopartículas permiten cambiar las propiedades de los materiales. Dentro de la historia de las NPs, podemos incluir a Robert Boyle, quien reconoció la potencial importancia de los cúmulos en su obra *Sceptical Chymist* publicado en 1661, en esta obra Boyle sugiere que pequeñas partículas de materia se combinan de diversas maneras para poder formar lo que él denominó *corpúsculos*. En 1857 Michael Faraday publicó un artículo en la revista *philosophical Transactions of the Royal Society*, en el que trató de explicar cómo las NPs metálicas influyen sobre el color de las ventanas de las iglesias. A su vez Gustav Mie en 1908 fue el primero que dio una explicación sobre cómo el color de los vidrios depende del tamaño y del tipo de metal, además utilizó la teoría del electromagnetismo teórico de Maxwell aplicada a partículas esféricas de oro y generó un tratamiento teórico de absorción de la luz asociada a la banda de resonancia plasmónica de los coloides de oro [15].

En 1959 Richard Feynman dio las primeras pautas para el desarrollo de la nanociencia y nanotecnología, cuando presentó una conferencia visionaria en una reunión de la Sociedad Americana de Física titulada “There is plenty of room at the bottom” (Hay bastante espacio en el fondo). A partir de ese momento hasta hoy en día, el desarrollo tecnológico de nuevos materiales ha hecho tangibles algunas de las premisas de Feynman utilizando las propiedades físicas de los materiales a una escala nanométrica.

1.2 ¿Qué es la Nanotecnología?

El término nanotecnología fue acuñado por Norio Taniguchi de la Universidad de Tokio en 1974, con el objetivo de distinguir entre la ingeniería llevada a cabo a escala micro (10^6) y la llevada a cabo a escala nano (10^9), una diferencia nada desdeñable. Gracias a Eric Drexler, del MIT (Massachusetts Institute of Technology), este término se popularizó a raíz de su libro *Engines of Creation*, publicado en 1986 [16].

Ahora podemos decir que la Nanotecnología es la ciencia que interviene en el diseño, caracterización, producción y el empleo de estructuras, dispositivos y sistemas mediante el control de forma y tamaño a escala nanométrica, 100 nanómetros o menos.

1.3 Nanociencia

La nanociencia tiene como objetivo el estudio y control de las propiedades físicas, químicas, biológicas, etc. A escala nanométrica de los ahora llamados nanomateriales o nanoestructuras, es que presentan propiedades distintas a las que presentan los mismos materiales a escalas mayores. El término Nanociencia solo implica el estudio y no la aplicación de las propiedades nanométricas [3].

1.4 Nanopartículas y nanomateriales

El término *nanopartículas* (NPs) se usa para denominar a las partículas que poseen un tamaño cuántico o partículas ultra finas, en principio cualquier conjunto de átomos unidos entre sí con un radio estructural menor a 100 nm puede ser considerado una nanopartícula, donde un 1 nm equivale a 10^{-9} m; en general una partícula que cuenta

con una o más dimensiones en el rango de 0.1 milésimas de milímetro (100 nm) o menos se considera como una nanopartícula [3]. Las propiedades que poseen las NPs es lo que las hace interesante para sus posibles aplicaciones.

Los materiales cerámicos, metálicos, semiconductores, poliméricos o bien una combinación de éstos, pueden ser llamados nanomateriales cuando por lo menos una de sus dimensiones se encuentra entre 1 y 100 nm. Los materiales en el orden de la escala nanométrica presentan diferentes propiedades del sólido volumétrico, comparado con el de las moléculas y los átomos.

1.4.1 Clasificación de las Nanopartículas

El rápido crecimiento de la Nanotecnología y la Nanociencia, ha dado lugar a una amplia variedad de nanoestructuras, lo que nos ha llevado a tener distintas maneras de clasificarlas. En la figura 1.3 se muestra un esquema de las clasificaciones más relevantes [17].

Las NPs clasificadas por su homogeneidad pueden referirse tanto a su composición química como a la dimensionalidad. Para poder decir que son Nanoestructuras homogéneas, se necesita que su composición química y dimensiones sean iguales. Por lo anterior, si hablamos de un material heterogéneo, nos referimos por ejemplo a diferentes nanoestructuras que tienen una misma composición química.

Según su Naturaleza o composición química de las nanoestructuras, esta puede ser inorgánica como las nanoesferas de silicio, nanotubos inorgánicos de boro, puntos cuánticos, etc.; Orgánica, como los fullerenos, nanotubos de carbono, dendrímeros, polímeros de impronta molecular, etc.; o mixta como los nanotubos de carbono funcionalizados con ferroceno, monopartículas de oro funcionalizadas con ciclodextrinas, etc. Indudablemente esta naturaleza condiciona las propiedades excepcionales de los nanomateriales y es un aspecto muy relevante a ser considerado.

Una de las clasificaciones más populares de las NPs es la de la Royal Society of Chemistry y la Royal Academy of Engineering [18], en la que se toman en cuenta tres tipos de nanoestructuras:

1) *Nanoescala en una dimensión*: Se trata de superficies de espesor nanométrico, como las películas delgadas formadas por una o varias capas atómicas (ej. láminas de grafeno);

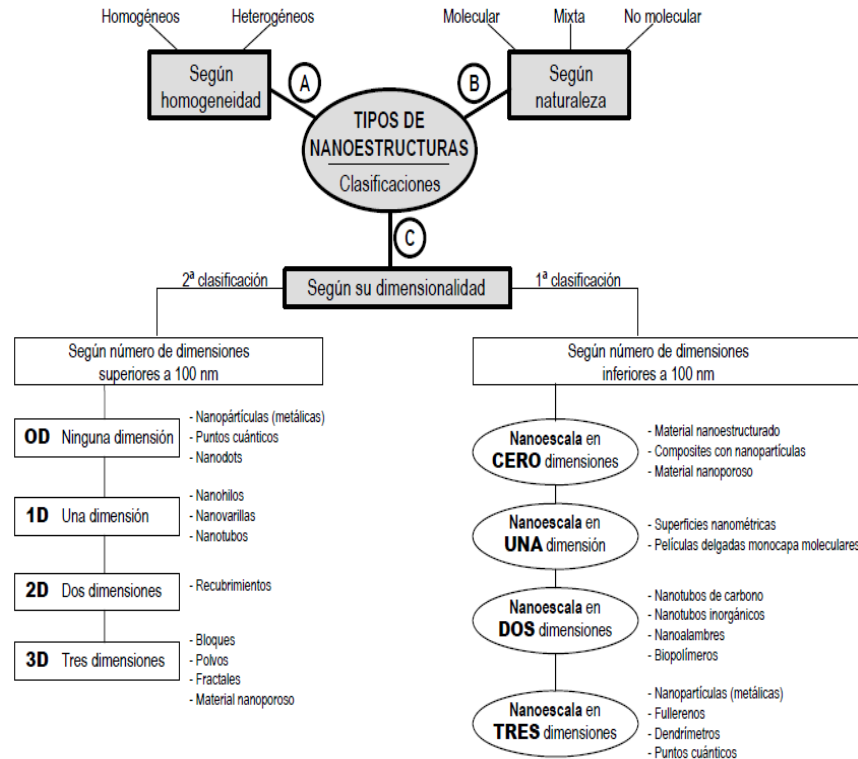


Fig. 1. 3 Clasificaciones de las Nanoestructuras según su: A) homogeneidad, B) su naturaleza Y C) su dimensionalidad. [18].

2) *Nanoescala en dos dimensiones*: es decir, que la materia nanoestructurada está desarrollada en dos de las tres dimensiones espaciales. Tal es el caso de los nanotubos de carbono, nanotubos inorgánicos, nanoalambres (nanowires), biopolímeros, etc.

3) *Nanoescala en tres dimensiones*: cuando ésta se desarrolla en las tres dimensiones espaciales (x, y, z). Como por ejemplo, las nanopartículas de metales o sus óxidos y los puntos cuánticos en el ámbito inorgánico; ó como los fullerenos, y los dendrímeros en el ámbito orgánico, a la que se puede agregar la de nanoescala a cero “dimensiones” (ej. material compuesto con nanopartículas dispersas).

Otros autores [18,19] han optado por considerar cuatro tipos de NPs, de acuerdo al número de dimensiones de la materia en la que se encuentran las NPs que sean superiores a 100 nm es decir por encima de la Nanoescala:

- ❖ *Nanoestructuras 0D.* Se trata de un material que está completamente nanoestructurado y cuyas dimensiones globales están también comprendidas en la escala nanométrica. Así, las nanopartículas metálicas y sus óxidos, los “puntos cuánticos” y los “nanovarillas” pueden considerarse en este apartado.
- ❖ *Nanoestructuras 1D.* Una de las dimensiones del material nanoestructurado es de tamaño micro/macrométrico. Tal es el caso de los nanotubos de carbono, cuya longitud oscila entre 5 y 15 μm , los nanoalambres (nanowires) y las nanovarillas (nanorods).
- ❖ *Nanoestructuras 2D.* Una de las dimensiones del material nanométrico es de tamaño micro/macrométrico, mientras que las otras dos están comprendidas en la nanoescala. Tal es el caso de los recubrimientos superficiales y las películas delgadas de nanocapas moleculares.
- ❖ *Nanoestructuras 3D.* Las tres dimensiones del material son superiores a 100 nm, pero está formado por un conjunto de nanoestructuras de los grupos anteriores. Es decir, se trata de nanopartículas ensambladas formando bloques de tamaño micro/macrométrico. Se consideran también en este apartado los polvos y las estructuras fractales.

Para el caso de estructuras de menos de 100 nm son:

- ❖ *Cero dimensionales (0-D):* partículas que no tienen dirección preferencial, nanoestructuras muy pequeñas, podemos considerar los cúmulos, clusters.
- ❖ *Unidimensionales (1-D):* Partículas con una dirección preferencial de crecimiento.
- ❖ *Bidimensionales (2-D):* Partículas con dos direcciones preferenciales de crecimiento, se generan planos.
- ❖ *Tridimensionales (3-D):* Sólidos tridimensionales.

1.5 Propiedades de las Nanopartículas

En los últimos años, las NPs han sido objeto de muchas investigaciones para tratar de lograr un mayor desarrollo tecnológico, tratando de mejorar las propiedades ópticas, electrónicas y estructurales ya conocidas de las NPs, dichas propiedades son determinadas, además de por la gran proporción de átomos en su superficie respecto a su volumen, por la estructura cristalográfica de la superficie del material, la cual depende del tamaño y forma del material.

Las nanopartículas tienen un comportamiento inusual con respecto a las partículas en bulto, a decir:

- ❖ Efectos de un tamaño finito en el que las bandas electrónicas dan paso a los orbitales moleculares, así como disminución de tamaño.
- ❖ Efectos de superficie/interface.

La relación superficie/interface es lo que condiciona a las *propiedades magnéticas*, donde los efectos de que se distinguen están por ejemplo, la distribución de la simetría en la superficie que origina cambios de estructura de bandas, coordinación de átomos y constantes de red. Además se puede constatar que un importante efecto de interface es la interacción de electrones entre materiales adyacentes.

Las *propiedades mecánicas* se atribuyen a la reducción del número de defectos por unidad de longitud, al volumen y al tamaño de grano, ya que las dislocaciones se acumulan en los límites de grano. Un comportamiento mecánico de un metal nanoestructurado de alta densidad se caracteriza por una mejora significativa de la carga y una limitada elongación extensible.

Las *propiedades catalíticas* de un material están influenciadas por el tamaño de partícula, además la actividad catalítica aumentará con el número de átomos con baja coordinación existente en las partículas y con el área.

Las *propiedades ópticas* de nanopartículas metálicas están determinadas por la interacción de la luz incidente con la conductividad de los electrones libres. Cuando hay

un acoplamiento entre la frecuencia del campo eléctrico alternativo de la radiación electromagnética y la oscilación de los electrones conductores, la condición de resonancia del plasmón se cumple y entonces se produce la absorción [20].

1.6 Relación superficie/Volumen.

Una de las razones por la cual el comportamiento de las nanopartículas difiere de su comportamiento de partículas en bulto, se debe a la relación entre la superficie y el volumen, ya que al poseer una gran fracción de átomos en la superficie con respecto al número total de átomos del cúmulo, tienen confinados sus electrones mas externos en un volumen limitado, lo que provoca un gran desdoblamiento de las bandas de valencia y conducción, lo cual a su vez produce un conjunto discreto de niveles energéticos [21].

La relación entre la superficie y el volumen es también conocida como superficie específica del material, esta se puede definir con unidades de volumen o de masa, siempre y cuando se conozca la densidad del material. A medida que las dimensiones de las partículas disminuyen, la relación entre la superficie y el volumen crece exponencialmente [22], como se muestra en la figura 1.4, haciendo notar la importancia que tienen los estados superficiales respecto al volumen de la muestra.

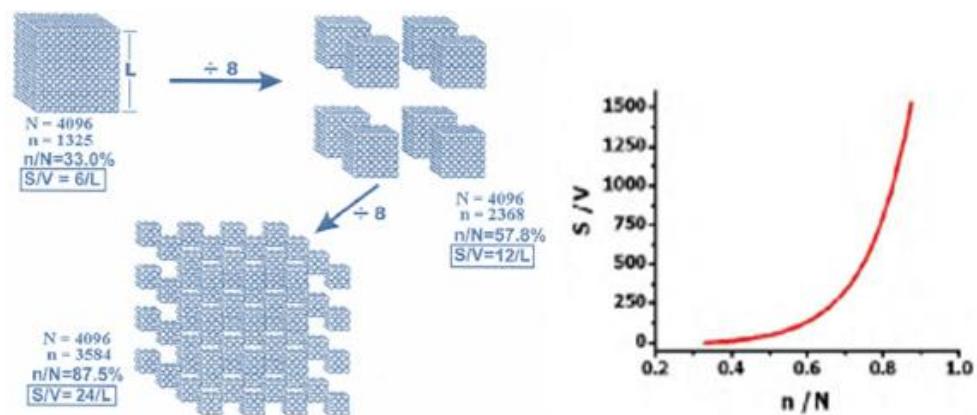


Fig. 1. 4 Representación esquemática de la relación entre la superficie y el volumen, mostrando el aumento exponencial al disminuir el tamaño de partícula. N es el número total de átomos, n es el número total de átomos en la superficie y L es la longitud inicial de la arista del cubo de partida [21].

1.7 Efectos de tamaño

La reducción de las dimensiones de los materiales tienen importantes efectos en las propiedades ópticas, la razón de este comportamiento generalmente está asociado a dos fenómenos diferentes, uno de ellos es debido al confinamiento cuántico y el otro está relacionado al plasmón de resonancia superficial. La absorción de resonancia de plasma está relacionado particularmente con los materiales que presentan propiedades metálicas, es decir que tienen electrones libres.

Cuando el tamaño de una partícula es muy pequeño comparado con la longitud de onda del sistema, el desplazamiento de las cargas en una partícula esférica es homogénea y se puede describir mediante una distribución dipolar, como se ilustra en la figura 1.5. Cuando la nube electrónica se desplaza con respecto al núcleo, una fuerza restauradora, debida a la atracción coulombiana entre los electrones y el núcleo, lo cual da como resultado la oscilación de la nube electrónica relativa al núcleo. La frecuencia de oscilación está determinada por cuatro factores [23]: La densidad de electrones, la masa electrónica efectiva, la forma ó el tamaño de la distribución de carga.

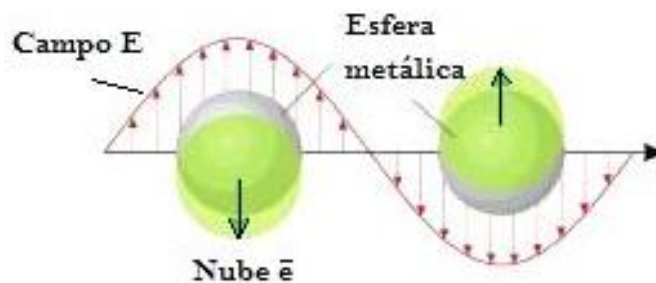


Fig. 1. 5 Esquema de la oscilación del plasmón en una esfera que muestra el desplazamiento de los electrones de conducción con respecto a los núcleos [24].

Por otro lado, cuando la esfera crece, el desplazamiento de la nube electrónica con respecto a los núcleos ya no es uniforme y por lo tanto hay una distribución de carga en la superficie que se puede describir mediante momentos multipolares de orden mayor al dipolar. Para el caso en que se tiene el modo de resonancia cuadrupolar, la mitad de la nube electrónica se mueve paralela al campo eléctrico aplicado y la otra mitad se mueve anti paralelamente.

La forma de las nanopartículas está relacionada a la superficie cristalográfica expuesta por la NPs. Estas superficies son diferentes de acuerdo a su orientación cristalográfica. Por ejemplo, las superficies en orientaciones $\{111\}$ y $\{100\}$ de nanopartículas metálicas con estructura FCC, son diferentes no solo en la densidad atómica en la superficie, sino también en la estructura electrónica, energía de enlace y por consiguiente en la reactividad química.

1.8 Estructura cristalográfica.

La mayoría de las nanopartículas son cristalinas, es decir, son arreglos de átomos que obedecen a un cierto orden y acomodo en el espacio. Este ordenamiento de átomos se conoce como red cristalina. Los materiales cristalinos son aquellos materiales sólidos cuyos elementos constitutivos (átomos, iones o moléculas) se repiten de manera ordenada y paralela en todas direcciones, así la propiedad característica del medio cristalino es ser periódico.

1.8.1 Estructura de la plata y óxidos de plata.

La plata es muy utilizada como catalizador y particularmente nanopartículas de plata son utilizadas como agentes antibacteriales. Es uno de los llamados metales nobles que cristaliza en una estructura cúbica centrada en las caras (FCC), cuyo parámetro de red es de $4,086 \text{ \AA}$ y grupo espacial $Fm\bar{3}m (225)$ [25].

En la Figura 1.6 se presenta la celda unitaria de la plata. El empaquetamiento FCC a lo largo de la dirección $\{111\}$ es ABCABCABC, pero cambiando este acomodamiento podemos tener empaquetamientos del tipo ABABABA o ABCBABCBA que se conocen como 2H y 4H respectivamente, ambas de estructura hexagonal [26].

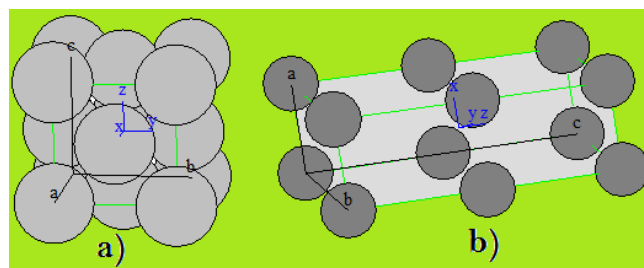


Fig. 1.6 Estructura FCC y 4H de la plata.

En materiales nanocristalinos pueden existir modificaciones en el parámetro de red debido su tamaño finito por lo que la formación de este tipo de estructuras puede resultar posible bajo ciertas condiciones de síntesis. La plata 4H cristaliza en estructura hexagonal con parámetros de red de $a = 2,8862 \text{ \AA}$, $c = 10 \text{ \AA}$ y su grupo espacial corresponde al P63/mmc (194) [26].

En cuanto a los sistemas de plata y oxígeno, existen diferentes tipos de óxidos como lo son Ag_2O , AgO , Ag_3O_4 y Ag_2O_3 . Muchos de estos óxidos son utilizados en catalizadores para la oxidación de etileno y metanol, sensores de monóxido de carbono, en baterías alcalinas, etc. [27]. El más estable de estos es Ag_2O que cristaliza en una estructura cúbica tipo cuprita de iones de Ag^{1+} , con parámetro de red de $4,726 \text{ \AA}$ y grupo espacial Pn3m (224). Existe también una fase de estructura hexagonal con parámetros de red $a = 3,072 \text{ \AA}$ y $c = 4,941 \text{ \AA}$ y grupo espacial P-3m1 (164). En la Figura 1.7 se presenta la celda unitaria tipo cuprita de este tipo de óxido.

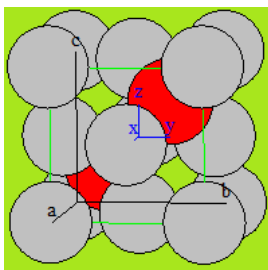


Fig. 1. 7 Celda unitaria del Ag_2O . La celda es de tipo cúbica con los oxígenos en sitios tetraédricos. Las esferas grises representan iones de Ag^{1+} y las rojas iones O^{2-} .

Otro óxido común es el AgO , el cual está formado por una combinación de iones AgI coordinados con dos oxígenos y AgIII con cuatro átomos de oxígeno [28]. Podemos encontrarlo con estructura tetragonal, monocónica e incluso cúbica (tablas de rayos X). En la fase tetragonal, los parámetros de red son $a = 6,883 \text{ \AA}$ y $c = 9,122 \text{ \AA}$ con grupo espacial I41/a (88); mientras que en la fase monocónica los parámetros de red son $a = 5,852 \text{ \AA}$; $b = 3,478 \text{ \AA}$ y $c = 5,495 \text{ \AA}$ con grupo espacial P21/c (14). En la Figura 1.8 se presentan las celdas unitarias para estas dos fases.

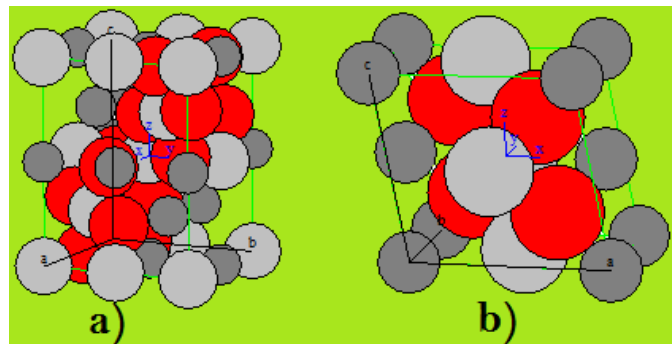


Fig. 1. 8 a) Celda unitaria tetragonal y b) monoclinica del AgO. Se representan los átomos de AgI con esferas grises oscuras, los átomos de AgIII con esferas grises claras y los Oxígenos en rojo.

Otras fases menos estables de óxidos de plata son el Ag_2O_3 y el Ag_3O_4 . El Ag_2O_3 es isoestructural con el Au_2O_3 y posee una celda ortorrómbica con parámetros de red $a = 12,869 \text{ \AA}$, $b = 10,49 \text{ \AA}$ y $c = 3,6638 \text{ \AA}$ con grupo espacial $Fdd2$ (49). En el caso del Ag_3O_4 cristaliza en una celda monoclinica con parámetros de red de $a = 3,5787 \text{ \AA}$, $b = 9,2079 \text{ \AA}$ y $c = 5,6771 \text{ \AA}$ con grupo espacial $P21/c$ (14). En la Figura 1.9 se muestran las celdas unitarias para estos tipos de óxidos.

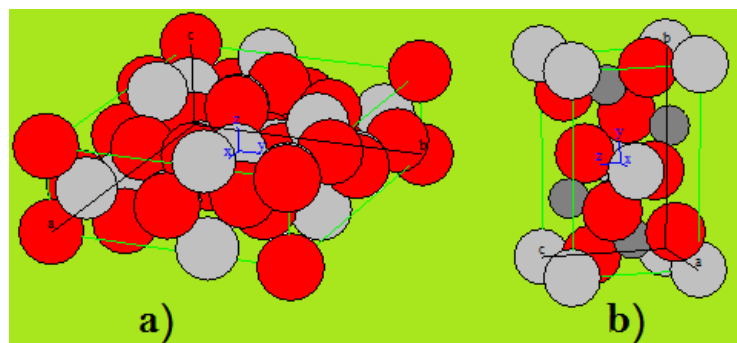


Fig. 1. 9 a) Celdas unitarias de Ag_2O_3 y b) Ag_3O_4 . En gris oscuro se representan átomos de AgI, en gris claro los átomos de AgIII y en rojo los oxígenos.

La plata tiene una formula empírica Ag_2O , lo que sugiere que la plata esta en el estado de oxidación 2. Es un polvo fino de color negro o marrón oscuro que se utiliza para preparar otros compuestos de plata. El oxido de plata se puede preparar mediante la combinación de nitrato de plata y un hidróxido alcalino.

Al igual que la mayoría de los óxidos binarios, el Ag_2O es un polímero tridimensional con un enlace covalente uniendo el metal con el óxido. Es isoestructural como el Cu_2O , es decir que comparten la misma estructura, por lo cual se espera que el Ag_2O sea insoluble en todos los solventes. Comercialmente, el óxido de plata se usa en las baterías, en química orgánica es usado como un leve agente oxidante, oxida aldehídos en ácidos carboxílicos, tales reacciones con frecuencia funcionan mejor si el óxido de plata es preparado in situ a partir de nitrato de plata e hidróxido alcalino.

1.9 Métodos de síntesis.

La síntesis de materiales nanoestructurados atómicas o moleculares, dependen del control que se desee de las diversas propiedades que las partículas poseen a nanoescala. Existen numerosos métodos para la síntesis de materiales nanoestructurados; tanto físicos como químicos y los recientes métodos verdes. En ambos casos la capacidad de producción y restricción del tamaño de agregados nanométricos se define por variables antes mencionadas.

1.9.1 Métodos Químicos.

Los métodos químicos, como su nombre lo dice son aquellos que en los que no interviene un cambio químico en el material. Una ventaja que ofrece el utilizar los métodos químicos, es su versatilidad para diseñar y sintetizar nuevos materiales que pueden ser moldeados al producto final, aunque su principal ventaja se debe a que ofrecen una buena homogeneidad química. Entre dichos métodos están: el sol- gel [8], transición de fase [29], la polimerización [9], electroquímica [10], las reacciones en superficies sólidas, la reacción en superficie de matriz [11], electro- reducción [30], micelas inversas [31]etc.

1.9.2 Métodos físicos.

Los métodos físicos son los procesos en los cuales interviene un cambio físico y no cambia el estado químico del material. Dentro de dichos métodos se pueden mencionar: la mecano-síntesis, la evaporación térmica, el sputtering (espreado

atomizado), la ablación láser [32], la abrasión iónica, moldes [33], por mencionar algunas. Algunos de los inconvenientes de estos métodos son el alto costo de los equipos y los requerimientos técnicos.

1.9.3 Método de Bio-reducción

La síntesis de nanopartículas usando métodos biológicos ha sido de gran interés en los últimos años, especialmente por sus propiedades ópticas [34], químicas [35], foto electroquímicas [36], y electrónicas [37]. La síntesis de nanopartículas que son realizadas con química limpia, gozan de los beneficios de no ser tóxicas y además son ambientalmente aceptables, los procedimientos para la química verde probablemente van desde la participación de organismos como las bacterias hasta hongos e incluso plantas como la alfalfa [38 -41]

El método de bio-reducción, puede ser catalogado como un método de la química verde. El concepto de química verde está relacionado con la prevención de la contaminación ambiental, mediante el diseño de procesos y productos químicos que sean poco dañinas al medio ambiente. Mukherjee et al., y Gardea- Torresdey et al., fueron de los primeros en reportar artículos relacionados a la Biosíntesis de oro y plata basadas en hongos [42] y alfalfa [43]. Prashant Mohanpuria et al., [44] enlisto algunos de los llamados métodos verdes para la producción de nanopartículas, como se muestra en la Tabla 1.1

La síntesis de nanopartículas metálicas por Biosíntesis ha sido de gran interés en los últimos años, como alternativa de los métodos físicos y químicos, al poder trabajar con plantas que por lo general son clasificadas como plaga por el ser humano. La formación de nanopartículas de oro y plata por bio-reducción por medio de plantas vivas como la alfalfa, fueron de los primeros trabajos reportados. Así mismo han sido reportadas las síntesis de nanopartículas con diversos materiales como el geranio [45], neem [46], hojas de tamarindo, aloe vera [47] entre otras.

Identidad Biológica	Nanopartículas Producidas	Tamaño
<i>Avena sativa</i> (Plant)	Au	5–20 nm (at pH 3 and 4), 25–85 nm (at pH 2)
<i>Azadirachta indica</i> (Plant)	Ag, Au and Ag/Au bimetallic	50–100 nm
<i>Aloe vera</i> (Plant)	Ag	15.2 ± 4.2 nm
<i>Alfalfa</i> (Plant)	Ti/Ni bimetallic	1–4 nm
<i>Aspergillus fumigatus</i> (Fungus)	Ag	5–25 nm
<i>Colletotrichum</i> sp. (Fungus)	Au	20–40 nm
<i>Candida glabrata</i> (Yeast)	CdS	20 Å
<i>Desulfovibrio desulfuricans</i> (Bacterium)	Palladium	–
<i>Emblica Officinalis</i> (Plant)	Ag and Au	(10–20 nm) and (15–25 nm)
<i>Fusarium oxysporum</i> and <i>Verticillium</i> sp. (Fungi)	Magnetite	20–50 nm
<i>Fusarium oxysporium</i> (Fungus)	Ag	5–15 nm
<i>Fusarium oxysporium</i> (Fungus)	Au	20–40 nm
<i>Fusarium oxysporium</i> (Fungus)	Zirconia	3–11 nm
<i>Fusarium oxysporium</i> (Fungus)	CdS	5–20 nm
<i>Fusarium oxysporium</i> (Fungus)	Barium titanate	4–5 nm
MKY3 (Yeast)	Ag	2–5 nm
Magnetotactic bacteria	Magnetic (Fe ₃ O ₄), greigite (Fe ₃ S ₄)	–
<i>Rhodococcus</i> sp.(Actinomycete)	Au	5–15 nm
<i>Pseudomonas aeruginosa</i> (Bacterium)	Au	15–30 nm
<i>Pelargonium graveolens</i> (Plant)	Ag	16–40 nm
<i>Schizosaccharomyces pombe</i> (Yeast)	CdS	1–1.5 nm
<i>Pseudomonas stutzeri</i> (Bacterium)	Ag	Up to 200 nm
<i>Schizosaccharomyces pombe</i> (Yeast)	CdS	20 Å
<i>Trichothecium</i> sp. (Fungus)	Au	–
<i>Thermomonospora</i> sp. (Actinomycetes)	Au	8 nm
<i>Verticillium</i> (Fungi)	Au	20 nm
<i>Verticillium</i> (Fungi)	Ag	25 ± 12 nm
<i>P. jadinii</i> (Yeast)	Au	Few to 100 nm
<i>V. luteoalbum</i> (Fungus)	Au	Few to 100 nm
<i>Thermomonospora</i> sp. (Actinomycete)	Au	–
<i>Plectonema boryanum</i> UTEX 485 (Cyanobacterium)	Octahedral Au platlets	6 µM to 10 nm
<i>Cinnamomum camphora</i> (Plant)	Au and Ag	55–80 nm
Nitrate reductases (from <i>Fusarium oxysporum</i> , a Fungus)	Ag	10–25 nm
<i>Fusarium oxysporum</i> ,(Fungus)	CdSe quantum dots	–
<i>Fusarium oxysporum</i> ,(Fungus)	Silica and Titanium	5–15 nm

Tabla 1. 1 Métodos de síntesis ejemplificando la química verde [44].

Se ha demostrado que por medio de la bioreducción en soluciones acuosas se pueden producir nanopartículas, de Cu, Ni, Cd, Pb, Zn, Ag y Au. Haciendo notar que la unión de los iones metálicos se lleva a cabo por los grupos funcionales contenidos en la planta. Además J. L. Gardea - Torresday et al [48]. Sugieren que los grupos carboxilo son desprotonados y quedan negativamente cargados trayendo los iones metálicos de carga positiva, y como consecuencia se unen y remueven los iones de la solución. En la figura 1.10 se muestra el proceso de Bioreducción desarrollado por el Dr. Gerardo Canizal [49].

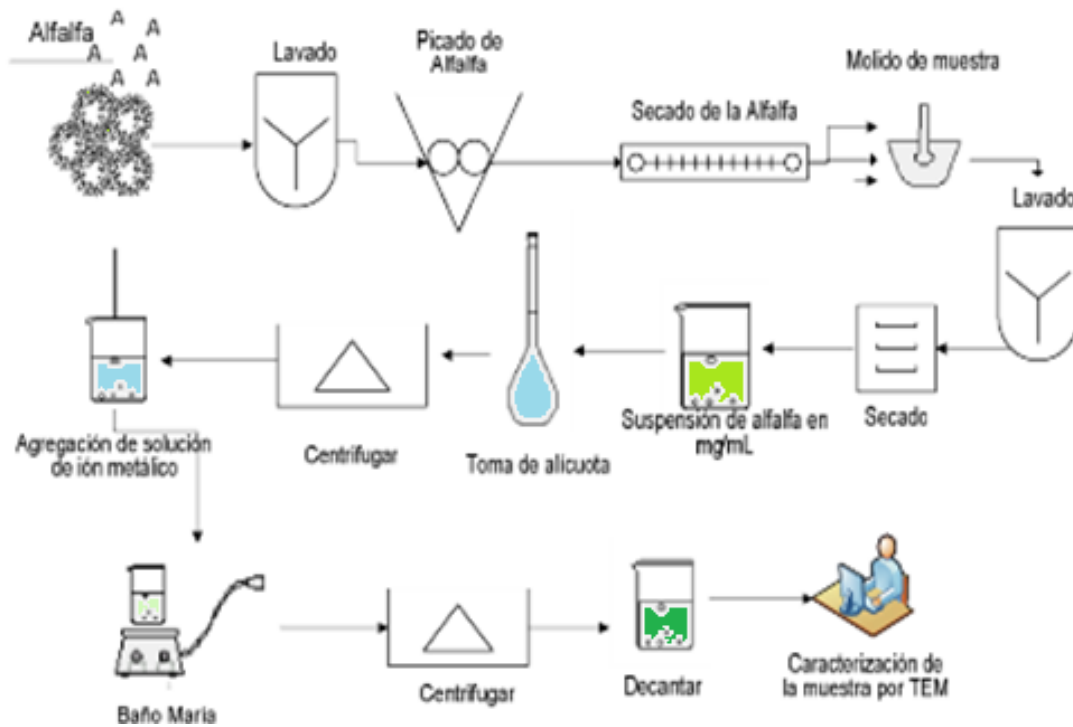


Fig. 1. 10 Esquema del proceso de bioreducción utilizado por G. Canizal et al. [49]

1.9.3.1 Taninos

Se encuentran dentro de la clasificación de las sustancias fenólicas, dentro de esta clasificación se encuentran los fenoles mono nucleares, depsidos y taninos.

Los taninos son sustancias no nitrogenadas, solubles en agua, alcohol, acetona y poco solubles en éter, poseen una estructura polifenólica. Se ocupan principalmente para curtir la piel, haciéndola impermeable y difícil de pudrir. Por su composición, dan una molécula de hidrato de carbono y un número relativamente grande de moléculas de ácido gálico, esto dado por hidrólisis total, los taninos se clasifican en taninos hidrolizables y en tanino no hidrolizables o condensados.

Taninos no hidrolizable: condensados o catéquicos. Estas sustancias no son hidrolizables por los ácidos ni por las enzimas. Los ácidos fuertes en caliente o los agentes de oxidación los convierten en sustancias rojas u oscuras, insolubles en la mayor parte de los solventes. Estos taninos no son derivados del ácido gálico sino que derivan de los catecoles, a los que se los considera protaninos. Poseen estructura relacionada con los flavonoides y por ser no glucídicos son poco solubles en agua y en lugar de hidrolizarse cuando se los hace hervir en ácido diluido, se transforman en producto de condensación. Las catequinas se consideran precursores de los taninos condensados. Los taninos presentes en las uvas son catequinas y sobre todo leucoantocianidinas.

Los taninos hidrolizables: Son ésteres de ácidos fenoles y de osas, se denominan así por ser fácilmente hidrolizables por ácidos, bases, enzimas. Antiguamente se les llamaban taninos pirogálicos, porque procedían del pirogalol, por destilación seca. Se diferencian dos grupos, los galotaninos y los elagitaninos.

El ácido tánico es un tanino hidrolizable, compuesto de glucosa y ácidos fenólicos, cuya fórmula es $C_{76}H_{52}O_{46}$ (fig.1.11) [50]. Posee la mínima complejidad de pentadigaloíl-glucosa. Las soluciones de ácido tánico tienden a descomponerse con el tiempo, formándose ácido gálico, sustancia también encontrada en muchas muestras comerciales de ácido tánico. Puede detectarse su presencia por el color rojizo producido por adición de una solución de cianuro potásico al 5 %.

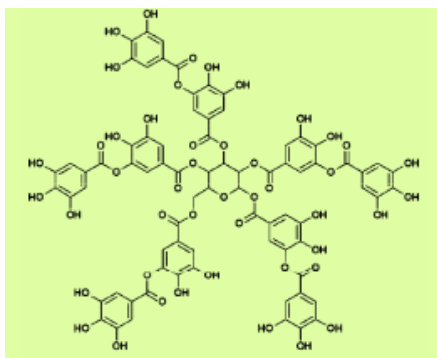


Fig. 1. 11 Estructura del ácido tánico (C₇₆H₅₂O₄₆) . [50]

1.10 Técnicas de caracterización.

La caracterización de los materiales nanoestructurados resulta compleja debido a que presentan al menos una de sus dimensiones inferior a los 100 nm y por tanto requieren Instrumentos sofisticados para su análisis. A continuación se describirán algunas de las técnicas de caracterización que fueron utilizadas en este trabajo: Espectroscopia de Absorción y Microscopia Electrónica de Transmisión.

1.10.1 Espectroscopia de absorción.

El proceso de comparar dos haces luminosos de diferente longitud de onda (color), se denomina fotometría heterocromática. La espectrofotometría es uno de estos métodos, en el cual los dos haces que han de compararse se dispersan primero en espectros y después se comparan sucesivamente a través del espectro de luz. El instrumento que realiza esta función es el espectrofotómetro.

Este instrumento proyecta un haz de luz monocromática a través de una muestra y mide la cantidad de luz que es absorbida por dicha muestra. El análisis de las frecuencias que son absorbidas por un sistema se hace irradiándolo con todas las frecuencias del espectro y detectando cuáles no lo atraviesan o lo hacen en forma atenuada. Este proceso nos permite obtener información sobre la naturaleza de la muestra.

El proceso de atenuación de la luz en la muestra puede deberse a tres procesos: absorción, reflexión o dispersión. En el caso de la absorción óptica, ésta se produce cuando la frecuencia de la luz que incide sobre la muestra es resonante con una transición del estado base a uno excitado de los átomos en el sólido.

En el caso de una partícula metálica, cuando una onda electromagnética incide sobre ésta, sus electrones comienzan a oscilar a una frecuencia igual a la de la onda, lo que conlleva a un proceso de dispersión (las cargas pueden ser aceleradas e irradiar energía en cualquier dirección) o a un proceso de absorción, donde se llevan a cabo excitaciones en las cargas y por lo tanto pueden convertir la energía de la onda electromagnética en energía térmica. La oscilación de la longitud de onda máxima depende de varios factores, entre los que destacan, la forma y el tamaño de la Nanopartícula, así como la naturaleza del medio que la rodea [51].

En espectroscopia el termino luz no sólo se aplica a la forma visible de radiación electromagnética, sino también a las formas UV e IR, que son invisibles. En espectrofotometría de absorbancia se utiliza las regiones del ultravioleta (UV cercano, de 195 a 400 nm) y el visible (400 - 780 nm).

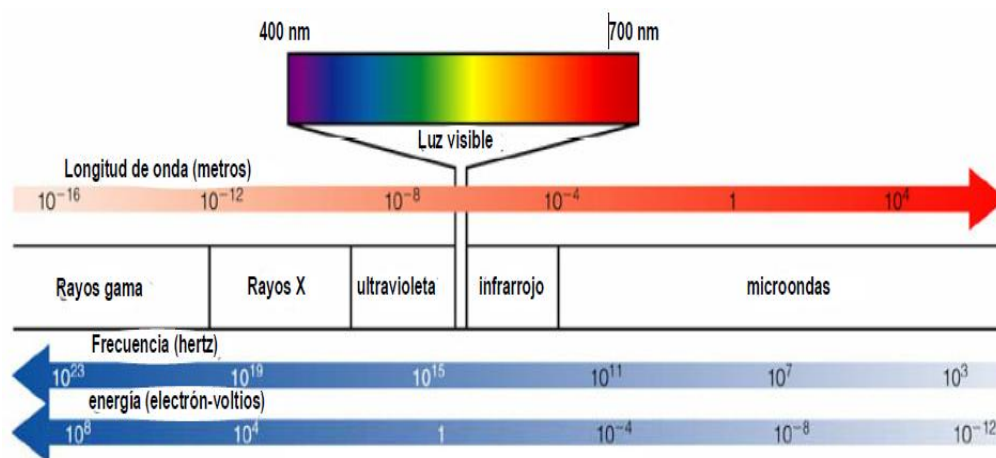


Fig. 1. 12 Espectro electromagnético [51]

La región UV es una región de energía muy alta, que puede provocar daño en el ojo humano. Los compuestos con dobles enlaces aislados, triples enlaces, enlaces peptídicos, sistemas aromáticos, grupos carbonilos y otros heteroátomos tienen su

máxima absorbancia en la región UV. Diversos factores como el pH, concentración de sal y el disolvente pueden alterar la carga de las moléculas, provocando desplazamientos de los espectros UV.

1.10.1.1 La transmitancia y Absorbancia.

Cuando un rayo de luz de una cierta longitud de onda de intensidad I_o incide perpendicularmente sobre una disolución de un compuesto químico que absorbe luz o cromóforo, el compuesto absorberá una parte de la radiación incidente (I_a) y dejará pasar el resto (I_t), de forma que se cumple: $I_o = I_a + I_t$.

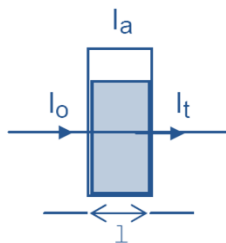


Fig. 1. 13 Transmitancia y Absorbancia.

- *La transmitancia* (T) de una sustancia en solución es la relación entre la cantidad de luz transmitida que llega al detector una vez que ha atravesado la muestra, I_t , y la cantidad de luz que incidió sobre ella, I_o , y se representa normalmente en tanto por ciento: $\% T = I_t/I_o \times 100$. La transmitancia nos da una medida física de la relación de intensidad incidente y transmitida al pasar por la muestra. La relación entre $\%T$ y la concentración no es lineal, pero asume una relación logarítmica inversa [51].

- *La Absorbancia* (A) es un concepto más relacionado con la muestra puesto que nos indica la cantidad de luz absorbida por la misma, y se define como el logaritmo de $1/T$, en consecuencia: $A = \log 1/T = -\log T = -\log I_t/ I_o$. Cuando la intensidad incidente y transmitida son iguales ($I_o = I_t$), la transmitancia es del 100% e indica que la muestra no absorbe a una determinada longitud de onda, y entonces A vale $\log 1 = 0$. La cantidad de luz absorbida dependerá de la distancia que atraviesa la luz a través de la solución del cromóforo y de la concentración de éste [52].

1.10.1.2 Ley de Lambert – Beer.

La ley de Lambert-Beer establece que la absorbancia está directamente relacionada con las propiedades intrínsecas del analito, con su concentración y con la longitud de la trayectoria del haz de radiación al atravesar la muestra. La expresión matemática de la ley de Lambert-Beer es:

$$A = C \cdot \epsilon \cdot L$$

Donde:

A = Absorbancia de la muestra

C = Concentración del cromóforo

L = Longitud del paso óptico que contiene la muestra

ϵ = Absorptividad molar. Depende del cromóforo en sí mismo, de la λ y de las condiciones de medida (pH, T...). Ya que la absorbancia es adimensional las unidades son concentración⁻¹ longitud⁻¹.

La ley de Lambert-Beer se cumple para soluciones diluidas; para valores de c altos, ϵ varía con la concentración, debido a fenómenos de dispersión de la luz, agregación de moléculas, cambios del medio, etc. [52].

1.10.1.3 Instrumentación: Espectrofotómetro

El análisis de las nanopartículas es llevado a cabo en un espectrofotómetro marca Varian modelo Cary 5000. Para ello, el espectrofotómetro cuenta con un equipo de análisis de doble haz para muestras líquidas y el software necesario para el control del instrumento y la representación de datos enviados por el detector. Los parámetros del espectrofotómetro son ajustados para obtener el mejor análisis posible.

Todos los espectrofotómetros están compuestos de la siguiente manera:

1. Una fuente de energía radiante, por lo general una lámpara de deuterio y tungsteno.

2. Un monocromador para la selección de radiaciones de una determinada longitud de onda.
3. Para medir en UV se deben usar cubetas o tubos, de cuarzo o sílice fundido, ya que el vidrio no transmite la radiación UV.
4. Un detector de luz y un amplificador, convierte las señales luminosas en señales eléctricas.
5. Un sistema de lectura de datos.

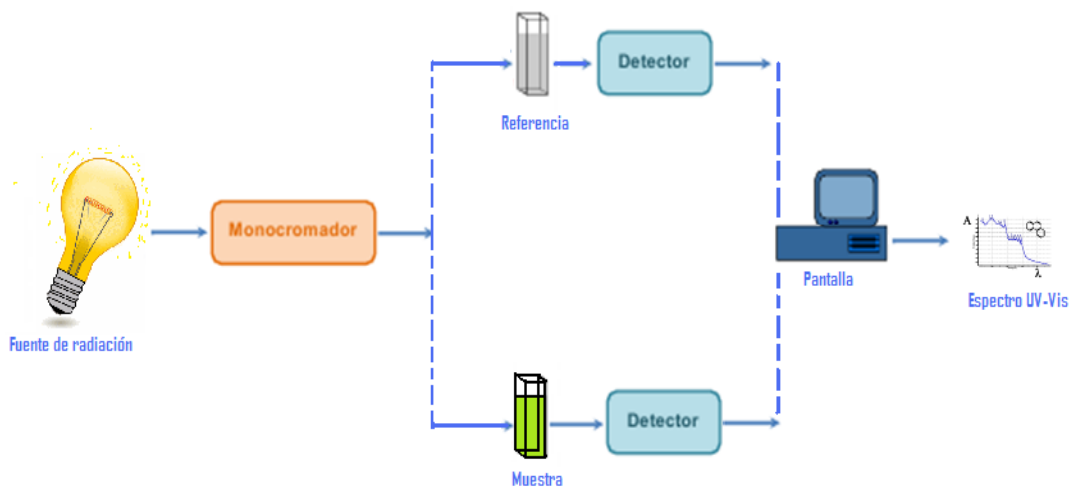


Fig. 1. 14 Espectrofotómetro de dos haces. Uno atraviesa la muestra y el otro nos sirve de referencia.

Desde el punto de vista operativo, el primer paso es seleccionar la fuente de luz y longitud de onda a la que se va a realizar la medida. Hay espectrofotómetros de un solo haz (con una sola celdilla para alojar la cubeta con la muestra) y de doble haz como se muestra en la figura 1.14 (con dos celdillas para dos cubetas).

Se mide primero la Absorbancia del disolvente (conocido como blanco) y al que se le asigna el valor de cero mediante el ajuste del mando, de forma que la intensidad incidente y transmitida sean iguales ($I_0 = I_t$), y por tanto la Absorbancia es cero. A continuación se pone en la celdilla la cubeta con la muestra y se lee la absorbancia de ésta [53].

1.10.2 Microscopía electrónica de transmisión

Con ayuda de la Microscopía Electrónica se busca caracterizar las nanopartículas obtenidas, confirmar su producción y determinar su forma, tamaño y estructura; con base en micrografías a baja y alta resolución y en el análisis de su patrón de difracción. La microscopía, en sí, es la técnica de producir imágenes visibles de estructuras o detalles microscópicos que no somos capaces de percibir a simple vista. En general, se clasifican a los microscopios en Ópticos y Electrónicos, dependiendo de la fuente de iluminación que utilicen.

En un microscopio óptico, la fuente de iluminación son fotones (luz) y se ocupan lentes de algún material transparente para generar la imagen [54]. El microscopio electrónico surge debido a que el microscopio óptico tiene un límite de resolución que ya no puede ser mejorado, es por ello que fue indispensable encontrar una nueva fuente de iluminación para sobrepasar esta limitación. Se utilizó por lo tanto, una fuente de radiación con una longitud de onda menor: los electrones. La forma de operación de un microscopio electrónico es análoga a la de un microscopio óptico.

El microscopio electrónico de transmisión (TEM), consiste fundamentalmente de un cañón de electrones (fuente de iluminación), lentes condensadoras, lente objetiva, lentes intermedias y lente proyectora. El cañón electrónico es la única lente electrostática que tiene el TEM; las demás son lentes electromagnéticas.

Cuando el haz de electrones interacciona con la muestra se producen diferentes tipos de señales, las cuales nos permiten hacer la caracterización estructural y química de ésta (Fig. 1.15b). Entre estas señales, se encuentran los electrones que logran atravesar la muestra, conocidos como electrones transmitidos. Éstos nos permiten construir una imagen de la muestra y nos dan información estructural de la misma.

Si enfocáramos ahora el plano focal de la lente objetiva en lugar de enfocar el plano imagen, lo que observaríamos sería un arreglo de puntos brillantes alrededor de un punto central. Estos puntos luminosos son haces difractados y transmitidos, conocidos en su conjunto como patrón de difracción.

La imagen 1.15a muestra un patrón de difracción electrónico. Este patrón de difracción contiene información estructural de la muestra, lo que nos permitirá conocer el tipo de fase que presentan las nanopartículas producidas [54].

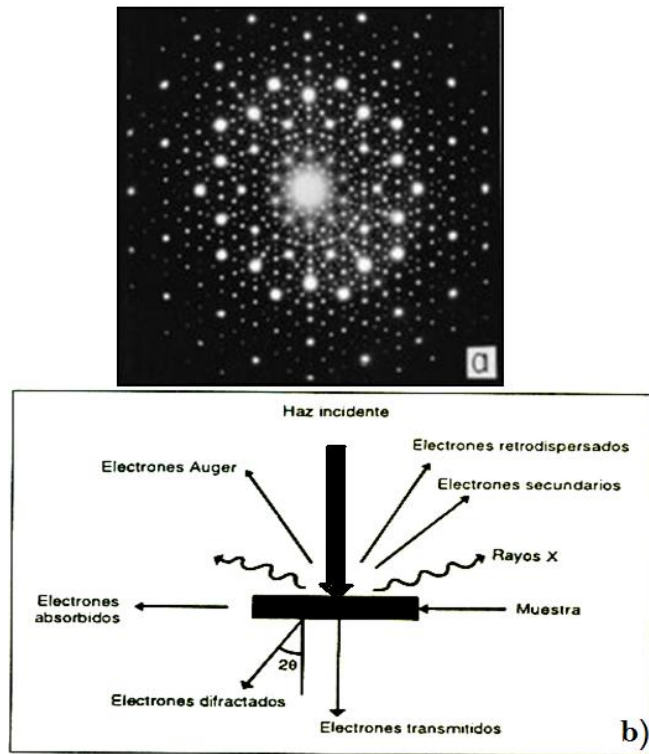


Fig. 1. 15 a) Patrón de difracción electrónico y b) Tipos de señales que se producen durante la interacción del haz electrónico con la muestra [54]

The background of the page is a close-up photograph of a mortar and pestle. The mortar is filled with a white, crystalline powder. The pestle is visible at the bottom left, resting on the powder. The lighting is soft, highlighting the texture of the powder and the smooth surface of the mortar.

CAPITULO 2

METODO EXPERIMENTAL

METODO EXPERIMENTAL

En este capítulo, se describe el procedimiento para la preparación de las soluciones coloidales de nanopartículas Ag_xO_y donde se produce la síntesis. El método elegido tiene la ventaja de ser ambientalmente amigable, de bajo costo y alta reproducibilidad, además de ser muy eficiente en su producción, llegándose a obtener partículas del orden de menos de 5 nm.

2.1 Síntesis de nanopartículas por bio-reducción

Este método, consiste en una reducción química de un precursor metálico (generalmente una sal) vía un agente reductor biológico en una solución acuosa. En trabajos previos, se utilizó Alfalfa para reducir sales metálicas [55-57]. En un principio se creía que los taninos presentes en la biomasa, eran los principales agentes que participaban en la reducción y crecimiento de las nanopartículas. Sin embargo, y debido a la gran diversidad de sustancias inmersas en la biomasa de la planta, esto era difícil de determinar. Es por ello que en este trabajo se emplea un tanino sintético para tal fin, el cual es una sustancia presente en diversas plantas y que ha demostrado ser eficiente en la formación de partículas inorgánicas.

En particular se emplea ácido tánico como agente reductor y estabilizador. El ácido tánico pertenece al grupo de taninos hidrolizables, es un polifenol, consistente de un núcleo de glucosa conectado a cadenas poligaliol (polygalloyl) y que contiene suficientes grupos hidroxilo y carboxilo para reducir iones metálicos y empezar el proceso de nucleación. Los grupos galiol son buenos reductores del nitrato de plata y la glucosa un buen estabilizador, lo que hace al ácido tánico un excelente agente para la formación y estabilización de nanopartículas de óxidos de plata.

Para poder escoger una concentración de sal metálica, primero se realizaron pruebas con diferentes concentraciones: 3mM, 9mM, 15mM, 18mM, 21mM, de $AgNO_3$ las cuales se hicieron con un pH establecido en 8 y una concentración molar de ácido tánico de 0.45 mM para todas las soluciones. La concentración que se escogió fue de 3mM.

El procedimiento para la síntesis de nanopartículas de plata y óxidos de plata por éste método se describe a continuación.

2. 2 Reactivos

Los reactivos utilizados en la preparación de nuestras soluciones son:

- a) Ácido Tánico (TA, $C_{76}H_{52}O_{46}$) concentración 0,45 mM.
- b) Nitrato de Plata ($AgNO_3$) concentración 3 mM.
- c) Hidróxido de Sodio ($NaCl$) concentración 0,05 M.

2.3 Procedimiento

La síntesis se realiza a temperatura ambiente, utilizando como disolvente agua destilada. Los detalles del procedimiento se describen a continuación:

1. La solución se preparó en 5 ml de agua destilada con una concentración de 0.45 mM de ácido tánico, dicha solución fue sometida a tratamiento ultrasónico por 1 min.
2. El valor del pH es fijado mediante la adición de hidróxido de sodio a diferentes concentraciones. El pH de cada solución fue medido con un potenciómetro.
3. Esta disolución se introduce a un baño ultrasónico por 15 minutos y a una centrifugación por otros 15 minutos a 5000 rpm y 20°C.
4. Al salir de la centrifugadora la solución del ácido tánico se mezcla homogéneamente con 5 mL de una solución “fresca” de Nitrato de Plata por medio de una pipeta de vidrio. Inmediatamente, el color de la solución cambia de tono. El color depende del pH seleccionado.
5. Nuevamente se somete a baño ultrasónico por 20 minutos y posteriormente a una última centrifugación por 20 minutos con los parámetros antes mencionados.

6. Al terminar el proceso, las soluciones son decantadas, se colocan en frascos y se etiquetan para identificarlos. A partir de este momento, la formación y crecimiento de nanopartículas en la solución están en proceso.

7. Al término de la síntesis se toman lecturas de espectrofotometría cada 10 minutos hasta completar una hora.

8. Después de una hora de haber concluido la síntesis se preparan las muestras para microscopia, depositando una gota de la solución sobre una rejilla de difracción de Cu, dejándola secar por 24 hrs, este procedimiento se sigue para cada uno de los diferentes pH.



Fig.2. 1 Diagrama del proceso de síntesis de nanopartículas de plata.

Las soluciones que hicimos se muestran en las figura 2.2. Se pueden observar las diferentes tonalidades producidas debidas al valor del pH en cada una de ellas.



Fig.2. 2 Nanopartículas producidas, de izquierda a derecha pH 2.09, 3.81, 4.29, 4.63, 5.8, 7.12, 8.31, 10.05, 11.95 y 13.

Las muestras son preparadas en rejillas de cobre para poder ser observadas en el MET (Microscopio Electrónico de Transmisión, o TEM por sus siglas en inglés) dejando caer una gota de la solución coloidal sobre la rejilla y dejando secar al menos por dos horas.

El análisis de nuestras muestras se realizó en un Microscopio Electrónico de Transmisión marca JEOL 2010F, en el Laboratorio de Microscopia del Departamento de Física y Astronomía de la Universidad de Texas, campus San Antonio, Texas (UTSA), E.U.A. y en el Laboratorio Central de Microscopía del Instituto de Física de la UNAM y la caracterización óptica de las muestras fue realizada con el Espectrofotómetro Varian Cary 5000, en el laboratorio de propiedades ópticas del Instituto de Física de la UNAM.

A microscopic view of biological cells, likely yeast or bacteria, on a blue background. The cells are white and have various shapes, including large, irregular, and elongated forms. Some cells appear to be budding or dividing. The text 'CAPITULO 3' is overlaid on the image in a bold, black, serif font.

CAPITULO 3

ANÁLISIS Y RESULTADOS

ANÁLISIS Y RESULTADOS

Utilizando el método de Biorreducción (con las modificaciones que se describen en el capítulo 2) y el control en el pH mediante la adición de NaOH, se logró la obtención de nanopartículas. La solución se preparó en 5 ml de agua destilada con una concentración de 0.45 mM de ácido tánico, lo cual fue sometido a un tratamiento ultrasónico por 1 min. El valor del pH en las soluciones se fija agregando una solución de NaOH a diferentes concentraciones. Después de haber sido agregado el NaOH las soluciones son llevadas nuevamente a baño ultrasónico por 15 min y después son centrifugadas a 5000 rpm durante 15 min. Posteriormente se agregan 3 mM de AgNO_3 diluido en 5 ml de agua destilada, la nueva solución debe ser mezclada homogéneamente para lo cual se usa el baño ultrasónico por 20 min y después se introduce en la centrifuga a 5000 rpm por 20 minutos más. Todo el proceso se lleva a cabo a temperatura ambiente.

Tan pronto la solución sale de la centrifuga, se realiza el análisis óptico con un espectrofotómetro Varian modelo Cary 5000. Este aparato cuenta con un sistema de análisis de doble haz así como con el software necesario para el manejo general del instrumento. Se toman lecturas en el rango de 300 a 800 nm de longitud de onda por intervalos de 10 minutos durante una hora aproximadamente. Paralelamente y con la misma frecuencia de tiempo, se mide el pH de la solución.

Una vez que se termina el estudio óptico, se prepararon muestras depositando una gota de la solución en rejillas de difracción de Cu de 300 mesh, dejándola secar por espacio de al menos 24 horas. Las rejillas fueron introducidas al MET JEOL JEM 2010. Se obtuvieron micrografías de alta y baja amplificación para hacer el análisis estructural y de granulometría.

La FFT se obtuvo con la ayuda del software Digital Micrograph y la indexación se llevo a cabo con el programa DPIP desarrollado en nuestro grupo de trabajo. El análisis de las partículas consta de tres etapas, se observo el tamaño, la estructura y la forma de

las partículas. A continuación se presentan los resultados obtenidos para lo cual se muestra una selección de fotografías de las nanopartículas estudiadas.

Como se menciona en el capítulo anterior para poder escoger la concentración de nitrato de plata, primero se realizaron pruebas con diferentes concentraciones: 3mM, 9mM, 15mM, 18mM, 21mM, las cuales se hicieron con un pH establecido en 8 y una concentración molar de ácido tánico de 0.45 mM para todas las soluciones.

La concentración que se escogió fue de 3mM de Nitrato de Plata ya que como se muestra en las micrografías de la figura 3.1 fue la muestra con la mejor distribución de partículas.

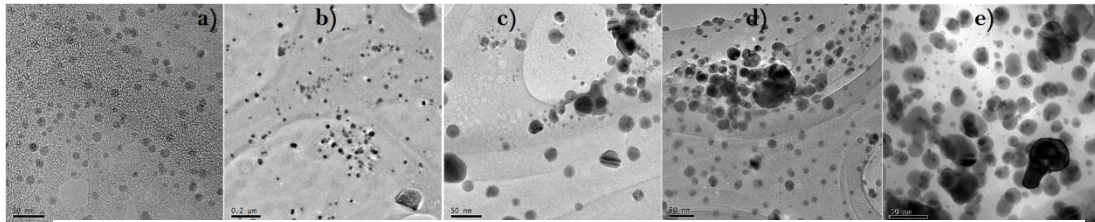


Fig.3. 1 Micrografías con las diferentes concentraciones de AgNO3. a) 3mM, b) 9mM, c) 15 mM, d) 18 mM, e) 21 mM

Para todas las soluciones se encontraron nanopartículas embebidas en la parte orgánica de la solución, como puede observarse en la micrografía de SEM en la figura 3.2. Por lo que para este trabajo no se consideraron dichas partículas y tampoco las partículas que en la imagen no se pudiera distinguir el contorno de cada una de ellas.

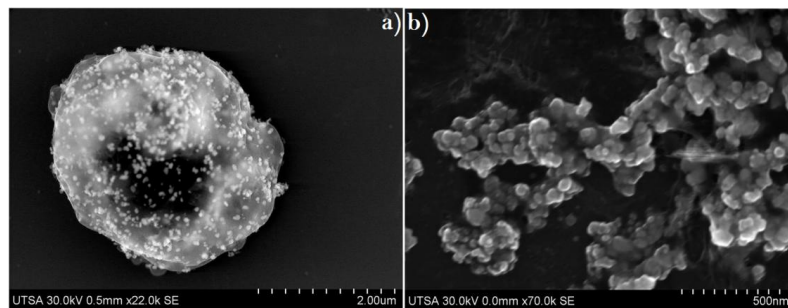


Fig.3. 2 Partículas sintetizadas con ácido tánico

3.1 CASO 1. Correspondiente al pH 2.09

Para alcanzar un valor de pH 2 en la solución, utilizamos una concentración de 1M de HCl, a temperatura ambiente. En la Figura 3.3(a) se muestra la solución acuosa obtenida al término de la síntesis de NPs, donde se puede observar una falta de coloración. En la Figura 3.3 (b) se muestra el espectro de absorción correspondiente, donde podemos observar el efecto que ejerce el tiempo de reacción en la síntesis de las nanopartículas, ya que puede verse el desplazamiento que presenta el pico máximo de la banda de absorción asociada con la resonancia plasmónica, efecto que se sabe, es debido al aumento en el tamaño de las partículas. El pico de la banda de absorción 1 hora después de haber sido completada la síntesis está situado en 406 nm.

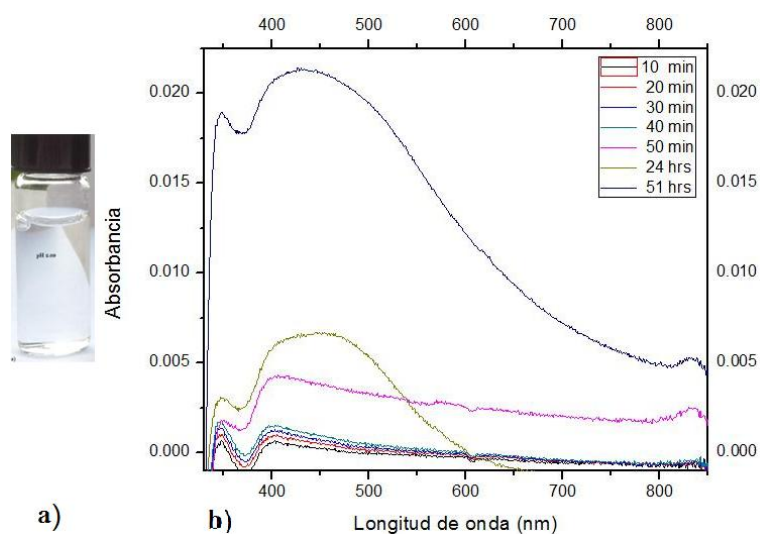


Fig.3. 3 Solución coloidal de AgO fijada a pH 2, b) Espectros UV-Vis de nanopartículas de AgO, obtenidas por bioreducción fijando el pH en 2 con 1M de HCl a diferentes tiempos.

La figura 3.4(a) muestra una de las micrografías de TEM a baja amplificación, donde puede verse una distribución relativamente homogénea en cuanto al tamaño y forma de las nanopartículas. Por su parte la figura 3.4 (b) muestra el histograma de tamaños que se hizo a partir de todas las micrografías obtenidas para este caso. El conteo de partículas se realizó con el programa *IMAGE J*, posteriormente se hizo una distribución de frecuencias, donde encontramos que el diámetro máximo se encuentra en el rango de 1 a 2 nm, con una desviación estándar de 2.47 nm.

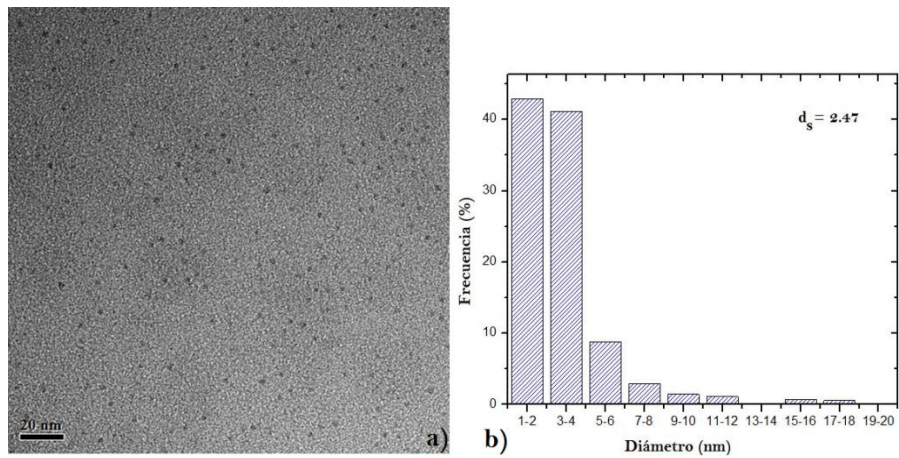


Fig.3. 4 a) Micrografía representativa de TEM de las NPs de AgO a pH 2, b) Distribución de tamaño de NPs AgO.

Las figura 3.5 b es ejemplo de las NPs mayores a 20 nm encontradas para este pH, donde en la figura 3.5a podemos observar que se encuentran alejadas de las demás partículas (son una colisión de partículas). Puesto que sabemos que la forma de las partículas es importante para explicar algunas de sus características, se muestran imágenes representativas de la forma general de las NPs para este pH (fig. 3.5 c y d) en las que podemos observar que las NPs menores a 20 nm son de forma semicircular.

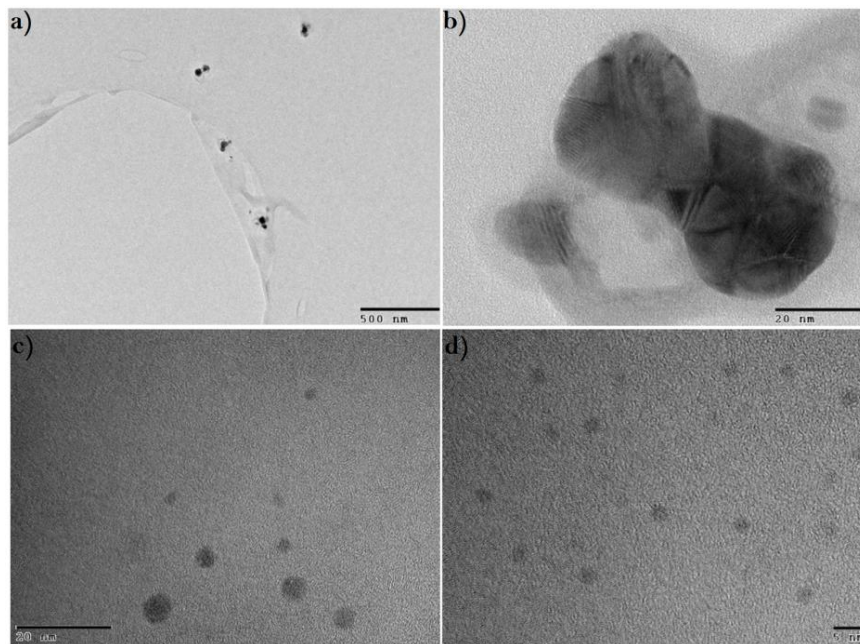


Fig.3. 5 Nanopartículas representativas de la morfología existente en el pH fijado en 2

La figura 3.6 a y c muestra una micrografía de HRTEM y en la figura 3.6 b y d se muestra la transformada rápida de Fourier (FFT) de la zona marcada con el recuadro punteado. Las distancias medidas de la partícula mayor a 5 nm (fig. 3.6a), son $d_1=2.2793$, $d_2= 2.4107$ y $d_3= 2.5933$, con ángulos entre planos de 51.02° y 63.77° . En las tablas B.1 de la sección de anexos se encuentran los resultados calculados por el programa DPIP, de acuerdo a estas tablas el resultado que concuerda mejor con las distancias medidas corresponde al óxido plata tetragonal, con eje de zona [111] y planos (-220) (-202) y (0-22).

Para la partícula pequeña (fig.3.6c), las distancias medidas son $d_1= 2.1692$, $d_2=2.1697$ y $d_3=2.7547$, los ángulos entre los planos son de 46.38° y 66.83° . De acuerdo a la tabla B2 de la sección de anexos, el eje de zona [100] y planos (020) y (002) corresponden a Ag cubica, este resultado que concuerda con las mediciones experimentales.

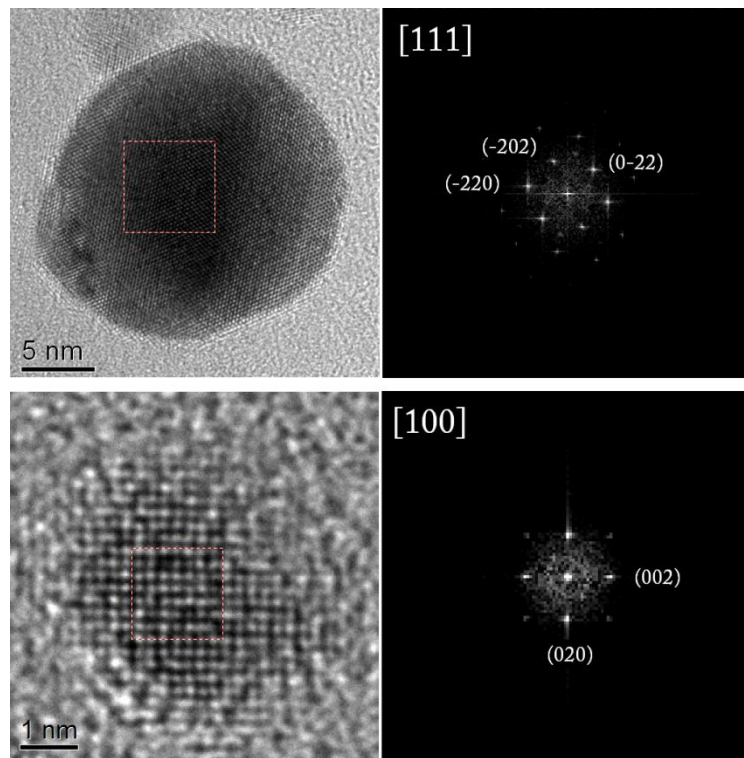


Fig.3. 6 a) Partícula de AgO tetragonal y b) su correspondiente FFT, c) partícula de Ag Cubica y su d) correspondiente FFT.

3.2 CASO 2. Correspondiente al pH 3.81

Para obtener este pH en la solución, se utilizó una concentración de 0.1 M de NaOH, a temperatura ambiente. La Figura 3.7a, muestra esta solución observándose una coloración rojiza. La figura 3.7b por su parte muestra el espectro de absorción correspondiente de UV-Vis, con esta técnica se puede observar el plasmón de resonancia en 458 nm a los 10 minutos, manteniendo el pico todavía en 458 nm a los 40 minutos, y teniendo un ligero cambio a 459 nm al término de una hora, ya que la intensidad de la absorción a 458 nm en los espectros de UV-Vis aumenta en función del tiempo. Por otra parte se observa un pequeño desplazamiento que presenta el máximo de la banda de absorción asociada con la resonancia plasmónica de las nanopartículas.

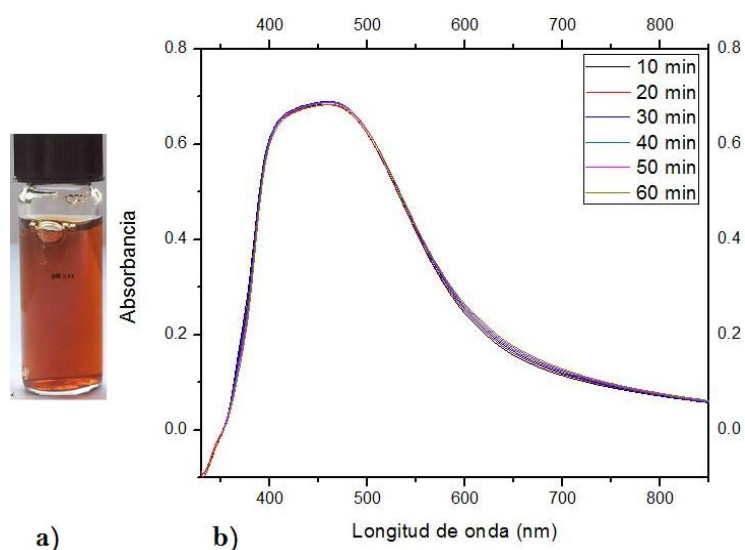


Fig.3. 7 Solución coloidal de AgO fijada a un pH 3.81 después de 1 hora, b) Espectros UV-Vis de nanopartículas de AgO, obtenidas por bioreducción fijando el pH en 2 con 0.1M de NaOH a diferentes tiempos.

En la figura 3.8a se muestra la micrografía representativa de las NPs de AgO fijadas en el pH de 3.81. También se muestra el histograma correspondiente dispuesto en la figura 3.8b. Puede observarse que el tamaño de partículas no es tan homogéneo como el que se tenía con la muestra del caso anterior, sin embargo, el conteo de partículas realizado para el histograma de frecuencias dio como resultado que, al fijar el pH en 3.81, se obtiene un diámetro máximo entre 3 y 4 nm, con una desviación estándar

de 5.22. Es importante señalar que para este caso ya se observa un incremento en partículas mayores a los 13 nm.

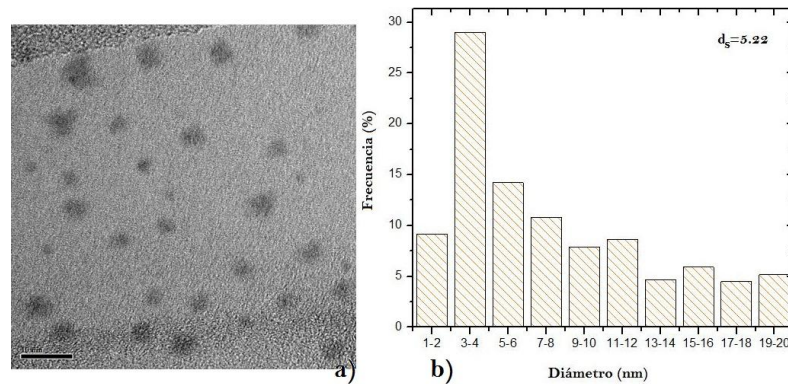


Fig.3. 8 a) Micrografía representativa de TEM de las NPs de AgO a pH 3.81, b) Distribución de tamaño de NPs AgO.

Para este pH se observan un gran número de partículas que parecieran tener forma decahedral (fig. 3.9c) e icosaedral (fig. 3.9d); también puede observarse partículas mayores a 20 nm colisionando con otras (fig. 3.9a) como en el caso 1, aunque a diferencia de este las partículas mayores a 20 nm ya se observan con mayor frecuencia como se ejemplifica en la figura 3.9b.

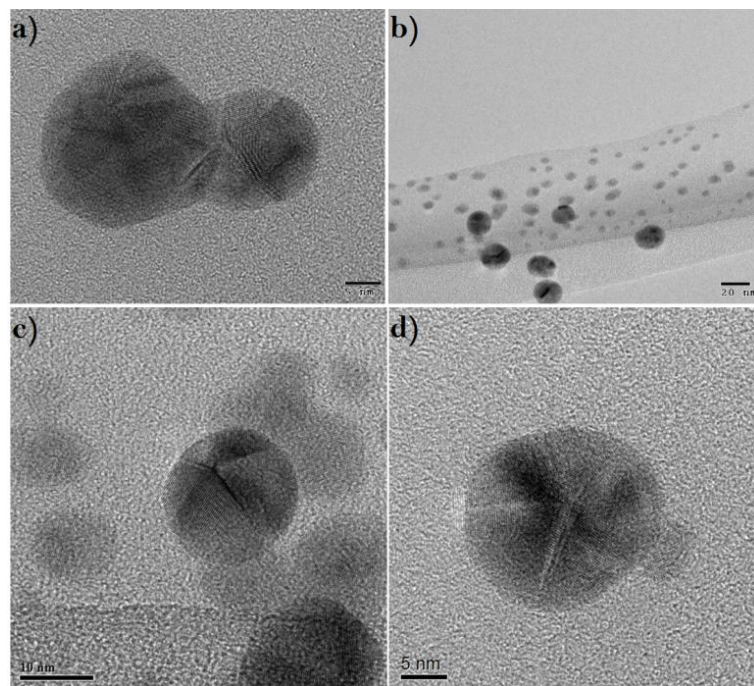


Fig.3. 9 NPs representativas de la morfología y distribución de las mismas para la síntesis de NPs con pH 3.81

En la figura 3.10a se muestra la micrografía por HRTEM de una partícula maclada, y la figura 3.10b muestra su (FFT). Las distancias medidas son $d_1=2.5067$, $d_2=2.6083$ y $d_3=2.5489$, con ángulos entre planos de 60.13° y 62.63° , de acuerdo a los resultados que se encuentran en la tabla B3 de los anexos, la solución corresponde a una partícula de AgO monoclinica con eje de zona $[110]$ y planos (-111) (002) .

Con respecto a la figura 3.10 c y d se observa una micrografía de TEM de alta resolución, y su correspondiente FFT, con distancias $d_1=2.1929$ y $d_2=2.1213$, y tiene un ángulo entre planos de 92.28° , la partícula corresponde a Ag Cubica con eje de zona $[100]$ y planos (002) (020) (ver Tabla B4 en los anexos).

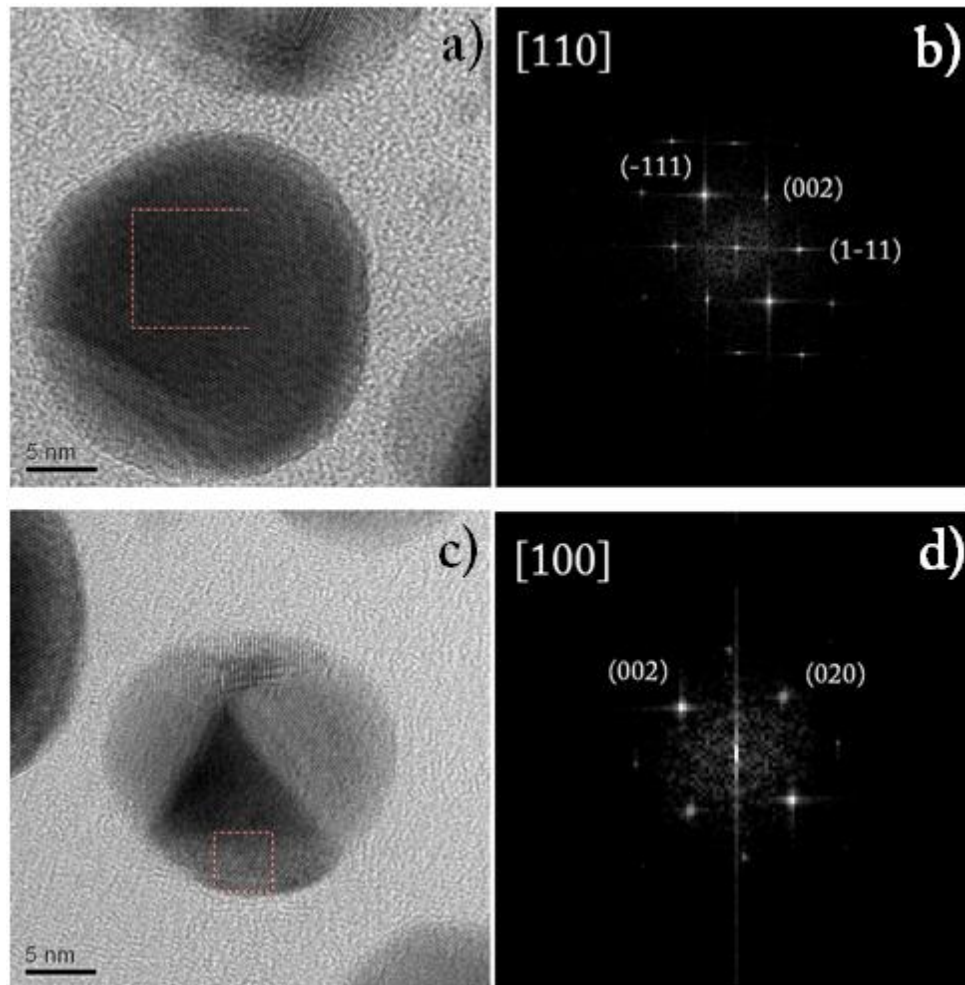


Fig.3. 10 a) Partícula de AgO Monoclínica y b) su correspondiente FFT, c) partícula de Ag Cubica y su d) correspondiente FFT.

3.3 CASO 3. Correspondiente al pH 4.29

Como en los casos anteriores, se muestra en la figura 3.11a la solución coloidal con pH 4.29 (el pH de la solución fue fijado con una concentración de 0.1 M de NaOH), obtenida al término del proceso de síntesis así como su correspondiente espectro de absorción en la figura 3.11b, se observa que el máximo de absorción no varió con respecto al tiempo, puesto que el máximo de absorción se mantuvo en 493 nm.

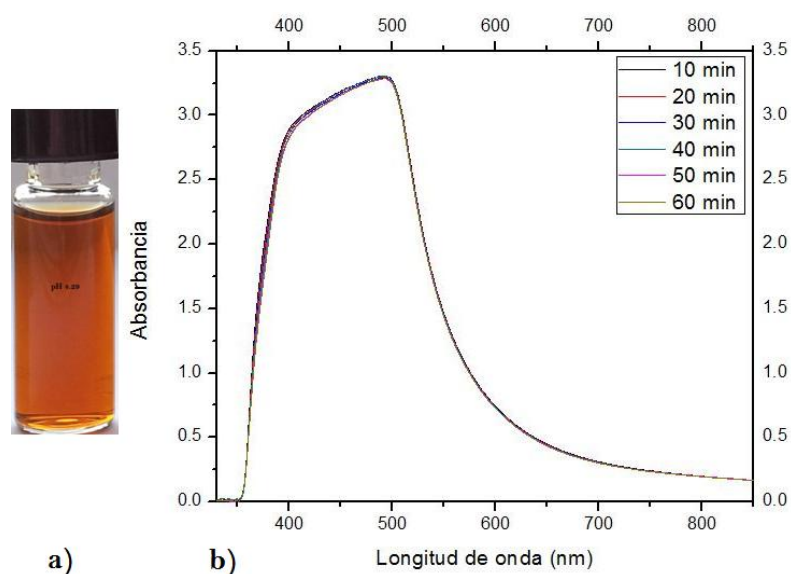


Fig.3. 11 a) solución coloidal y b) Espectro de UV- Vis de nanopartículas de AgO, fijando el pH con una concentración de 0.1 M de NaOH

En la figura 3.12 ay b presentamos una micrografía a baja magnificación y el histograma correspondiente a este pH. En la micrografía se observa, que la distribución de las NPs no es homogénea, contiene NPs con diámetros más grandes, en la distribución de frecuencias (Fig. 3.12b), se observa que el diámetro máximo se encuentra entre 5 nm y 6 nm, con una desviación estándar de 4.52 nm.

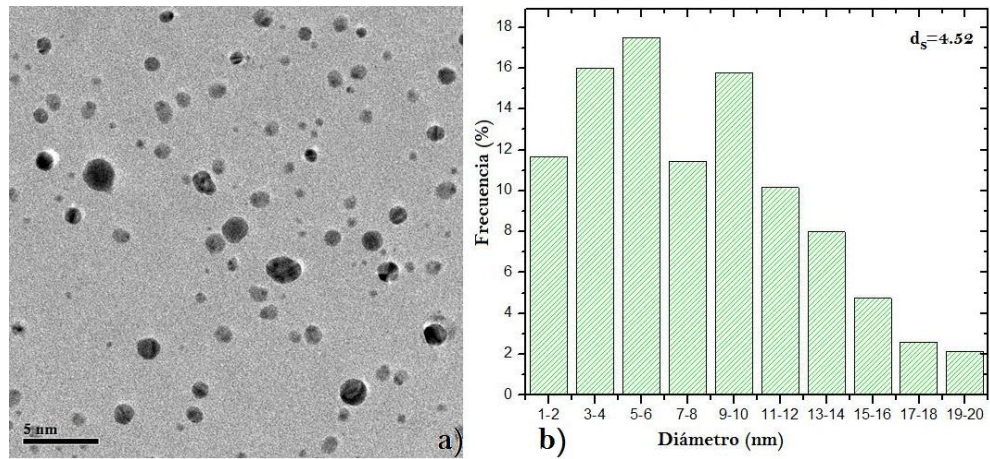


Fig.3. 12 a) Micrografía a baja magnificación y su correspondiente b) Histograma de distribución de tamaños de las nanopartículas de AgO sintetizadas con pH 4.29.

En este pH, se observaron un gran número de partículas de forma de disco (fig. 3.13) y no se encontraron partículas con forma decahedral o icosaedral.

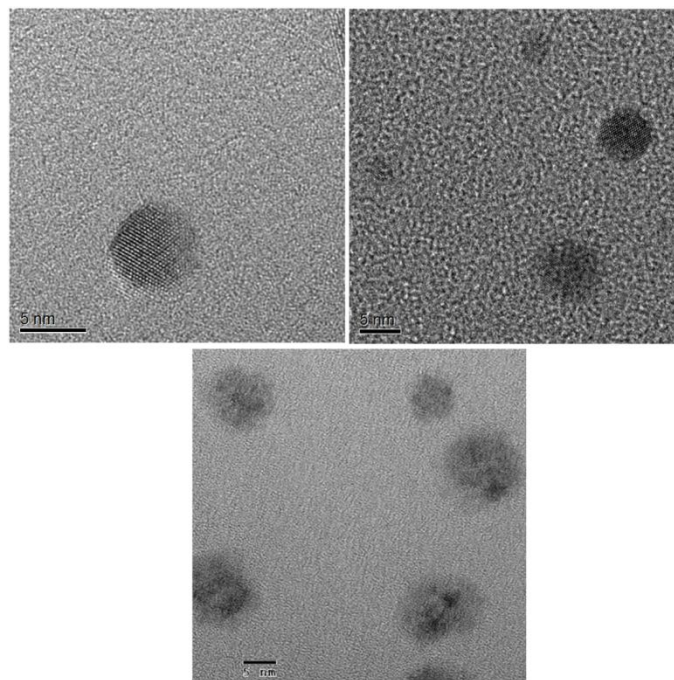


Fig.3. 13 Micrografías de TEM, representativas de las nanopartículas con pH 4.29.

En la figura 3.14a se realizó una FFT, misma que se puede observar en la figura En 3.14 b. Las distancias medidas son $d_1=2.5308$, $d_2=2.4316$ y $d_3=2.7159$, con ángulos entre planos de 56.96° y 63.58° , basándonos en la tabla B5 de los anexos, la partícula pertenece a una estructura de Ag₀ Tetragonal, con un eje de zona [011] y planos (0-22) (2-11) y (21-1).

Para la partícula mostrada en la Figura 3.10c, de acuerdo a su FFT (Fig.3.10d) las distancias medidas son $d_1=2.247$, $d_2=2.4849$ y $d_3=2.6292$ con ángulos entre los planos de 53.04° y 69.22° . La partícula pertenece al AgO tetragonal con planos (-220) (-202) y (0-22), con eje de zona [111] (ver Tabla B6 en el capítulo de anexos).

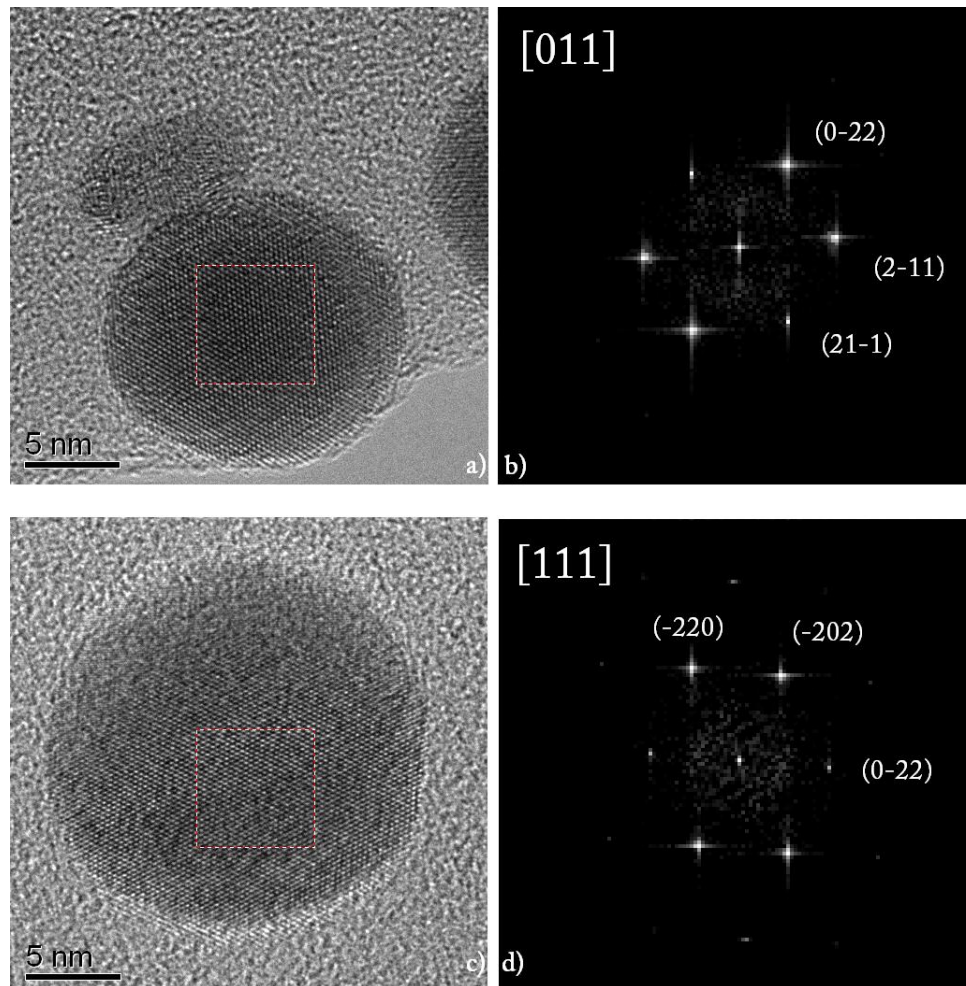


Fig.3. 14 a) Partícula de Ag₀ Tetragonal y b) su correspondiente FFT, c) partícula de Ag Tetragonal y su d) correspondiente FFT.

3.4 CASO 4. Correspondiente al pH 4.63

La Figura 3.15a muestra la solución obtenida para este caso, donde se puede notar que la coloración se va haciendo más intensa con forme se aumenta el pH. Por otro lado, los espectros de absorción (fig. 3.15b), se observa que el máximo de absorción se mantuvo constante a 473 nm hasta completar la hora de lectura, tiempo en el cual vario el máximo de absorción hasta llegar a 474 nm.

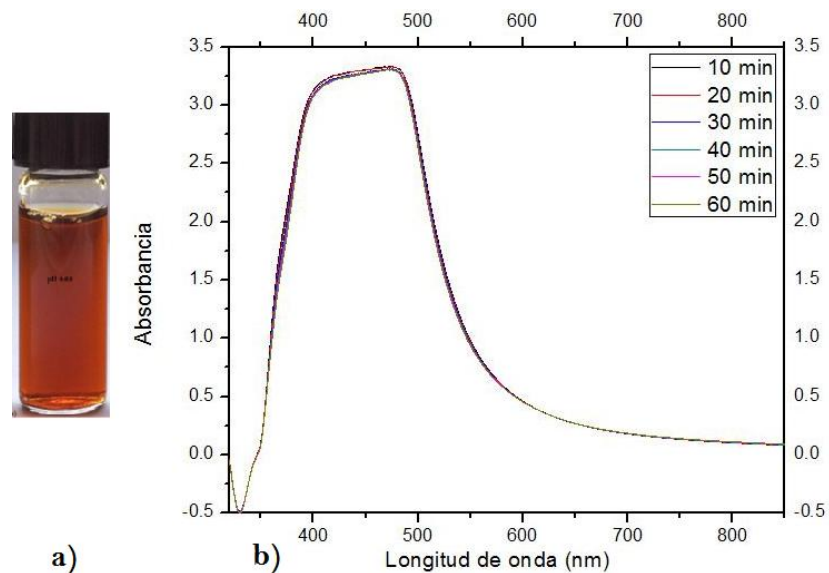


Fig.3. 15 a) solución coloidal a pH 4.63, b) Espectro de absorción de la solución de NPs de AgO con un máximo en 474 nm.

La figura 3.16a es la micrografía representativa de las NPs a pH 4.63, en la cual podemos observar una gran dispersión de tamaños con respecto a los casos anteriores y una notable disminución para partículas entre 1 y 2 nm. En la figura 3.16b se muestra el histograma de distribución de tamaños, donde se aprecia que el diámetro máximo entre 5 y 6 nm, con una desviación estándar de 4.61 nm.

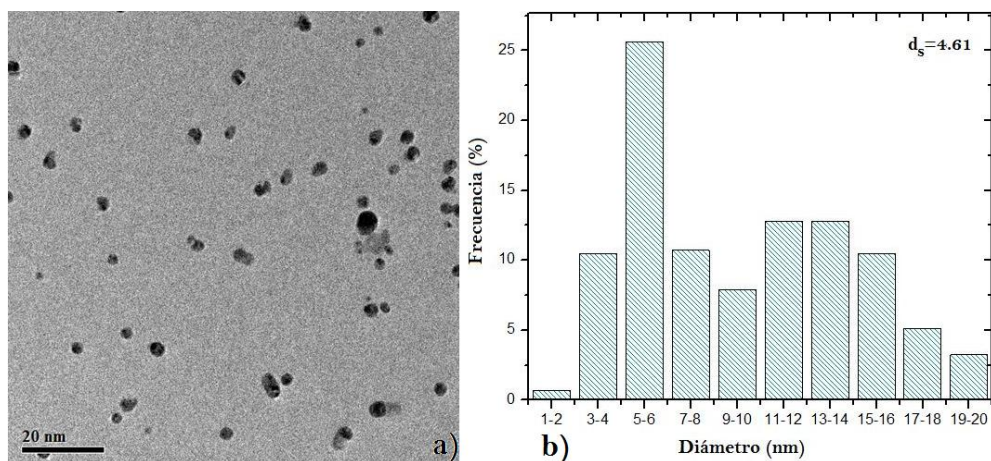


Fig.3. 16 Micrografía a baja magnificación y su correspondiente b) Histograma de distribución de tamaños de las nanopartículas de AgO sintetizadas con pH 4.29.

Las nanopartículas con pH de 4.63, presentan distintas morfologías, dentro de las cuales encontramos formas que resaltan de las demás, como icosaedrales y decahedrales; muchas de las partículas parecieran tener forma de disco. Las formas representativas de este pH se muestran en la figura 3.17.

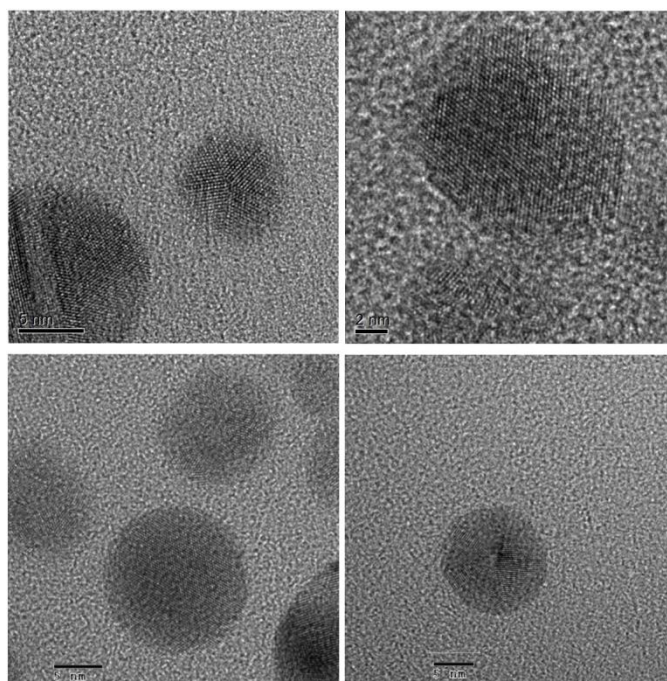


Fig.3. 17 Micrografías representativas con pH 4.63.

De la figura 3.18a se realizo su FFT (fig.3.18b). Las distancias medidas de la FFT son $d_1=2.2793$, $d_2=2.4107$ y $d_3=2.5933$, con ángulos entre planos de 51.02° y 63.77° . De acuerdo a la Tabla B7 dispuesta en el capítulo de anexos. El mejor resultado obtenido corresponde a la partícula es de Ag_2O Hexagonal con eje de zona $[111]$ y planos $(0-11)$ (-101) (-110) .

Otro ejemplo de las estructuras encontradas en este caso, se observa en las figuras 3.18 b y c que corresponden a una micrografía de HRTEM y su correspondiente FFT. Las distancias medidas son $d_1=2.1692$, $d_2=2.1697$ y $d_3=2.7547$ con ángulos entre planos de 46.38° y 66.83° . En la tabla B8 de los anexos podemos encontrar los resultados obtenidos con el programa DPIP, el mejor resultado obtenido corresponde a una partícula AgO Tetragonal con eje de zona $[112]$ y planos $(-3-12)$ $(-1-32)$ $(2-20)$, como puede verse en la figura 3.18c.

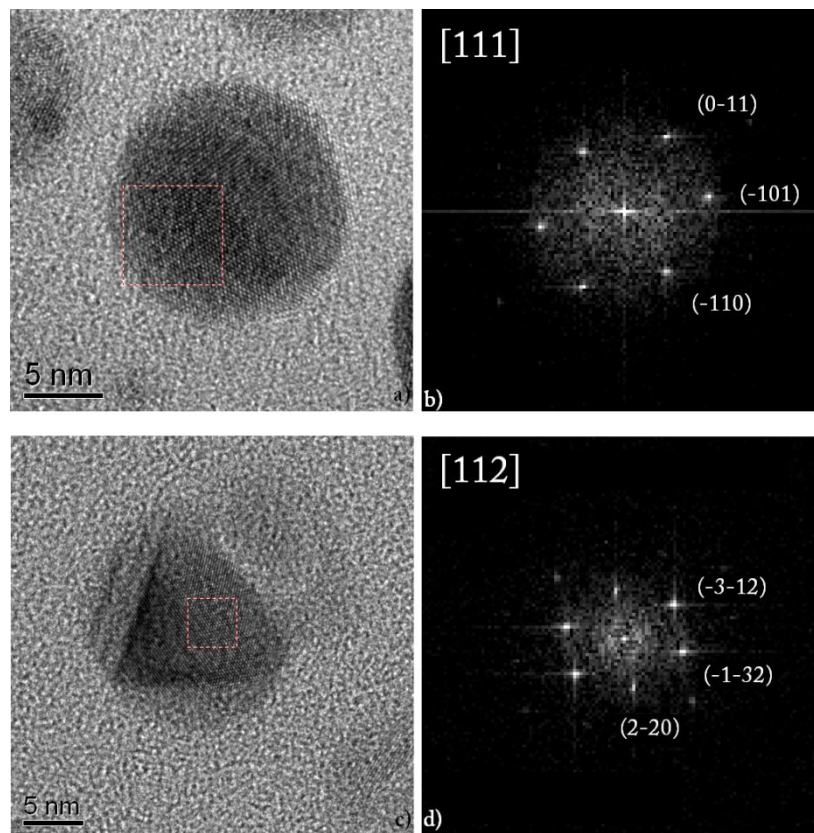


Fig.3. 18 a) Partícula de Ag_2O Tetragonal y b) su correspondiente FFT, c) partícula de AgO Tetragonal y su d) correspondiente FFT.

3.5 CASO 5. Correspondiente al pH 5.80

En la figura 3.19a podemos observar que esta muestra tiene una coloración marrón más intensa que la solución anterior. Por su parte en la figura 3.19b se muestra la espectroscopia UV-Vis, donde puede observarse que el máximo de absorción a los 10 minutos de haber terminado la síntesis se conserva hasta el paso de una hora, en 505 nm, con un ligero ensanchamiento de la curva.

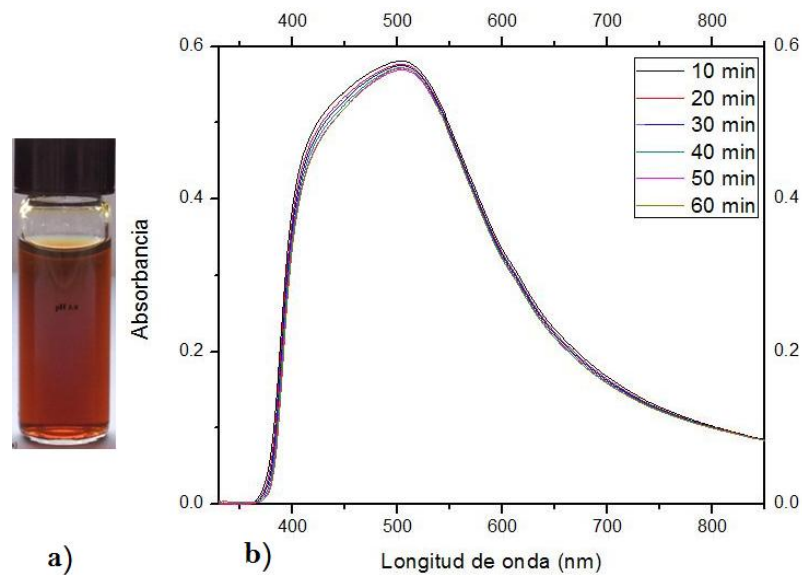


Fig.3. 19 a) solución coloidal a pH 5.80, b) Espectro de absorción de la solución de NPs con un máximo en 505 nm.

Para poder hacer una distribución de tamaños de las NPs, se utilizó la imagen de TEM a baja magnificación, que se muestra en la figura 3.20a donde se observa que algunas partículas están unidas con otras. La figura 3.20b muestra la distribución de tamaños donde se aprecia que el diámetro máximo de NPs se encuentra entre 9 y 10 nm, con una desviación estándar de 4.19 nm.

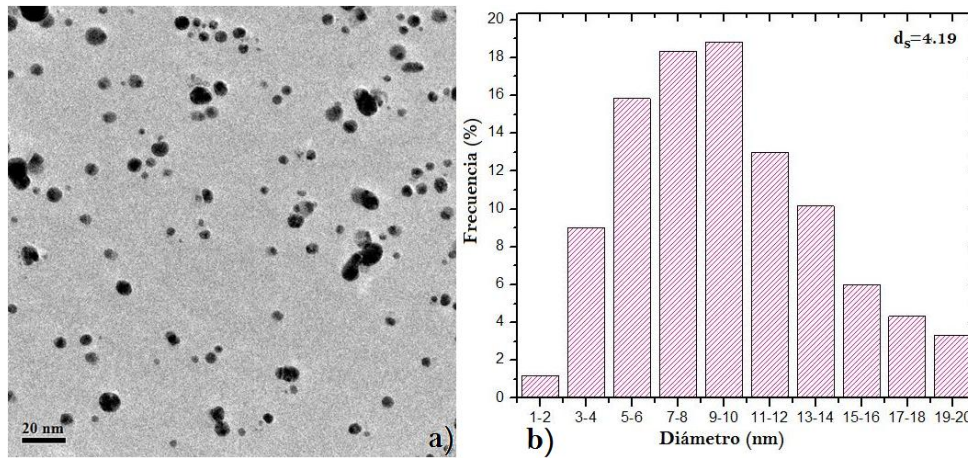


Fig.3. 20 a) Micrografía a baja magnificación y su correspondiente b) Histograma de distribución de tamaños de las nanopartículas de AgO sintetizadas con pH 5.80.

Algunas de las nanopartículas producidas en este caso, en la figura 3.21 se observan las micrografías representativas en forma del pH 5.80, donde podemos encontrar diversas formas como un icosaedro, también contienen partículas con forma semicircular; Además se observa la unión de algunas partículas.

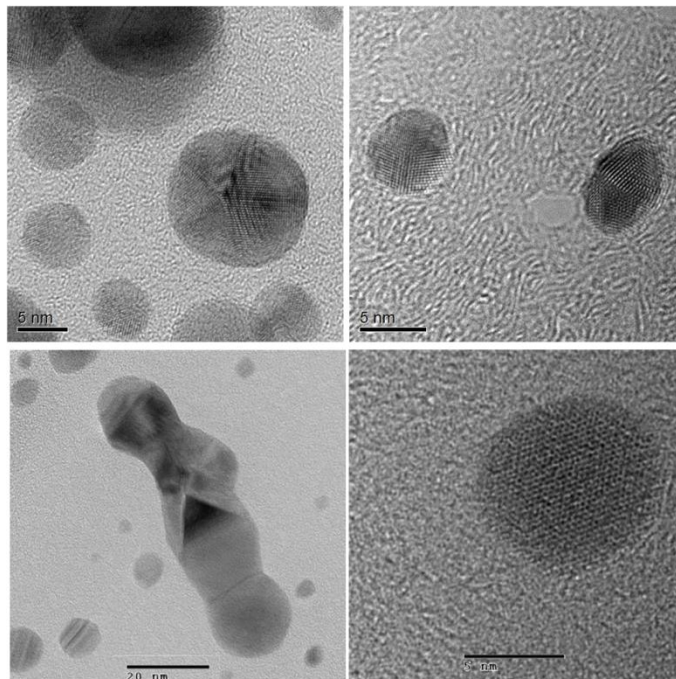


Fig.3. 21 Micrografías representativas de las nanopartículas con pH 5.80.

Para la partícula correspondiente a la figura 3.22a, las distancias medias son $d_1=2.5257$, $d_2=2.4885$ y $d_3=2.2448$, con ángulos entre planos de 73.01° y 56.34° . De acuerdo a la Tabla B9, el mejor resultado es AgO tetragonal con eje de zona y planos mostrados en la figura 3.22b.

Para el caso de la partícula en la figura 3.22c, las distancias medidas son $d_1=2.562$, $d_2=2.757$ y $d_3=2.6799$, con ángulos entre planos de 57.58° y 58.98° . Se trata de una estructura de Ag Hexagonal con eje de zona $[12]$ y planos $(0-12)$ (-101) $(0-12)$, resultado basado en la Tabla B10 del capítulo de anexos.

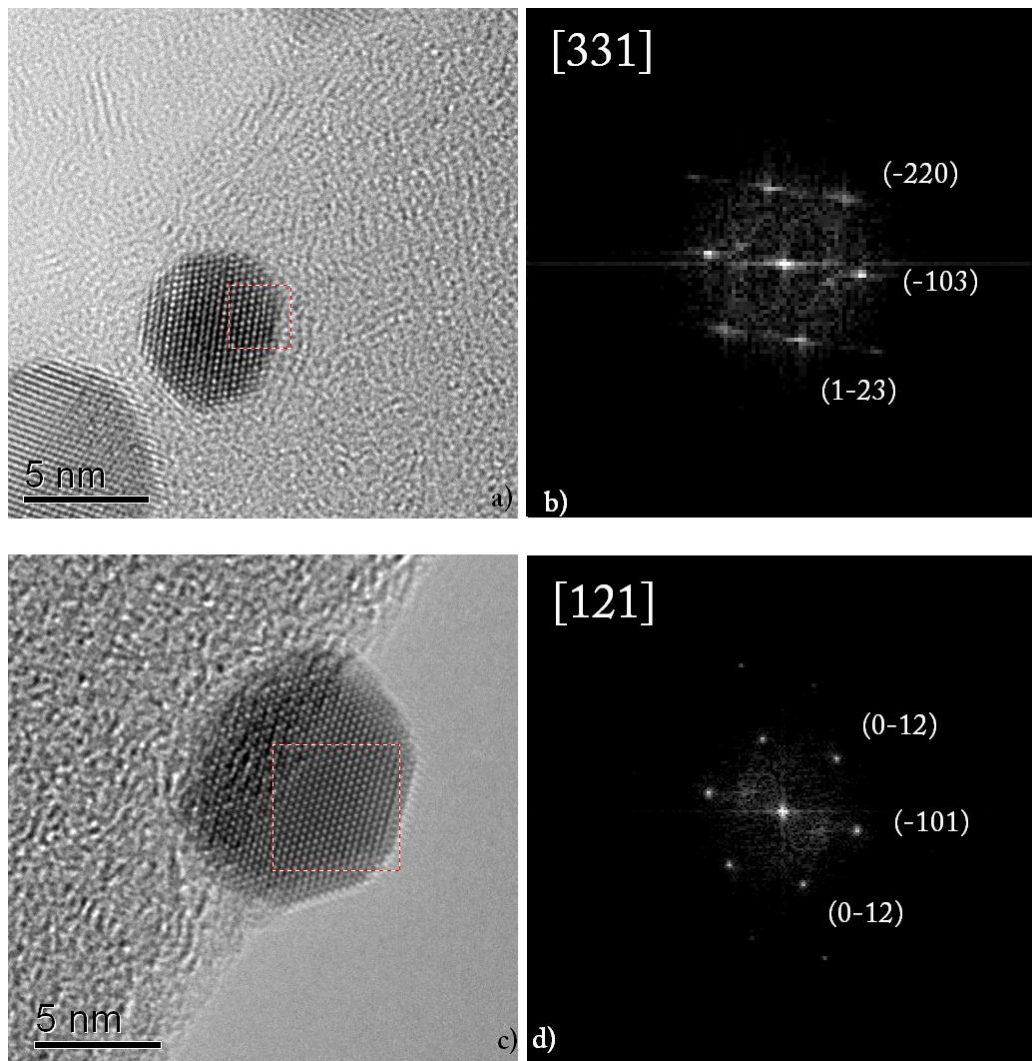


Fig.3. 22 a) Partícula de AgO Tetragonal y b) su correspondiente FFT, c) partícula de Ag Hexagonal y su d) correspondiente FFT.

3.6 CASO 6. Correspondiente al pH 7.12

En la 3.23 a y b se muestran la solución coloidal preparada con un valor de pH final de 7.12 y su respectivo espectro de absorción. La solución se sigue oscureciendo con respecto a las de los casos anteriores. Por otro lado, se nota en el espectro que se tiene un máximo a los 10 minutos en 516 nm, y posteriormente a la media hora se estabiliza en 517 nm, sin cambio alguno hasta pasar una hora.

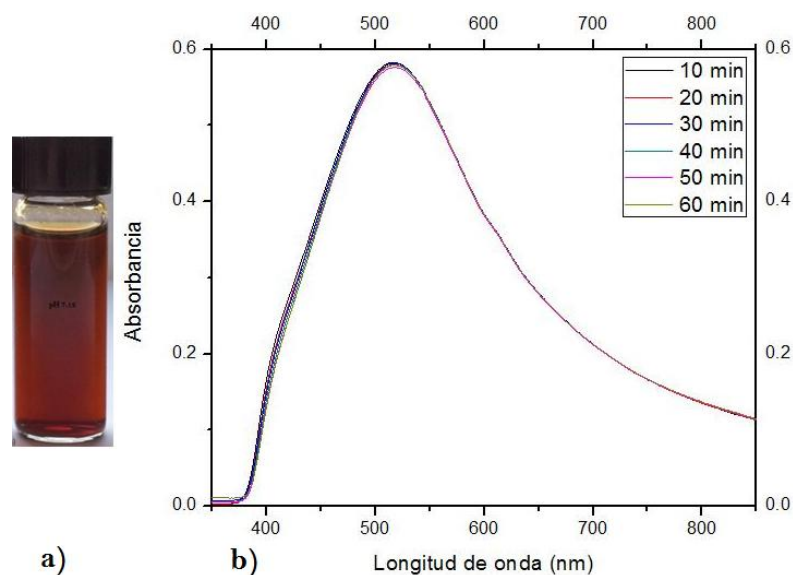


Fig.3. 23 a) solución coloidal con pH7.12, b) Espectro de absorción de la solución de NPs de AgO con un máximo en 517 nm.

Esta solución sintetizó nanopartículas con un diámetro máximo entre 9 y 10 nm como puede verse en la Figura 3.24b, la desviación estándar es de 4.7 nm ya que como puede verse en la micrografía de la Figura 3.24a aumenta el número de partículas con diámetros mayores a 10 nm.

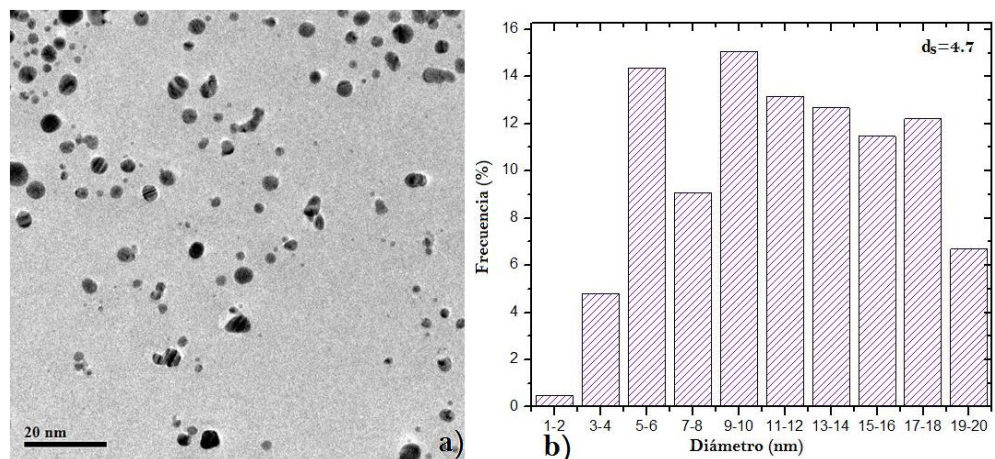


Fig.3. 24 a) Micrografía a baja magnificación y su correspondiente b) Histograma de distribución de tamaños de las nanopartículas de AgO sintetizadas con pH 7.12.

La figura 3.25 muestra un par de ejemplos de la morfología de las partículas encontradas en esta solución. Al igual que en los demás pH, se encontraron partículas con morfologías icosaedrales.

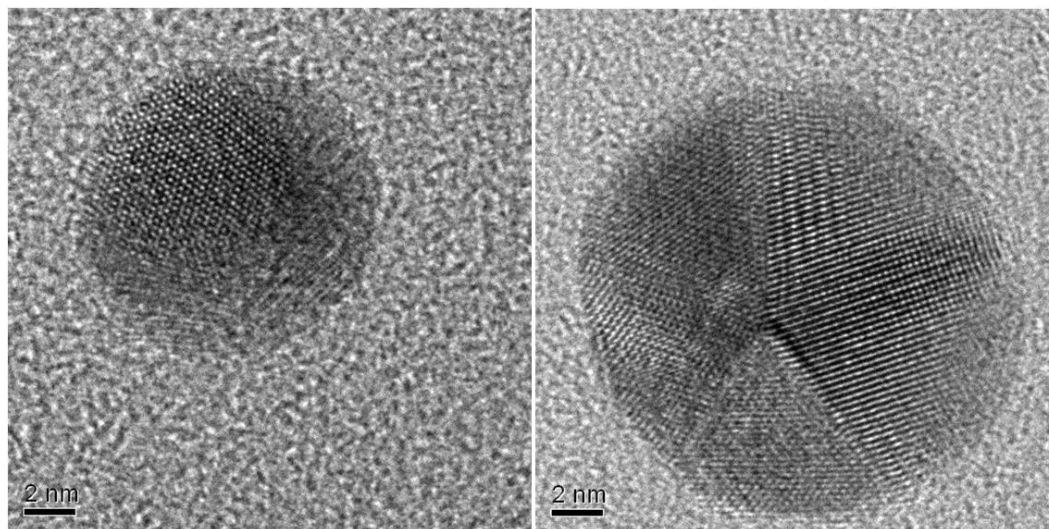


Fig.3. 25 Micrografías representativas de la morfología de las nanopartículas con pH 7.12.

En la figura 3.26a se observa una partícula con una forma peculiar, al hacer la indexación de la estructura con la FFT de la Figura 26b, obtuvimos una nanopartícula de AgO monoclinica (ver Tabla B 11), las distancias medidas de esta partícula son $d_1=2.5038$, $d_2=2.4703$ y $d_3=2.6028$ con ángulos entre planos de 57.07° y 60.76° .

Por su parte, en la figura 3.26c se observan la micrografía de HRTEM de una partícula aparentemente uniforme, y su correspondiente transformada rápida de Fourier (Fig.3.26d), las distancias medidas son $d_1=2.6292$, $d_2=2.5308$ y $d_3=2.2793$, los ángulos entre los planos son 66.25° y 58.82° . De los resultados de la Tabla B12, el mejor, corresponde a AgO Monoclinica con eje de zona y planos descritos en la figura 3.25d.

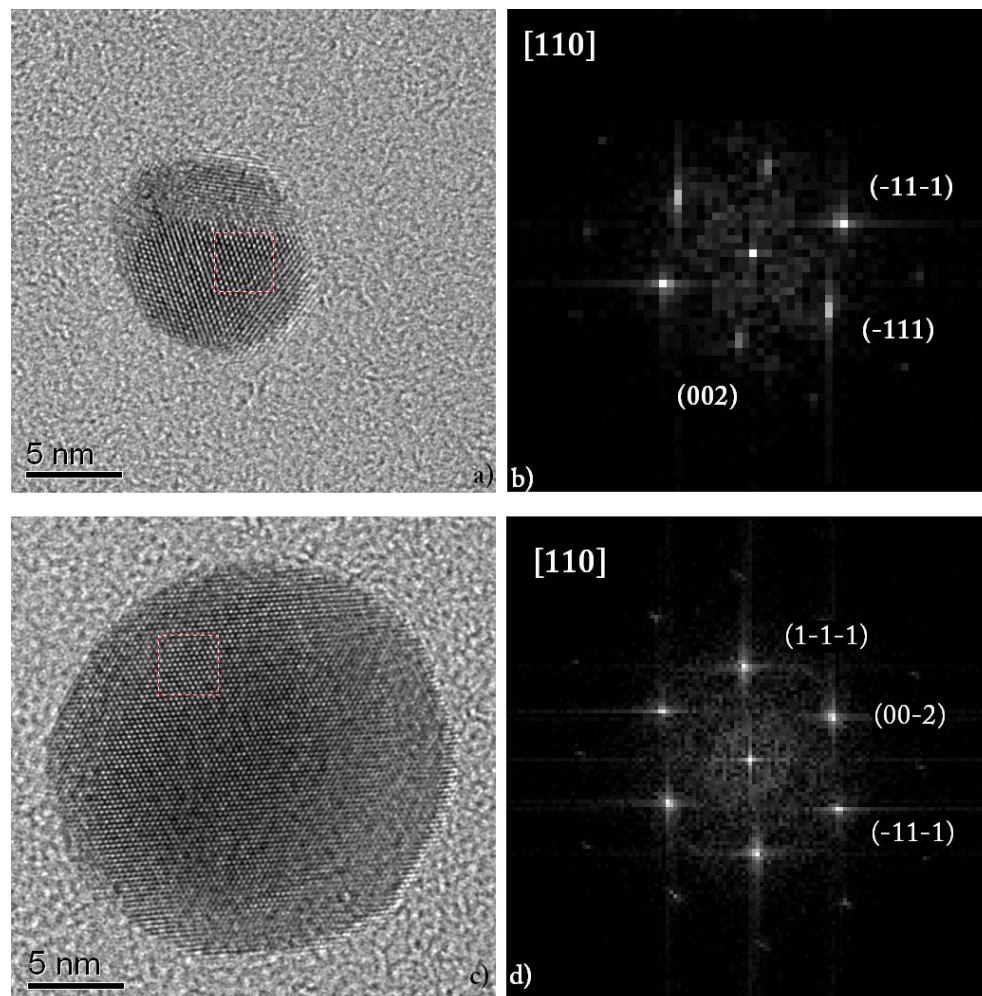


Fig.3. 26 a) Partícula de AgO Monoclinica y b) su correspondiente FFT, c) partícula de AgO Monoclinica y su d) correspondiente FFT.

3.7 CASO 7. Correspondiente al pH 8.31

En la figura 3.27a puede notarse el tono oscuro de la solución, siendo este el más intenso de todas las soluciones, en la figura 3.27b se muestra el espectro de absorción correspondiente, con un máximo en 531 nm.

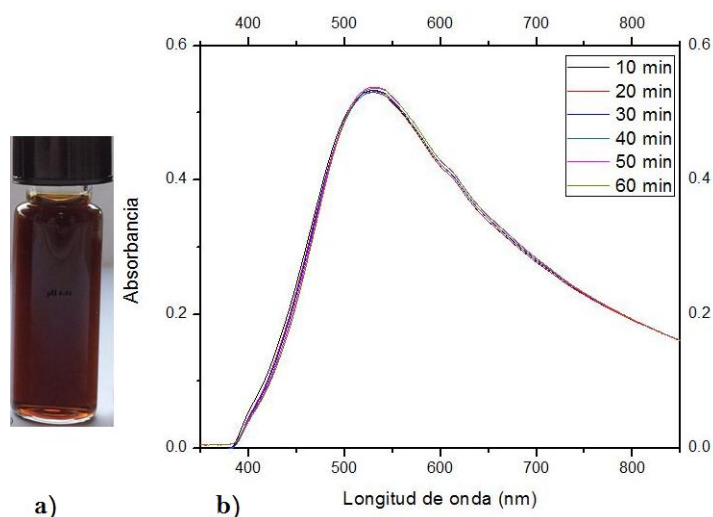


Fig.3. 27 a) Solución de nanopartículas de AgO y b) su espectro de absorción.

Ahora podemos ver en la figura 3.28a que pertenece a una micrografía de TEM a baja magnificación, un gran número de partículas de distintos tamaños de forma semicircular, que el pH 8.31 formo. La figura 3.29b muestra el conteo de partículas según su tamaño, donde podemos observar que el tamaño máximo para esta solución se encuentra entre 3 y 4 nm, con una desviación estándar de 4.16 nm, también podemos observar un disminución en la producción de NPs con diámetros mayores a 13 nm.

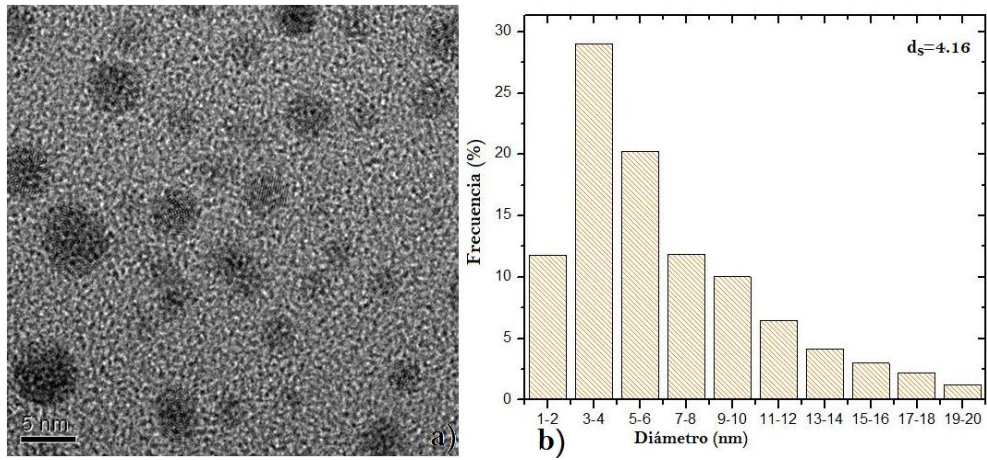


Fig.3. 28 (a) Micrografía de TEM a baja magnificación. Podemos observar la distribución, forma y tamaño de las nanopartículas producidas, (b) Histograma de Tamaños.

Existen partículas de diferentes morfologías, pero al igual que en los demás pH, estas partículas poseen formas icosaedrales, decahedrales y semicirculares, dichas formas que son las más comunes.

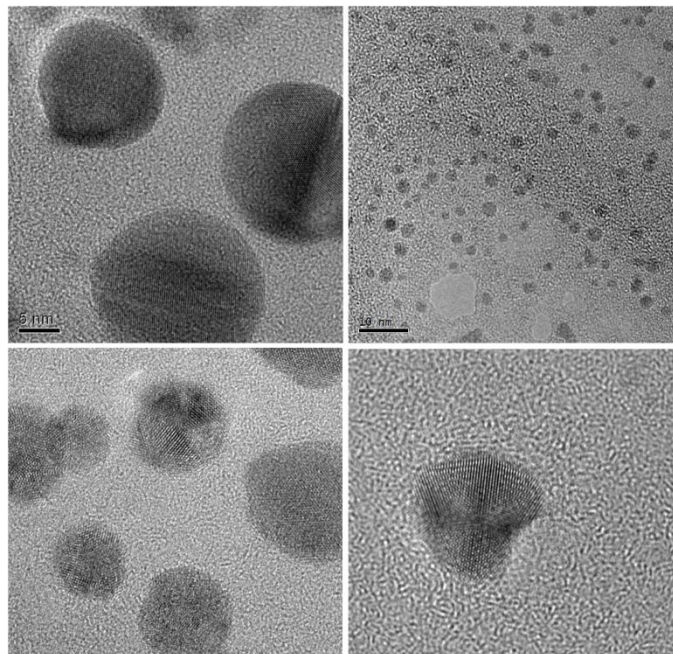


Fig.3. 29 Micrografías representativas de la morfología de las nanopartículas con pH 8.31.

En la siguiente Figura observamos una micrografía de alta resolución (HRTEM) de una nanopartícula. Podemos notar la forma de decaedro que presenta, con la FFT mostrada en la Figura 3.30a. Las distancias medidas $d_1=2.1945$, $d_2=2.3314$ y $d_3=2.6292$, con ángulos entre los planos de 50.81° y 68.09° . De los resultados dispuestos en la tabla B13 de los anexos, el mejor corresponde a AgO Monoclónica con eje de zona [241] y planos (-11-2) (-210) (-102).

Por su parte, la partícula de la figura 3.30c y su FFT (Fig.3.30d) corresponden a una estructura Ag_3O_4 Monoclónica (ver anexo B14). Las distancias medidas son $d_1=2.307$ y $d_2=2.2883$ con un ángulo entre planos de 95.11° . El eje de zona es [432] con planos (10-2) (-12-1).

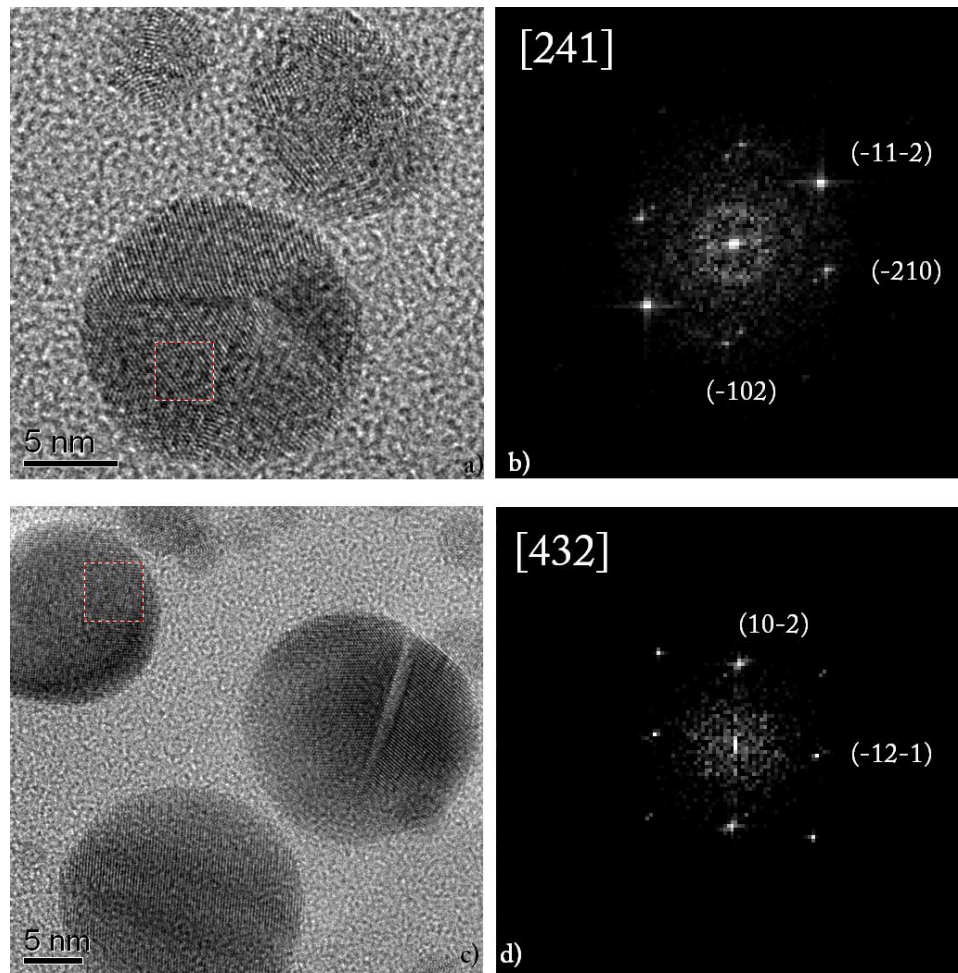


Fig.3. 30 a) Partícula de AgO Monoclónica y b) su correspondiente FFT, c) partícula de Ag_3O_4 Monoclónica y su d) correspondiente FFT.

3.8 CASO 8. Correspondiente al pH 10.05

En la Figura 3.31a se muestra la solución coloidal con un pH final de 10.05; al igual que su espectro de absorción, Figura 3.32b El máximo de absorción después de 10 minutos de haber iniciado el proceso corresponde al pico de la banda de absorción que está situado en 543 nm, una hora después se recorre tan solo a los 544 nm.

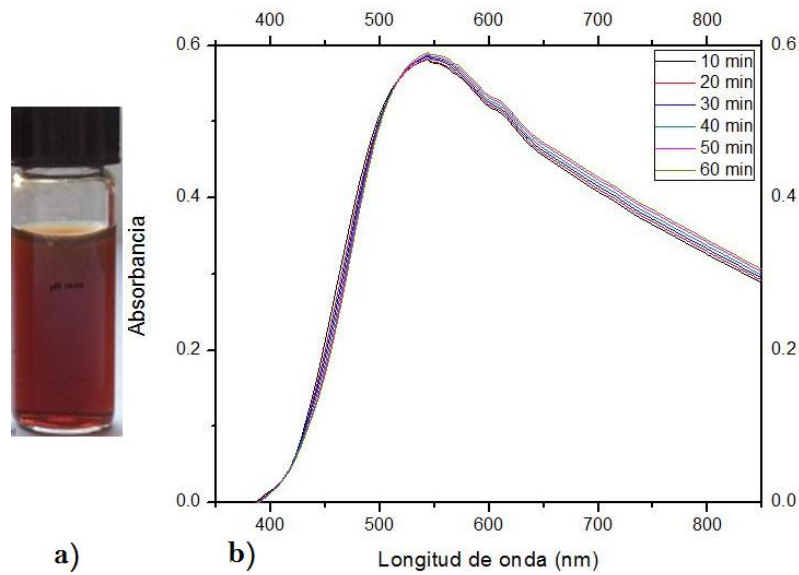


Fig.3. 31 a) Solución de nanopartículas de AgO y b) su espectro de absorción.

En la Figura 3.32a pertenece a una micrografía de TEM a baja amplificación donde podemos apreciar la dispersión de las partículas. La Figura 3.32b corresponde al conteo de partículas según su tamaño, donde podemos observar que el diámetro máximo se encuentra entre 3 y 4 nm, y tiene una desviación estándar de 2.84 nm. Podemos ver una disminución en el número de partículas superiores a 12 nm.

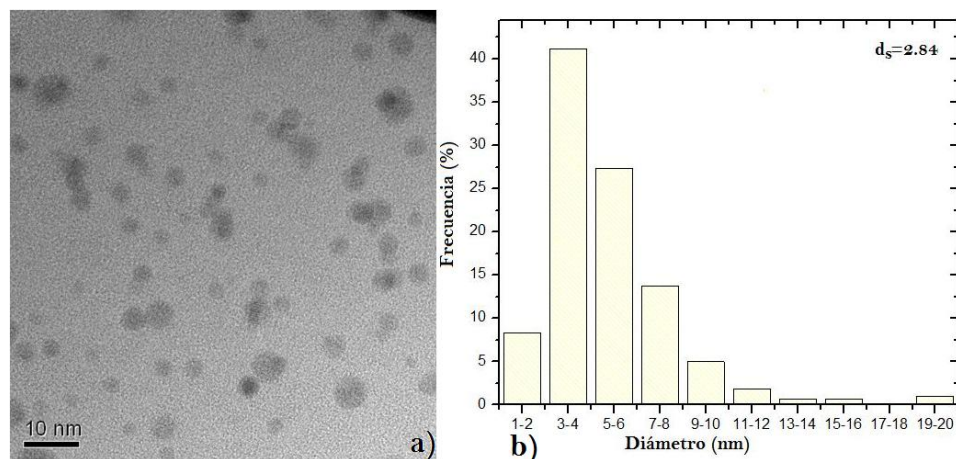


Fig.3. 32 a) Micrografía de TEM a baja magnificación. Podemos observar la distribución, forma y tamaño de las nanopartículas producidas, b) Histograma de Tamaños.

Las micrografías mostradas en la Figura 3.33, es una representación general de la morfología presente en la muestra con pH 10.05.

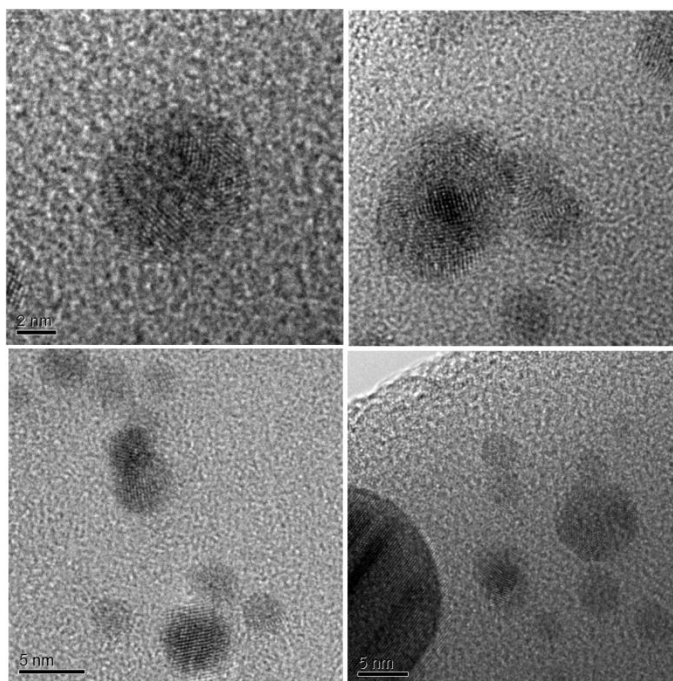


Fig.3. 33 Micrografías representativas de la morfología de las nanopartículas con pH 10.

En la Figura 3.34a se muestran una partícula y su FFT de la cual tomamos sus distancias, $d_1=2.3152$, $d_2=2.3281$ y $d_3=2.647$, con ángulos entre planos de 48.86° y 67.29° . Basados en la tabla 15, vemos que se trata de una partícula AgO monoclinica con ejes de zona y planos indicados en la Fig. 3.34b. Conforme se aumente el pH de la solución se ha visto que las partículas se van haciendo más pequeñas, lo que dificulta la manipulación en el TEM, en la figura 3.34 c se muestra la micrografía de una partícula de AgO Monoclinica (ver tabla B16 en el capítulo anexos). Las distancias medidas de la FFT (fig.3.34d) son $d_1=2.4402$, $d_2=2.4705$ y $d_3=2.3968$ con ángulos entre planos de 69.78° y 67.17° . El eje de zona es $[14-2]$ con planos $(0-1-2)$ $(-20-1)$ $(0-1-2)$.

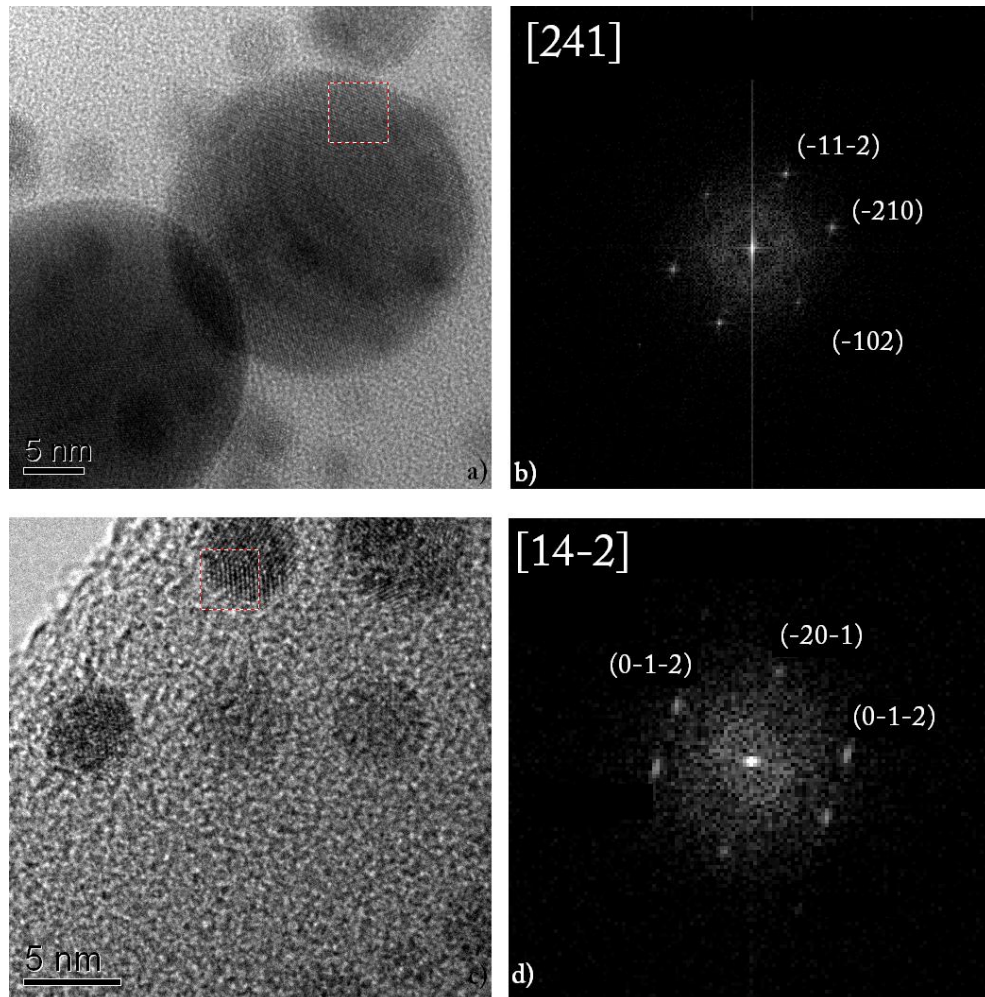


Fig.3. 34 a) Partícula de AgO Monoclinica y b) su correspondiente FFT, c) partícula de AgO Monoclinica y su d) correspondiente FFT.

3.9 CASO 9. Correspondiente al pH 11.95

La figura 3.35 a y b muestran la solución coloidal para este caso y su espectro de absorción. Puede notarse la disminución en la coloración de la solución como un posible cambio del tamaño en las partículas. Se puede observar en la grafica de espectroscopia UV-Vis, como la partícula está creciendo y como el pico se desplaza hacia el infrarrojo. De las mediciones encontramos dos máximos que sobresalen, uno a 594 nm y el otro a 606, al paso de una hora solo quedo un máximo en 617 nm.

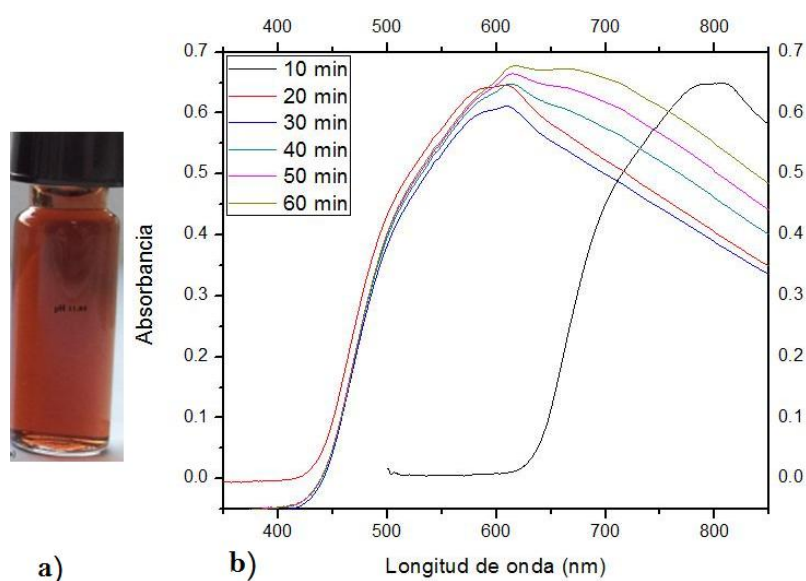


Fig.3. 35 a) Solución de nanopartículas de AgO y b) Espectro UV-Vis de nanopartículas de Ag, fijadas a pH 11.95 con una concentración de 1M de NaOH.

Si observamos ahora las Figuras 3.36 a y b vemos que para este pH tenemos nanopartículas más pequeñas, además, hay una mayor producción de las mismas. Para la granulometría de estas partículas, Figura 3.36b y descartando las partículas que estuvieran sobrepuestas y que no se pudiera apreciar los contornos, encontramos una gran dispersión de tamaños, el diámetro máximo para esta solución está entre 5 y 6 nm con una desviación estándar de 3.39 nm.

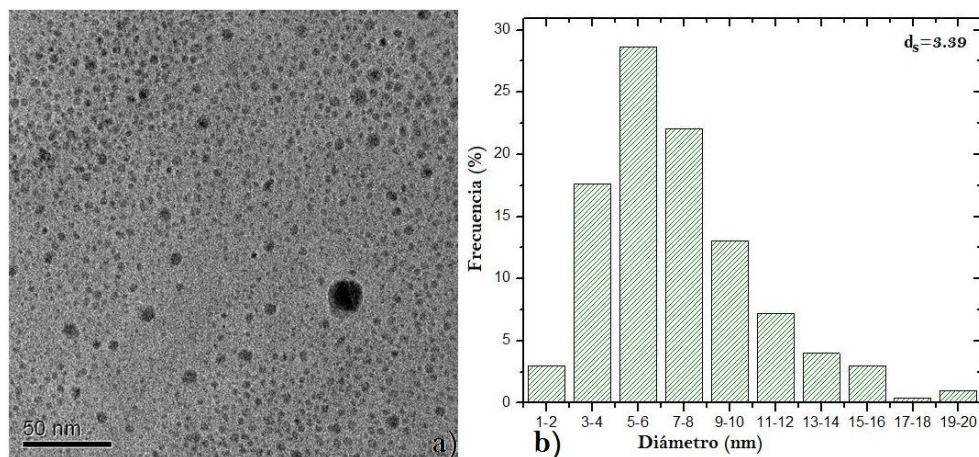


Fig.3. 36 a) Micrografía de TEM a baja magnificación) Histograma de Tamaños.

Para este caso la mayoría de las partículas tienen forma semicircular, también podemos observar algunas partículas macladas, tal y como se observa en la figura 3.37.

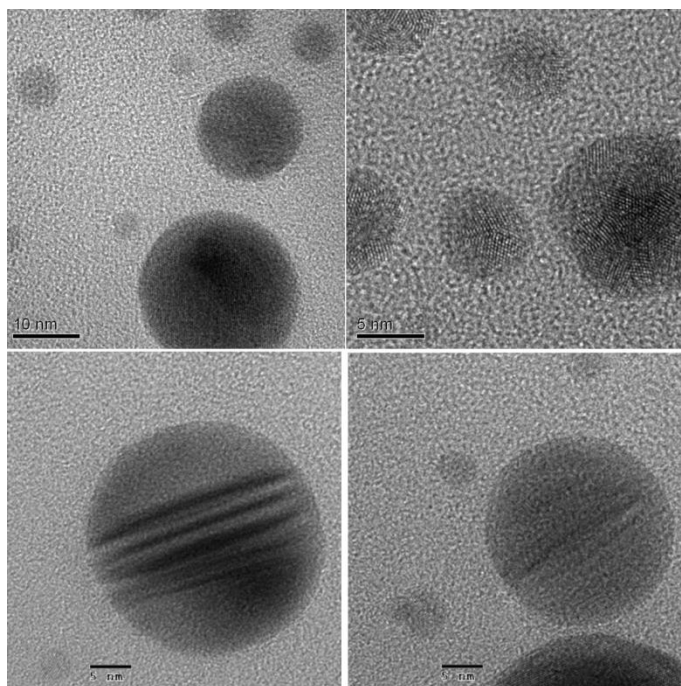


Fig.3. 37 Micrografías representativas de la morfología de las nanopartículas con pH 12.

En la figura 3.38a se muestra una micrografía de HRTEM de una partícula de este caso, la cual después de analizarla en el programa DPIP cuyos resultados se encuentran en la sección de anexos en la Tabla B17. Las distancias medidas de la FFT (Fig.3 38b) son $d_1=2.534$ y $d_2=2.5482$ con un ángulo entre planos de 56.33° . La solución que mas concuerda con los datos experimentales corresponde a AgO Monoclónica con eje de zona $[110]$ y planos (002) $(1-11)$ $(1-1-1)$.

De igual forma para la partícula de la figura 3.44(a) los resultados obtenidos con DPIP se encuentran en la Tabla B18 en el capítulo de anexos. De la FFT (fig. 3.38 d) las distancias medidas son $d_1=2.5308$ y $d_2= 2.6028$ con un ángulo entre planos de 70.86 . El eje de zona y planos correspondientes se observan en la Figura 3.38d. El mejor resultado corresponde a Ag_2O_2 Monoclónica.

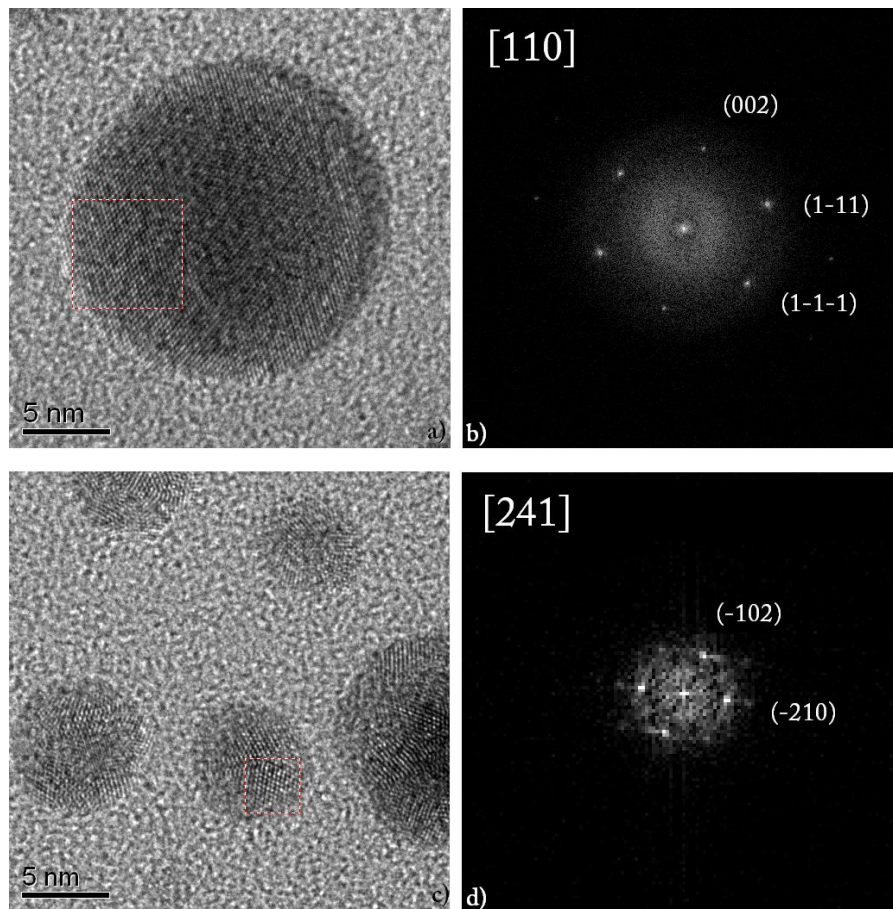


Fig.3. 38 a) Partícula de AgO Monoclónica y b) su correspondiente FFT, c) partícula de Ag_2O_2 Monoclónica y su d) correspondiente FFT.

3.10 CASO 10. Correspondiente al pH 13

La figura 3.39 a y b muestran la solución coloidal para este caso y los espectros de absorción respectivos. La disminución en la coloración es evidente, podemos apreciar una coloración en tono amarillo, esto lo podemos asociar a un cambio de tamaño de las partículas respecto a los anteriores casos. Se puede observar en la grafica de espectroscopia UV-Vis, el efecto que ejerce el tiempo de reacción de la síntesis, los picos de la banda de absorción a los 10 minutos están situados a 619 nm, una hora después a 614 nm.

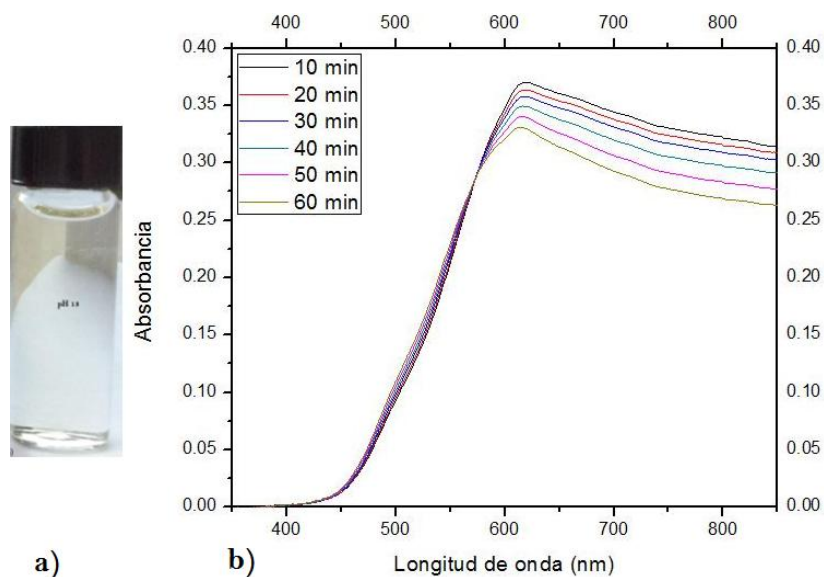


Fig.3. 39 a) Solución de nanopartículas de AgO y b) Espectro UV-Vis de nanopartículas de Ag, fijadas a pH 13 con una concentración de 1M de NaOH.

Al analizar la imagen de baja amplificación en este caso, se observa que hay una disminución evidente del tamaño y producción de nanopartículas, como se puede verse en la micrografía en la figura 3.40a. Para la granulometría de partículas, Figura 3.40b, encontramos que el diámetro máximo se encuentra entre 2 y 4 nm, teniendo una desviación estándar de 1.83 nm.

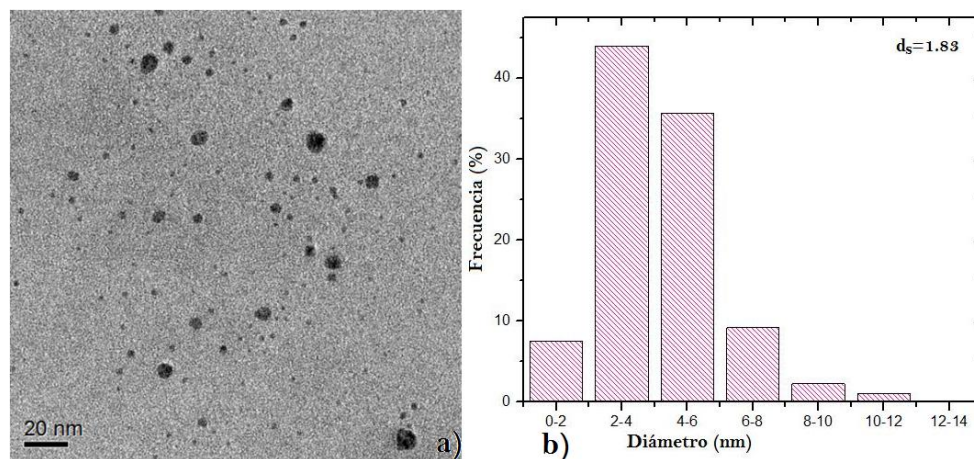


Fig.3. 40 a) Micrografía de TEM a baja magnificación) Histograma de Tamaños.

Para este que es nuestro último caso, podemos observar que el tamaño de partícula disminuyó al agregarse una mayor concentración de NaOH, con el fin de poder controlar y fijar el pH de las soluciones de las nanopartículas. También podemos observar que en algunos casos presentan una morfología icosaedral y morfología semicirculares de diferentes tamaños, no mayores a 10 nm.

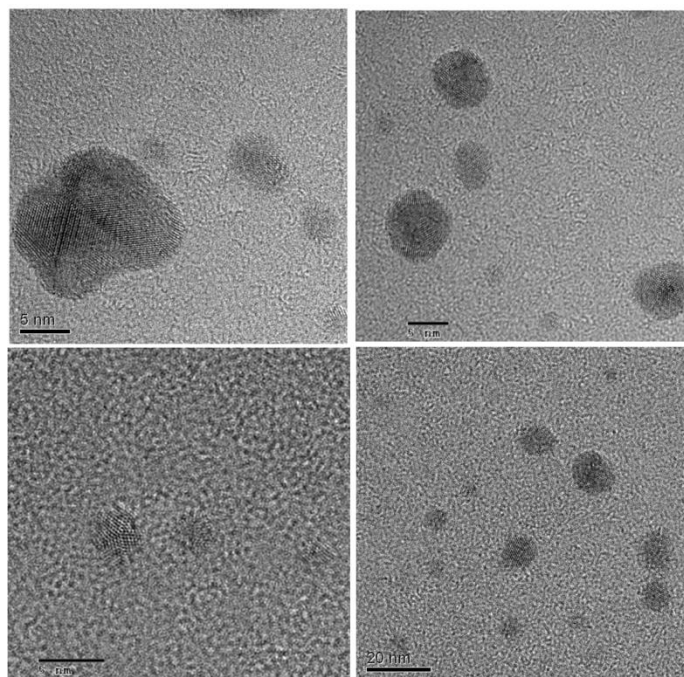


Fig.3. 41 Micrografías representativas de la morfología de las nanopartículas con pH 13.

En la figura 3.42a se muestra la micrografía por HRTEM de una partícula de Ag Cubica que presenta una forma decahedral, de la FFT (Fig3.42b) tomamos las distancias medidas, las cuales son $d_1= 2.5381$, $d_2=2.6799$ y $d_3=2.3504$, los ángulos entre los planos son 71.57° y 52.13° . El eje de zona es $[110]$ con planos $(1-11)$ $(1-11)$ (002) , ver tabla B19 en los anexos.

Por su parte, de la figura 3.42c y d, imagen y FFT de la nanopartícula correspondiente a AgO tetragonal (ver tabla B20 en los anexos). Las distancias medidas son $d_1=2.3219$ y $d_2=2.3219$ con un ángulo entre planos de 77.2° . El eje de zona es $[100]$ con planos (004) (031) .

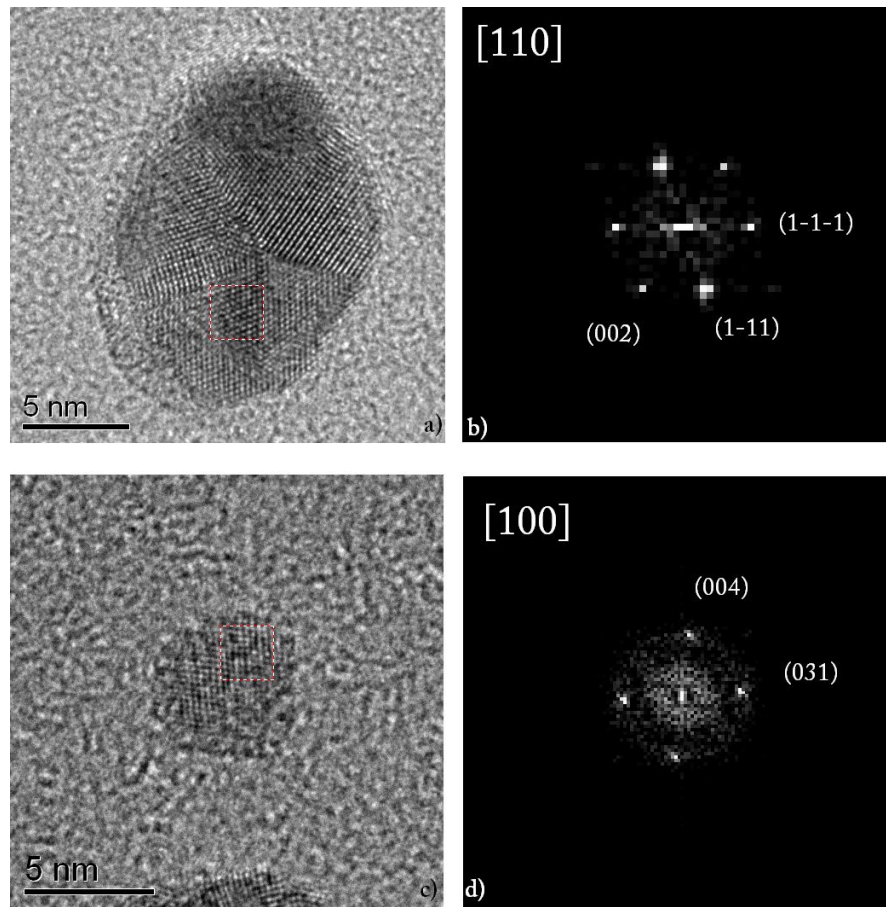


Fig.3. 42 a) Partícula de Ag Cubica y b) su correspondiente FFT, c) partícula de AgO tetragonal y su d) correspondiente FFT.

CAPÍTULO 4

ANÁLISIS Y CONCLUSIONES

Para este trabajo se planteó el problema de sintetizar nanopartículas de AgO por el método de bio-reducción utilizando ácido tánico como medio reductor y estabilizador. Sabemos que la forma, el tamaño y la estructura de las nanopartículas son factores importantes para definir sus propiedades, en particular, las propiedades ópticas, por tal razón se planteó como objetivo principal, el estudio del efecto sobre las nanopartículas del pH en la solución durante la síntesis.

En el capítulo anterior se presentaron los resultados en cada uno de los pH utilizados, mientras que en este capítulo se pretende hacer una comparación y análisis de los resultados obtenidos. Las partículas fueron caracterizadas por espectrofotometría, y Microscopia electrónica de transmisión en baja y alta magnificación. Aunado a estos resultados se realizó una selección de las mejores micrografías de los 10 pH, para poder indexar las FFT y hacer histogramas de frecuencias para cada uno.

De los resultados más importantes que se derivan de este trabajo podemos citar los siguientes:

1. Pudimos observar que la intensidad del pico de absorción de la solución, crece con el tiempo, lo cual nos indica que las nanopartículas están creciendo.

De acuerdo a los histogramas que se presentaron en el capítulo anterior, al tomar la desviación estándar de cada caso y graficarlos contra su respectivo pH, podemos observar en la figura 4.1, que las nanopartículas no superan los 10nm, siendo las desviaciones estándar más bajas encontradas las correspondientes al caso 1 con pH 2 y el caso 10 correspondiente al pH 12. Es importante decir, que si existen nanopartículas de mayores dimensiones en cada caso, sin embargo son las mínimas y por consiguiente no se tomaron en cuenta.

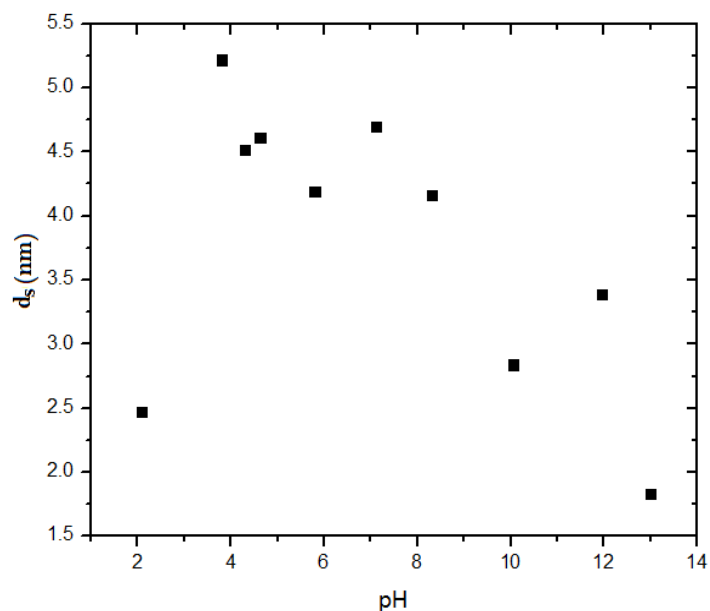


Fig.4. 1 pH contra desviación estándar.

De la misma gráfica puede observarse como las partículas más pequeñas se obtienen para pH's muy altos (alcalinos) ó muy bajos (ácidos), estando las mayores partículas en los pH's intermedios ó neutros.

Comparando las tonalidades de las soluciones que se muestran en la figura 4.2, puede verse que las soluciones de los extremos son casi transparentes haciéndose más opacas hacia el centro, es decir, más claras para pH altos y bajos y opacos para pH intermedios, siendo el pH 8.31 del caso7, la que tiene el tomo mas intenso.



Fig.4. 2 Comparación de las tonalidades de las soluciones de las nanopartículas producidas, de izquierda a derecha pH 2.09, 3.81, 4.29, 4.63, 5.8, 7.12, 8.31, 10.05, 11.95 y 13.

2. - Al seleccionar los espectros de absorción para cada solución y ponerlos en una misma gráfica por un lado, a los 10 minutos de haber iniciado la síntesis, Figura 4.3, y por las obtenidas una hora después del término de la síntesis (Fig. 4.4), podemos darnos cuenta que existe un aumento en el ancho de las curvas que va de un pH ácido a un pH alcalino, lo cual nos indica que se tiene una dispersión de tamaños cuando se incrementa el valor del pH.

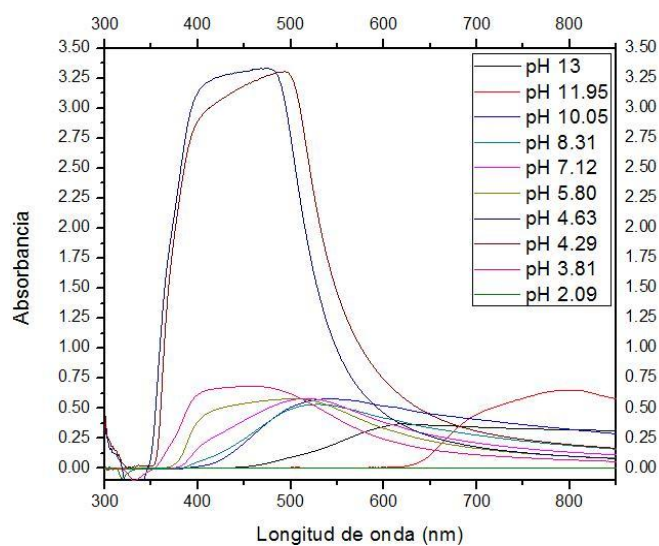


Fig.4. 3 Espectros de UV-Vis a los 10 min de haber comenzado el proceso de síntesis.

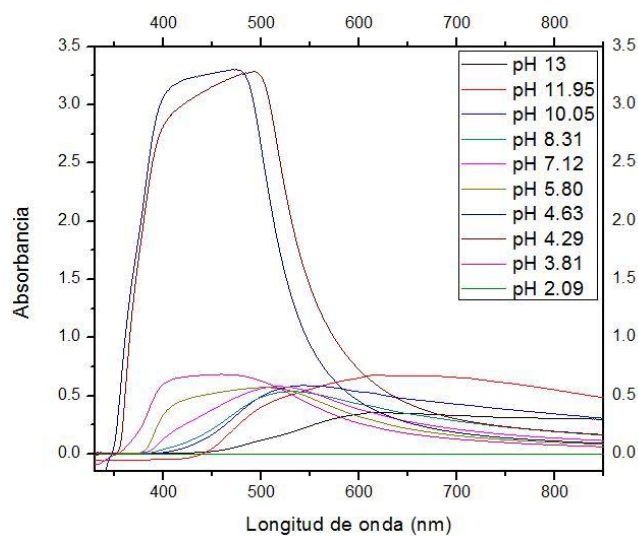


Fig.4. 4 Espectros de UV-Vis una hora después de haber sido terminada la solución.

En la figura 4.5 se muestran los espectros de absorción correspondientes a cada uno de los pH (casos 2 al 10), con las mediciones respectivas a lo largo de una hora, en los cuales se aprecia que las curvas tomadas cada 10 minutos tienen una mínima variación a lo largo de una hora exceptuando a 2 de los pH alcalinos donde ya se puede apreciar una variación y ensanchamiento de las curvas de absorción.

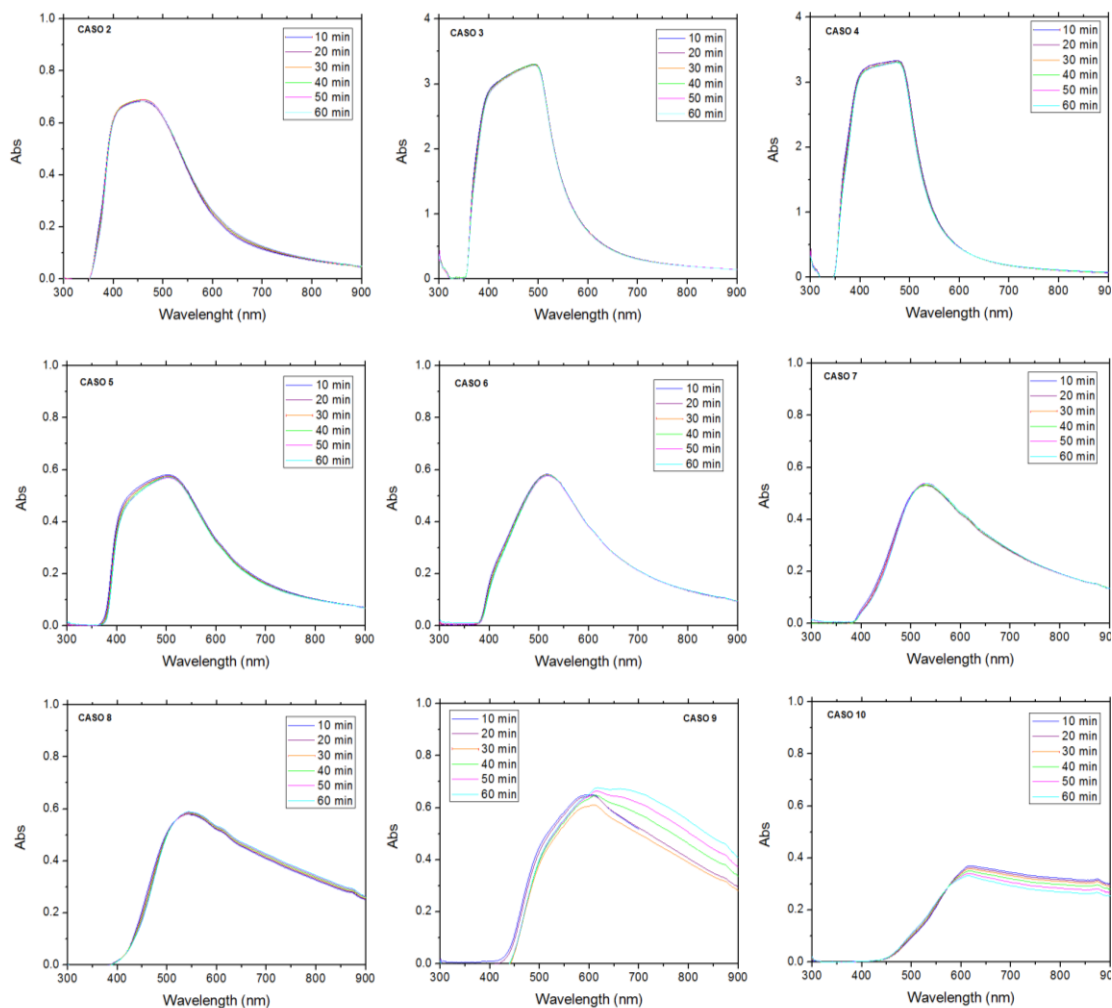


Fig.4. 5 Espectros de UV-Vis para cada caso con mediciones realizadas durante una hora.

Finalmente, si graficamos la posición de cada uno de los picos máximos contra el valor de cada pH, como se muestra en la Figura 4.6 para los 10 minutos y Figura 4.7 para una hora, donde en cada caso se hizo un ajuste por mínimos cuadrados. No debería de sorprendernos darnos cuenta que la posición de los picos sufre un deslizamiento hacia el

ultravioleta cuando la solución pasa de un pH alto (alcalino) a un pH bajo (ácido) como ya se había reportado por Noguez en el 2007 [58,59] en un estudio teórico con partículas de plata. Sin embargo en nuestro caso suponemos que la mayor parte de nuestras partículas están oxidadas, pero el corrimiento se mantiene, pero para poder aseverar esto necesitamos hacer un estudio más a fondo.

Por otro lado, y haciendo un simple ajuste por mínimos cuadrados, puede verse que este corrimiento es lineal con respecto al pH.

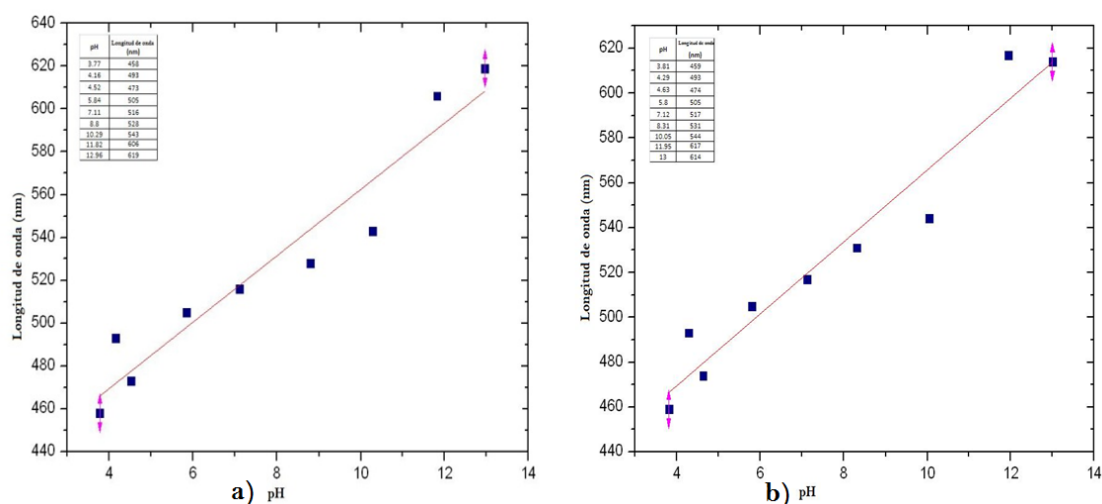


Fig.4. 6 Ajuste por mínimos cuadrados para los valores leídos a) 10 minutos después de haber terminado la preparación de la solución, b) 1 hora después de haber sido terminada la solución.

Como puede verse en la Figura 4.6 a correspondiente a las lecturas de las soluciones, 10 minutos después de haber sido terminado la síntesis, la intensidad del pico aumenta cuando el valor del pH disminuye. El mismo efecto puede verse en la Figura 4.6 b para una hora. Si analizamos la figura 4.6 a y b en forma independiente, podríamos pensar que el diámetro de las partículas aumenta cuando el valor del pH disminuye. Lo cual no es del todo cierto si observamos la Figura 4.1 que muestra la grafica del pH contra el tamaño de partícula, sin embargo recordemos que para la granulometría que se hizo en cada caso, no se consideraron las partículas muy grandes, ni las que se encontraban embebidas en la parte orgánica de la solución, en cambio, al tomar las curvas de absorción están presentes todos estos tipos de partículas.

Por su parte, la variación del pH se puede observar de una manera más clara en la Tabla 4.1a para los 10 minutos, y la Tabla 4.1b para una hora, donde se ven los valores obtenidos no sólo de la posición de los picos máximos, sino también el valor de la intensidad registrada de cada uno de ellos, apreciándose una mínima variación entre el pico obtenido a los 10 minutos y el pico obtenido una hora después de una manera más clara que en los gráficos presentados en la Fig. 4.5.

pH	Longitud de onda (nm)	Intensidad	pH	Longitud de onda (nm)	Intensidad
2.09	0	0	2.09	0	0
3.77	458	0.683	3.81	459	0.683
4.16	493	3.306	4.29	493	3.286
4.52	473	3.334	4.63	474	3.303
5.84	505	0.58	5.8	505	0.571
7.11	516	0.582	7.12	517	0.579
8.8	528	0.532	8.31	531	0.537
10.29	543	0.581	10.05	544	0.59
11.82	606	0.649	11.95	617	0.677
12.96	619	0.37	13	614	0.331

Tabla 4. 1 Datos a) a los 10 minutos de haber terminado la síntesis y b) 1 hora después

Debemos pensar que las partículas que se encuentran dentro de la parte orgánica juegan un papel muy importante en el valor de la intensidad de las curvas de absorción que se obtienen de las soluciones. Otra explicación es el número de partículas, tendríamos que considerar el caso en que las partículas sean pequeñas pero numerosas en lugar de que son pocas pero de mayor tamaño.

Si observamos con cuidado la Figura 4.7 que ejemplifica 10 micrografías que aparecen en el capítulo anterior, nos podremos dar cuenta que:

- ❖ El número de partículas que se encuentran es menor para los pH altos que para los pH bajos, ver por ejemplo la diferencia en la Figura 4.7 entre la Figura correspondiente al caso 1 (pH 2.09) con el caso 10 (pH 13).
- ❖ El número de partículas enlazadas con otras parece aumentar al crecer el valor del pH.

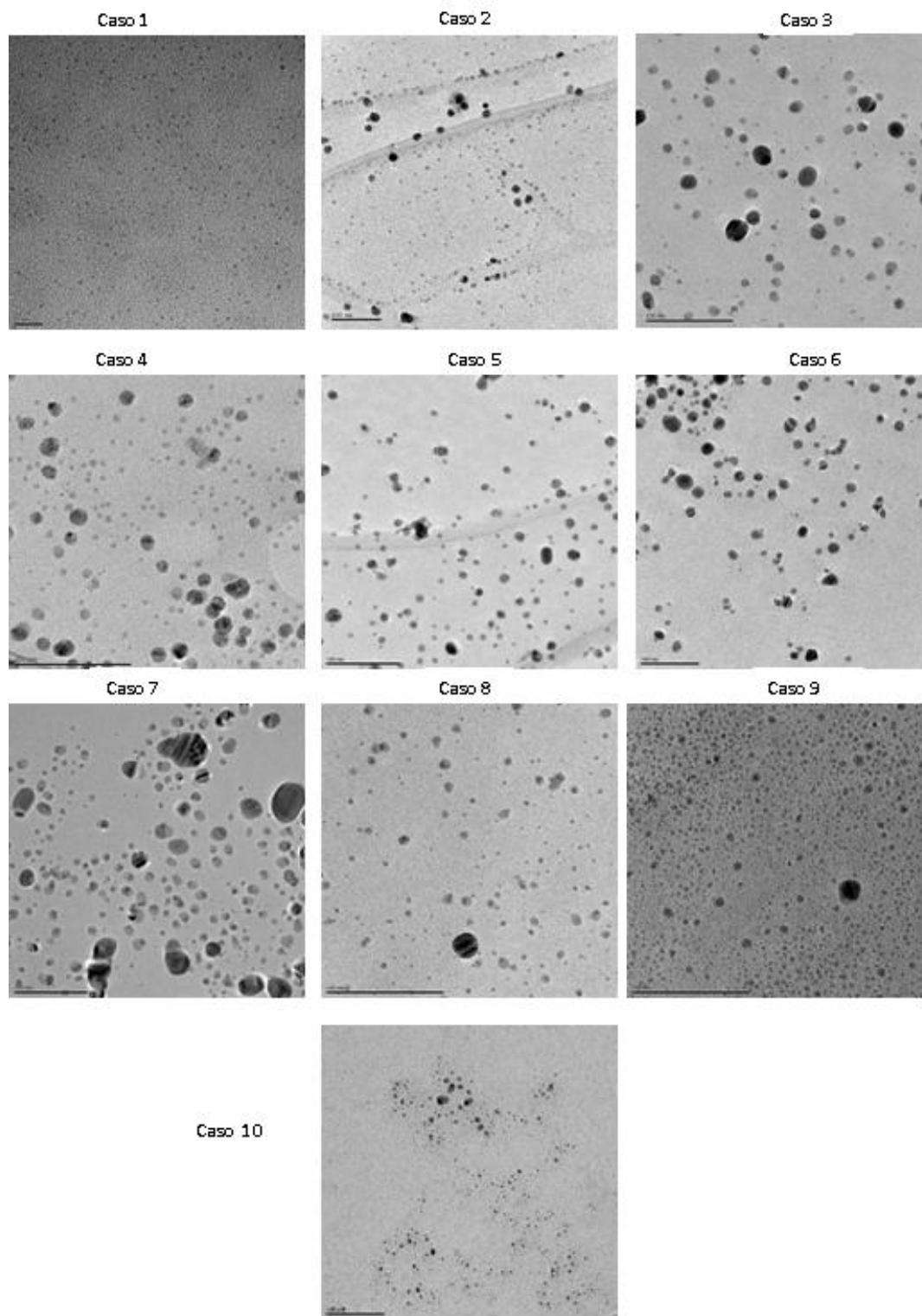


Fig.4. 7 Micrografías a baja amplificación de los 10 casos.

En la figura 4.8 se muestra la comparación de la granulometría que se realizó a las 10 muestras. Los histogramas de tamaños de partículas fueron obtenidos a partir de diferentes imágenes a baja amplificación. Puede notarse de los histogramas, como las partículas más pequeñas se encuentran en el caso 1 pH 2 y en el caso 10 pH 13, aumentando su tamaño para los pH de valor intermedio, también se observa como la dispersión de tamaños aumentan con el pH.

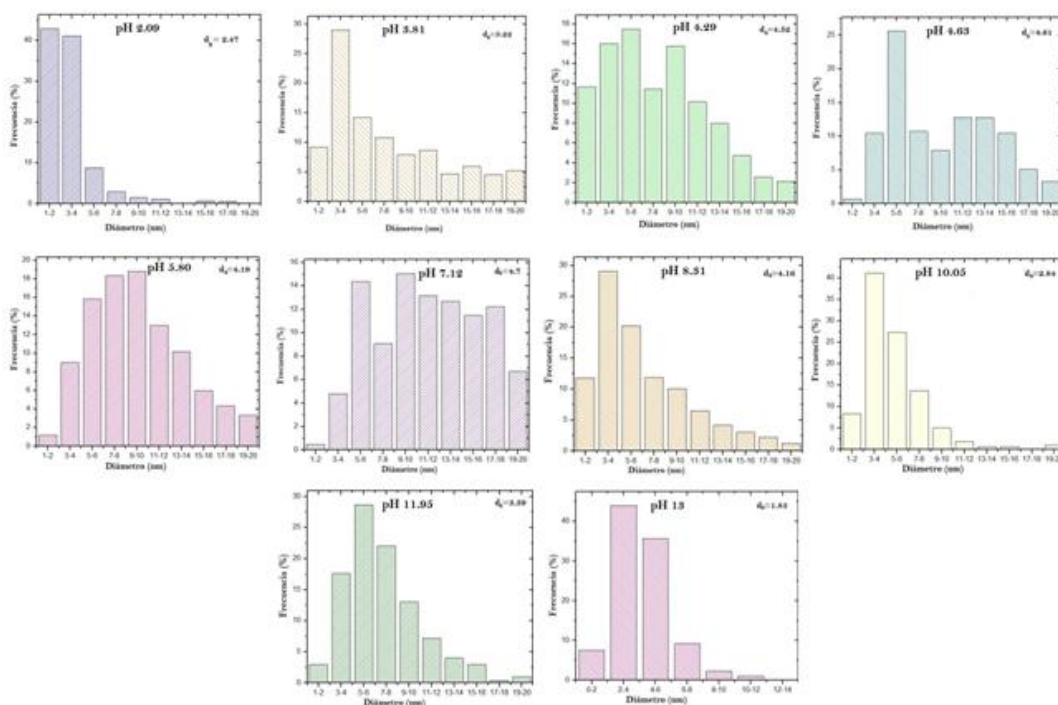


Fig.4. 8 Comparación de los diferentes histogramas pertenecientes a los casos 1 al 10.

Se encontró que para nanopartículas menores de 5 nm la fase predominante es plata pura, mientras que las nanopartículas mayores a este valor son principalmente de óxidos de plata encontrando también nanopartículas de plata. Este resultado concuerda con un trabajo realizado por L. S. Kibis et al [60], donde reportaron que cuando las partículas son menores a 5 nm, los defectos superficiales no favorecen la oxidación de la misma ya que los átomos de oxígeno se alojan en las esquinas y bordes, pero cuando las NPs son mayores a 5 nm disminuyen los defectos superficiales en las nanopartículas y por consiguiente se forma una capa de oxígeno sobre la partícula formando con ello un shell de óxido de plata.

CONCLUSIONES

- ❖ Se lograron sintetizar nanopartículas de plata y óxido de plata por un método de reducción, utilizando ácido tánico como agente reductor y estabilizador, y diferentes valores de pH en las soluciones con valores que van de 2 a 13.
- ❖ Para todos los pH se obtuvieron partículas embebidas en la matriz diferenciándolas únicamente en la proporción en la cual se encontraron.
- ❖ A valores de pH neutros obtuvimos partículas de diferentes tamaños con una desviación estándar 4.7.
- ❖ La forma de las nanopartículas cambia con el pH. Se encontró que cuando el pH aumenta el máximo de absorción sufre un corrimiento hacia el infrarrojo y el ancho medio de la curva se angosta. Resultados ya reportados teóricamente para nanopartículas de plata, por lo que podemos decir que este mismo efecto se observa en nuestro caso donde se involucran un mayor número de nanopartículas de óxido de plata.
- ❖ Es importante resaltar que el corrimiento de los valores máximos en los espectros de absorción es lineal con respecto al valor del pH.
- ❖ En cuanto al tamaño; se encontró que las nanopartículas más pequeñas se encuentran en los valores de pH 2 y 13, mientras que para valores de pH cercanos al neutro existe una gran diversidad de partículas.
- ❖ Un importante resultado es en cuanto a la estructura de las partículas, ya que al indexar las imágenes obtenidas de alta resolución, se encontró que las nanopartículas pequeñas son predominantemente de plata; mientras que para diámetros mayores las nanopartículas son de Óxido de Plata, independientemente del valor del pH. No podemos asegurar que la diferencia entre plata y óxido de plata se encuentra en un diámetro de 5nm.

A microscopic image of plant tissue, likely a cross-section of a stem or root, showing various cell layers. A white grid is overlaid on the image to provide scale. The cells are stained, showing distinct structures like the epidermis, cortex, and vascular bundles. The word "BIBLIOGRAFIA" is printed in a bold, black, serif font at the bottom center of the image.

BIBLIOGRAFIA

- [1]. Nanotecnologia. http://www.uco.es/~i12ororj/robotica/Nanotecnologia_texto.pdf
- [2]. Zimmerman, Peter. Dirty bombs: The threat revisited. *Defense Horizons*, Número 38, (enero 2008): 11.
- [3]. The appropriateness of existing methodologies to assess the potential risks associated with engineered and adventitious products of nanotechnologies. scientific committee on emerging and newly identified health risks. european comission. health & costumer protection directorate-general. scenihr/002/05.
- [4]. Corcoran, E. and Zorpette, G., Electrons traveling one by one. *Scientific American*, October 1997.
- [5]. Ruiz Ruiz, Victor F. 2011. Preparacion de nanoparticulas del tipo core shell hechas de ZnO y SiO₂ desagregado. Tesis de Licenciatura. Facultad de Química, UNAM.
- [6]. Ikurou Umezu et al. Formation of nanoscale fine-structured silicon by pulsed laser ablation in hydrogen background gas. *Physical Review B* 76, no. 4 (2007).
- [7]. C. Gutiérrez-Wing et al. Self-assembling of gold nanoparticles in one, two, and three dimensions. *Applied Physics A Materials Science & Processing* 71, no. 3 (2000): 237-243.
- [8]. F. Pacheco et al. Structural analysis of cobalt titanate nanoparticles obtained by sol-gel process. *Applied Physics A: Materials Science & Processing* 78, no. 4 (2004): 531-536.
- [9]. Masih Darbandi, Ralf Thomann, y Thomas Nann. Single Quantum Dots in Silica Spheres by Microemulsion Synthesis. *Chemistry of Materials* 17, no. 23 (2005): 5720-5725.
- [10]. H. A. Andreas y V. I. Birss. Synthesis and Characterization of Alkoxide-Derived Pt Nanoparticles. *The Journal of Physical Chemistry B* 109, no. 9 (2005): 3743-3750.
- [11]. Torres Castro, A. et al. Elaboración de nanopartículas metálicas y bimetálicas mediante desbastado iónico. *Ingenierías*, Julio-Septiembre 2008, Vol. XI, No. 40.
- [12]. Y.T. Yu, Q.H. Zhang, and Xu, B.Q. Shape-Controlled Syntheses of Metal Nanoparticles *Prog. in Chem.* 16, 4 (2004).
- [13]. Vukusic, P. & Sambles, J., Photonic Structures in biology. *Nature*, 424, págs. 852-855.
- [14]. Freestone, I., Meeks.N., Sax. M, Higgitt. C., the Lycurgus Cup – A Roman Nanotechnology. *Gold Bulletin* 2007, 40(4), págs.270-277.

- [15]. Faraday, M. Experimental Relations of Gold (and Other Metals) to Light .Philosophical Transactions of the Royal Society of London, Vol. 147 (1857), pp. 145-181
- [16]. www.nokia.com/about-nokia/research/demos/the-morph-concept.
- [17]. Valcárcel Cases, D.M. Las nanoestructuras de carbón en la nanociencia y nanotecnología analítica. Discurso leído en el acto de su recepción como académico de número. Real academia de ciencias exactas, físicas y naturales.
- [18]. Daniszewska, A. et al., 2006. Metallic Nano-Materials and Nanostructures: Development of Technology Roadmap. Solid State Phenomena, 114, págs.345-0.
- [19]. Pokropivny, V. & Skorokhod, V., 2007. Classification of nanostructures by dimensionality and concept of surface forms engineering in nanomaterial science. Materials Science and Engineering: C, 27(5-8), págs.990-993.
- [20]. Guerrero Dib. X.E., et al, Síntesis y propiedades de nanopartículas monometálicas y bimetalicas oro-plata. Ingenierías, Octubre-Diciembre 2009, Vol.XII, N°.45.
- [21]. Romero Ibarra.I.C., Síntesis y caracterización de nanopartículas de BaSO₄ y su aplicación en la obtención de un nanocompuesto polimérico a base de policetal. Tesis, Mex. D.F. (2006).
- [22]. G. Rodríguez. Síntesis, caracterización y aplicaciones de nanocristales de materiales semiconductores y metálicos, obtenidos a partir de dispersiones coloidales. Tesis, Mex. D.F., (2004).
- [23]. Bautista Salvador. A., Absorción óptica como método de seguimiento en el control del tamaño de nanopartículas de Au y Ag soportadas en Al₂O₃ Y TiO₂. Tesis, Mex. D.F., (2006).
- [24]. K. L. Kelly, E. Coronado, L. L. Zhao, and G. C. Schatz. The optical properties of metal nanoparticles: The influence of size, shape, and dielectric environment. J Phys Chem B, 107:668–677, 2003. 7, 30, 36.
- [25]. Callister, W., 2009. Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales William D. Callister colab. en la tr. Raúl Arrijoa Juárez revisión Rolando V. Jiménez. 2o ed., México: Limusa ; Noriega.

- [26]. Taneja, P. et al., 2001. Observation of a hexagonal (4H) phase in nanocrystalline silver. *Physical Review B*, 64.
- [27]. Al-Kuhaili, M.F., 2007. Characterization of thin films produced by the thermal evaporation of silver oxide. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 40, págs.2847-2853.
- [28] Schön Gunnar, 1973. ESCA studies of Ag, Ag₂O and AgO. *Acta Chemica Scandinavica* 27, págs. 2623-2633.
- [29]. Gutiérrez-Wing, C. et al., 2000. Self-assembling of gold nanoparticles in one, two, and three dimensions. *Applied Physics A Materials Science & Processing*, 71(3), págs.237-243.
- [30]. Huang, L. et al., 2006. Synthesis of copper nanoparticles containing diamond-like carbon films by electrochemical method. *Electrochemistry Communications*, 8(2), págs.262-266.
- [31]. Roberts. C., et al, Synthesis and Stabilization of Metallic Nanoparticles and Pre-Metallic Intermediates in PFPE/CO₂ Reverse Micelle Systems.
- [32]. Umezu, et al, 2007. Formation of Nanoscale fine-structured Silicon by pulsed Laser Ablation in Hydrogen Background gas. *Physc. Rev. B* 76, 045328.
- [33]. Gutierrez-Wing, C. et al., 2000. Self-assembling of gold nanoparticles in one, two, and three dimensions. *Applied Physics A Materials Science & Processing*, 71(3), págs.237-243.
- [34]. Krolkowska A, Kudelski A, Michota A, Bukowska J (2003) SERS studies on the structure of thioglycolic acid monolayers on silver and gold. *Surf Sci* 532:227–232.
- [35]. Kumar A, Mandal S, Selvakannan PR, Parischa R, Mandale AB, Sastry M (2003) Investigation into the interaction between surface-bound alkylamines and gold nanoparticles. *Langmuir* 19:6277–6282.
- [36]. Chandrasekharan N, Kamat PV (2000) Improving the photo electrochemical performance of nanostructured TiO₂. films by adsorption of gold nanoparticles. *J Phys Chem B* 104:10851–10857.
- [37]. Peto G, Molnar GL, Paszti Z, Geszti O, Beck A, Guzzi L(2002) Electronic structure of gold nanoparticles deposited on SiO_x/Si. *Mater Sci Eng C* 19:95–99.
- [38]. Tavera, L. et al., 2009. Analysis of Ag Nanoparticles Synthesized by Bioreduction. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 9, no. 3 (2009): 1785-1791.

- [39]. P.S. Schabes-Retchkiman, G. Canizal, R. Herrera-Becerra, C. Zorrilla, H.B. Liu, J.A. Ascencio, *Optical Materials* 29 (2006) 95.
- [40]. R. Herrera-Becerra, C. Zorrilla y J. Ascencio, *J. Phys. Chem. C*, 2007, 111, 16147-16153.
- [41]. J.A. Ascencio, Y. Mejia, H.B. Liu, C. Angeles y G. Canizal, *LANGMUIR*, Vol. 19, 14, 5882 (2003).
- [42]. Bansal, V. et al., 2005. Fungus-mediated biosynthesis of silica and titania particles. *Journal of Materials Chemistry*, 15(26), pág.2583.
- [43]. Gardea-Torresdey, et al. Reduction and Accumulation of Gold(III) by *Medicago sativa* Alfalfa Biomass: X-ray Absorption Spectroscopy, pH, and Temperature Dependence. *acs american chemical society*. 2000, VOL 34; PART 20, pages 4392-4396.
- [44]. Prashant Mohanpuria, Nisha K. Rana, Sudesh Kumar Yadav. Biosynthesis of nanoparticles: technological concepts and future applications. *J Nanopart Res* (2008) 10:507–517.
- [45]. Shankar, S.S. et al., 2003. Bioreduction of chloroaurate ions by geranium leaves and its endophytic fungus yields gold nanoparticles of different shapes. *Journal of Materials Chemistry*, 13(7), pág.1822.
- [46]. Shankar, S., 2004. Rapid synthesis of Au, Ag, and bimetallic Au core?Ag shell nanoparticles using Neem (*Azadirachta indica*) leaf broth. *Journal of Colloid and Interface Science*, 275(2), págs.496-502.
- [47]. Chandran, S.P. et al., 2006. Synthesis of Gold Nanotriangles and Silver Nanoparticles Using Aloe vera Plant Extract. *Biotechnology Progress*, 22(2), págs.577-583.
- [48]. Gardea Torresdey.JL., et al, Innovative technology to recover gold(III) from aqueous solutions by using *medicago sativa* (Alfalfa).*Proceeding of the 1998 conference on Hazardous Waste Researcg*.
- [49]. Canizal.G., et al, Multiple twinned gold nanorods by bio reduction techniques. *Chmistry and materials science*, 3(5-6), págs.475-481.

- [50]. Kalidas Sivaraman. S., et al, A green protocol for room temperature synthesis of silver nanoparticles in seconds. *Current science*, vol. 97, no. 7, 10 october 2009.
- [51]. www.uco.es/bioquimica
- [52]. Abril Díaz. N., Espectrofotometría: espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas.
- [53]. http://repositorio.innovacionumh.es/Proyectos/P_22CursoMateriales/Miguel_Angel_Sogorb/Wimba/Espectroscopia_05.htm
- [54]. Yacamán, M., Reyes Gasga. J., 1995. *Microscopía electrónica: una visión del microcosmos*, México: Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología; Fondo de Cultura Económica 1995.
- [55]. Herrera-Becerra, R. et al, 2007. Production of Iron Oxide Nanoparticles by a Biosynthesis Method: An Environmentally Friendly Route. *J. Phys. Chem. C*, 2007, 111 (44), pp 16147–16153.
- [56]. Ascencio, J. A.; Rincon, A. C.; Canizal. G. J. *Phys. Chem. B* 2005, 109, 8806.
- [57]. Schabes-Retchkiman, P. S.; Canizal, G.; Herrera-Becerra, R.; Zorrilla, C.; Liu, H. B.; Ascencio, J. A. *Opt. Mater.* 2006, 29, 88.
- [58]. A.L. González and Cecilia Noguez, *Journal of Computational and Theoretical Nanoscience*, vol. 4, (2007) 231-238.
- [59]. Cecilia Noguez, *J. Phys. Chem. C*, 111 (2007) 3806-3819.
- [60]. L.S. Kibis, A.I. Stadnichenko, E.M. Pajetnov, S.V. Koscheev, V.I. Zaykovskii and A.I. Boroin, *Applied Surface Science* 257, (2010) 404-413.

ANEXOS

ANEXO A

Tablas de difracción utilizadas en este trabajo.

84-1108		Wavelength= 1.54060								C
AgO	d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Silver Oxide	5.4943	4	1	0	1	1.5390	1	4	2	0
	3.4415	2	2	0	0	1.4583	239	2	4	2
	3.3280	1	1	1	2	1.4279	1	3	0	5
	2.9165	12	1	2	1	1.3906	95	2	0	6
	2.7471	999*	2	0	2	1.3735	96	4	0	4
Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	2.4335	491	2	2	0	1.3611	1	4	3	1
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/lor.: 12.13	2.2805	200	0	0	4	1.3219	1	3	3	4
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)	2.2250	1	3	0	1	1.3189	1	3	2	5
Ref: Yvon, K et al., J. Solid State Chem., 65, 225 (1986)	2.1632	6	2	1	3	1.2943	1	5	1	2
	2.1470	1	2	2	2	1.2893	1	2	2	6
	2.0650	1	1	1	4	1.2804	1	1	0	7
Sys.: Tetragonal S.G.: I4 ₁ /a (88)	1.9643	2	1	3	2	1.2757	1	4	2	4
a: 6.883(3) b: c: 9.122(4) A: C: 1.3253	1.9010	1	2	0	4	1.2657	1	2	5	1
α: β: γ: Z: 16 mp:	1.8685	2	3	2	1	1.2540	1	4	3	3
Ref: Ibid.	1.8314	1	3	0	3	1.2463	1	1	3	6
	1.7635	1	1	0	5	1.2315	1	4	1	5
	1.7207	128	4	0	0	1.2167	25	4	4	0
	1.6640	227	2	2	4	1.2000	1	2	1	7
	1.6421	2	1	4	1	1.1782	1	2	5	3
Dx: 7.615 Dm:	1.6167	1	3	2	3	1.1756	1	4	4	2
	1.6099	1	4	0	2	1.1616	1	1	5	4
Peak height intensity. R-factor: 0.066. Ag O type. PSC: t132.	1.5745	1	3	1	4	1.1471	1	6	0	0
Mwt: 123.87. Volume[CD]: 432.16.	1.5694	1	1	2	5	1.1402	10	0	0	8

d(A)	Int	h	k	l
1.1331	1	3	0	7
1.1229	1	6	1	1
1.1125	38	6	0	2
1.1101	20	1	1	8
1.1101	3	3	6	
1.0988	1	5	0	5

89-3081		Wavelength= 1.54060								C
AgO	d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Silver Oxide	5.5811	9	1	0	0	1.6404	2	3	1	0
	2.9517	21	1	1	0	1.6205	191	1	1	3
	2.8978	1	0	1	1	1.5933	1	3	1	2
	2.7905	474	2	0	0	1.5610	1	0	1	3
Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter: d-sp: Calculated	2.7869	999*	1	1	1	1.5515	1	2	1	3
Cut off: 17.7 Int.: Calculated I/lor.: 6.54	2.7054	7	1	0	2	1.5434	1	1	2	1
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++	2.6203	360	0	0	2	1.5093	1	2	1	2
Ref: Scatturin, V., Bellon, P., Salkind, A.J., Ric. Sci., 30, 1034 (1960)	2.4130	862	1	1	1	1.4835	3	2	2	1
	2.2833	376	2	0	2	1.4758	122	2	2	0
	2.2012	2	2	1	1	1.4591	99	3	1	1
	2.1765	2	2	1	0	1.4489	114	0	2	2
Sys.: Monoclinic S.G.: P2 ₁ /c (14)	2.1354	5	1	0	2	1.4216	47	4	0	2
a: 5.852 b: 3.478 c: 5.495 A: 1.6826 C: 1.5799	2.1354	1	1	1	2	1.4083	81	1	1	3
α: β: 107.500 γ: Z: 4 mp:	2.0928	1	0	1	2	1.3945	115	4	0	0
Ref: Ibid.	1.9087	2	2	1	2	1.3945	3	1	3	
	1.8603	2	2	1	1	1.3834	83	2	2	2
	1.8603	3	0	0	0	1.3704	1	1	0	4
	1.8210	3	1	1	2	1.3651	1	2	2	1
	1.7925	2	3	0	2	1.3527	35	2	0	4
Dx: 7.713 Dm:	1.7390	104	0	2	0	1.3489	18	1	2	2
Peak height intensity. PSC: mP8. No R value given. At least one TF missing. Mwt: 123.87. Volume[CD]: 106.66.	1.6992	224	3	1	1	1.3387	1	3	0	2
	1.6752	123	2	0	2	1.3159	1	4	1	2
	1.6505	3	0	2	1	1.3101	41	0	0	4
	1.2971	1	3	2	1	1.1889	1	3	1	4
	1.2949	1	4	1	0	1.1826	1	4	1	1
	1.2750	1	1	1	4	1.1804	1	3	2	1
	1.2651	1	3	0	4	1.1604	1	5	0	2
	1.2607	1	1	2	3	1.1453	1	3	2	3
	1.2607	1	2	1	4	1.1416	18	4	0	4
	1.2494	1	3	1	2	1.1325	1	1	1	4
	1.2494	3	2	2	2	1.1325	0	3	1	
	1.2324	1	0	2	3	1.1236	41	1	3	1
	1.2289	1	2	1	3	1.1162	1	5	0	0
	1.2277	1	2	2	3	1.1050	33	5	1	1
	1.2260	1	0	1	4	1.1017	26	4	0	2
	1.2151	1	4	1	3	1.1006	36	5	1	2
	1.2065	44	2	2	2	1.1006	4	2	2	
						1.0956	26	1	3	1

72-2108		Wavelength= 1.54060					C
Ag2O		d(A)	Int	h	k	l	
Silver Oxide		4.941	13	0	0	1	
		2.6604	181	1	0	0	
		2.4705	225	0	0	2	
		2.3424	999*	0	1	1	
Rad.: CuK α 1	λ : 1.54060	Filter:	d-sp: Calculated				
Cut off:	17.7	Int.: Calculated	I/lor.: 8.73				
Ref:	Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)						
Ref:	Kabalkina, S.S et al., Dokl. Akad. Nauk SSSR, 152, 853 (1963)						
Sys.: Hexagonal	S.G.: P $\bar{3}$ m1 (164)						
a:	3.072(3)	b:	c: 4.941(4)	A:	C: 1.6084		
α :	β :	γ :	Z: 1	mp:			
Ref:	Ibid.						
Dx:	9.529	Dm:	9.500				

Peak height intensity. R-factor: 0.250. Cd I β type. PSC: hP3.
At least one TF missing. Mwt: 231.74. Volume[CD]: 40.38.

51-0945		Wavelength= 1.5406					*				
Ag2O2		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Silver Oxide		5.5816	1	1	0	0	1.4222	3	4	0	2
		2.9543	2	1	1	0	1.4090	5	1	1	3
		2.9011	<1	0	1	1	1.3955	11	4	0	0
		2.7905	58	2	0	0	1.3848	6	2	2	2
Rad.: CuK α 1	λ : 1.5406	Filter: Ni	Beta	d-sp: Diff.							
Cut off:	8.8	Int.: Diffract.	I/lor.: 5.79								
Ref:	Mayo, W., H&M Analytical Services, Inc., Allentown, NJ, USA, ICDD Grant-in-Aid, (1999)										
Sys.: Monoclinic	S.G.: P2 $_1$ /c (14)										
a:	5.85444(6)	b:	3.48246(4)	c:	5.49661(6)	A: 1.6811	C: 1.5784				
α :	β : 107.511(1)	γ :	Z: 2	mp:	100						
Ref:	Jansen, M., Fischer, P., J. Less-Common Met., 137, 123 (1988)										
Dx:	7.698	Dm:	7.440	SS/FOM: F $_{30}$ = 129(.0055, 42)							
Color:	Gray										
Peak height intensity:	Commercial source - Alfa Aesar (40187).										
CAS #:	1301-96-8. Ag O type. Also called: silver peroxide.										
Silicon used as an internal stand:	PSC: mP8. See calculated patterns 22-472 and 80-1269. See ICSD 202543 (PDF 84-1547). To replace 22-472. Mwt: 247.73. Volume[CD]: 106.87.										
		1.8103	164	0	1	2					
		1.6470	1	0	0	3					
		1.5360	149	1	1	0					
		1.4667	1	1	1	1					
		1.4003	132	1	0	3					
		1.3302	14	2	0	0					
		1.3044	114	1	1	2					
		1.2844	90	2	0	1					
		1.2352	19	0	0	4					
		1.1712	24	2	0	2					
		1.1203	13	0	1	4					
		2.7690	100	1	1	1	1.3532	3	2	0	4
		2.7070	2	1	0	2	1.3500	<1	1	2	2
		2.6207	35	0	0	2	1.3105	3	0	0	4
		2.4147	90	1	1	1	1.2619	5	1	2	3
		2.2838	31	2	0	2	1.2074	3	2	2	2
		2.1779	<1	2	1	0	1.1421	<1	4	0	4
		2.1368	<1	1	1	2	1.1250	2	1	3	1
		2.0936	<1	0	1	2	1.1056	3	5	1	1
		1.9105	<1	2	1	2	1.1016	3	4	2	2
		1.8610	<1	3	0	0	1.0968	1	1	3	1
		1.8223	<1	1	1	2	1.0890	3	4	2	0
		1.7934	<1	3	0	2	1.0685	3	2	2	4
		1.7413	7	0	2	0	1.0636	2	3	1	3
		1.7002	20	3	1	1	1.0519	1	5	1	3
		1.6757	10	2	0	2	1.0470	2	0	2	4
		1.6524	<1	0	2	1	1.0416	2	1	1	5
		1.6411	<1	3	1	0					
		1.6213	17	1	1	3					
		1.4853	<1	2	2	1					
		1.4775	10	2	2	0					
		1.4598	9	3	1	1					
		1.4504	8	0	2	2					

72-0607		Wavelength= 1.54060						C
Ag2O3		d(A)	Int	h	k	l		
Silver Oxide		3.4676	17	1	1	0		
		2.8313	999*	1	1	1		
		2.4520	292	2	0	0		
		2.0020	4	2	1	1		
		1.7338	381	2	2	0		
Rad.: CuKα1	λ: 1.54060	Filter:	d-sp: Calculated					
			1.6346	1	2	2	1	
Cut off: 17.7	Int.: Calculated	I/ICor.: 14.08	1.5507	1	3	1	0	
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12++, (1997)			1.4786	276	3	1	1	
Ref: Stehlik, B., Weidenthaler, P., Vlach, J., Collect. Czech. Chem. Commun., 24, 1581 (1959)			1.4156	52	2	2	2	
			1.3106	1	3	2	1	
			1.2260	41	4	0	0	
Sys.: Cubic	S.G.: Pn $\bar{3}m$ (224)		1.1893	1	3	2	2	
a: 4.904(4)	b:	c:	A:	C:				
			1.1558	1	4	1	1	
α:	β:	γ:	Z: 2	mp:				
			1.1250	83	3	3	1	
			1.0965	54	4	2	0	
Ref: Ibid.								
Dx: 7.427	Dm:							

40-0909		Wavelength= 1.5405						*				
Ag2O3		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l	
Silver Oxide		4.0680	5	2	2	0	1.3109	5	0	8	0	
		3.3419	100	1	1	1	1.2939	5	7	5	1	
		3.2188	10	4	0	0						
		2.7414	90	4	2	0						
		2.6941	30	3	1	1						
Rad.: CuKα1	λ: 1.5405	Filter:	d-sp: Guinier									
			2.6233	30	0	4	0					
Cut off:	Int.:	I/ICor.:	2.4815	60	1	3	1					
Ref: Standke, B., Jansen, M., Z. Anorg. Allg. Chem., 535, 39 (1986)			2.1783	50	3	3	1					
			2.0653	30	5	1	1					
			2.0326	10	4	4	0					
			1.9858	5	6	2	0					
Sys.: Orthorhombic	S.G.: Fdd2 (43)		1.8042	20	5	3	1					
a: 12.869(1)	b: 10.490(1)	c: 3.6638(5)	A: 1.2268	C: 0.3493								
α:	β:	γ:	Z: 8	mp:								
			1.7611	20	2	0	2					
Ref: Ibid.			1.6757	25	3	5	1					
			1.6702	20	2	2	2					
			1.6234	15	7	1	1					
			1.6085	10	8	0	0					
			1.5366	30	8	2	0					
Dx: 7.084	Dm:	SS/FOM: F ₂₆ = 47(.0146 , 38)	1.5366	4	6	0						
			1.4862	25	7	3	1					
			1.4862	5	5	1						
Prepared by anodic oxidation of aqueous solution of either Ag B F ₄ , Ag Cl O ₄ or Ag P F ₆ with Ag content between 0.1 and 0.4 molecules. Au ₂ O ₃ type. C.D. Cell: a=10.490, b=12.869, c=3.664, a/b=0.8151, c/b=0.2847, S.G.=Fdd2(43). Quartz used as an internal stand. PSC: oF40. See ICSD 59193 (PDF 77-1829). Mwt: 263.73. Volume[CD]: 494.60.			1.4626	30	2	4	2					
			1.3792	10	1	7	1					
			1.3712	5	8	4	0					
			1.3463	30	6	2	2					
			1.3209	10	9	1	1					

77-1829		Wavelength= 1.54060						C			
Ag2O3		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Silver Oxide		4.0654	21	2	2	0	1.4863		5	5	1
		3.3403	999*	1	1	1	1.4624	184	2	4	2
		3.2172	136	4	0	0	1.3929	8	6	0	2
		2.7424	889	4	2	0	1.3790	62	1	7	1
Rad.: CuKα1 λ: 1.54060 Filter:		2.6926	261	3	1	1	1.3712	43	8	4	0
d-sp: Calculated		2.6225	294	0	4	0	1.3608	6	4	4	2
Cut off: 17.7 IntL: Calculated I/ICor.: 5.35		2.4820	543	1	3	1	1.3551	2	6	6	0
Ref: Calculated from ICSD using POWD-12+, (1997)		2.4285	4	2	4	0	1.3463	158	6	2	2
Ref: Standke, B., Jansen, M., Z. Anorg. Allg. Chem., 535, 39 (1986)		2.1789	421	3	3	1	1.3214	57	9	1	1
		2.0648	238	5	1	1	1.3197	33	3	7	1
		2.0327	60	4	4	0	1.3112	43	0	8	0
Sys.: Orthorhombic S.G.: Fdd2 (43)		1.9852	19	6	2	0	1.2936	41	7	5	1
a: 12.869(1) b: 10.49(1) c: 3.6638(5) A: 1.2268 C: 0.3493		1.8041	128	5	3	1	1.2848	6	2	8	0
α:		1.8041	1	5	1	1	1.2647	5	0	6	2
β:		1.7618	163	2	0	2	1.2498	1	10	2	0
γ:		1.7294	13	0	2	2	1.2447	24	9	3	1
Z: 8 mp:		1.6871	15	2	8	0	1.2410	41	2	6	2
Ref: Ibid.		1.6759	172	3	5	1	1.2302	5	6	4	2
		1.6701	156	2	2	2	1.2210	15	5	7	1
Dx: 7.084 Dm:		1.6602	11	6	4	0	1.2142	8	4	8	0
		1.6233	95	7	1	1	1.2077	25	1	1	3
		1.6086	44	8	0	0	1.1837	20	8	6	0
Peak height intensity. R-factor: 0.012. Au2 O3 type. C.D.		1.5361	152	4	6	0	1.1770	1	8	2	2
Cell: a=10.490, b=12.869, c=3.664, a/b=0.8151, c/b=0.2847.		1.5233	3	4	2	2	1.1770	4	6	2	2
S.G.=Fdd2(43). PSC: oP40. See PDF 4-909. Mwt: 263.73.		1.4863	138	7	3	1	1.1673	33	3	1	3
Volume[CD]: 494.60.											

d(A)	Int	h	k	l
1.1553	1	10	4	0
1.1483	24	1	3	3
1.1245	9	9	5	1
1.1187	5	6	8	0
1.1134	12	3	3	3
1.1082	19	11	1	1
1.1065	17	7	7	1
1.1065	1	9	1	1
1.0973	22	8	4	2
1.0973	5	1	3	3
1.0894	63	6	6	2

40-1054		Wavelength= 1.5406						*			
Ag3O4		d(A)	Int	h	k	l	d(A)	Int	h	k	l
Silver Oxide		4.8886	2	0	1	1	1.7526	10	1	2	2
		4.8008	10	0	2	0	1.7448	10	0	5	1
		3.5180	10	0	2	1	1.7236	1	1	4	1
		3.4366	5	1	0	0	1.7015	10	1	2	3
Rad.: CuKα1 λ: 1.5406 Filter:		3.2185	60	1	1	0	1.6906	10	0	2	3
d-sp: Guinier		3.1557	25	1	1	1	1.6797	4	2	0	2
Cut off: IntL: I/ICor.:		2.7543	10	1	2	0	1.6232	15	1	5	0
Ref: Standke, B., Jansen, M., J. Solid State Chem., 67, 278 (1987)		2.7275	40	0	0	2	1.6140	4	1	5	1
		2.7154	40	1	2	1	1.6126	2	1	3	2
		2.6755	100	0	3	1	1.6100	5	2	2	0
Sys.: Monoclinic S.G.: P2 ₁ /c (14)		2.6146	5	0	1	2	1.5783	5	2	2	2
a: 3.5787(3) b: 9.2079(5) c: 5.6771(3) A: 0.3887 C: 0.6165		2.5039	60	1	1	1	1.5723	20	1	3	3
α:		2.5039	1	0	2	2	1.5637	20	0	3	3
β:		2.4153	30	1	1	2	1.5349	10	0	6	0
γ:		2.3489	5	0	2	2	1.5259	5	0	5	2
Z: 2 mp:		2.3041	5	0	4	0	1.5030	15	1	5	1
Ref: Ibid.		2.2900	10	1	3	0	1.5030		2	1	1
		2.2645	50	1	3	1	1.4830	10	1	5	2
Dx: 7.163 Dm: SS/FOM: F ₃₀ = 78(.0096, 40)		2.2645	1	2	1	1	1.4632	15	1	4	2
		2.1979	20	1	2	2	1.4510	10	2	1	3
		2.1201	5	0	4	1	1.4456	5	2	2	1
		2.0325	2	0	3	2	1.4315	10	1	1	2
		1.9390	5	1	3	2	1.4088	10	1	0	4
		1.9128	10	1	4	0	1.3962	10	1	6	1
Prepared by anodic oxidation of aqueous solution of AgF and Ag Ce		1.8990	5	1	4	1	1.3773	20	2	4	0
O4. Decomposes at 63 C into AgO and O2. C.D. Cell: a=5.677, b=9.208, c=3.579, β=106.14, a/b=0.6165, c/b=0.3887.		1.8563	5	1	1	2	1.3634	5	0	0	4
S.G.=P2 ₁ /c(14). Quartz used as an internal stand. PSC: mP14.		1.7553	20	2	1	1	1.3570	15	2	4	2
See ICSD 202218 (PDF 84-1261). Mwt: 387.60. Volume[CD]: 179.70.											

d(A)	Int	h	k	l
1.3374	10	0	6	2
1.3218	5	1	6	1
1.3218		1	5	2
1.3081	5	1	6	2
1.3081		0	2	4
1.2962	2	1	5	3
1.2935	2	0	5	3
1.2874	5	2	1	2
1.2067	2	2	2	4

ANEXOS B

Resultados obtenidos con el programa DPIP.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calculado	Angulo FFT	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	Distancia P1
Fig.3.6a	AgO tet	1	0.545	68.935	69.48	2.6228	2.4898	2.2119	2.734
Fig.3.6a	AgO tet	2	1.597	55.533	57.13				2.734
Fig.3.6a	Ag2O2 Mono	1	1.537	71.017	69.48	2.6228	2.4898	2.2119	2.241
Fig.3.6a	Ag2O2 Mono	2	1.55	58.68	57.13				2.488
Fig.3.6a	Ag3O4 Mono	1	2.565	66.915	69.48	2.6228	2.4898	2.2119	2.876
Fig.3.6a	Ag3O4 Mono	2	3.12	54.01	57.13				2.713
Fig.3.6a	Ag3O4 Mono	1	2.565	66.915	69.48	2.6228	2.4898	2.2119	2.876
Fig.3.6a	Ag3O4 Mono	2	3.12	54.01	57.13				2.713
Fig.3.6a	Ag3O4 Mono	1	2.565	66.915	69.48	2.6228	2.4898	2.2119	2.713
Fig.3.6a	Ag3O4 Mono	2	1.945	59.075	57.13				2.876
Fig.3.6a	AgO Mono	1	1.542	71.022	69.48	2.6228	2.4898	2.2119	2.239
Fig.3.6a	AgO Mono	2	1.565	58.695	57.13				2.487
Plano 1h	Plano 1k	Plano 1l	Distancia P2	Plano 2h	Plano 2k	Plano 2l	EjeZona X	Eje Zona Y	Eje Zona Z
0	-2	2	2.734	-2	0	2	1	1	1
-2	0	2	2.416	-2	2	0	1	1	1
-2	1	0	2.488	-1	0	2	2	4	1
-1	0	2	2.024	1	-1	2	2	4	1
-1	1	1	2.024	0	-1	2	3	2	1
0	-1	2	2.024	1	-2	1	3	2	1
-1	1	-1	2.024	0	-1	-2	-3	-2	1
0	-1	-2	2.024	1	-2	-1	-3	-2	1
0	-1	-2	2.024	1	1	-1	3	-2	1
1	1	-1	2.024	1	2	1	3	-2	1
-2	-1	0	2.024	-1	0	-2	-2	4	1
-1	0	-2	2.024	1	1	-2	-2	4	1

Tabla B. 1 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.6a

imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo FFT	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	DistanciaP1	Plano 1h
Fig. 3.6 c	Ag Cub	1	0	90	90	2.1142	2.1142	2.044	0
Fig. 3.6 c	Ag2O2 Mono	1	0	90	90	2.1142	2.1142	2.241	2
Fig. 3.6 c	Ag2O2 Mono	1	0	90	90	2.1142	2.1142	2.157	0
Fig. 3.6 c	AgO Mono	1	0.25	90.25	90	2.1142	2.1142	2.074	-2
Fig. 3.6 c	AgO Mono	1	0.25	90.25	90	2.1142	2.1142	2.074	-2
Fig. 3.6 c	AgO tet	1	0	90	90	2.1142	2.1142	2.161	3
Fig. 3.6 c	AgO tet	1	0.285	90.285	90	2.1142	2.1142	2.155	1
Fig. 3.6 c	AgO tet	1	0	90	90	2.1142	2.1142	1.953	1
Fig. 3.6 c	AgO tet	1	0	90	90	2.1142	2.1142	1.953	-1
Fig. 3.6 c	AgO tet	1	0	90	90	2.1142	2.1142	2.28	0
Fig. 3.6 c	AgO tet	1	0	90	90	2.1142	2.1142	2.28	0
Fig. 3.6 c	AgO tet	1	0	90	90	2.1142	2.1142	2.161	-1
Formula	Plano1k	Plano 1l	Distancia P2	Plano 2h	Plano 2k	Plano 2l	EjeZona X	EjeZona Y	EjeZonaZ
Ag Cub	0	2	2.044	0	2	0	1	0	0
Ag2O2 Mono	1	0	1.832	0	0	3	1	-2	0
Ag2O2 Mono	1	-2	1.951	3	0	0	0	2	1
AgO Mono	1	1	2.074	2	1	1	0	-1	1
AgO Mono	-1	1	2.074	2	-1	1	0	1	1
AgO tet	1	0	1.953	-1	3	2	-1	3	-5
AgO tet	-2	3	2.155	1	-2	-3	2	1	0
AgO tet	3	-2	2.161	-3	1	0	1	3	5
AgO tet	-3	2	2.161	-3	1	0	1	3	5
AgO tet	0	4	2.161	-1	3	0	3	1	0
AgO tet	0	-4	2.161	3	-1	0	1	3	0
AgO tet	3	0	2.28	0	0	4	3	1	0

Tabla B. 2 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.6 c

Imagen	Fórmula	Cn	DeltaAngulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig. 3.10 a	AgO tet	1	2.124	58.006	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.734
Fig. 3.10 a	AgO tet	2	1.358	63.988	62.63				2.898
Fig. 3.10 a	AgO tet	1	0.638	60.768	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.734
Fig. 3.10 a	AgO tet	2	0.186	62.444	62.63				2.898
Fig. 3.10 a	AgO tet	1	1.33	61.46	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.155
Fig. 3.10 a	AgO tet	2	1.17	61.46	62.63				2.21
Fig. 3.10 a	Ag2O2 Mono	1	1.301	61.431	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.629
Fig. 3.10 a	Ag2O2 Mono	2	1.199	61.431	62.63				2.748
Fig. 3.10 a	Ag2O2 Mono	1	1.832	61.962	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.584
Fig. 3.10 a	Ag2O2 Mono	2	0.668	61.962	62.63				2.748
Fig. 3.10 a	Ag3O4 Mono	1	1.472	61.602	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.7
Fig. 3.10 a	Ag3O4 Mono	2	1.028	61.602	62.63				2.839
Fig. 3.10 a	Ag3O4 Mono	1	1.173	58.957	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.7
Fig. 3.10 a	Ag3O4 Mono	2	1.087	63.717	62.63				2.876
Fig. 3.10 a	AgO Mono	1	1.319	61.449	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.626
Fig. 3.10 a	AgO Mono	2	1.181	61.449	62.63				2.748
Fig. 3.10 a	AgO Mono	1	1.835	61.965	60.13	2.5067	2.6083	2.5489	2.583
Fig. 3.10 a	AgO Mono	2	0.665	61.965	62.63				2.748
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-2	0	2	2.898	-1	2	1	1	0	1
-1	2	1	2.898	1	2	-1	1	0	1
0	2	-2	2.898	-1	2	1	3	1	1
-1	2	1	2.778	-1	0	3	3	1	1
-1	-2	3	2.21	-3	0	1	1	4	3
-3	0	1	2.155	-1	-2	3	1	4	3
-1	1	1	2.748	0	0	2	1	1	0
0	0	2	2.629	-1	1	1	1	1	0
2	0	1	2.748	0	0	2	0	1	0
0	0	2	2.584	2	0	1	0	1	0
0	3	1	2.839	0	0	2	1	0	0
0	0	2	2.7	0	3	1	1	0	0
0	-3	-1	2.876	-1	-1	-1	2	1	-3
-1	-1	-1	2.825	-1	2	0	2	1	-3
-1	1	1	2.748	0	0	2	1	1	0
0	0	2	2.626	1	-1	1	1	1	0
2	0	-1	2.748	0	0	-2	0	1	0
0	0	-2	2.583	-2	0	-1	0	1	0

Tabla B. 3 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.10 a

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Plano1h	Plano1k
Fig. 3.10 c	AgO tet	1	0.15	92.43	92.28	2.1929	2.1213	-2	2
Fig. 3.10 c	Ag3O4 Mono	1	0.191	92.471	92.28	2.1929	2.1213	1	-3
Fig. 3.10 c	AgO tet	1	0.362	92.642	92.28	2.1929	2.1213	2	-2
Fig. 3.10 c	Ag2O hex	1	0.462	92.742	92.28	2.1929	2.1213	1	0
Fig. 3.10 c	AgO Mono	1	0.605	92.885	92.28	2.1929	2.1213	1	0
Fig. 3.10 c	AgO tet	1	1.076	93.356	92.28	2.1929	2.1213	2	3
Fig. 3.10 c	Ag3O4 Mono	1	1.337	93.617	92.28	2.1929	2.1213	1	2
Fig. 3.10 c	Ag2O3 ort	1	1.838	90.442	92.28	2.1929	2.1213	-1	3
Fig. 3.10 c	Ag2O2 Mono	1	1.894	94.174	92.28	2.1929	2.1213	0	1
Fig. 3.10 c	AgO tet	1	1.991	94.271	92.28	2.1929	2.1213	-3	2
Fig. 3.10 c	AgO tet	1	1.995	90.285	92.28	2.1929	2.1213	-2	1
Fig. 3.10 c	Ag Cub	1	2.28	90	90	2.1929	2.1213	0	0
Fórmula	Plano1l	DistanciaP1	Plano 2h	Plano2k	Plano 2l	Distancia P2	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
AgO tet	-2	2.135	-2	0	4	1.897	2	3	1
Ag3O4 Mono	0	2.33	-1	-2	1	2.53	3	1	5
AgO tet	-2	2.135	1	-1	4	2.062	1	1	0
Ag2O hex	-1	2.342	0	1	2	1.81	1	-2	1
AgO Mono	2	2.487	2	0	-1	2.583	0	1	0
AgO tet	1	1.856	2	-1	-3	2.155	1	-1	1
Ag3O4 Mono	-2	2.003	1	-4	0	1.936	4	1	3
Ag2O3 ort	1	2.482	-1	-3	1	2.482	1	0	1
Ag2O2 Mono	2	2.157	2	-1	1	2.075	3	4	-2
AgO tet	-1	1.856	2	2	-2	2.135	1	4	5
AgO tet	3	2.155	-2	1	-3	2.155	1	2	0
Ag Cub	2	2.044	0	2	0	2.044	1	0	0

Tabla B. 4 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.10 c

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig. 3.18a	AgO tet	1	1.046	58.006	56.96	2.53	2.43	2.71	2.734
Fig. 3.18a	AgO tet	2	0.408	63.988	63.58				2.898
Fig. 3.18a	AgO tet	1	0.172	56.788	56.96	2.53	2.43	2.71	2.734
Fig. 3.18a	AgO tet	2	1.136	62.444	63.58				2.778
Fig. 3.18a	Ag2O2 Mono	1	0.178	57.138	56.96	2.53	2.43	2.71	2.629
Fig. 3.18a	Ag2O2 Mono	2	2.149	61.431	63.58				2.629
Fig. 3.18a	Ag2O2 Mono	1	0.885	56.075	56.96	2.53	2.43	2.71	2.584
Fig. 3.18a	Ag2O2 Mono	2	1.618	61.962	63.58				2.584
Fig. 3.18a	Ag3O4 Mono	1	0.366	57.326	56.96	2.53	2.43	2.71	2.7
Fig. 3.18a	Ag3O4 Mono	2	0.137	63.717	63.58				2.825
Fig. 3.18a	Ag3O4 Mono	1	0.165	56.795	56.96	2.53	2.43	2.71	2.7
Fig. 3.18a	Ag3O4 Mono	2	1.978	61.602	63.58				2.7
Fig. 3.18a	AgO Mono	1	0.891	56.069	56.96	2.53	2.43	2.71	2.583
Fig. 3.18a	AgO Mono	2	1.615	61.965	63.58				2.583
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano 2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
0	-2	2	2.898	2	-1	1	0	1	1
2	-1	1	2.898	2	1	-1	0	1	1
0	-2	2	2.778	-1	0	3	3	1	1
-1	0	3	2.898	-1	2	1	3	1	1
-1	1	-1	2.629	-1	1	1	1	1	0
-1	1	1	2.748	0	0	2	1	1	0
2	0	-1	2.584	2	0	1	0	1	0
2	0	1	2.748	0	0	2	0	1	0
0	3	-1	2.825	-1	2	0	2	1	3
-1	2	0	2.876	-1	-1	1	2	1	3
0	-3	-1	2.7	0	-3	1	1	0	0
0	-3	1	2.839	0	0	2	1	0	0
2	0	1	2.583	2	0	-1	0	1	0
2	0	-1	2.748	0	0	-2	0	1	0

Tabla B. 5 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.14 a.

Imagen	Fórmula	Cn	DeltaAngulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig. 3.18 c	AgO tet	1	2.493	55.533	53.04	2.24	2.48	2.62	2.416
Fig. 3.18 c	AgO tet	2	0.285	68.935	69.22				2.734
Fig. 3.18 c	Ag2O3 ort	1	2.972	56.012	53.04	2.24	2.48	2.62	2.482
Fig. 3.18 c	Ag2O3 ort	2	2.851	66.369	69.22				2.693
Fig. 3.18 c	Ag2O2 Mono	1	2.736	50.304	53.04	2.24	2.48	2.62	2.024
Fig. 3.18 c	Ag2O2 Mono	2	1.797	71.017	69.22				2.241
Fig. 3.18 c	Ag3O4 Mono	1	0.97	54.01	53.04	2.24	2.48	2.62	2.53
Fig. 3.18 c	Ag3O4 Mono	2	2.305	66.915	69.22				2.713
Fig. 3.18 c	AgO Mono	1	2.068	55.108	53.04	2.24	2.48	2.62	2.003
Fig. 3.18 c	AgO Mono	2	2.74	66.48	69.22				2.156
Fig. 3.18 c	AgO Mono	1	2.757	50.283	53.04	2.24	2.48	2.62	2.023
Fig. 3.18 c	AgO Mono	2	1.802	71.022	69.22				2.239
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano 2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-2	2	0	2.734	-2	0	2	1	1	1
-2	0	2	2.734	0	-2	2	1	1	1
-1	3	-1	2.693	3	1	-1	1	2	5
3	1	-1	2.742	4	-2	0	1	2	5
1	-1	2	2.241	2	-1	0	2	4	1
2	-1	0	2.488	1	0	-2	2	4	1
1	-2	1	2.713	0	-1	2	3	2	1
0	-1	2	2.876	-1	1	1	3	2	1
-2	0	2	2.156	0	1	2	1	-2	1
0	1	2	2.239	2	1	0	1	-2	1
-1	1	-2	2.239	-2	1	0	2	4	1
-2	1	0	2.487	-1	0	2	2	4	1

Tabla B. 6 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.14 c.

Imagen	Fórmula	Cn	DeltaAngulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig. 3.18a	Ag hex	1	2.115	53.135	51.02	2.2793	2.4107	2.5933	2.5
Fig. 3.18a	Ag hex	2	0.345	63.425	63.77				2
Fig. 3.18a	AgO tet	1	2.11	53.13	51.02	2.2793	2.4107	2.5933	2.161
Fig. 3.18a	AgO tet	2	0.335	63.435	63.77				2.161
Fig. 3.18a	Ag2O hex	1	1.218	52.238	51.02	2.2793	2.4107	2.5933	2.342
Fig. 3.18a	Ag2O hex	2	0.111	63.881	63.77				2.342
Fig. 3.18a	Ag2O3 ort	1	2.279	48.741	51.02	2.2793	2.4107	2.5933	2.065
Fig. 3.18a	Ag2O3 ort	2	0.868	64.638	63.77				2.033
Fig. 3.18a	Ag2O2 Mono	1	0.726	50.294	51.02	2.2793	2.4107	2.5933	2.488
Fig. 3.18a	Ag2O2 Mono	2	1.083	64.853	63.77				2.488
Fig. 3.18a	Ag3O4 Mono	1	1.899	52.919	51.02	2.2793	2.4107	2.5933	2.53
Fig. 3.18a	Ag3O4 Mono	2	0.23	63.54	63.77				2.53
Fig. 3.18a	AgO Mono	1	0.72	50.3	51.02	2.2793	2.4107	2.5933	2.487
Fig. 3.18a	AgO Mono	2	1.08	64.85	63.77				2.487
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano 2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
0	0	4	2	0	1	3	1	0	0
0	1	3	2.236	0	1	-2	1	0	0
1	3	0	2.161	3	1	0	0	0	1
3	1	0	2.416	2	-2	0	0	0	1
0	-1	1	2.342	-1	0	1	1	1	1
-1	0	1	2.66	-1	1	0	1	1	1
-5	1	1	2.033	-4	4	0	1	1	4
-4	4	0	2.482	1	3	-1	1	1	4
1	0	2	2.488	-1	0	2	0	1	0
-1	0	2	2.927	-2	0	0	0	1	0
1	-2	-1	2.53	1	-2	1	2	1	0
1	-2	1	2.839	0	0	2	2	1	0
-1	0	-2	2.487	1	0	-2	0	1	0
1	0	-2	2.926	2	0	0	0	1	0

Tabla B. 7 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.18 a.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig. 3.18 c	AgO tet	1	1.296	47.676	46.38	2.16	2.16	2.75	1.953
Fig. 3.18 c	AgO tet	2	0.668	66.162	66.83				1.953
Fig. 3.18 c	AgO tet	1	2.405	43.975	46.38	2.16	2.16	2.75	2.21
Fig. 3.18 c	AgO tet	2	1.265	65.565	66.83				2.135
Fig. 3.18 c	Ag2O3 ort	1	2.361	48.741	46.38	2.16	2.16	2.75	2.033
Fig. 3.18 c	Ag2O3 ort	2	0.209	66.621	66.83				2.065
Fig. 3.18 c	Ag2O3 ort	1	2.361	48.741	46.38	2.16	2.16	2.75	2.065
Fig. 3.18 c	Ag2O3 ort	2	2.192	64.638	66.83				2.033
Fig. 3.18 c	Ag2O2 Mono	1	1.903	48.283	46.38	2.16	2.16	2.75	2.075
Fig. 3.18 c	Ag2O2 Mono	2	1.517	68.347	66.83				2.157
Fig. 3.18 c	Ag3O4 Mono	1	2.313	44.067	46.38	2.16	2.16	2.75	2.162
Fig. 3.18 c	Ag3O4 Mono	2	1.456	65.374	66.83				2.084
Fig. 3.18 c	AgO Mono	1	1.887	48.267	46.38	2.16	2.16	2.75	2.074
Fig. 3.18 c	AgO Mono	2	1.528	68.358	66.83				2.156
Fig. 3.18 c	AgO Mono	1	2.041	44.339	46.38	2.16	2.16	2.75	2.074
Fig. 3.18 c	AgO Mono	2	1.001	67.831	66.83				2.074
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-3	-1	2	1.953	-1	-3	2	1	1	2
-1	-3	2	2.416	2	-2	0	1	1	2
3	0	-1	2.135	2	2	-2	1	2	3
2	2	-2	2.898	-1	2	-1	1	2	3
-4	4	0	2.065	-5	1	1	1	1	4
-5	1	1	2.482	-1	-3	1	1	1	4
5	1	-1	2.033	4	4	0	-1	1	-4
4	4	0	2.482	-1	3	1	-1	1	-4
2	-1	1	2.157	0	-1	2	1	4	2
0	-1	2	2.584	-2	0	1	1	4	2
1	1	-2	2.084	0	3	-2	4	2	3
0	3	-2	2.825	-1	2	0	4	2	3
2	1	1	2.156	0	1	2	1	-4	2
0	1	2	2.583	-2	0	1	1	-4	2
-2	1	1	2.074	-2	1	-1	1	2	0
-2	1	-1	2.748	0	0	-2	1	2	0

Tabla B. 8 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.18 c.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig. 3.22a	Ag cub	1	3.727	76.737	73.01	2.52	2.49	2.24	0.937
Fig. 3.22a	Ag cub	2	1.604	54.736	56.34				2.043
Fig. 3.22a	AgO tet	1	0.283	73.293	73.01	2.52	2.49	2.24	2.416
Fig. 3.22a	AgO tet	2	2.369	58.709	56.34				2.778
Fig. 3.22a	Ag2O3 ort	1	2.117	75.127	73.01	2.52	2.49	2.24	2.622
Fig. 3.22a	Ag2O3 ort	2	2.921	53.419	56.34				2.693
Fig. 3.22a	Ag2O2 Mono	1	1.993	71.017	73.01	2.52	2.49	2.24	2.241
Fig. 3.22a	Ag2O2 Mono	2	2.34	58.68	56.34				2.488
Fig. 3.22a	Ag3O4 Mono	1	1.242	74.252	73.01	2.52	2.49	2.24	2.53
Fig. 3.22a	Ag3O4 Mono	2	1.001	55.339	56.34				2.7
Fig. 3.22a	AgO Mono	1	2.991	76.001	73.01	2.52	2.49	2.24	2.487
Fig. 3.22a	AgO Mono	2	2.345	53.995	56.34				2.626
Fig. 3.22a	AgO Mono	1	1.988	71.022	73.01	2.52	2.49	2.24	2.239
Fig. 3.22a	AgO Mono	2	2.355	58.695	56.34				2.487
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-3	3	-1	2.043	0	0	-2	1	1	0
0	0	-2	2.359	1	-1	-1	1	1	0
-2	2	0	2.778	-1	0	3	3	3	1
-1	0	3	2.155	1	-2	3	3	3	1
0	4	0	2.693	-3	1	1	1	0	3
-3	1	1	2.179	-3	-3	1	1	0	3
-2	1	0	2.488	-1	0	2	2	4	1
-1	0	2	2.024	1	-1	2	2	4	1
1	-2	-1	2.7	0	-3	1	5	1	3
0	-3	1	2.162	-1	-1	2	5	1	3
-1	0	2	2.626	1	-1	1	2	3	1
1	-1	1	2.074	2	-1	-1	2	3	1
2	-1	0	2.487	1	0	-2	2	4	1
1	0	-2	2.023	-1	1	-2	2	4	1

Tabla B. 9 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.22 a.

Imagen	Fórmula	Cn	DeltaAngulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig.3.22 c	Ag cub	1	0.938	58.518	57.58	2.56	2.76	2.68	1.232
Fig.3.22 c	Ag cub	2	0.462	58.518	58.98				2.359
Fig.3.22 c	Ag hex	1	0.421	57.159	57.58	2.56	2.76	2.68	2.236
Fig.3.22 c	Ag hex	2	1.821	57.159	58.98				2.425
Fig.3.22 c	AgO tet	1	0.426	58.006	57.58	2.56	2.76	2.68	2.734
Fig.3.22 c	AgO tet	2	0.974	58.006	58.98				2.898
Fig.3.22 c	AgO tet	1	0.792	56.788	57.58	2.56	2.76	2.68	2.778
Fig.3.22 c	AgO tet	2	1.788	60.768	58.98				2.734
Fig.3.22 c	Ag2O3 ort	1	0.895	58.475	57.58	2.56	2.76	2.68	2.742
Fig.3.22 c	Ag2O3 ort	2	0.505	58.475	58.98				2.622
Fig.3.22 c	Ag2O3 ort	1	0.039	57.619	57.58	2.56	2.76	2.68	2.482
Fig.3.22 c	Ag2O3 ort	2	1.361	57.619	58.98				2.742
Fig.3.22 c	AgO Mono	1	0.089	57.669	57.58	2.56	2.76	2.68	2.748
Fig.3.22 c	AgO Mono	2	1.311	57.669	58.98				2.939
LT6_2_080	AgO Mono	1	0.534	57.046	57.58	2.56	2.76	2.68	2.239
LT6_2_080	AgO Mono	2	1.934	57.046	58.98				2.939
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-1	-1	3	2.359	-1	1	1	2	1	1
-1	1	1	1.232	-1	3	-1	2	1	1
0	-1	2	2.425	-1	0	1	1	2	1
-1	0	1	2.236	0	-1	2	1	2	1
0	2	-2	2.898	-2	1	-1	0	1	1
-2	1	-1	2.734	0	2	-2	0	1	1
-1	0	3	2.734	0	-2	2	3	1	1
0	-2	2	2.898	1	-2	-1	3	1	1
4	2	0	2.622	0	4	0	0	0	1
0	4	0	2.742	-4	2	0	0	0	1
-1	3	-1	2.742	-4	2	0	1	2	5
-4	2	0	2.482	-1	3	-1	1	2	5
0	0	2	2.939	0	1	1	1	0	0
0	1	1	2.748	0	0	2	1	0	0
2	-1	0	2.939	0	-1	1	1	2	2
0	-1	1	2.239	2	-1	0	1	2	2

Tabla B. 10 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.22 c.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig.3.26 a	Ag cub	1	1.448	58.518	57.07	2.5	2.47	2.6	1.232
Fig.3.26 a	Ag cub	2	2.242	58.518	60.76				2.359
Fig.3.26 a	Ag hex	1	2.173	59.243	57.07	2.5	2.47	2.6	2.425
Fig.3.26 a	Ag hex	2	1.517	59.243	60.76				1.24
Fig.3.26 a	AgO tet	1	0.282	56.788	57.07	2.5	2.47	2.6	2.734
Fig.3.26 a	AgO tet	2	1.684	62.444	60.76				2.778
Fig.3.26 a	AgO tet	1	1.639	58.709	57.07	2.5	2.47	2.6	2.778
Fig.3.26 a	AgO tet	2	2.051	58.709	60.76				2.155
Fig.3.26 a	Ag2O3 ort	1	1.405	58.475	57.07	2.5	2.47	2.6	2.622
Fig.3.26 a	Ag2O3 ort	2	2.285	58.475	60.76				2.742
Fig.3.26 a	Ag2O2 Mono	1	0.068	57.138	57.07	2.5	2.47	2.6	2.629
Fig.3.26 a	Ag2O2 Mono	2	0.671	61.431	60.76				2.629
Fig.3.26 a	Ag2O2 Mono	1	0.995	56.075	57.07	2.5	2.47	2.6	2.584
Fig.3.26 a	Ag2O2 Mono	2	1.202	61.962	60.76				2.584
Fig.3.26 a	Ag3O4 Mono	1	2.005	59.075	57.07	2.5	2.47	2.6	2.876
Fig.3.26 a	Ag3O4 Mono	2	1.685	59.075	60.76				2.53
Fig.3.26 a	Ag3O4 Mono	1	0.256	57.326	57.07	2.5	2.47	2.6	2.825
Fig.3.26 a	Ag3O4 Mono	2	1.803	58.957	60.76				2.7
Fig.3.26 a	AgO Mono	1	0.031	57.101	57.07	2.5	2.47	2.6	2.626
Fig.3.26 a	AgO Mono	2	0.689	61.449	60.76				2.626
Fig.3.26 a	AgO Mono	1	1.001	56.069	57.07	2.5	2.47	2.6	2.583
Fig.3.26 a	AgO Mono	2	1.205	61.965	60.76				2.583
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-1	3	-1	2.359	1	1	-1	1	1	2
1	1	-1	1.232	-1	3	-1	1	1	2
0	1	-1	1.24	2	0	-1	1	2	2
2	0	-1	2.425	0	1	-1	1	2	2
0	-2	2	2.778	-1	0	3	3	1	1
-1	0	3	2.898	-1	2	1	3	1	1
1	0	-3	2.155	-1	2	-3	3	3	1
-1	2	-3	2.778	1	0	-3	3	3	1
0	4	0	2.742	4	2	0	0	0	1
4	2	0	2.622	0	4	0	0	0	1
-1	1	-1	2.629	-1	1	1	1	1	0
-1	1	1	2.748	0	0	2	1	1	0
-2	0	1	2.584	-2	0	-1	0	1	0
-2	0	-1	2.748	0	0	-2	0	1	0
-1	1	1	2.53	-1	2	-1	3	2	1
-1	2	-1	2.876	-1	1	1	3	2	1
1	-2	0	2.7	0	-3	1	2	1	3
0	-3	1	2.876	-1	-1	1	2	1	3
-1	1	-1	2.626	-1	1	1	1	1	0
-1	1	1	2.748	0	0	2	1	1	0
-2	0	1	2.583	-2	0	-1	0	1	0
-2	0	-1	2.748	0	0	-2	0	1	0

Tabla B. 11 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.26a.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig.3.26c	Ag hex	1	3.848	62.402	66.25	2.63	2.53	2.283	0.83
Fig.3.26c	Ag hex	2	3.582	62.402	58.82				2.425
Fig.3.26c	AgO tet	1	2.262	63.988	66.25	2.63	2.53	2.283	2.898
Fig.3.26c	AgO tet	2	0.814	58.006	58.82				2.898
Fig.3.26c	Ag2O3 ort	1	0.119	66.369	66.25	2.63	2.53	2.283	2.693
Fig.3.26c	Ag2O3 ort	2	1.201	57.619	58.82				2.742
Fig.3.26c	Ag3O4 Mono	1	0.405	66.655	66.25	2.63	2.53	2.283	2.53
Fig.3.26c	Ag3O4 Mono	2	2.148	56.672	58.82				2.53
Fig.3.26c	Ag3O4 Mono	1	0.665	66.915	66.25	2.63	2.53	2.283	2.713
Fig.3.26c	Ag3O4 Mono	2	0.255	59.075	58.82				2.876
Fig.3.26c	Ag3O4 Mono	1	0.274	66.524	66.25	2.63	2.53	2.283	2.33
Fig.3.26c	Ag3O4 Mono	2	0.492	58.328	58.82				2.416
Fig.3.26c	AgO Mono	1	1.07	65.18	66.25	2.63	2.53	2.283	2.716
Fig.3.26c	AgO Mono	2	1.54	57.28	58.82				2.707
Plano1h	Plano1k	Plano1l	Distancia P2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
3	0	-1	2.425	0	1	1	1	-3	3
0	1	1	0.83	3	0	-1	1	-3	3
1	2	-1	2.898	-1	2	1	1	0	1
-1	2	1	2.734	-2	0	2	1	0	1
3	1	-1	2.742	4	-2	0	1	2	5
4	-2	0	2.482	1	-3	1	1	2	5
1	-2	-1	2.53	1	2	-1	1	0	1
1	2	-1	2.302	0	4	0	1	0	1
0	-1	2	2.876	-1	1	1	3	2	1
-1	1	1	2.53	-1	2	-1	3	2	1
1	3	0	2.416	0	2	2	3	-1	1
0	2	2	2.162	-1	-1	2	3	-1	1
1	-1	-1	2.707	0	0	-2	1	1	0
0	0	-2	2.517	-1	1	-1	1	1	0

Tabla B. 12 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.26c.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	DistanciaP1
Fig.3.30a	Ag cub	1	0.688	51.498	50.81	2.19	2.33	2.63	0.937
Fig.3.30a	Ag cub	2	3.329	64.761	68.09				1.232
Fig.3.30a	Ag hex	1	1.703	49.107	50.81	2.19	2.33	2.63	1.443
Fig.3.30a	Ag hex	2	2.803	70.893	68.09				0.945
Fig.3.30a	Ag2O3 ort	1	2.069	48.741	50.81	2.19	2.33	2.63	2.033
Fig.3.30a	Ag2O3 ort	2	1.469	66.621	68.09				2.065
Fig.3.30a	Ag2O2 Mono	1	0.506	50.304	50.81	2.19	2.33	2.63	2.024
Fig.3.30a	Ag2O2 Mono	2	2.927	71.017	68.09				2.241
Fig.3.30a	Ag2O2 Mono	1	2.527	48.283	50.81	2.19	2.33	2.63	2.075
Fig.3.30a	Ag2O2 Mono	2	0.257	68.347	68.09				2.157
Fig.3.30a	AgO Mono	1	0.527	50.283	50.81	2.19	2.33	2.63	2.023
Fig.3.30a	AgO Mono	2	2.932	71.022	68.09				2.239
Fig.3.30a	AgO Mono	1	2.543	48.267	50.81	2.19	2.33	2.63	2.074
Fig.3.30a	AgO Mono	2	0.268	68.358	68.09				2.156
Plano1h	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-3	3	1	1.232	-1	1	3	1	1	0
-1	1	3	1.445	-2	2	0	1	1	0
-1	-1	0	0.945	-3	1	0	0	0	1
-3	1	0	1.443	-1	2	0	0	0	1
4	-4	0	2.065	5	-1	-1	1	1	4
5	-1	-1	2.482	1	3	-1	1	1	4
1	-1	2	2.241	2	-1	0	2	4	1
2	-1	0	2.488	1	0	-2	2	4	1
-2	1	1	2.157	0	1	2	1	4	-2
0	1	2	2.584	2	0	1	1	4	-2
-1	1	-2	2.239	-2	1	0	2	4	1
-2	1	0	2.487	-1	0	2	2	4	1
2	-1	1	2.156	0	-1	2	1	4	2
0	-1	2	2.583	-2	0	1	1	4	2

Tabla B. 13 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.30 a.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Distancia P1	Plano1h
Fig.3.30 c	Ag hex	1	0.028	95.138	95.11	2.307	2.288	2.236	-1
Fig.3.30 c	Ag3O4 Mono	1	0.063	95.173	95.11	2.307	2.288	2.224	1
Fig.3.30 c	Ag2O3 ort	1	0.4	94.71	95.11	2.307	2.288	2.482	1
Fig.3.30 c	Ag2O3 ort	1	0.509	94.601	95.11	2.307	2.288	2.693	-3
Fig.3.30 c	AgO Mono	1	0.897	94.213	95.11	2.307	2.288	2.156	0
Fig.3.30 c	AgO tet	1	1.746	93.364	95.11	2.307	2.288	2.21	-3
Fig.3.30 c	Ag cub	1	2.501	97.611	95.11	2.307	2.288	2.359	-1
Fig.3.30 c	AgO Mono	1	4.89	100	95.11	2.307	2.288	2.882	-2
Fig.3.30 c	Ag2O Cub	1	5.11	90	95.11	2.307	2.288	2.363	0
Fórmula	Plano1k	Plano1l	DistanciaP2	Plano2h	Plano2k	Plano 2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
Ag hex	0	2	2	0	1	3	2	-3	1
Ag3O4 Mono	0	-2	2.53	-1	2	-1	4	3	2
Ag2O3 ort	-3	-1	2.482	-1	3	-1	3	1	0
Ag2O3 ort	1	-1	2.693	-3	1	1	1	3	0
AgO Mono	-1	2	2.074	-2	1	1	3	4	2
AgO tet	0	1	2.21	0	3	-1	1	1	3
Ag cub	1	1	0.937	1	3	-3	3	1	2
AgO Mono	0	0	2.706	0	0	2	0	1	0
Ag2O Cub	-2	0	2.363	0	0	2	1	0	0

Tabla B. 14 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.30 c.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	Distancia P1
Fig. 3.34a	Ag cub	1	1.638	51.498	49.86	2.31	2.33	2.64	0.937
Fig. 3.34a	Ag cub	2	2.529	64.761	67.29				1.232
Fig. 3.34a	Ag hex	1	0.753	49.107	49.86	2.31	2.33	2.64	1.443
Fig. 3.34a	Ag hex	2	0.923	68.213	67.29				0.945
Fig. 3.34a	Ag2O3 ort	1	1.119	48.741	49.86	2.31	2.33	2.64	2.033
Fig. 3.34a	Ag2O3 ort	2	0.669	66.621	67.29				2.065
Fig. 3.34a	Ag2O2 Monc1	1	1.577	48.283	49.86	2.31	2.33	2.64	2.075
Fig. 3.34a	Ag2O2 Monc2	2	1.057	68.347	67.29				2.157
Fig. 3.34a	AgO Mono	1	0.423	50.283	49.86	2.19	2.33	2.63	2.023
Fig. 3.34a	AgO Mono	2	3.732	71.022	67.29				2.239
Plano1h	Plano1k	Plano1l	Distancia P2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-3	-1	-3	1.232	-1	-3	-1	-1	-1	0
-1	-3	-1	1.445	-2	0	-2	-2	-1	0
-1	-1	0	0.945	-3	1	0	0	0	0
-3	1	0	0.545	-1	-4	0	0	0	0
-4	4	0	2.065	-5	1	1	1	1	1
-5	1	1	2.482	-1	-3	1	1	1	1
-2	1	-1	2.157	0	1	-2	1	1	4
0	1	-2	2.584	2	0	-1	1	1	4
-1	1	-2	2.239	-2	1	0	2	2	4
-2	1	0	2.487	-1	0	2	2	2	4

Tabla B. 15 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.34a.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	Distancia P1
Fig. 3.34c	Ag cub	1	0.014	69.766	69.78	2.44	2.47	2.39	1.232
Fig. 3.34c	Ag cub	2	2.596	69.766	67.17				0.937
Fig. 3.34c	Ag2O2 Monc1	1	1.433	68.347	69.78	2.44	2.47	2.39	2.157
Fig. 3.34c	Ag2O2 Monc2	2	1.177	68.347	67.17				2.584
Fig. 3.34c	AgO Mono	1	1.422	68.358	69.78	2.44	2.47	2.39	2.156
Fig. 3.34c	AgO Mono	2	1.188	68.358	67.17				2.583
Plano1h	Plano1k	Plano1l	Distancia P2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
1	-3	1	0.937	-1	-3	-3	6	1	-3
-1	-3	-3	1.232	1	-3	1	6	1	-3
0	-1	2	2.584	-2	0	1	1	1	4
-2	0	1	2.157	0	-1	2	1	1	4
0	-1	-2	2.583	-2	0	-1	1	1	4
-2	0	-1	2.156	0	-1	-2	1	1	4

Tabla B. 16 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.34c.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Distancia P1	Plano1h
Fig. 3.38a	Ag2O2 Mono	1	0.255	56.075	56.33	2.534	2.548	2.584	2
Fig. 3.38a	Ag2O hex	1	0.27	56.6	56.33	2.534	2.548	2.342	0
Fig. 3.38a	AgO Mono	1	0.771	57.101	56.33	2.534	2.548	2.626	1
Fig. 3.38a	AgO tet	1	0.797	55.533	56.33	2.534	2.548	2.734	-2
Fig. 3.38a	Ag2O2 Mono	1	0.808	57.138	56.33	2.534	2.548	2.629	1
Fig. 3.38a	Ag hex	1	0.829	57.159	56.33	2.534	2.548	2.425	1
Fig. 3.38a	Ag3O4 Mono	1	0.996	57.326	56.33	2.534	2.548	2.7	0
Fig. 3.38a	Ag3O4 Mono	1	1.508	54.822	56.33	2.534	2.548	2.876	1
Fig. 3.38a	AgO cub	1	1.594	54.736	56.33	2.534	2.548	2.781	-1
Fig. 3.38a	AgO tet	1	1.676	58.006	56.33	2.534	2.548	2.898	-1
Fig. 3.38a	AgO tet	1	1.676	58.006	56.33	2.534	2.548	2.734	0
Fórmula	Plano1k	Plano1l	Distancia P2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
Ag2O2 Mono	0	1	2.584	2	0	-1	0	1	0
Ag2O hex	1	-1	2.342	0	1	1	1	0	0
AgO Mono	-1	1	2.626	1	-1	-1	1	1	0
AgO tet	0	2	2.416	-2	2	0	1	1	1
Ag2O2 Mono	-1	1	2.629	1	-1	-1	1	1	0
Ag hex	0	-1	2.236	0	1	-2	1	2	1
Ag3O4 Mono	3	-1	2.825	-1	2	0	2	1	3
Ag3O4 Mono	-1	1	2.713	0	-1	2	1	2	1
AgO cub	1	1	2.408	0	0	2	1	1	0
AgO tet	2	1	2.734	-2	0	2	1	0	1
AgO tet	2	-2	2.898	2	1	-1	0	1	1

Tabla B. 17 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.38 a.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Distancia P1	Plano1h
Fig. 3.38c	Ag hex	1	0.147	71.007	70.86	2.53	2.6	2.236	0
Fig. 3.38c	Ag2O2 Mono	1	0.157	71.017	70.86	2.53	2.6	2.488	-1
Fig. 3.38c	Ag3O4 Mono	1	0.351	71.211	70.86	2.53	2.6	2.416	0
Fig. 3.38c	AgO tet	1	0.4	70.46	70.86	2.53	2.6	2.898	1
Fig. 3.38c	AgO tet	1	0.619	71.479	70.86	2.53	2.6	2.898	-1
Fig. 3.38c	AgO tet	1	0.4	70.46	70.86	2.53	2.6	2.21	-3
Fig. 3.38c	AgO tet	1	0.619	71.479	70.86	2.53	2.6	2.28	0
Fórmula	Plano1k	Plano1l	Distancia P2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
Ag hex	1	2	2.425	1	0	-1	1	-2	1
Ag2O2 Mono	0	2	2.241	-2	1	0	2	4	1
Ag3O4 Mono	-2	2	2.825	1	-2	0	2	1	1
AgO tet	-2	1	2.21	3	0	-1	1	2	3
AgO tet	2	-1	2.28	0	0	-4	2	1	0
AgO tet	0	1	2.898	-1	2	-1	1	2	3
AgO tet	0	-4	2.898	2	1	-1	1	-2	0

Tabla B. 18 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.38 c.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Dist. Exp. P3	Distancia P1
Fig. 3.42a	AgO tet	1	2.101	73.671	71.57	2.53	2.67	2.35	2.734
Fig. 3.42a	AgO tet	2	1.275	50.855	52.13				2.734
Fig. 3.42a	AgO tet	1	2.101	73.671	71.57	2.53	2.67	2.35	2.734
Fig. 3.42a	AgO tet	2	1.275	50.855	52.13				2.734
Fig. 3.42a	Ag3O4 Mono	1	2.682	74.252	71.57	2.53	2.67	2.35	2.7
Fig. 3.42a	Ag3O4 Mono	2	1.721	50.409	52.13				2.53
Fig. 3.42a	Ag Cub	1	1.04	70.53	71.57	2.53	2.67	2.35	2.359
Fig. 3.42a	Ag Cub	2	2.61	54.74	52.13				2.359
Fig. 3.42a	Ag2O cub	1	1.04	70.53	71.57	2.53	2.67	2.35	2.729
Fig. 3.42a	Ag2O cub	2	2.61	54.74	52.13				2.729
Plano1h	Plano1k	Plano1l	Distancia P2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
-2	0	-2	2.734	-2	0	2	0	1	0
-2	0	2	2.21	-3	0	-1	0	1	0
0	-2	-2	2.734	0	-2	2	1	0	0
0	-2	2	2.21	0	-3	-1	1	0	0
0	3	-1	2.53	-1	2	1	5	1	3
-1	2	1	2.162	-1	-1	2	5	1	3
1	-1	-1	2.359	1	-1	1	1	1	0
1	-1	1	2.044	0	0	2	1	1	0
1	-1	-1	2.729	1	-1	1	1	1	0
1	-1	1	2.363	0	0	2	1	1	0

Tabla B. 19 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.42a.

Imagen	Fórmula	Cn	Delta Angulo	Angulo Calc.	Angulo Exp.	Dist. Exp. P1	Dist. Exp. P2	Distancia P1	Plano1h
Fig. 3.42c	AgO tet	1	0.088	77.112	77.2	2.32	2.32	2.416	-2
Fig. 3.42c	Ag2O3 ort	1	0.561	77.761	77.2	2.32	2.32	2.693	3
Fig. 3.42c	AgO Mono	1	0.585	76.615	77.2	2.32	2.32	2.156	0
Fig. 3.42c	Ag2O2 Mono	1	0.64	76.56	77.2	2.32	2.32	2.157	0
Fig. 3.42c	AgO Mono	1	0.677	77.877	77.2	2.32	2.32	2.074	-2
Fig. 3.42c	Ag2O2 Mono	1	0.679	77.879	77.2	2.32	2.32	2.075	-2
Fig. 3.42c	Ag3O4 Mono	1	0.734	77.934	77.2	2.32	2.32	2.155	1
Fig. 3.42c	Ag3O4 Mono	1	0.778	76.422	77.2	2.32	2.32	2.162	1
Fig. 3.42c	Ag2O2 Mono	1	1.191	76.009	77.2	2.32	2.32	2.024	-1
Fig. 3.42c	AgO tet	1	1.219	75.981	77.2	2.32	2.32	2.28	0
Fig. 3.42c	AgO Mono	1	1.231	75.969	77.2	2.32	2.32	2.626	-1
Fig. 3.42c	Ag hex	1	1.234	75.966	77.2	2.32	2.32	2.5	0
Fig. 3.42c	Ag hex	1	1.241	75.959	77.2	2.32	2.32	2	0
Fórmula	Plano1k	Plano1l	Distancia P2	Plano2h	Plano2k	Plano2l	EjeZonaX	EjeZonaY	EjeZonaZ
AgO tet	2	0	2.155	1	2	-3	1	1	1
Ag2O3 ort	-1	1	2.693	-3	-1	1	0	1	1
AgO Mono	1	2	2.156	0	-1	2	1	0	0
Ag2O2 Mono	-1	-2	2.157	0	1	-2	1	0	0
AgO Mono	-1	-1	2.003	-2	0	2	1	-3	1
Ag2O2 Mono	1	-1	2.004	-2	0	2	1	3	1
Ag3O4 Mono	-3	-1	2.53	1	2	-1	1	0	1
Ag3O4 Mono	-1	-2	2.302	0	-4	0	2	0	1
Ag2O2 Mono	1	2	2.629	-1	1	-1	1	1	0
AgO tet	0	4	2.21	0	3	1	1	0	0
AgO Mono	1	-1	2.023	-1	1	2	1	1	0
Ag hex	0	4	2.425	0	1	1	1	0	0
Ag hex	-1	-3	2.425	-1	0	1	1	-3	1

Tabla B. 20 Resultados de la partícula mostrada en la Figura 3.42c.