



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

**EVALUACIÓN DEL MÉTODO DE SÍNTESIS DE NPs de
MAGNETITA PARA LA PRODUCCIÓN A ESCALA**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

INGENIERA QUÍMICA

AUTORA: SANDY LISBETH FREIRE FREIRE

DIRECTORA: BIOF. ROSA MARICELA ORMAZA HUGO MSc.

Riobamba – Ecuador

2023

© 2023, Sandy Lisbeth Freire Freire

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, Sandy Lisbeth Freire Freire, declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 17 de Marzo de 2023

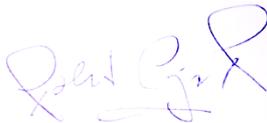
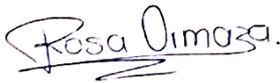


Sandy Lisbeth Freire Freire

C.I.: 180502208-2

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA INGENIERÍA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular, Tipo: Proyecto de Investigación, **EVALUACIÓN DEL MÉTODO DE SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS DE MAGNETITA PARA LA PRODUCCIÓN A ESCALA**, realizado por la señorita: **SANDY LISBETH FREIRE FREIRE** ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal autorizada su presentación.

	FIRMA	FECHA
Dr. Robert Alcides Cazar Ramírez PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2023-03-17
Biof. Rosa Maricela Ormaza Hugo, MSc. DIRECTORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2023-03-17
Ing. Mabel Mariela Parada Rivera, MSc. ASESORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2023-03-17

DEDICATORIA

El presente trabajo de integración curricular les dedico a todas las personas que me guiaron y apoyaron a lo largo de mi vida. A mi madre, hermana, y padrastro por todo su esfuerzo y trabajo constante para que pueda seguir adelante, por su amor y confianza al apoyar mis decisiones, emprendiendo un nuevo camino, en el cual jamás me abandonaron hasta lograr mis objetivos. Finalmente, a toda mi familia y amigos, para que vean que los sueños si se hacen realidad y que, si nos lo proponemos y nos esforzamos, nosotros podemos con todo.

Sandy

AGRADECIMIENTO

A Dios, por ser esa energía que necesitaba para sentirme completa y seguir, por bendecirme en el transcurso de mi vida estudiantil y con mi familia, por guiar mi camino y por todo lo que me ha dado hasta este momento. A mi padrastro por sus consejos y su apoyo incondicional para ser una mejor persona. A mis mejores amigas, Mónica, Lisseth y Shirley porque a pesar de la distancia nunca me faltó su mensaje de motivación y sus palabras de cariño para seguir adelante. A todos mis compañeros y amigos que conocí en el transcurso de mi vida universitaria, por apoyarme cuando lo necesitaba, cada uno dejó una huella en mí, que nunca olvidaré. A mi directora y miembro de mi trabajo de integración curricular, Biof. Rosa Ormaza e Ing. Mabel Parada por guiarme en la resolución de mi proyecto, brindándome todos sus conocimientos y paciencia para culminarlo de la mejor manera. Gratitud eterna para todos.

Sandy

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xii
RESUMEN.....	xiii
ABSTRACT.....	xiv
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE LA INVESTIGACIÓN.....	2
1.1. Planteamiento del problema.....	2
1.2. Limitaciones y delimitaciones.....	3
1.2.1. <i>Limitaciones</i>	3
1.2.2. <i>Delimitaciones</i>	3
1.3. Problema general de la investigación.....	3
1.4. Problemas específicos de la investigación.....	4
1.5.1. <i>General</i>	4
1.5.2. <i>Específicos</i>	4
1.6. Justificación.....	5
1.6.1. <i>Justificación teórica</i>	5
1.6.2. <i>Justificación metodológica</i>	5
1.6.3. <i>Justificación práctica</i>	6
1.7. Hipótesis.....	6

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO.....	7
2.1. Antecedentes de la investigación.....	7
2.2. Referencias teóricas.....	9
2.2.1. <i>Nanociencia</i>	9
2.2.2. <i>Nanomateriales</i>	10
2.2.3. <i>Nanopartículas magnéticas (NPMs)</i>	11
2.2.4. <i>Magnetita</i>	11
2.2.5. <i>Magnetismo</i>	13

2.2.5.1.	<i>Tipos de magnetismo</i>	13
2.2.6.	Método de síntesis de NPs Fe₃O₄	14
2.2.6.1.	<i>Co-precipitación química</i>	15
2.2.7.	Técnicas de caracterización	16
2.2.7.1.	<i>Espectroscopia infrarrojo (IR)</i>	16
2.2.7.2.	<i>Espectroscopia UV-visible</i>	17
2.2.7.3.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM)</i>	18
2.2.7.4.	<i>Microscopía de fuerza atómica</i>	19
2.2.8.	Aplicaciones	19

CAPÍTULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	20
3.1.	Enfoque de la investigación	20
3.2.	Nivel de la investigación	20
3.3.	Diseño de la investigación	20
3.3.1.	<i>Según la manipulación o no de la variable independiente</i>	21
3.3.1.1.	<i>Matriz de consistencia</i>	22
3.4.	Tipo de estudio	24
3.4.1.	<i>Método deductivo</i>	24
3.4.2.	<i>Método inductivo</i>	24
3.4.3.	<i>Método experimental</i>	24
3.5.	Población y planificación, selección y cálculo del tamaño de la muestra	25
3.5.1.	<i>Unidad de análisis</i>	25
3.5.2.	<i>Población de estudio</i>	25
3.5.3.	<i>Tamaño de muestra</i>	25
3.5.4.	<i>Selección de la muestra</i>	25
3.6.	Métodos, técnicas e instrumentos de investigación	25
3.6.1.	<i>Reactivos</i>	26
3.6.2.	<i>Equipos y Materiales</i>	29
3.6.3.	<i>Metodología experimental</i>	31
3.6.3.1.	<i>Esterilización de materiales</i>	31
3.6.3.2.	<i>Síntesis de nanopartículas de magnetita</i>	31
3.6.4.	Técnicas de síntesis realizadas	32
3.6.4.1.	<i>Primer ensayo: 4 muestras</i>	32
3.6.4.2.	<i>Segundo ensayo: 5 muestras</i>	34
3.6.4.3.	<i>Tercer ensayo: 2 muestras</i>	37

3.6.4.4.	<i>Cuarto ensayo: 1 muestra</i>	39
3.6.4.5.	<i>Quinto ensayo: 1 muestra</i>	39
3.6.4.6.	<i>Caracterización de NPMS (magnetita)</i>	39

CAPÍTULO IV

4.	MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS	41
4.1.	Resultados de la síntesis de NPMs (Fe3O4)	41
4.1.1.	<i>Propiedades magnéticas</i>	41
4.1.2.	<i>Caracterización mediante espectroscopia infrarrojo (IR)</i>	41
4.1.2.1.	<i>Espectros: primer ensayo</i>	42
4.1.2.2.	<i>Espectros: segundo ensayo</i>	43
4.1.3.	<i>Microscopía de fuerza atómica (AFM)</i>	46
4.1.3.1.	<i>Imágenes AFM de NPMs</i>	47
4.1.4.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM)</i>	51
4.1.4.1.	<i>Imágenes SEM: tercer ensayo</i>	52
4.1.4.2.	<i>Imágenes SEM: Quinto ensayo</i>	53
4.1.5.	<i>Demostración de Hipótesis</i>	55
	CONCLUSIONES	56
	RECOMENDACIONES	57
	BIBLIOGRAFÍA	
	ANEXOS	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-2:	Clasificación de nanomateriales	10
Tabla 2-2:	Métodos de síntesis de nanopartículas de magnetita.	14
Tabla 1-3:	Operacionalización de variables que interviene en el proceso de co-precipitación química.	21
Tabla 2-3:	Matriz de consistencia, aspectos generales y específicos de la investigación ...	22
Tabla 3-3:	Reactivos utilizados en la síntesis de NPMs.	26
Tabla 4-3:	Materiales y equipos empleados en el trabajo experimental	29
Tabla 5-3:	Variación de NaOH	32
Tabla 6-3:	Datos de la cantidad de reactivos para la síntesis	34

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1-2:	Estructura cristalina de la magnetita	12
Ilustración 2-2:	Esquema de síntesis de NPs (Fe_3O_4) por co-precipitación química.....	16
Ilustración 3-2:	Vibraciones moleculares de tensión y flexión.....	17
Ilustración 1-3:	Síntesis de NPMs, variando NaOH	33
Ilustración 2-3:	Proceso de decantación y purificación de NPMs	33
Ilustración 3-3:	Muestras obtenidas de la Síntesis de NPMs, variando NaOH.....	33
Ilustración 4-3:	Síntesis y purificación NPMs (magnetita), cantidad reactivos duplicadas...	35
Ilustración 5-3:	Esquema del equipo utilizado; a) Embudo de separación, b) agitador vertical, c) calentador, d) vaso de precipitación.....	36
Ilustración 6-3:	Síntesis de nanomagnetita con NaOH por goteo.....	36
Ilustración 7-3:	Síntesis de NPs de magnetita	37
Ilustración 8-3:	Síntesis y purificación de NPs de magnetita incrementando cantidad de reactivos	38
Ilustración 9-3:	NPs de magnetita; a) M1 muestra seca y b) M2 muestra calcinada.....	38
Ilustración 1-4:	Propiedades magnéticas de NPs sintetizadas en solución y secas.....	41
Ilustración 2-4:	Espectro IR obtenido de las NPMs, primer ensayo.....	42
Ilustración 3-4:	Diagrama esquemático de IR obtenido de las NPMs, segundo ensayo muestra 1	43
Ilustración 4-4:	Diagrama esquemático de IR obtenido NPMs, segundo <i>ensayo</i> , muestra 2.	44
Ilustración 5-4:	Diagrama esquemático de IR obtenido NPMs, segundo ensayo, muestra 3.	45
Ilustración 6-4:	Diagrama esquemático de IR obtenido de las NPMs, segundo ensayo, muestra 5.....	46
Ilustración 7-4:	Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 1	47
Ilustración 8-4:	Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 2	48
Ilustración 9-4:	Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 3	49
Ilustración 10-4:	Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 4	50
Ilustración 11-4:	Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 5	51
Ilustración 12-4:	Imagen SEM con un aumento de 500 μm de las NPMs.....	52
Ilustración 13-4:	Distribución de tamaño de las NPMs (magnetita), tercer ensayo	53
Ilustración 14-4:	Imagen SEM con un aumento de 100 μm de las NPMs.....	54
Ilustración 15-4:	Distribución de tamaño de las NPMs (magnetita), quinto ensayo	54

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** CÁLCULO DE LA CONCENTRACIÓN MOLAR DE NAOH.
- ANEXO B:** CÁLCULO DEL PESO Y VOLUMEN DE LAS SOLUCIONES DEL ENSAYO 2, MUESTRA 3.
- ANEXO C:** CÁLCULO DEL VOLUMEN DE NH₃ AL 25%, 1M, PARA UNA SOLUCIÓN DE 500ml
- ANEXO D:** ANÁLISIS EN IMAGEN DE LOS RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE MAGNETITA CON MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO
- ANEXO E:** ANÁLISIS EN IMAGEN DE LOS RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE MAGNETITA CON MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA.
- ANEXO F:** SÍNTESIS Y PURIFICACIÓN DE NPMS, ENSAYO 2, MUESTRA 1
- ANEXO G:** SÍNTESIS DE PARTÍCULAS DE MAGNETITA, ENSAYO 3

RESUMEN

El objetivo de la investigación fue sintetizar a escala nanopartículas magnéticas de Hierro (NPMs), a partir del método químico de co-precipitación y caracterizar mediante métodos ópticos para obtener datos de tamaño y composición. Es así que se sintetizó NPMs siguiendo diferentes técnicas basadas en la literatura bibliográfica, se realizó cinco ensayos, cada uno posee una variación tanto en cantidad de reactivos como en control de variables en el proceso de síntesis. Así pues, el ensayo con el que se obtuvo mejores resultados de tamaños en el microscopio de fuerza atómica fue el segundo en el que se evidencian cinco muestras, de las cuáles dos de ellas, muestra 1 y muestra 5, presentan homogeneidad en la solución de ferro-fluido, con tamaños de 10 a 20 nm y de 12 a 25nm respectivamente, por lo tanto de estas dos técnicas se seleccionó la técnica de la muestra 5 ya que es el proceso más viable, sencillo y cuenta con todos los materiales y reactivos disponibles, además que es fácilmente escalable para producir una cantidad considerable de nanopartículas. Sin embargo, con la técnica ya seleccionada se realizó la síntesis aumentando la cantidad de los reactivos y no se obtuvo resultados de tamaños favorables. Esto se verificó mediante el análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM), ya que este análisis arroja imágenes en dimensión y a partir del uso del programa ImagenJ se pudo visualizar la media del tamaño de estas partículas, siendo de 20 μm . Por lo cual, se recomienda analizar las variables que intervienen en esta investigación para evitar aglomeración de las nanoestructuras.

Palabras claves: <NANOTECNOLOGÍA>, <NANOPARTÍCULAS>, <MAGNETITA>, <FERROFLUIDO>, <SÍNTESIS>, <COPRECIPITACIÓN QUÍMICA>.

0899-DBRA-UPT-2023



ABSTRACT

The objective of this research was to synthesize at scale magnetic iron nanoparticles (NPMs), from the chemical method of co-precipitation and characterize them by optical methods to obtain size and composition data. Thus, NPMs were synthesized following different techniques based on the bibliographic literature; five assays were performed, each one having a variation both in the amount of reagents and in the control of variables in the synthesis process. Thus, the assay with which the best size results were obtained in the atomic force microscope was the second one in which five samples are evidenced, of which two of them, sample 1 and sample 5, present homogeneity in the ferro-fluid solution, with sizes from 10 to 20 nm and from 12 to 25 nm respectively; therefore of these two techniques the technique of sample 5 was selected since it is the most viable, simple process and has all the materials and reagents available, besides it is easily scalable to produce a considerable amount of nanoparticles. However, with the technique already selected, the synthesis was carried out by increasing the amount of reagents and did not obtain favorable size results. This was verified by scanning electron microscopy (SEM) analysis, since this analysis yields images in dimension and from the use of the ImagenJ program it was possible to visualize the average size of these particles, being 20 μm . Therefore, it is recommended to analyze the variables involved in this research to avoid agglomeration of the nanostructures.

Key words: <NANOTECHNOLOGY>, <NANOPARTICLES>, <MAGNETITE>, <FERROFLUID>, <SYNTHESIS>, <CHEMICAL COPRECIPITATION>.

0899-DBRA-UPT-2023



Abg. Ana Gabriela Reinoso. Mgs.

Ced: 1103696132

INTRODUCCIÓN

Durante los últimos años la nanotecnología ha ido calando rápidamente ya que se ha convertido en una de las materias más estudiadas en el campo de las ciencias aplicadas, debido a que en esta ciencia se puede controlar y manipular la materia a una escala nanométrica. Es una disciplina compleja que comenzó a fines de 1990 y por definición es interdisciplinaria ya que tiene aplicaciones en la agricultura, biología, física, química, farmacia, ecología, informática; y más. A pesar de que solo han estado trabajando en esta ciencia poco más de 10 años promete revolucionar el mundo y es una gran promesa en medicina. Sus productos son muy demandados en el mercado mundial, sin contar que es una de las ciencias con más inversión. Uno de los productos de esta disciplina son las nanoestructuras de óxido de hierro (Blanco, 2011, pp. 35-38).

La línea de investigación de los materiales obtenidos a dimensiones menores que un micrómetro es bastante atractiva gracias a las peculiares propiedades que presenta. Un tamaño de partícula a escala nanométrica crea un comportamiento superparamagnético y un área de contacto mayor (Árevalo, 2018, pp. 2-5). Es así que el método de síntesis juega un papel fundamental en la obtención de nanocompuestos, ya que, a partir del control de las condiciones del proceso como temperatura, pH, concentración de sales y alcalinidad de la base, se obtiene partículas con mejores tamaños, composición, pureza, estabilidad, cristalinidad y magnetismo.

La co-precipitación es el método de síntesis más aplicado para obtener nanopartículas de magnetita por su sencillez y relación costo-efectividad, además que se puede producir grandes cantidades de partículas nanométricas. Se basa en la formación de cristales mixtos, ya que los iones de Fe^{+2} y Fe^{+3} precipitan en una solución alcalina, en una relación molar 2:1, dicho medio alcalino puede constituirse de una base débil o fuerte como NH_3 , NH_4OH o $NaOH$. Este método consta de dos fases distintas: crecimiento y nucleación (Ganapathe, 2020, pp. 10-13).

Para el presente estudio se plantea la producción de nanopartículas de magnetita a escala para lo cual se modifica las condiciones del método de co-precipitación convencional, es decir se aumenta la velocidad de agitación, la concentración de sales de hierro +2 y hierro +3, concentración de la base y mayor tiempo de reacción para lograr un rendimiento considerable del método.

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE LA INVESTIGACIÓN

1.1. Planteamiento del problema

En los últimos años se ha registrado un creciente interés en el uso de la nanotecnología en el campo biológico y médico ya que presenta un universo microscópico con posibilidades formidables para la ciencia y la industria contemporánea. Esta rama tecnológica se basa en el estudio, diseño, creación, manipulación y aplicación de materiales, aparatos y sistemas funcionales por medio del control de la materia a escalas menores que un micrómetro, de aquí parte la atención de diferentes áreas científicas que consideran la importancia de los métodos de creación, manipulación y preparación de nuevos materiales con micro y nano estructuras (García M. C., 2012, pp. 6-12).

A medida que pasan los años se ha logrado describir conceptos, mecanismos y procesos que definen a la nanociencia como tal, mediante estas conceptualizaciones se han identificado 2 tipos de mecanismos de producción de nanopartículas: Top-down o denominado también técnicas descendentes en donde se reduce la magnitud de agregación del material hasta llegar a un tamaño nanométrico, y los procedimientos Bottom-up o técnicas ascendentes, en el cual se obtiene un estado de agregación nanométrico partiendo de un material macroestructurado (Gómez, 2013, párr.3). Estos mecanismos posibilitan la creación de nanoestructuras con propiedades inusuales, logrando así un mejoramiento de esta ciencia y el estudio de nanopartículas (NPs). Un tipo de NPs muy utilizadas y estudiadas son las compuestas por óxido de hierro, magnetita (Fe_3O_4) por ejemplo, debido fundamentalmente a su biocompatibilidad y excelentes propiedades magnéticas (Pacheco, 2013, párr.5). Es entonces que la - (Fe_3O_4)-, gracias a su versatilidad presenta una gama de aplicaciones, una de las formas más utilizadas son los ferrofluidos que constan de nanopartículas magnéticas (NPMs) dispersadas en un medio portador líquido, estos se caracterizan porque presentan propiedades magnéticas y del fluido, lo cual los hace muy aplicables en diferentes ámbitos tecnológicos (Urquijo, 2007, pp. 3-5).

La magnetita (Fe_3O_4) en forma nanoparticulada ha traído consigo la atención de diversas áreas, debido a sus propiedades físicas, químicas y estructurales únicas, solo por mencionar algunos ejemplos, las NPMs han sido utilizadas en el campo de la biomedicina en el tratamiento de enfermedades como el cáncer, en sistemas para entrega de fármacos, en el mejoramiento de las imágenes por resonancia magnética y en el área ambiental en procesos de catalizadores en reacciones de descomposición para remediación de aguas residuales (Picasso, 2012, pp. 2-4).

Además, son de gran utilidad debido a que su núcleo contiene campos magnéticos, los cuales son formados por un dipolo o momento magnético y permanecen unidos por una fuerza cohesiva o denominada también “energía de intercambio”, lo cual posibilita la división de los nanocompuestos. Sin embargo, para que dicha separación magnética sea eficiente, se debe controlar la calidad de las NPMs y el equilibrio de la unión que se da entre el soporte magnético y los elementos “no-magnéticos” (Martínez, 2014, pp. 3-5). Es entonces que gracias a las particulares características que presentan las NPMs, se hace necesario controlar las propiedades y la capacidad de producción a escala, las mismas que pueden ser afectadas por el método utilizado para su síntesis.

1.2. Limitaciones y delimitaciones

1.2.1. Limitaciones

- La presente investigación analiza la síntesis y caracterización de nanomagnetita.
- La caracterización por medio de imágenes de alta resolución describe tamaños, morfologías, estabilidad, composición y propiedades que presentan las nanoestructuras sintetizadas por el método químico de co-precipitación.

1.2.2. Delimitaciones

- Las nanoestructuras de magnetita son sintetizadas por el método de co-precipitación química, el cual por su relación costo-efectividad resulta ser aplicable para producción a escala.
- En procedimiento químico de co-precipitación se debe controlar pH, temperatura y concentración de la base alcalina en la cual reaccionan las sales Fe(III) / Fe (II) a una relación molar 2:1

1.3. Problema general de la investigación

- ¿Cuál es el método de síntesis más viable para la obtención de nanopartículas de magnetita?
- La co-precipitación química es uno de los procedimientos generalmente utilizados en la síntesis de nanomagnetita, debido a su sencillez, relación costo-efectividad y además es un método fácilmente escalable, pero a pesar de su versatilidad, no permite un control total sobre la morfología y tamaño de las partículas de los óxidos resultantes. Sin embargo, el estricto control del pH y la temperatura durante la síntesis hace posible obtener partículas con un rango de tamaño estrecho.

1.4. Problemas específicos de la investigación

- ¿Cuáles son los diferentes métodos para sintetizar nanopartículas de magnetita?

Existen diversos métodos reportados en la literatura para sintetizar magnetita, entre los principales están:

Microemulsión: es una dispersión isotrópica de dos líquidos inmiscibles termodinámicamente estables, pero el tamaño y la forma de la partícula tienen un intervalo muy amplio.

Sol-Gel: es una técnica que consiste en obtener, a partir de una disolución coloidal, el material de interés que típicamente es algún óxido metálico.

Co-precipitación química: consiste en mezclar una disolución acuosa de Fe^{2+} y Fe^{3+} , preferentemente a pH básico y una atmósfera inerte a temperatura elevada.

- ¿Qué cantidad de NPMs está estipulada producir?

La cantidad de NPs de magnetita estipulada es de 1 libra, esta porción depende de la capacidad de los reactivos y de la eficiencia del método aplicado, ya que mediante este se debe controlar los fenómenos que alteran las propiedades como tamaño, forma y cantidad.

- ¿Cómo se realizará la caracterización de NPMs?

La caracterización de NPs de magnetita, en nuestro caso se realizará mediante tres técnicas; Microscopía Electrónica de Barrido (SEM), que presenta la morfología y la composición química de la muestra, Espectroscopia Infrarroja (IR), indica el análisis químico y determina los posibles enlaces que pueda presentar el nanomaterial y Microscopía de Fuerza Atómica (AFM) que se basa en presentar el tamaño de la estructura.

1.5. Objetivos

1.5.1. General

- Evaluar el método de síntesis de nanopartículas de magnetita para la producción a escala.

1.5.2. Específicos

- Revisar el estado del arte de los procesos de obtención de nanopartículas de magnetita.
- Sintetizar en el laboratorio las nanopartículas de magnetita por el método de co-precipitación química.

- Producir a escala las nanopartículas de magnetita.
- Caracterizar las nanopartículas por métodos ópticos.

1.6. Justificación

1.6.1. Justificación teórica

Se considera que la nanotecnología es un estudio interdisciplinario que está escalando rápidamente a corde a los requerimientos del nuevo mundo, con el fin de ofrecer facilidades tecnológicas y solucionar problemas sociales. Además, que esta ciencia es un eje importante debido a que puede adaptarse a varias disciplinas como (física, química, biología, informática, medicina, etc.) y, a partir de sus combinaciones mejorar su aplicabilidad. Por lo que, se hace necesario mejorar el método la síntesis para la producción de nanoestructuras a gran escala, cuando las magnitudes de las partículas de un sólido son del orden del nanómetro, o milésima de micra, el número de átomos que las constituyen es del orden de centenas y la mayoría de ellos se encuentran situados en la superficie de las partículas. Las NPs presentan propiedades diferentes a las que corresponden a un material en forma macroscópica con la misma composición química (Grande, 2007, pp. 5-10).

1.6.2. Justificación metodológica

Las propiedades físicas y químicas de NPMs son dependientes de la ruta de síntesis empleada. Es decir, el método aplicado juega un papel muy importante en el tamaño, forma, morfología, estructura cristalina, composición química y distribución. Con el método elegido se debe contralar las condiciones experimentales ya que de estas dependerá exclusivamente el tamaño de la nanopartícula. La tasa de crecimiento y la formación de una única fase cristalina (Márquez, 2019). Existen varios métodos para la obtención de NPMs, como el de microemulsión, síntesis hidrotérmica, métodos electroquímicos, entre otros. Sin embargo, estos procesos presentan complejidad e inconvenientes económicos.

Tratando de resolver estos inconvenientes se utilizó el método de co-precipitación química debido a que este proceso tiene ventajas como facilidad de adaptación de las propiedades de las partículas y relación costo-efectividad. Además, que en el método de co-precipitación prima el comportamiento súperparamagnético, el nano-tamaño, la permeabilidad magnética y la capacidad de producción de las NPMs.

1.6.3. Justificación práctica

La presente investigación tiene como finalidad sintetizar y obtener una cantidad moderada de NPs de magnetita, que cumplan con las propiedades supermagnéticas para lograr su posterior aplicabilidad en diferentes campos de la ciencia.

1.7. Hipótesis

- Se podrá tener el conocimiento necesario acerca del método de síntesis de co-precipitación química el cual incide en las propiedades y la caracterización de las NPs de magnetita obtenidas.
- Al variar los parámetros físicos de la síntesis, se tendrá notables cambios en cuanto al tamaño de las nanoestructuras y propiedades.
- La caracterización de las nanopartículas será confiable para obtener resultados que apoyen la experimentación teórica práctica.
- A nivel de aplicabilidad las nanopartículas serán lo suficientemente eficientes para cumplir su objetivo.

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes de la investigación

El estudio de nanomateriales magnéticos se presenta como una línea de investigación bastante atractiva, considerando las particulares propiedades de los materiales sintetizados a escala nanométrica. Estos poseen una gran aplicabilidad en los campos de casi todas las ciencias, sin embargo, al momento de elegir el método de síntesis existe una limitante, ya que las propiedades de las NPMs sufren cambios, por lo cual este trabajo de investigación pretende seleccionar el mejor proceso de obtención para aplicarlo a una escala de producción masiva de NPMs.

El origen de la nanotecnología en forma contextualizada surge en 1959, en una conferencia dada por el Dr. Richard Feynman en la que hablaba de la posibilidad del análisis de las propiedades de materiales de tamaños nanométricos, posteriormente con los avances e inventos experimentales como el microscopio de efecto túnel en 1980, el fullereno en 1981 y la formulación de las visiones de la nanotecnología en 1986, han impulsado a los investigadores para incursionar de lleno en el campo de la nanociencia (García M. Á., 2006, pp. 4-8).

Un grupo de investigación de la Universidad Politécnica de Madrid (UPM) en conjunto con la Universidad de Togji (China), ha utilizado agregados de nanopartículas magnéticas con moléculas específicas, capaces de atacar las células cancerígenas. Los resultados expuestos han demostrado que, para obtener una efectividad elevada en la destrucción mecánica de las células cancerosas, se debe lograr el movimiento de los agregados de NPs, los mismos que producirán fuerzas lo suficientemente elevadas como para romper la membrana de los lisosomas (pequeños orgánulos celulares), y por ende la membrana celular (Biotech, 2022, párr. 6).

En varias investigaciones realizadas se evidencia el enfoque en la síntesis y caracterización de nanopartículas, con el propósito de darle aplicabilidad.

En el estudio efectuado por Mariana García con el tema “Síntesis de nanopartículas magnéticas y su aplicación en nanocompuestos de matriz polimérica con propiedades magnéticas”, se centra en obtener nanopartículas supermagnéticas con una estructura detallada, tanto física como magnética, también investigó la escalabilidad del proceso de síntesis planteado, con la finalidad de determinar un sistema de producción acorde con la necesidad de nanopartículas para su aplicación en la preparación de nanocompuestos. Así mismo propuso el avance de un

nanocompuesto de matriz polimérica con propiedades magnéticas mediante la adición de nanocargas magnéticas, a fin de proveer información para el diseño racional de materiales que logren ser usados como dispositivos para usos tecnológicos (García M. C., 2012, pp. 2-6).

El trabajo de investigación de Richard Saldívar Guerreo denominado “Síntesis y propiedades de ferrofluidos de magnetita” abarca la preparación de dos ferrofluidos, los cuáles constan de keroseno y aceite comestible respectivamente. Las nanopartículas de magnetita empleadas en la elaboración de los ferrofluidos fueron obtenidas por el método de co-precipitación química. Con el fin de determinar el tamaño promedio de las partículas de magnetita, utilizó la técnica de caracterización de microscopía electrónica de transmisión (TEM) y las diferentes concentraciones de partículas magnéticas en los ferrofluidos le permitieron obtener muestras con un rango de magnetización de saturación de 5.49 a 18.9 emu/g. Los ferrofluidos pueden tener una posible aplicación en medicina como liberadores de medicamentos y latexes magnéticos (Saldívar, 2003, pp. 3-4).

Franklin Alvear, Salomé Galeas y Víctor Guerrero investigadores de la Escuela Politécnica Nacional (EPN) con su proyecto de investigación “Síntesis y caracterización de nanopartículas de magnetita” detallan que sintetizaron nanopartículas de magnetita mediante el método de co-precipitación, con el fin de estudiar el efecto de la velocidad de agitación y el tiempo de reacción sobre el rendimiento, el tamaño y la distribución de tamaños, de las nanoestructuras obtenidas. Además, que determinaron la influencia del pH del medio de dispersión en la aglomeración de las nanopartículas. Para la caracterización de las NPS utilizaron técnicas como: microscopía electrónica de transmisión (MET), dispersión dinámica de luz (DLS), difracción de rayos X (DRX) y espectroscopia Raman. Las nanoestructuras de magnetita producidas en este proyecto fueron usadas para posteriores aplicaciones medioambientales (Alvear, 2017, pp. 3-8).

En el año 2013, Karely Chamé Fernández, con su tema “Síntesis y caracterización de nanopartículas magnéticas” detalla una serie de métodos de síntesis y caracterización de nanopartículas magnéticas de hierro metálico y óxido de hierro. Pero utilizó dos métodos específicos; co-precipitación química para las síntesis de óxido de hierro y para la obtención de nanopartículas de hierro metálico utilizó un nuevo método a base de óxido-reducción que permite su obtención en un tiempo corto. Las nanopartículas producidas se combinaron con óxido de zinc en una configuración núcleo/recubrimiento. De manera general se conoce que las nanopartículas magnéticas tienen un papel importante en la biomedicina, ya que gracias a su poder magnético son beneficiosas en la entrega de fármacos y en la terapia contra el cáncer. Por lo que al mezclar las nanopartículas magnéticas con el óxido de zinc se obtiene una nanoestructura multifuncional

capaz de direccionarse a un área específica y emitir en el espectro visible haciéndola útil en aplicaciones biomédicas como marcadores de células (Chamé, 2013, pp. 6-12).

Otra investigación realizada en el año 2016, por Katia Caamaño Chico, denominada “Síntesis, caracterización y funcionalización de nanopartículas magnéticas para detección de patógenos. Estudio de la funcionalización con SiO_2 mesoporoso” describe el proceso de síntesis de nanopartículas magnéticas (MNP) de Fe_3O_4 con morfología relativamente esférica, obteniendo diámetros entre 10-20 nm, medidas idóneas que presentan el comportamiento superparamagnético. Además, cuentan con una tendencia para formar aglomerados. Posteriormente dichas NPMs las forraron con sílice, el cual es un material biocompatible y su principal función es reducir la tendencia de las nanoestructuras a aglomerarse. Las principales técnicas para la caracterización de los productos sintetizados fueron: difracción de rayos X de polvo cristalino (DRX), espectroscopia infrarroja (IR), análisis termogravimétrico (ATG), microscopía electrónica de transmisión (MET) y dispersión de luz dinámica (DLS) (Caamaño, 2015, pp. 6-8).

Considerando todos los trabajos de investigación realizados por los diferentes autores, se plantea realizar la evaluación del método de síntesis de NPMs de hierro, con el fin de optimizar recursos y obtener resultados satisfactorios para una posterior aplicabilidad de dichas nanoestructuras.

2.2. Referencias teóricas

2.2.1. Nanociencia

En la parte final del siglo pasado la ciencia experimentó un logro en el análisis de nuevos tipos de materiales, lo cual se podría considerar el auge de lo nano. El afán de tener artículos electrónicos rápidos y de un tamaño mínimo produjo la necesidad de combinar en un solo microchip el mayor número de transistores, dando lugar al nacimiento de la nanotecnología, un nuevo conocimiento que implica el manejo y utilización de materiales con dimensiones menores a un micrómetro (Peralta, 2014, párr. 5).

A partir de los últimos años el estudio de nanomateriales y materiales nanoestructurados ha ganado gran aceptación ya que su principal característica radica en el tamaño de las fases involucradas, las mismas que deben tener un orden de nanómetros ($1 \text{ nanómetro} = 10^{-9} \text{ m}$), y las propiedades magnéticas están relacionadas directamente con los efectos de superficie y tamaño finito. El interés de estas estructuras reside en que al lograr un tamaño diminuto en la escala del

mundo nanoscópico los materiales presentan comportamientos únicos y propiedades exóticas, es decir totalmente nuevas, a diferencia de los materiales en forma masiva.

2.2.2. *Nanomateriales*

Un nanomaterial (nanopartícula, nanocristal, nanopolvo) es un material que posee un tamaño o dimensión igual o inferior a 100 nanómetros ($10^{-9} m$), es artificialmente sintetizado y exhibe propiedades ópticas, magnéticas y morfológicas. Estas propiedades emergentes los hacen de gran interés en el campo de la medicina, biología, electrónica, física, etc, (Monárrez, 2021, pp. 5-6) . Por ejemplo, pueden ser usados para generar fármacos específicos que se dirijan a órganos o células del cuerpo, como células cancerígenas, sirven como catalizador para aumentar la capacidad de reacción química de ciertos compuestos. De esta forma pueden ser agregados a productos como el cemento, tela y otros materiales para hacerlos más fuertes y ligeros. Por otro lado, un ejemplo más de aplicación de los nano materiales es que pueden ser utilizados en la limpieza o tratamiento de aguas, es decir separar los contaminantes y agregar reactivos químicos que ayuden a eliminar la toxicidad de dicha agua (Muñoz, 2014, párr. 7). Generalmente estas nanoestructuras se clasifican en:

Tabla 1-2: Clasificación de nanomateriales

Nanomaterial	Definición
Materiales de base de carbono	Tienen formas esféricas, elipsoidales o tubulares, presentan propiedades como reducido peso y mayor dureza, elasticidad y conductividad eléctrica. En este tipo de material están los nanotubos y fullerenos
Materiales de base metálica	Son las nanoestructuras de oro, plata o de metales reactivos como el dióxido de titanio, entre otras, cuya aplicación reside en la fabricación de puntos cuánticos o transistores de un solo electrón
Dendrimeros	Son polímeros nanométricos constituidos a modo de árbol en el que las ramas crecen a partir de otras y así sucesivamente; las terminaciones de cada cadena de ramas pueden determinar funciones químicas específicas.
Compósitos	Estos combinan ciertas nanopartículas con otras o con materiales de mayor tamaño; el caso de arcillas nanoestructuradas es un ejemplo de uso extendido.

Fuente: Monárrez, 2021.

Realizado por: Freire, S, 2023.

2.2.3. *Nanopartículas magnéticas (NPMs)*

Una nanopartícula magnética es aquella entidad física que posee un momento magnético neto y un tamaño que se encuentra en la nano escala, tales partículas constan de elementos magnéticos como el hierro (Fe), níquel (Ni), cobalto (Co), cromo (Cr), manganeso (Mg) y sus respectivos compuestos químicos. Son por lo general cristalinas, lo que evidencia que sus miles de átomos presenten una disposición regular en el espacio, en lo que se denomina red cristalina. La estructura electrónica de las NPs es regulable gracias a los enlaces con diferentes tipos de moléculas, los cuales son imprescindibles para mantener la precipitación y la aglomeración de las NPs, es decir que cada una se mantenga alejada del resto (Gregorio, Rivera, & López, 2012, pp-23-26).

Una de las características más importantes de las NPs de óxido de hierro con una distribución de tamaño menor a 10nm es que presentan un comportamiento superparamagnético, es decir que cuando se le aplica un campo magnético sus momentos magnéticos se ordenan linealmente con ese campo, cuando la magnitud del campo disminuye, el momento magnético de los átomos deja el orden lineal (Icea, 2015, párr. 8). Así, el superparamagnetismo se genera por una respuesta global de los instantes magnéticos de las partículas, las cuales, en el caso de las NPMs, exhiben una alineación ferrimagnética en su interior, y generalmente está determinado por el tiempo de medida de la técnica de caracterización magnética (Coral & Jenny, 2017, pp. 4-8).

Las propiedades magnéticas y la baja toxicidad hacen que las nanopartículas magnéticas presenten una gama de aplicaciones en biomedicina, física, ciencia de materiales, ingeniería y protección del medio ambiente ya que son muy utilizadas en la remoción de contaminantes. Uno de los problemas que presentan estos materiales nanoparticulados es que a lo largo del tiempo la interacción dipolar magnética, junto con las interacciones de Van der Waals, aumenta la posibilidad de formar aglomerados generando la pérdida del magnetismo y su capacidad de dispersión. No obstante, las interacciones entre las NPMs se pueden disminuir recubriendo las partículas nanométricas con una matriz no magnética orgánica/inorgánica o con surfactantes adecuados como los ácidos grasos. Dichos recubrimientos preservan a las NPMs de oxidarse fácilmente con el oxígeno del medio ambiente o de descomponerse en medios ácidos y adicionalmente, hace que funcionen como puntos de anclaje, permitiendo introducir especies catalíticas (Escobaro, Pizzioa, & Romanelli, 2018, pp- 12-19).

2.2.4. *Magnetita*

La magnetita es un óxido de hierro, su fórmula química Fe_3O_4 , es ampliamente conocida por sus particulares propiedades magnéticas. Es un mineral ferrimagnético de color negro, constituido

por Fe^{+3} y Fe^{+2} , pertenece al grupo de espinelas inversas debido a que su configuración molecular es del tipo AB_2O_4 , en la cual A representa el catión divalente (Fe^{+2}) y B el catión trivalente lo que le da un empaquetamiento cúbico centrado en las caras por parte de los átomos de oxígeno. Es decir que los espacios tetraédricos se encuentran ocupados por el ion trivalente y los espacios octaédricos repartidos entre los trivalente y divalentes.

Fe_3O_4 Posee una densidad de $5,18 \frac{g}{cm^3}$, esta partícula se cristaliza en el grupo espacial **Fd3m** y su celda unidad en el sistema cúbico, con parámetro de red $a=0,8395$ nm, está compuesta por 56 iones que representan a 8 fórmulas moleculares: 32 oxígenos y 24 hierros. Los sitios cristalinos forman la base fundamental para las dos subredes cúbicas interpenetradas con contribuciones de momento magnético desiguales y antiparalelas. Debido a este aspecto se da el comportamiento ferrimagnético, además se conoce que la magnetita es la única ferrita que exhibe una conducta semimetálica, es decir, tiene propiedades semiconductoras en lugar de aislante. Este óxido de hierro presenta un panorama desafiante de investigación desde el punto de vista de sus aplicaciones tecnológicas. Para describir la complejidad de su estructura. La ilustración 1-2, muestra una celda unitaria de magnetita que consta de 56 átomos. Los entornos de pares de iones en sitios tetraédricos y octaédricos se han resaltado con líneas para facilitar su identificación (Mazo, 2011, pp. 3-4).

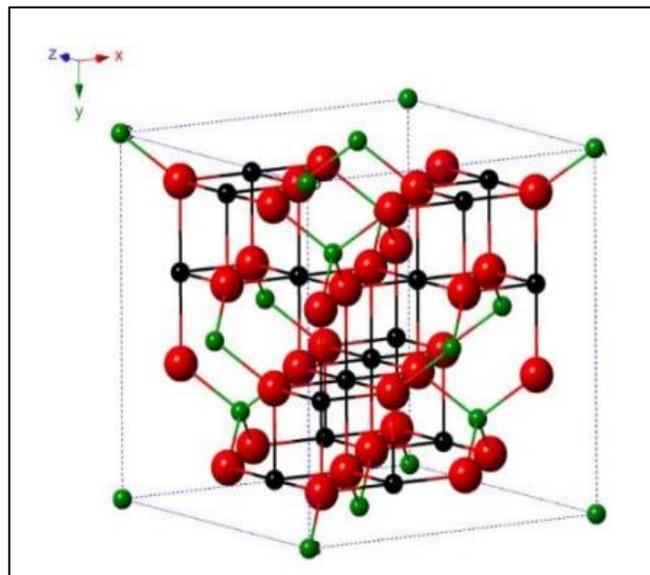


Ilustración 1-2: Estructura cristalina de la magnetita

Fuente: Ganapathe, 2020.

2.2.5. *Magnetismo*

El comportamiento magnético de una partícula está directamente relacionado con los electrones de los átomos que la componen, es decir, con el número de electrones desapareados que tiene cada átomo, además de los orbitales en los que se encuentran. Los momentos magnéticos se deben al movimiento del electrón alrededor del núcleo y al giro del propio electrón sobre sí mismo también llamado espín. Para generar un campo magnético dentro de un material, se necesita aplicar un campo magnético externo, lo que hace que los dipolos magnéticos se ordenen con el campo magnético. Un electrón tiene dos momentos angulares: orbital y de espín, y estos momentos pueden alinearse en cualquier par de dipolos y producir una combinación de espín-órbita. A partir de esta interacción de dipolos se manifiestan las propiedades magnéticas de los átomos y moléculas (Chamé, 2013, pp. 6-18).

2.2.5.1. *Tipos de magnetismo*

Al fijar un campo externo a un material magnético, su momento magnético se ve alterado y esta acción hace que su orientación cambie, es así que los materiales se clasifican según la respuesta frente a un campo magnético externo en distintas formas de magnetismo:

- *Paramagnetismo*: en este tipo de material nanoparticulado, el comportamiento magnético tiene una orientación en igual dirección que el campo externo y provoca una magnetización que concuerde con el campo magnético. Cuando el campo externo ya no se aplica, el sistema vuelve a su estado original. Este tipo de material tiene una magnetización que se encuentra en torno a 0.001, (10^{-3}) (Cortés, 2018, pp. 4-5).
- *Diamagnetismo*: es el movimiento orbital de los electrones al aplicar un campo magnético externo, es una forma débil de magnetismo, no permanece constante ya que solo se divide cuando está siendo aplicado el campo externo. Además, el valor de susceptibilidad magnética es negativa y la dirección de imantación es opuesta a la del campo aplicado (Galindo, 2017, párr.3).
- *Ferromagnetismo*: este tipo de campo magnético poseen los metales de transición, pero sobretodo los elementos de grupo VIII de la tabla periódica, los cuales son el hierro, níquel y cobalto. El magnetismo de estas partículas se orden fácilmente con el campo aplicado y casi siempre mantienen su dirección tras anular el campo externo (Cortés, 2018, pp. 12-16).
- *Ferrimagnetismo*: esta forma de magnetismo es propia de materiales cerámicos como la magnetita. La magnetización se genera ya que en la estructura cristalina que presentan estos materiales, los iones están divididos de forma que el comportamiento magnético tiene una

orientación opuesta al campo externo, pero el momento magnético resultante no es nulo (Cortés, 2018, párr. 8).

- *Superparamagnetismo*: este comportamiento magnético se da en materiales nanoparticulados, es decir con un tamaño de orden nanométrico, los cuales poseen un comportamiento magnético semejante a los elementos ferromagnético y ferrimagnéticos (Cortés, 2018, párr. 23).

2.2.6. Método de síntesis de NPs (Fe_3O_4)

Cuando hablamos de los métodos de síntesis de Nps de magnetita, nos referimos a un conjunto de operaciones y procedimientos eficientes que se llevan a cabo en un laboratorio para obtener (Fe_3O_4) de forma nanopartícula, es así que a través de estas rutas se puede controlar el tamaño, la estabilidad, la pureza, y la distribución de tamaños. En estos métodos se incluye la co-precipitación química, sol gel, descomposición química, oxidación directa y microemulsión, A continuación, en la siguiente tabla se describe cada uno de ellos:

Tabla 2-2: Métodos de síntesis de nanopartículas de magnetita.

Técnica	Fundamento	Ventajas	Desventajas
Co-precipitación Química	Hidrólisis de iones de hierro II y III en presencia de una base fuerte NaOH	<ul style="list-style-type: none"> • Bajo costo • Síntesis directa • Facilidad para modificar la superficie de NPs 	<ul style="list-style-type: none"> • Produce aglomeraciones • Gran cantidad de parámetros a controlar
Descomposición química	Una membrana se coloca en un plano de un campo eléctrico giratorio durante la electrodeposición, el mismo que consta de dos pares de electrodos paralelos perpendiculares entre sí y separados por espaciadores de teflón	<ul style="list-style-type: none"> • Materiales nanoparticulados con elevada área superficial, elevada pureza y cristalinidad, alta capacidad específica. • Generar matrices de nano-hilos con alineación 1D con un tamaño uniforme 	<ul style="list-style-type: none"> • los nano-hilos sintetizados son comúnmente amorfos o policristalinos y porosos • Dificultad para controlar temperaturas elevadas para lograr una densidad e integridad mecánica deseadas
Microemulsión inversa	Mezcla de dos microemulsiones: Micelas reversas de sales de ($FeCl_2$, $FeCl_3$) Micelas de bases de Bronsted (NH_4OH , NaOH)	<ul style="list-style-type: none"> • Poblaciones monodispersas • Las bases orgánicas sirven como recubrimiento posterior 	<ul style="list-style-type: none"> • Complejidad del manejo de micelas reversas • El crecimiento de Ostwald no puede evitarse una vez formadas las Nps

	Se obtiene por calentamiento suave magnetita y maghemita	<ul style="list-style-type: none"> Método barato y reproducible 	
Oxidación Directa	Parte de un reactor, el cual está aislado con aislamiento de sílice-alúmina de alta temperatura fuera del tubo y escudos de radiación antes y después del catalizador dentro del tubo	<ul style="list-style-type: none"> Oxidación directa en más o menos 10 s o menos 	<ul style="list-style-type: none"> Controlar los fenómenos que pueden al sistema adiabático que se forma.
Sol-Gel	Formación de óxidos por medio de reacciones inorgánicas poliméricas. Posee 4 etapas: hidrólisis, policondensación, secado y descomposición térmica	<ul style="list-style-type: none"> Obtención de gran variedad de nanoestructuras que determinan una amplia gama de aplicaciones manipulación a nivel molecular de las diversas etapas de la reacción 	<ul style="list-style-type: none"> Dificultad para controlar el proceso

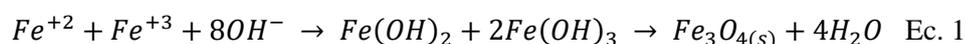
Fuente: Borja, 2020.

Realizado por: Freire, S. 2023.

2.2.6.1. Co-precipitación química

Es un procedimiento muy utilizado debido a su simplicidad y eficiencia para sintetizar magnetita de forma nanoparticulada, pudiendo controlar el tamaño y sus propiedades magnéticas. Además, este método es muy cómodo al momento de obtener las nanoestructuras en cantidades a una escala grande. Este método fue propuesto por Massart, quien obtuvo nanopartículas de alrededor de 8 nm, medidas por difracción de rayos X, sin embargo, durante el proceso la influencia de la base utilizada, el pH, los cationes presentes y la relación molar Fe (III)/Fe (II), afectan en el rendimiento de la reacción de co-precipitación, así como también en el diámetro y la forma de las nanopartículas.

Esta técnica se basa en la formación de cristales mixtos, es decir la disolución inicial de sales de Fe^{+2} y Fe^{+3} , es reducida en una solución alcalina como NaOH o NH₃. La relación molar de Fe(II)/Fe(III) es igual a 1/2, existe la posibilidad de que varíe para evitar la probabilidad de oxidación (Meneses, 2018, pp. 6-10). En general este método describe la precipitación de los hidróxidos de hierro y la formación de ferrita de hierro, como se da a conocer en la siguiente ecuación química:



Como se menciona anteriormente una de las principales ventajas de la co-precipitación es que puede realizarse a gran escala, pero la cinética del crecimiento de las partículas limita el control del tamaño, la morfología y la composición. Dos fases intervienen en esta técnica: nucleación y crecimiento. La etapa de nucleación ocurre en un tiempo muy corto, generalmente a partir de la precipitación de partículas cristalinas de una solución sobresaturada hasta que se agotan las especies constituyentes, formando así cristales de nanopartículas. Por el contrario, la fase de crecimiento es lenta debido a la difusión de solutos desde la solución a la superficie del cristal. El crecimiento de los núcleos de partículas puede tener una distribución de tamaño muy estrecha si los núcleos comienzan a formarse al mismo tiempo. Por lo tanto, el tamaño de partícula obtenido solo puede ajustarse en la etapa de nucleación, ya que no cambia en la etapa de crecimiento (Ganapathé, 2020, pp. 10-11).

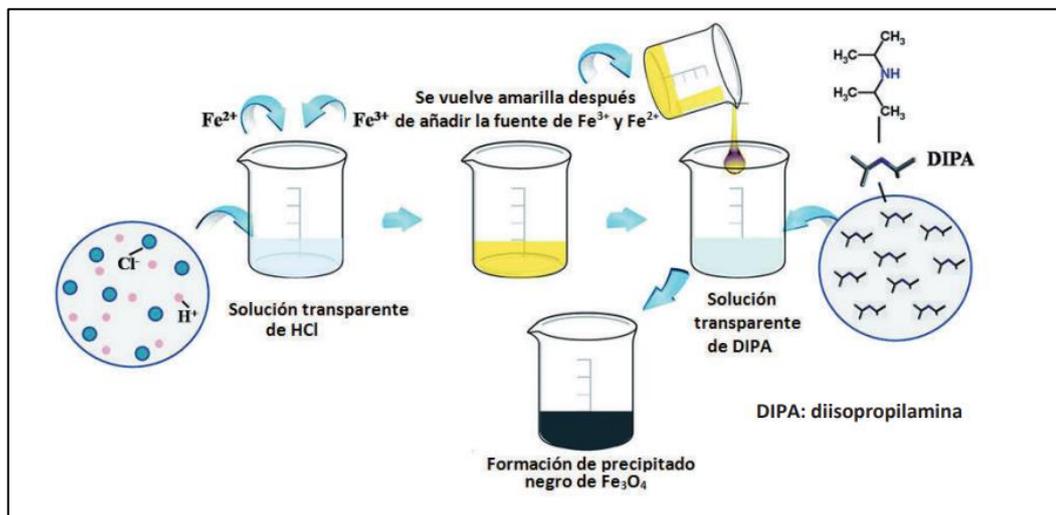


Ilustración 2-2: Esquema de síntesis de NPs (Fe_3O_4) por co-precipitación química.

Fuente: Meneses, 2018.

2.2.7. Técnicas de caracterización

La caracterización de las nanopartículas de magnetita es fundamental para comprender y controlar su síntesis. Al referirnos a caracterización entendemos que se debe determinar diferentes parámetros como tamaño, forma, área superficial, cristalinidad, orientación, dispersión, etc. Esta caracterización se realiza mediante diferentes técnicas instrumentales descritas a continuación:

2.2.7.1. Espectroscopia infrarrojo (IR)

La espectroscopía infrarroja es una técnica que usa la zona infrarroja del espectro electromagnético para determinar el tipo de compuesto, o la composición de una mezcla o

solución. Se basa en los niveles de energía de una molécula, es decir en las frecuencias de vibración específicas de los enlaces químicos de las sustancias (Skoog, 2001, pp. 15-19).

Este tipo de espectroscopia mide la radiación emitida por una partícula a cada longitud de onda, este acontecimiento se genera debido a que el haz es separado de la luz monocromática y con ello se llega a determinar la cantidad de rayos IR absorbidos en cada longitud de onda. La información producida por IR aparece como un espectro de transmitancia o absorbancia. Además, considera el movimiento vibracional de las moléculas a determinadas frecuencias, es así que las vibraciones pueden ser de dos tipos: de tensión y de flexión, como se ilustra en la siguiente figura: (Skoog, 2001, pp. 26-28).

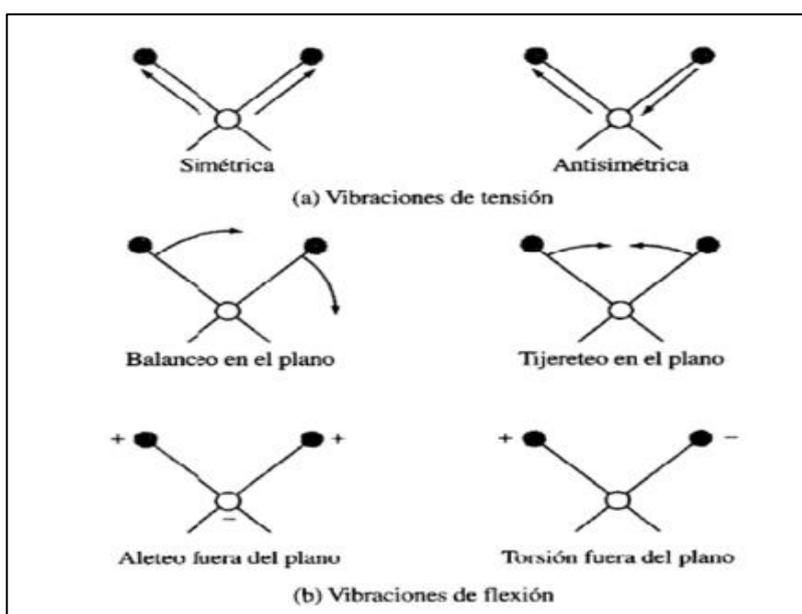


Ilustración 3-2: Vibraciones moleculares de tensión y flexión.

Fuente: Skoog, 2001

2.2.7.2. Espectroscopia UV-visible

La espectrofotometría UV-visible es una técnica analítica mediante la cual se puede determinar la concentración de un compuesto en una disolución. Se fundamenta en que las moléculas absorben las radiaciones electromagnéticas y a su vez que la cantidad de luz absorbida depende de forma lineal de la concentración. Para realizar este tipo de medidas se emplea un espectrofotómetro, en el cual se identifica la longitud de onda de la luz que pasa por una solución y la medida de la cantidad de luz absorbida por la misma. Por lo tanto, las longitudes de onda de las radiaciones que una molécula puede absorber y la eficiencia con la que se absorben dependen de la estructura atómica y de las condiciones del medio como pH, temperatura, fuerza iónica,

constante dieléctrica, es así que dicha técnica constituye un valioso instrumento para la determinación y caracterización de biomoléculas (Díaz, 2017, párr. 8).

Este tipo de espectroscopia es ampliamente utilizado como medio fundamental de las concentraciones de ensayo y en la caracterización de la cinética de reacciones y procesos químicos, se utiliza para la detección cromatográfica. Así mismo la literatura ha reportado que la espectroscopía UV-Vis resulta eficiente para estudiar la dispersión y estabilidad de nanopartículas en medio acuoso y permiten una rápida valoración de las distintas disoluciones. La cantidad de partículas por unidad de volumen es proporcional al valor de la absorbancia y por lo tanto puede relacionarse con la estabilidad de la dispersión de las nanopartículas en la mezcla (Skoog, 2001, pp.30-36).

2.2.7.3. *Microscopía electrónica de barrido (SEM)*

SEM por sus siglas en inglés “*Scanning Electron Microscope*” es una técnica de caracterización de materiales nanoparticulados, ya que este instrumento permite observar estructuras a escala cuasi-atómicas, además que presentar su morfología y la composición química de la muestra con la que se estaría manipulando.

Este dispositivo proporciona imágenes tridimensionales de la estructura morfológica de la muestra, para ello genera un fino haz de electrones que se desplaza sobre la superficie de la muestra mediante un barrido en las direcciones X e Y. El resultado de la interacción electrón–muestra, da lugar a una señal que se registra mediante un detector apropiado. El dispositivo causa poco o ningún daño a la muestra ya que se puede calibrar la energía de los haces de electrones más focalizados (Urea, 2016, pp. 5-7).

Para lograr una óptima determinación de las muestras en SEM se debe trabajar con blancos, los cuales dan una orientación dentro del equipo, a través de la cámara se puede guiar al punto exacto donde se requiere tomar una imagen de la muestra o para sacar un análisis de composición química, etc. Sin embargo, el análisis que se desee hacer puede ser mayor o menor, debido a la potencia del equipo, es decir, a mayor energía se obtendrá una mejor imagen ya que los electrones tendrán mayor ancho de banda del espectro para cubrir y consecuentemente se verán mejores imágenes en los electrones de análisis resultantes de la interacción (Icea, 2015, párr. 12).

2.2.7.4. Microscopía de fuerza atómica

El Microscopio de Fuerza Atómica, es un equipo utilizado en la caracterización de materiales para determinar sus propiedades físicas como visco elasticidad, fuerza eléctrica y fuerza magnética. Asimismo, proporciona imágenes en 3D de las nanoestructuras de materiales, en tiempo real y con una alta resolución espacial, este se fundamenta en la interacción local entre la punta y la superficie de la muestra, ya que trabaja en un sistema de operación de tapping, contacto e imagen de fase, logrando así obtener la topografía de la superficie de la muestra (Reséndiz & Castrellón , 2005, pp. 5-8).

2.2.8. Aplicaciones

Las partículas en forma nanoparticulada son especialmente convenientes para una amplia gama de aplicaciones, debido a su biocompatibilidad y baja toxicidad, pueden usarse en distintas áreas como la física, medicina, biología, ciencia de los materiales, así como para mejorar la imagen de resonancia magnética, separación de células y ADN, liberación de medicamentos guiados magnéticamente, hipertermia, remoción de metales pesados, entre otras. Además, por presentar una amplia área de superficie, estas nanoestructuras superparamagnéticas poseen la capacidad de absorber iones metálicos, los cuales pueden ser atraídos rápidamente de una matriz aplicando un campo magnético externo y pueden ser reusados sin perder el área activa. La separación magnética que se genera en este caso puede ser tomada como una técnica de purificación del medio ambiente, ya que esto no produce contaminación alguna (Gregorio, Rivera, & López, 2012, pp. 6-10).

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1. Enfoque de la investigación

El enfoque de la investigación es cuantitativo, debido a que, en el método de síntesis más viable y eficaz, co-precipitación química, se determinó la cantidad de nanoestructuras de magnetita producidas en el proceso químico, además que se caracterizó y se analizó la muestra nanoparticulada por medio de variables controladas.

3.2. Nivel de la investigación

De acuerdo con la investigación el nivel que se alcanzó es descriptivo y exploratorio. Descriptivo porque se detalla las características de un material nanoparticulado ya existente, como son las nanopartículas de magnetita obtenidas mediante el método de síntesis de co-precipitación química, el cual se pretendió mejorar a partir del control de las variables como: concentración de las sales de hierro, velocidad de agitación, pH, entre otras, logrando así producir una cantidad moderada de magnetita. Exploratorio porque mediante la literatura reportada se verificó qué tan eficiente es el procedimiento químico de co-precipitación, dicha eficiencia se comprobó con las técnicas de caracterización como lo son: espectroscopia infrarroja, microscopía de fuerza atómica y microscopía eléctrica de barrido.

3.3. Diseño de la investigación

En el presente trabajo se define estrategias y métodos para realizar la síntesis de NPs de magnetita a escala productiva, para ello intervienen tres tipos de investigación: investigación aplicada científica, descriptiva y de tipo experimental.

La investigación aplicada científica pretende encontrar estrategias, mecanismos o procedimientos que se puedan emplear para abordar un tema en específico, lo cual se encuentra estrechamente relacionado con la síntesis de NPs de magnetita, permitiendo de esta forma analizar y comparar la cantidad de magnetita obtenida con respecto a bibliografía e investigaciones previas. Por otro lado, la descriptiva nos ayuda a explicar mediante los parámetros de caracterización el comportamiento de las NPMs, a través de la recolección de imágenes a alta resolución en las que se manifiesta sus propiedades ferrimagnéticas (superparamagnetismo) y propiedades físicas (tamaño y forma).

Finalmente, la investigación experimental es parte de las variables controladas bajo las cuáles se llevó a cabo el proceso, tales como la temperatura de reacción, el pH, concentración, iones metálicos y naturaleza de la sal de Fe^{+2} y Fe^{+3} , dichos factores pueden afectar a la composición, tamaño, forma, estabilidad, cristalinidad y cantidad de nanopartículas. Esto nos permite establecer diferentes hipótesis que serán corroboradas por medio de un método científico.

3.3.1. Según la manipulación o no de la variable independiente

De acuerdo con la manipulación o no de la variable independiente el presente trabajo pertenece al campo experimental debido a que se manipulara algunas variables independientes para de esta forma determinar con mayor precisión y fiabilidad el efecto sobre las variables dependiente, dichas variables se especifican en la tabla 3-3 a continuación:

Tabla 1-3: Operacionalización de variables que interviene en el proceso de co-precipitación química.

Variable	Tipo de Variable	Definición operacional	Indicador	Instrumentos de medición	Índice
Tamaño de la Partículas de Hierro	Dependiente	Es una medida de las nanopartículas determinada mediante técnicas de caracterización física.	Longitud	SEM, Imagen J	Micrómetros (μm) Nanómetros (nm)
Cantidad de NPs de hierro obtenida	Dependiente	Es una proporción significativa de NPs de hierro obtenidas en el proceso de síntesis, representa la magnitud de una propiedad medible.	Peso	Balanza digital	Gramos (g)
Concentración de elementos químicos y reactivos	Independiente	Cantidad de sustancias en cualquier estado de agregación que varían la formación de nanoestructuras		Pipetas, balanzas, etc	g, mg, l, ml

Realizado por: Freire, S, 2023.

3.3.1.1. Matriz de consistencia

Tabla 2-3: Matriz de consistencia, aspectos generales y específicos de la investigación

ASPECTOS GENERALES				
Problema General		Objetivo General		Hipótesis General
Debido a la gran demanda de aplicaciones de nanopartículas de magnetita en biomedicina y química del medio ambiente, se ha visto la necesidad de producir estas partículas a escala industrial, mediante un método sencillo y eficaz, es de vital importancia elegir correctamente el método de síntesis porque este proporcionará la cantidad necesaria de dichos nanomateriales que por sus particulares propiedades son rápidos, simples, sensibles y altamente eficientes.		Evaluar el método de síntesis de nanopartículas de magnetita para la producción a escala		La producción de nanopartículas de magnetita podrá ser realizada a una gran escala y posteriormente aplicada a diferentes problemas ambientales o biomédicos.
ASPECTOS ESPECÍFICOS				
Problemas Específicos	Objetivos específicos	Hipótesis Específicas	Variables de las hipótesis específicas	Técnicas de recolección de datos
No existen suficientes estudios que detallen la síntesis de NPs de magnetita a escala industrial por el método de co-precipitación química	Realizar un estado del arte de los procesos de obtención de Nps de magnetita	H1: Se podrá tener el conocimiento necesario acerca del método de síntesis de co-precipitación química, el cual incide en las propiedades y la caracterización de las NPs de magnetita obtenidas	Fichas de estudios realizadas	Análisis bibliográfico

Se desconoce las cantidades de los reactivos que se utilizarán en la síntesis	Sintetizar en el laboratorio nanopartículas de magnetita por el método de co.precipitación química.	H2: Al variar los parámetros físicos de la síntesis se tendrán notables cambios en cuanto al tamaño de las nanoestructuras y sus propiedades	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Tamaño de la partícula de hierro ➤ Concentración de elementos químicos y reactivos 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Muestras de microscopía electrónica de barrido ➤ Muestras de microscopía de fuerza atómica
Los parámetros químicos y ópticos de las nanopartículas se deben realizar correctamente para no tener datos erróneos de las vibraciones fundamentales	Caracterizar las nanopartículas por métodos ópticos	H3: La caracterización de las nanopartículas será confiable para tener resultados que apoyen la experimentación teórico-práctica	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Tamaño de NPMs ➤ Composición de NPMs ➤ Morfología ➤ Longitud de onda 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Ensayos espectrométricos ➤ Muestras de microscopía electrónica de barrido ➤ Muestras de microscopía de fuerza atómica
Al no conocer las cantidades correctas de los reactivos la producción no será notablemente a escala industrial	Producir a escala las NPs de magnetita	H4: A nivel de aplicabilidad las nanopartículas serán lo suficientemente eficientes para cumplir su objetivo	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Cantidad de nanopartículas de hierro obtenidas 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Medidas realizadas en la balanza

Realizado por: Freire, S, 2023.

3.3.2. *Según la intervención en el trabajo de campo*

En el estudio presentado la intervención en el trabajo de campo se encuentra conjuntamente en la investigación transversal ya que se realizará durante un periodo de tiempo en el que se consiguió determinar diferentes variables como; cantidad de nanopartículas producidas, distribución de tamaños, composición, forma, estabilidad y cristalinidad de magnetita nanométrica. Además, este tipo de investigación se caracterizó por ser descriptiva y explicativa; características que se reflejan en las imágenes de espectroscopia IR, UV-Visible y SEM.

3.4. Tipo de estudio

El tipo de estudio empleado en esta investigación es documental, ya que se obtuvo NPs de hierro en los laboratorios de Química Instrumental de la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo (ESPOCH), además las pruebas de validación del método para la creación de nanoestructuras, también se realizó en los laboratorios de la ESPOCH. Una vez producido NPs de óxido de hierro por síntesis química, se procedió a determinar ciertas propiedades como su tamaño, comportamiento magnético y propiedades afines para finalmente darle aplicabilidad según los requerimientos inmediatos.

3.4.1. *Método deductivo*

Este método usa principios generales para llegar a una conclusión específica, en este caso a partir de fuentes de consulta sobre los diferentes métodos que existen para la producción de magnetita se llegó a una elección específica del procedimiento químico de coprecipitación para la síntesis de las NPMs de hierro.

3.4.2. *Método inductivo*

Nos dice que a partir de premisas particulares se obtiene una conclusión general, las cuales influyen en el resultado final de las NPMs; por lo que se utiliza diferentes técnicas que siguen el método de co-precipitación química para la obtención de estas partículas y se realizó los análisis pertinentes para observar el tamaño y composición de las muestras sintetizadas.

3.4.3. *Método experimental*

Se contemplan cinco ensayos, cada uno presenta un mínimo de dos muestras; de estos ensayos se eligió la técnica de síntesis más viable y sencilla, la cual permita el control de las variables como

pH, temperatura, concentración de las sales ferrosas y de la base. Así pues, se realizó variaciones tanto en las cantidades de los reactivos como en las condiciones del proceso (velocidad de agitación y tiempo de reacción) con el fin de obtener una mayor cantidad de magnetita.

3.5. Población y planificación, selección y cálculo del tamaño de la muestra

3.5.1. Unidad de análisis

La unidad de análisis de esta investigación es la producción a escala de magnetita, la cuál fue el resultado del método de co-precipitación química, a través de la variación de los parámetros físicos y químicos para obtener mayor cantidad de nanoestructuras.

3.5.2. Población de estudio

La población de estudio de esta investigación fue las nanopartículas obtenidas mediante el procedimiento químico co-precipitación.

3.5.3. Tamaño de muestra

El tamaño de muestra de esta investigación fue 100 gramos de nanopartículas de magnetita, cada una de ellas tratadas por niveles (Alto, Medio y Bajo) combinados entre sí.

3.5.4. Selección de la muestra

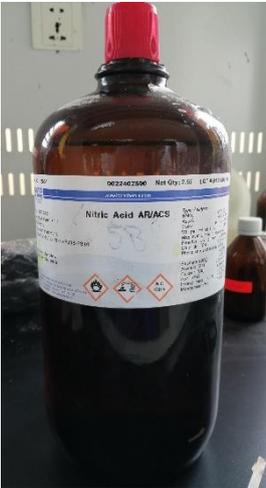
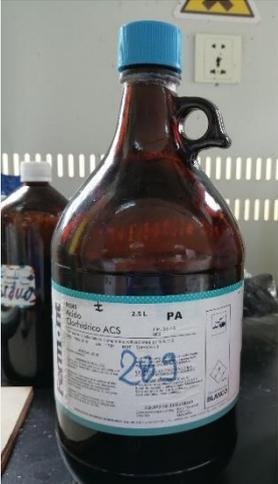
En base al análisis y modificación de los parámetros que influyen en la síntesis de las nanopartículas, se seleccionó aproximadamente 100 gramos del material que presentó mayor nivel de homogeneidad.

3.6. Métodos, técnicas e instrumentos de investigación

Se describe a continuación el método a realizar en la investigación, así como los reactivos y equipos necesarios

3.6.1. Reactivos

Tabla 3-3: Reactivos utilizados en la síntesis de NPMs.

NOMBRE Y CARACTERÍSTICAS	PRESENTACIÓN
Esterilización de materiales	
<p>1. Ácido nítrico</p> <p>Fórmula: HNO_3 Masa Molar: 63,01 g/mol Casa Comercial: Lobachemie</p>	
<p>2. Ácido clorhídrico</p> <p>Fórmula: HCl Masa Molar: 36,46 g/mol Casa comercial: Fermont</p>	
<p>3. Agua destilada</p> <p>Fórmula: H_2O Masa Molar: 18,02 g/mol Casa comercial: Laboratorio Alcoholimex</p>	
Síntesis de NPMs	
<p>4. Cloruro férrico hexahidratado</p>	

Fórmula: $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Masa Molar: 270,3 g/mol
Casa comercial: Loba Chemie PVT



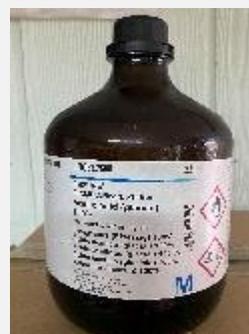
5. Cloruro Ferroso tetrahidratado
Fórmula: $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Masa Molar: 198,81 g/mol
Casa comercial: Thermo Fisher Science

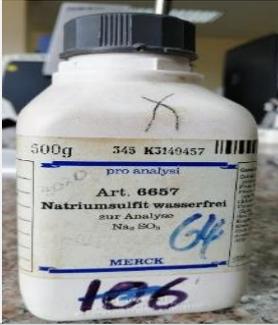
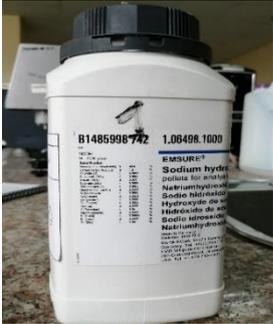


6. Amoníaco
Fórmula: NH_3
Masa Molar: 17.031 g/mol
Casa Comercial: MERCK



7. Ácido acético
Fórmula: $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$
Masa Molar: 60.05 g/mol
Casa Comercial:



<p>8. Agua destilada tipo 1 ultrapura</p> <p>Fórmula: H₂O</p> <p>Masa Molar: 18,02 g/mol</p> <p>Casa Comercial: Nova Laboratorios</p>	
<p>9. Sulfito de sodio</p> <p>Fórmula: Na₂SO₃</p> <p>Masa Molar: 126,04 g/mol</p> <p>Casa comercial: MERCK</p>	
<p>10. Hidróxido de sodio</p> <p>Fórmula: NaOH</p> <p>Masa Molar: 40,00 g/mol</p> <p>Casa comercial: MERCK</p>	
<p>11. Ácido Oleico</p> <p>Fórmula: C₁₈H₃₄O₂</p> <p>Masa Molar: 283,47 g/mol</p> <p>Casa comercial: Pharma Industry</p>	
<p>12. Etanol</p> <p>Fórmula: C₂H₅OH</p> <p>Masa Molar: 46,07 g/mol</p> <p>Casa comercial: Prolabor</p>	

Realizado: Freire, S, 2023.

3.6.2. Equipos y Materiales

Tabla 4-3: Materiales y equipos empleados en el trabajo experimental

Materiales	Equipos
<p>Probeta graduada</p> 	<p>Agitador vertical</p> <p>Marca: WIGGENS Modelo: WB6000-D Velocidad: 40-6000 rpm Capacidad: 20 litros</p> 
<p>Pipeta graduada de 25 ml</p> 	<p>Sorbona</p> <p>Marca: BIOBASE Modelo: FH1000(X) Soplador: Ventilador centrífugo</p> 
<p>Balones de aforo</p> 	<p>Estufa</p> <p>Marca: MEMMERT Modelo: FC-L. INV-015 Temperatura máxima: 300°C Temporizador: 1 – 99 días</p> 
<p>Botellón plástico</p> 	<p>pH metro</p> <p>Marca: Fisher Scientific Modelo: Accumet XL 150</p> 

<p>Imanes de Neodimio</p> 	<p>Espectrofotómetro UV-Visible</p> <p>Marca: Thermo Scientific Modelo: GENESYS 10S Resolución máxima: 800nm Software de análisis: Thermo Scientific</p> 
<p>Frascos de vidrio</p> 	<p>Espectrofotómetro FT-IR</p> <p>Marca: Jasco Modelo: FT/IR-4100 Resolución máxima: 0.9 cm-1 Software de análisis: Spectra Manager</p> 
<p>Vasos de precipitación</p> 	<p>Sonicador</p> <p>Marca: Branson Modelo: CPXH Frecuencia: 40 Hz Capacidad: 2.8 litros Temporizador: 60 minutos</p> 
<p>Espátula</p> 	<p>Agitador-Calentador Magnético</p> <p>Marca: Fisher Scientific Modelo: C1928150310708H Temperatura máxima: 300 °C Peso Máximo: 2 L Velocidad Máxima: 2500 rpm Dimensiones: 21 x 13.3 x 11.1cm</p> 
<p>Tubos de ensayo</p> 	<p>Microscopio electrónico de barrido</p>

	<p>Marca: JEOL Modelo: JSM-IT500HR Software de análisis: Deben Chamberscope Sensibilidad: Alta, con análisis de alta resolución espacial</p>	
--	---	---

Realizado por: Freire, S, 2023.

3.6.3. Metodología experimental

3.6.3.1. Esterilización de materiales

Para llevar a cabo la síntesis de magnetita la limpieza de los materiales es fundamental, ya que así se logrará magnetita de con un alto porcentaje de pureza. Los materiales utilizados pueden presentar residuos restantes de usos anteriores, mismos que pueden afectar la pureza y fuerza magnética de las nanoestructuras, por lo cual la limpieza se realiza de la siguiente manera:

Se debe preparar una mezcla neutra de agua y jabón a una relación 3:1 y con la ayuda de cepillos se lavó los materiales cuidadosamente para evitar romperlos, seguidamente se procedió a enjuagarlos con agua destilada, se dejó escurrir en una toalla limpia sobre el mesón.

Posteriormente en una estufa a 70°C se introdujo los materiales de vidrio durante 10 minutos, luego se enfriaron a temperatura ambiente. A continuación, se prepara una solución de agua regia, que es una combinación de ácido clorhídrico y ácido nítrico en relación 3:1, y se impregna toda la cristalería con esta solución, luego se realizó varios enjuagues con agua destilada para finalmente introducirles nuevamente en la estufa durante 20 minutos y dejarlos que se enfríen a temperatura ambiente para utilizarlos.

3.6.3.2. Síntesis de nanopartículas de magnetita

En la obtención de nanopartículas de magnetita se realizó varios ensayos por el método de coprecipitación química siguiendo diferentes técnicas de síntesis estudiadas en la literatura. Para corroborar los tamaños de las partículas sintetizadas en el microscopio de fuerza atómica (AFM), de manera rápida, se contó con la ayuda de la Escuela Politécnica Nacional. A continuación, se describirán las técnicas de síntesis utilizadas en los ensayos y el número de muestras enviadas:

3.6.4. Técnicas de síntesis realizadas

3.6.4.1. Primer ensayo: 4 muestras

El procedimiento de síntesis utilizado se basa en los estudios realizados por Vera Francisco (2018, p. 77) y Toala Paola (2019, p.44), el cual consiste en colocar 36 ml de agua destilada en un Erlenmeyer, pesar 0,5838 g de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, 0,2147g de $FeCl_2 \cdot 4H_2O$, 0,8986 g de $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$ y 9,6 g de NaOH. Tanto el Cloruro férrico, ferroso y el Sulfito de Sodio se agregaron al matraz Erlenmeyer y se cubrió con papel aluminio, se colocó en un agitador-calentador magnético durante 30 minutos para que se mezclen correctamente.

Luego se procede a calentar la mezcla a 60 °C y se agrega con la ayuda de una pipeta 1,8 ml de ácido oleico y se continúa agitando durante 10 minutos. En un vaso de precipitación se mezcló el Hidróxido de Sodio con 300 ml de agua destilada y manteniendo la agitación magnética y la temperatura máximo en 60 °C se agregó la solución de hidróxido de sodio a la mezcla inicial y se continúa agitando durante 30 minutos, pasado este tiempo se continúa la agitación a temperatura ambiente durante 30 minutos más.

Se realiza la purificación, es decir se retira la fase acuosa para cambiarla por un medio de suspensión diferente para formar así el ferro-fluido, para lo cual se procede a retirar el magneto de la solución y se divide en vasos de precipitación, para acelerar este proceso se coloca imanes de neodimio al fondo de los vasos de precipitación, ya que así a partir de un campo magnético las NPMs serán atraídas, con la ayuda de una pipeta se separó la mayor cantidad de fracción acuosa posible con cuidado de no desperdiciar las NPMs, una vez descartada la fase acuosa se agregó etanol y se continúa lavando con agua destilada, con un máximo de 3 enjuagues. Con esta ruta de síntesis se preparó 4 muestras, variando la cantidad de NaOH y secando en la estufa a 70 °C.

Tabla 5-3: Variación de NaOH

NaOH sin duplicar	NaOH duplicado	
Muestra 1	Muestra 4	Líquida
Muestra 2	Muestra 3	Seca

Realizado por: Freire, S, 2023.



Ilustración 1-3: Síntesis de NPMs, variando NaOH

Realizado por: Freire, S, 20223



Ilustración 2-3: Proceso de decantación y purificación de NPMs

Realizado por: Freire, S, 2023.

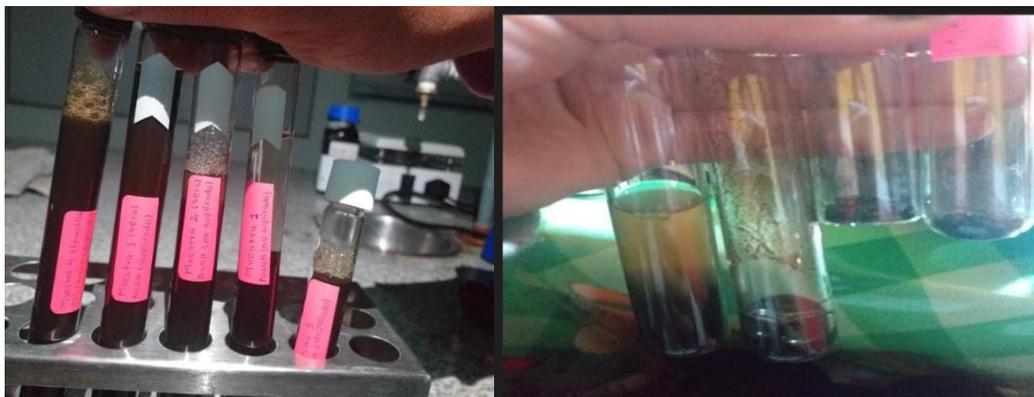


Ilustración 3-3: Muestras obtenidas de la Síntesis de NPMs, variando NaOH

Realizado por: Freire, S, 2023.

3.6.4.2. Segundo ensayo: 5 muestras

• Muestra 1

La ruta de síntesis utilizada para esta muestra de NPMs (magnetita) es la descrita anteriormente en el primer ensayo, a diferencia que en esta vez se duplican las cantidades de cada reactivo, puesto que la investigación se enfoca en la producción a escala de magnetita. Adicionalmente se introduce la solución de ferrofluido en un baño ultrasónico por 30 minutos, de modo que en este proceso se rompe los aglomerados de partículas con la finalidad de obtener nanoestructuras con una distribución de tamaño uniforme. Es así como en la siguiente tabla 6-3 se especifican las cantidades de cada reactivo:

Tabla 6-3: Datos de la cantidad de reactivos para la síntesis

Reactivo	Cantidad (masa, volumen)
$C_{18}H_{34}O_2$	3,6 ml
H_2O	72 ml
$(FeCl_3 \cdot 6H_2O)$	1,1676 g
$(FeCl_2 \cdot 4H_2O)$	0,4294 g
$(Na_2SO_3 \cdot 7H_2O)$	1,7972 g
NaOH	19,2 g

Realizado por: Freire, S, 2022.





Ilustración 4-3: Síntesis y purificación de NPMs (magnetita), cantidad de reactivos duplicadas

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 2**

Para la obtención de esta muestra se siguió el proceso descrito por Vera Francisco (2018, p. 77) y Toala Paola (2019, p.44), con una variación en los reactivos, es decir no se utilizó en la co-precipitación $FeCl_2 \cdot 4H_2O$, ya que se consideró que sin este reactivo si se puede formar una solución de color negro, la cual confirma la presencia de magnetita. Así pues, se formó una disolución solo con cloruro $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ y $Na_2SO_3 \cdot 7H_2O$ en una solución alcalina de hidróxido de sodio.

- **Muestra 3**

El proceso químico que se siguió para dicha muestra fue la descrita en una investigación publicada por la Escuela Politécnica Nacional, la cual consistió en aumentar la cantidad de nanopartículas de magnetita obtenidas por el método de co-precipitación química, disminuyendo el tamaño y la distribución de las partículas, mediante la variación de la velocidad y el tiempo de reacción, teniendo en cuenta estas dos variables, según los resultados reportados, el mejor rendimiento de magnetita se obtiene en un tiempo de 45 minutos a una velocidad de 1000 rpm. Es así como, para ello primeramente se preparó soluciones de 1.28 M de $(FeCl_3 \cdot 6H_2O)$ de 99% de pureza, 0,64 M de $(FeCl_2 \cdot 4H_2O)$ y 0,01 M de HCl de 37 % de pureza, en balones de aforo de 25 ml, la disolución de NaOH de 99% de pureza en un balón de aforo de 250ml a una concentración de 0,9 M. A continuación, en un vaso de precipitación de 1000 ml se agregó la solución alcalina y por goteo se va añadiendo las disoluciones de las sales ferrosas, bajo agitación magnética vigorosa de 1000 rpm por 45 minutos a 50°C. Seguidamente el polvo negro precipitado se aisló aplicando un campo magnético externo y el sobrenadante se removió del precipitado por decantación. Finalmente, el polvo se lavó 4 veces con agua destilada y para neutralizar la carga aniónica de la superficie de las partículas obtenidas se agregó una solución de 0,01 M de HCl.



Ilustración 5-3: Esquema del equipo utilizado; a) Embudo de separación, b) agitador vertical, c) calentador, d) vaso de precipitación.

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 4**

En esta muestra se aplicó el mismo proceso descrito por (Vera Francisco, 2018, pp. 77) y (Toala Paola, 2019, p.44) con una variación al momento de añadir la solución de NaOH en la disolución de las sales ferrosas, es decir, la forma que se utilizó fue por goteo debido a que esto hace que el tamaño y superficie de las partículas posean mejores características al momento de realizar su respectivo análisis.

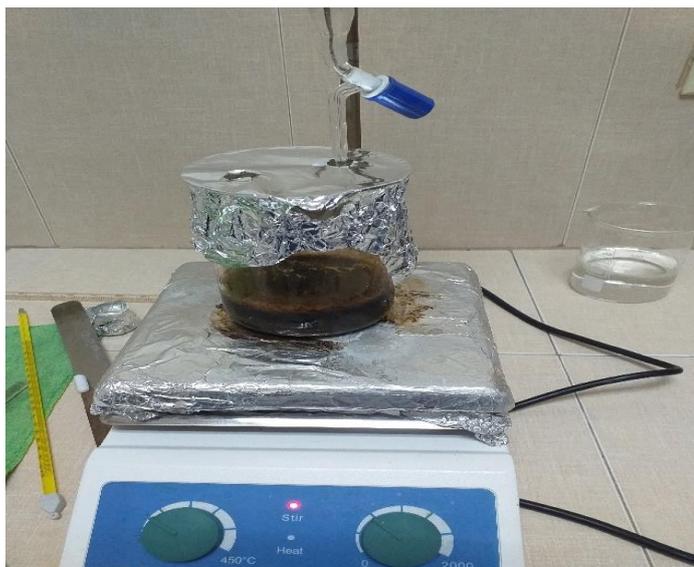


Ilustración 6-3: Síntesis de nanomagnetita con NaOH por goteo

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 5**

El procedimiento químico de la síntesis utilizado en la obtención de esta muestra se basa en la metodología propuesta por Kavaz et al. (2010, p. 30) que hace uso del método de co-precipitación que se detalla a continuación:

En un balón de aforo se prepara una solución de amoníaco (NH_3) al 25% 1M; luego con la ayuda de una balanza se pesa 2,68 g de ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$) y 6,8 g de ($FeCl_2 \cdot 4H_2O$), para disolver en 200 ml de agua destilada, posteriormente la solución de Fe^{+3}/Fe^{+2} se lleva hasta el agitador vertical a 750 rpm por un tiempo de 100 minutos y a temperatura ambiente. A continuación, por medio de una pera de decantación se va agregando gota a gota la solución de (NH_3), hasta que la mezcla se torne de color negro lo que indica la formación de magnetita.



Ilustración 7-3: Síntesis de NPs de magnetita

Realizado por: Freire, S, 2023.

Purificación de NPMs (magnetita)

La purificación se realiza con la finalidad de eliminar la mayor cantidad de fase acuosa generada en la síntesis de magnetita para posteriormente realizar las técnicas de caracterización pertinentes logrando comprobar tamaños y composición. La solución resultante se separó mediante decantación magnética, es decir se colocaron imanes de neodimio en el fondo de los vasos de precipitación, además de un imán a los costados para que las NPMs fueran atraídas por el campo magnético hacia el fondo y costado del vaso, el sobrenadante se retira del precipitado (Fe_3O_4) con la utilización de una jeringa de 100ml. Posteriormente se lava la solución con agua destilada, se procede a tomar el pH de la solución y se lava hasta llegar a un pH neutro.

3.6.4.3. Tercer ensayo: 2 muestras

En este punto de la investigación ya se obtuvieron los resultados de la caracterización por microscopía de fuerza atómica de las muestras enviadas a la Escuela Politécnica Nacional y se

seleccionó el proceso con el cual se obtuvieron resultados favorables de tamaños de las partículas sintetizadas. El proceso químico fue el descrito por Kavaz et al. (2010, p. 30). Entonces en este ensayo para la obtención de las muestras se repitió el procedimiento con la diferencia que se aumentó la cantidad de reactivos, además que la velocidad y el tiempo de agitación también tuvo un cambio debido a la cantidad de volumen de las sustancias. Así pues, se pesa 40.8 g de $(FeCl_3 \cdot 6H_2O)$ y 16.08 g de $(FeCl_2 \cdot 4H_2O)$, en 1200ml de agua destilada, posteriormente la solución de sales ferrosas se coloca en el agitador vertical a 2000 rpm por un tiempo de 100 minutos y a temperatura ambiente. A continuación, por medio de una pera de decantación se va agregando gota a gota la solución de (NH_3) , luego de la obtención de la solución, se lava la muestra con ácido acético hasta un pH neutro. Finalmente, el ferrofluido se lo somete a un baño ultrasónico de 30 minutos y se seca. Como se menciona se obtuvieron dos muestras M1 y M2. M1 solamente se secó en la estufa y M2 además de secar en la estufa, se calcinó en el horno a una temperatura de 200 °C. Estas dos muestras se caracterizaron por Microscopía electrónica de barrido (SEM), para ello se necesita que las muestras estén en estado sólido.



Ilustración 8-3: Síntesis y purificación de NPs de magnetita incrementando cantidad de reactivos

Realizado por: Freire, S, 2023.

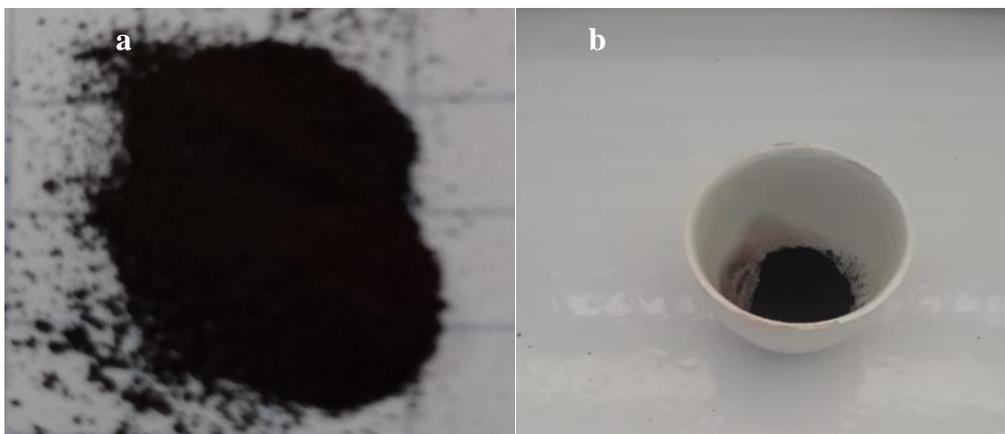


Ilustración 9-3: NPs de magnetita; a) M1 muestra seca y b) M2 muestra calcinada

Realizado por: Freire, S, 2023.

3.6.4.4. Cuarto ensayo: 1 muestra

El objetivo de esta investigación es obtener una cantidad considerable de nanomagnetita, así pues, el proceso químico que fue seleccionado es gracias a sus ventajas, sencillez y facilidad del control de las variables en la solución de ferrofluido lo que incide sobre el tamaño de las partículas. Este proceso está basado en lo expuesto por Kavaz et al. (2010, p. 30), es así como, se va aumentando la cantidad de los reactivos, sales ferrosas, agua destilada y amoníaco. Por tanto, previamente se realizó los cálculos estequiométricos, para tomar las cantidades respectivas, para producir idealmente 150 g de magnetita (Fe_3O_4). Entonces se preparó la solución de NH_3 , con 391,01 ml de NH_3 al 25 % en 5000 ml de agua destilada, posteriormente se pesó 128,80 g de ($FeCl_2 \cdot 4H_2O$), 361,06 g de ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$), para disolver en 4000 ml de agua destilada, para proceder a la agitación de este volumen de solución se monitoreó el agitador vertical a 3000 r.p.m. durante 100 minutos.

3.6.4.5. Quinto ensayo: 1 muestra

Para sintetizar esta muestra se repitió el método ya propuesto, con las cantidades de reactivos del tercer ensayo a diferencia que luego de obtener el ferrofluido se liofilizó, ya que al secar en la estufa las partículas se aglomeran. La liofilización es un proceso que consiste en separar el agua (u otro solvente) de una solución mediante congelación y posterior sublimación del hielo a presión reducida.

3.6.4.6. Caracterización de NPMS (magnetita)

Para lograr observar las propiedades físicas y químicas como tamaño y composición que presentan las NPs de magnetita obtenidas en la síntesis por co-precipitación química, se llevó a cabo mediante el análisis de las técnicas de caracterización descritas a continuación:

- **Espectroscopia de Infrarrojo (IR)**

En este tipo de caracterización se obtiene un espectro, en el cual se logra observar los grupos funcionales que componen las NPMs (magnetita). Para iniciar el análisis el equipo debe estar limpio y calibrado según el espectro que proporciona las instrucciones para analizar, a continuación, se coloca con una pipeta pasteur la magnetita en forma líquida, ferrofluido, en el porta muestras del espectroscopio, se cierra el equipo con el cristal asegurado para evitar interferencias en la lectura y así obtener un espectro de las bandas de absorción suscitadas por las vibraciones entre los átomos del compuesto que se está analizando, mediante un software que está incluido en el equipo se procesa los datos y proporciona los resultados del análisis.

- **Microscopía de fuerza atómica (AFM)**

Para verificar las condiciones del método de síntesis utilizado en la producción de NPMs (magnetita) se contó con la ayuda de la Escuela Politécnica Nacional que recibió las muestras en 2 etapas: en la primera etapa 4 muestras y en la segunda 5 muestras de ferrofluido para su análisis en el microscopio de fuerza atómica. Se obtuvieron imágenes de resolución del tamaño de las partículas.

- **Microscopía electrónica de barrido (SEM)**

Para analizar la muestra en el microscopio electrónico de barrido éstas deben estar en su totalidad secas. Así pues, se procedió a raspar la muestra y el polvo extraído se coloca en el porta muestras del microscopio, la cual cuenta con una cinta doble faz negra que permite observar el tamaño y composición de magnetita sintetizada. Una vez con los resultados obtenidos mediante ImagenJ se analiza la media del tamaño de nanomagnetita.

CAPÍTULO IV

4. MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

4.1. Resultados de la síntesis de NPMs (Fe_3O_4)

4.1.1. *Propiedades magnéticas*

De manera cualitativa se demostró las propiedades magnéticas de las nanopartículas sintetizadas, colocándole un imán en la parte inferior del recipiente que contenía tanto las partículas secas como en ferrofluido. Como se visualiza en la ilustración 13-4, las estructuras son fuertemente atraídas a un campo magnético externo. Por lo cual se puede verificar que las partículas sintetizadas tienen propiedades superparamagnéticas.



Ilustración 1-4: Propiedades magnéticas de NPs sintetizadas en solución y secas.

Realizado por: Freire, S, 2023.

4.1.2. *Caracterización mediante espectroscopia infrarrojo (IR)*

En este tipo de caracterización se identifican los grupos funcionales más representativos de las muestras sintetizadas, todos los espectros en su mayoría presentan los mismos grupos funcionales, así como también las bandas de transmitancia se encuentran en un rango similar. Para representar esta caracterización a continuación, se presentan los espectros de las muestras sintetizadas.

4.1.2.1. Espectros: primer ensayo

Como ya se mencionó anteriormente en este ensayo se tienen 4 muestras, pero se presenta solo un espectro, ya que se realizó el análisis IR solo a las muestras que se encontraban en estado líquido, es decir a las muestras 1 y 4, pero en dichas muestras se observó un espectro similar, debido a que la diferencia es que se duplica el NaOH. Se identificaron los mismos grupos funcionales en rangos iguales de las bandas de transmitancia. En la ilustración se observa el espectro que relaciona la transmitancia (%T) y el número de onda de 4000 a 520 cm^{-1} . Se identifica que la banda de 3355,53 cm^{-1} es característica del grupo (OH), en la banda 2113,6 cm^{-1} se aprecia la presencia de un enlace ($C\equiv C$), la banda 1643,05 cm^{-1} indica un acoplamiento fuerte de hidrocarburos representado por un enlace doble ($C=C$). En 1392.35 cm^{-1} se muestra una banda muy intensa que corresponde a las vibraciones de flexión asimétricas del enlace (C-H), también se aprecia vibraciones de estiramiento responsables de la unión de (C-O) en la banda 1045,23 cm^{-1} (Salazar & Martínez, 2017, pp. 8-12); (Survell, 2006, pp. 4-9). Por último, las bandas comprendidas entre 578.54 cm^{-1} y 539.97 cm^{-1} , se atribuyen a los enlaces de estiramiento de la unión de (Fe-O), estos son óxidos de hierro que se encuentran en la coraza de las NPMs (Cuadrado, 2017, pp.3-6).

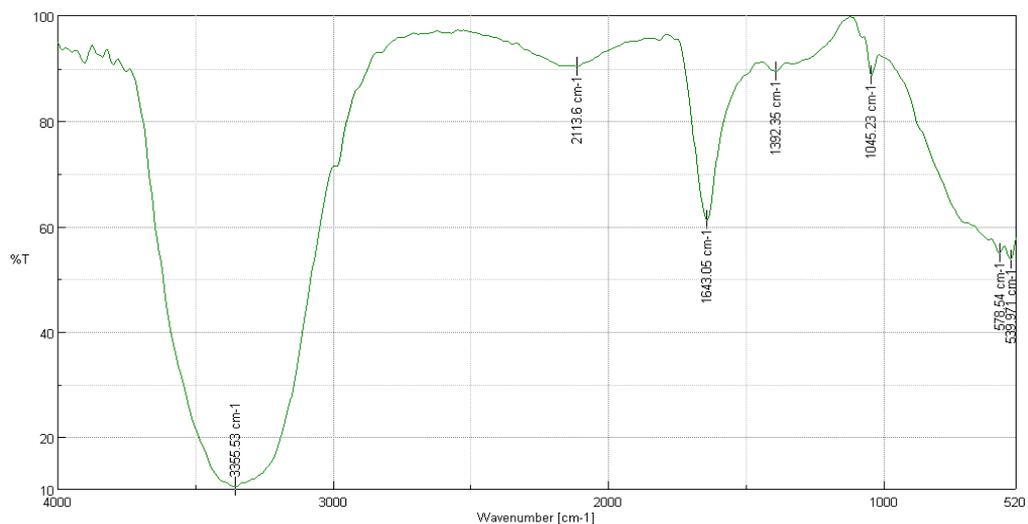


Ilustración 2-4: Espectro IR obtenido de las NPMs, primer ensayo

Realizado por: Freire, S, 2023.

4.1.2.2. Espectros: segundo ensayo

• Muestra 1

Las bandas de absorción proporcionadas por las vibraciones de los grupos funcionales más representativos en el ferrofluido de la magnetita se muestran en la ilustración 15-4. En el espectro se visualiza la vibración del grupo hidroxilo (OH) en la banda $3351,68\text{ cm}^{-1}$, por consiguiente, se puede denotar bandas de intensidad media en $2892,7\text{ cm}^{-1}$ y $2830,9\text{ cm}^{-1}$ respectivamente, atribuidas a las vibraciones asimétricas de estiramiento del enlace (C-H), en la vibración de $2156,03\text{ cm}^{-1}$ indica un enlace (C≡C). La banda $1639,2\text{ cm}^{-1}$ señala el estiramiento del grupo (C=C). El rango de banda de 1400 hasta 1700 cm^{-1} está representado por un grupo de vibraciones relacionadas con el O, estas pueden ser, -C=O, -COO, COOH, dichas bandas se producen en consecuencia al uso del surfactante (ácido oleico), en la síntesis de NPMs. Además, $1222,65\text{ cm}^{-1}$ se logra observar una banda que representa a las vibraciones del enlace (C-N) y finalmente la vibración (Fe-O) está presente en la banda de $605,53\text{ cm}^{-1}$ (Cuadrado, 2017, pp. 3-5); (Salazar & Martínez, 2017, pp. 5-8). En este espectro descrito se puede visualizar más vibraciones en comparación con el anterior debido a que en este espectro la muestra se introdujo al sonicador, lo cual hace que las moléculas se separen de mejor manera para evitar la aglomeración.

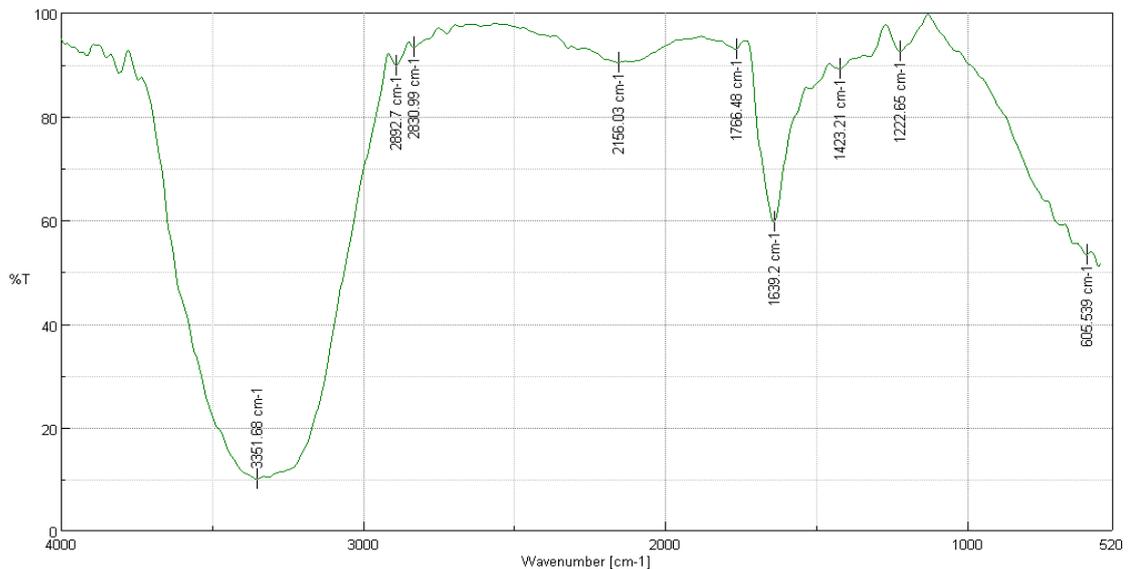


Ilustración 3-4: Diagrama esquemático IR obtenido de NPMs, segundo ensayo muestra 1

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 2**

Los grupos funcionales visualizados en el espectro de la ilustración 16-4, son OH en la banda $3320,82\text{ cm}^{-1}$, en $2121,31\text{ cm}^{-1}$ una vibración baja del grupo de hidrocarburos alquilo ($\text{C}\equiv\text{C}$), así también se observa un estiramiento del enlace ($\text{C}=\text{C}$) en $1639,2\text{ cm}^{-1}$, una vibración del enlace ($=\text{C}-\text{H}$) se representa en la banda $701,962\text{ cm}^{-1}$ (Survell, 2006, pp.7-8). La banda $644,108\text{ cm}^{-1}$ corresponde a la vibración de estiramiento de ($\text{Fe}-\text{O}-\text{Fe}$), característico de la Hematita, ya que este compuesto se encuentra en un rango de bandas de $623\text{ a }709\text{ cm}^{-1}$, por lo descrito se supone que en este espectro no se obtuvo magnetita porque se produjo una oxidación formando así la Hematita (Cuadrado, 2017, párr. 5).

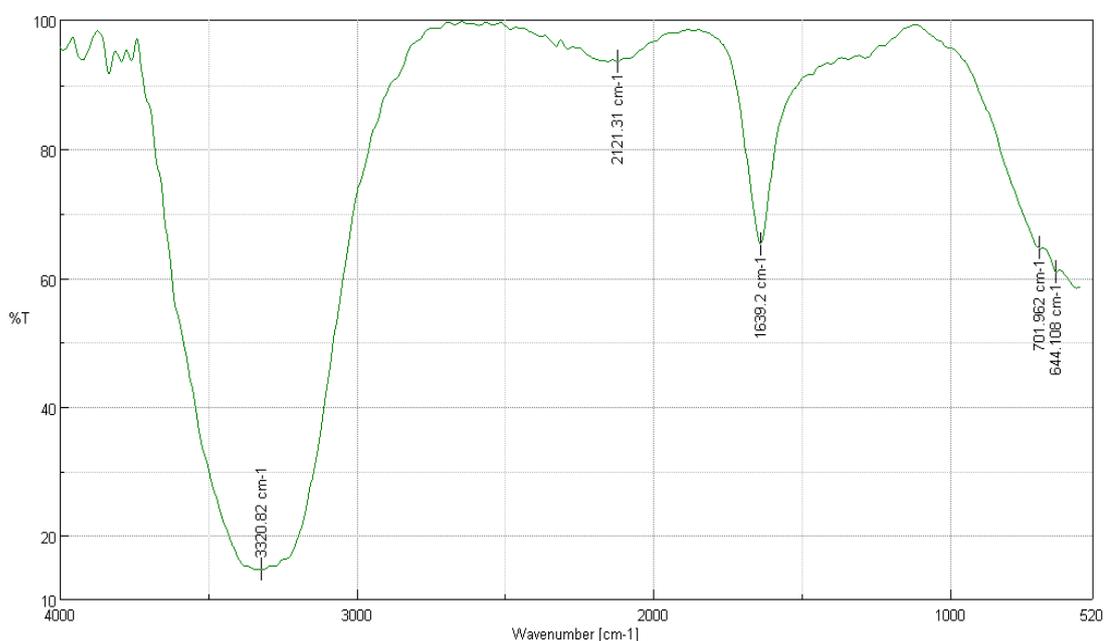


Ilustración 4-4: Diagrama esquemático de IR obtenido de NPMs, segundo *ensayo*, muestra 2.

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 3**

Se observa en el diagrama espectral las vibraciones del grupo hidroxilo (OH) en $3340,1\text{ cm}^{-1}$, una intensidad baja de vibración del enlace alquilo ($\text{C}\equiv\text{C}$) en $2171,45\text{ cm}^{-1}$, en la banda $1643,05\text{ cm}^{-1}$ el enlace de hidrocarburos saturados ($\text{C}=\text{C}$), en $1411,64\text{ cm}^{-1}$ y $1045,23\text{ cm}^{-1}$ se visualiza un estiramiento medio del grupo carboxílico (CO). En la última vibración de $613,26\text{ cm}^{-1}$ se constata que existe la presencia de un enlace $\text{Fe}-\text{O}-\text{Fe}$, es decir que se puede atribuir esta banda de absorción a la hematita ya que por la magnetita se encuentra máximo hasta el rango de 610 cm^{-1} (Cuadrado, 2017, párr. 7).

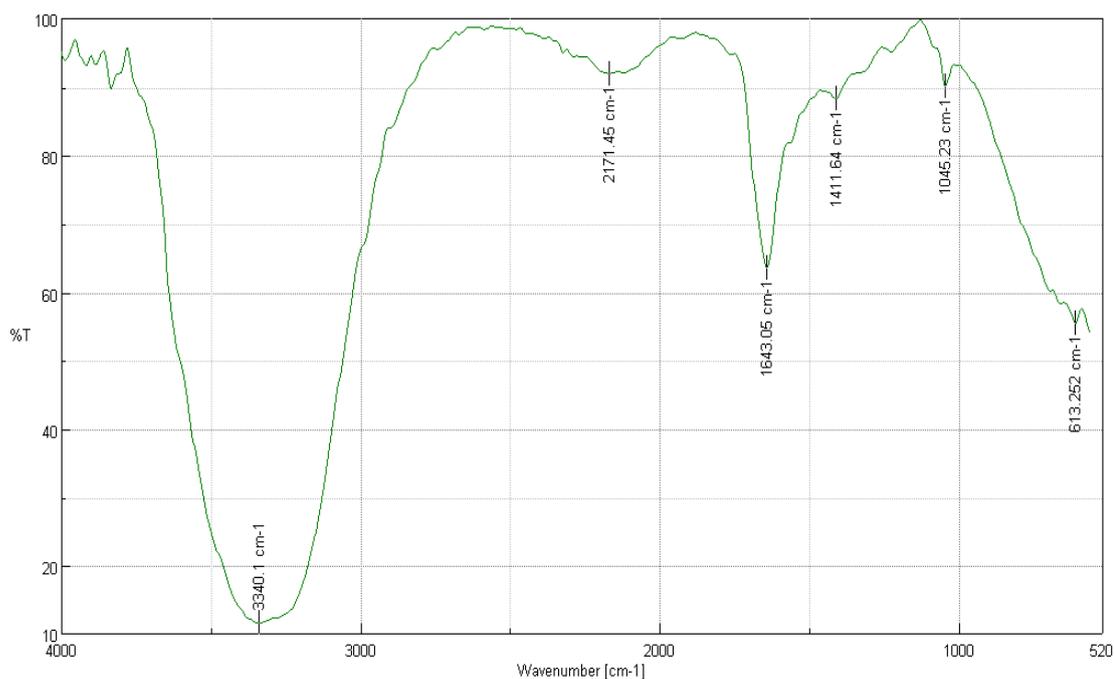


Ilustración 5-4: Diagrama esquemático de IR obtenido de NPMs, segundo ensayo, muestra 3.

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 4**

Este espectro es similar al espectro de la muestra en el primer ensayo, ya que la variación aplicada para esta muestra 4, fue agregar la solución de hidróxido de sodio por goteo, para lograr un mejor tamaño y que la carga aniónica de la superficie de las nanopartículas se estabilice. Es así que se denota los grupos funcionales como (OH), (C=C), (C-H), (C-O) y la vibración de un estiramiento del grupo de los óxidos de hierro (Fe-O), que representa la magnetita.

- **Muestra 5**

El ferro-fluido de esta muestra representa el diagrama espectral en el que se visualiza las vibraciones generadas por los grupos funcionales presentes. La banda $3340,1 \text{ cm}^{-1}$ es característica del grupo hidroxilo (OH), en la banda $2152,17 \text{ cm}^{-1}$ se observa un estiramiento bajo de la vibración del enlace (C≡C), un acoplamiento fuerte de hidrocarburos del enlace (C=C) se aprecia en la banda $1639,2 \text{ cm}^{-1}$ y finalmente el pico de $609,396 \text{ cm}^{-1}$ se atribuye a la interacción vibracional del enlace Fe-O, que es característico de la magnetita.

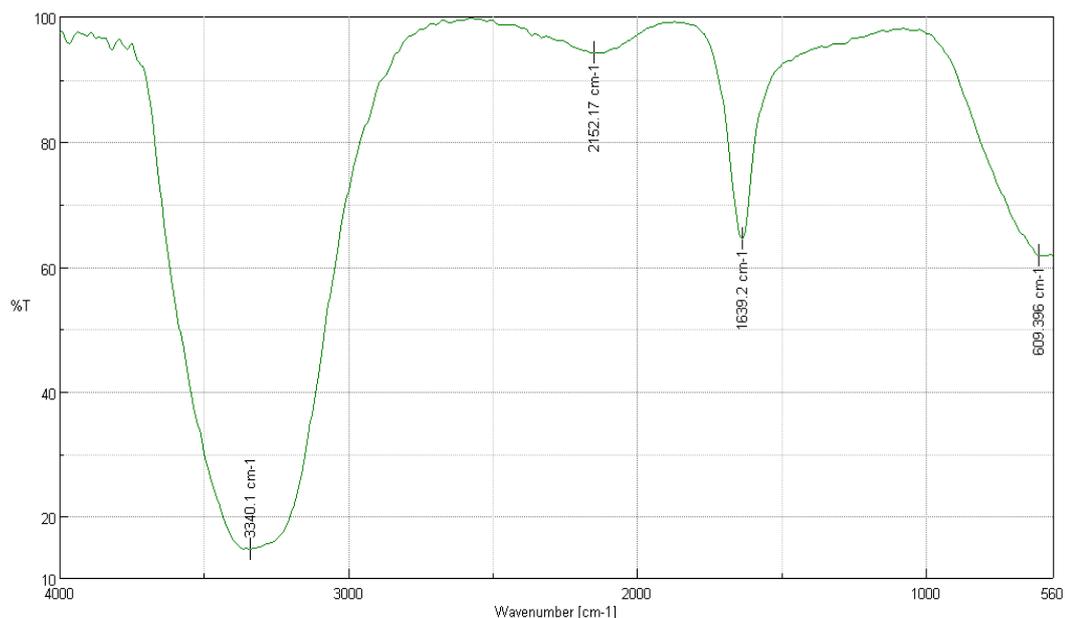


Ilustración 6-4: Diagrama esquemático de IR obtenido de las NPMs, segundo ensayo, muestra 5

Realizado por: Freire, S, 20223

Los ensayos de síntesis siguientes presentan el diagrama espectral de la muestra 5 del ensayo 2 ya que como se mencionó anteriormente, se seleccionó la técnica más viable, sencilla y con la cual se podía obtener todos los reactivos necesarios para el proceso de síntesis.

Para un mejor reconocimiento de todas estas bandas características se pueden comprobar de mejor manera a través de las bases de datos que están en bibliotecas virtuales dentro del equipo de caracterización, de forma on-line o en diversas bibliografías que acumulan reportes de la persistencia de las bandas en sus investigaciones (Survell, 2006, pp- 5-6).

4.1.3. Microscopía de fuerza atómica (AFM)

Para determinar el tamaño de las partículas sintetizadas se utilizó el microscopio de fuerza atómica, el cual caracteriza superficie línea por línea generando una imagen de resolución escaneada de la muestra en función de la posición. A continuación, se presenta las imágenes obtenidas del análisis AFM correspondientes al ensayo 2.

4.1.3.1. Imágenes AFM de NPMs

- **Muestra 1**

Esta muestra homogénea presenta el tamaño de la partícula, la cual se encuentra en una escala nanométrica de 10 a 20 nm, se puede verificar que el método utilizado es aceptable, eficiente y aplicable para la obtención de este tipo de nanoestructuras.

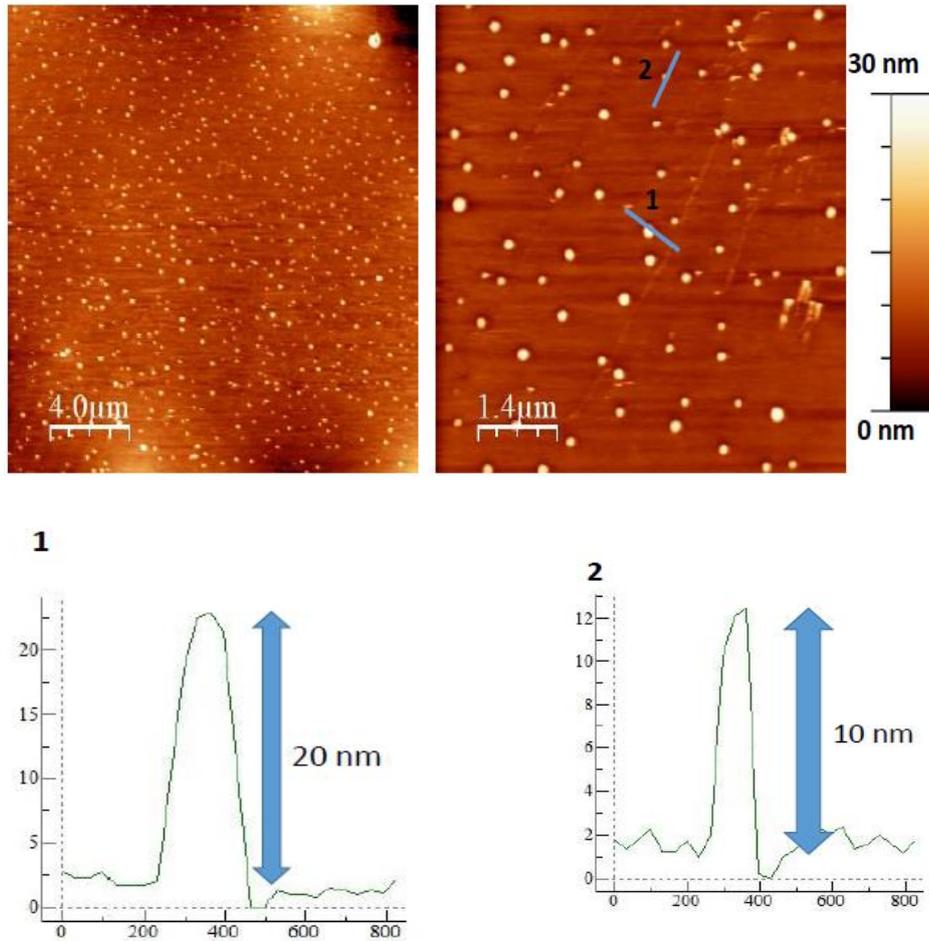


Ilustración 7-4: Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 1

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 2**

En la ilustración 20-4 se aprecia una muestra heterogénea, ya que los perfiles de las nanopartículas exhiben alturas (diámetros) de 6 nm a 90 nm.

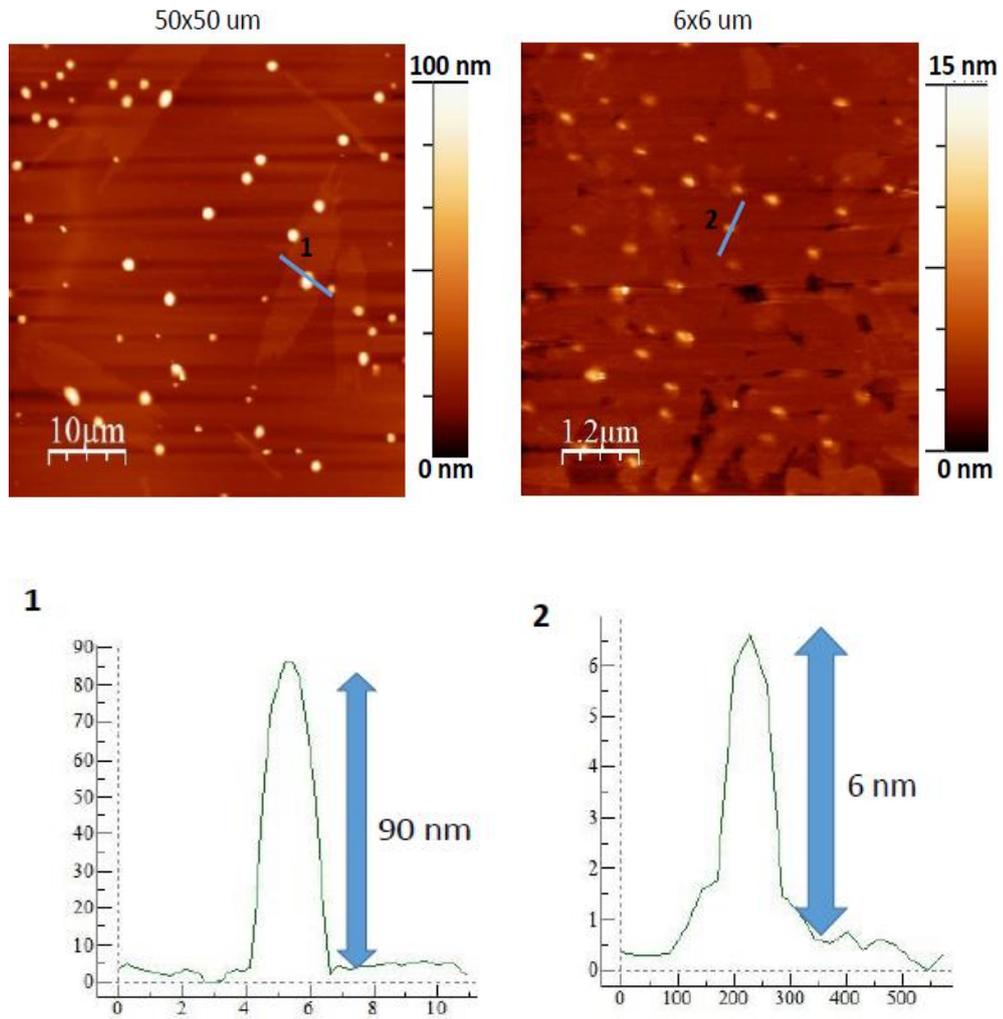


Ilustración 8-4: Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 2

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 3**

En este gráfico se evidencia una mezcla heterogénea sin la presencia de estructuras nanométricas, ya que los perfiles de las partículas muestran elementos muy grandes, de por encima de 250 nm, además que los agregados grandes eran muy visibles y se podían observar con un microscopio óptico en la solución de ferro-fluido.

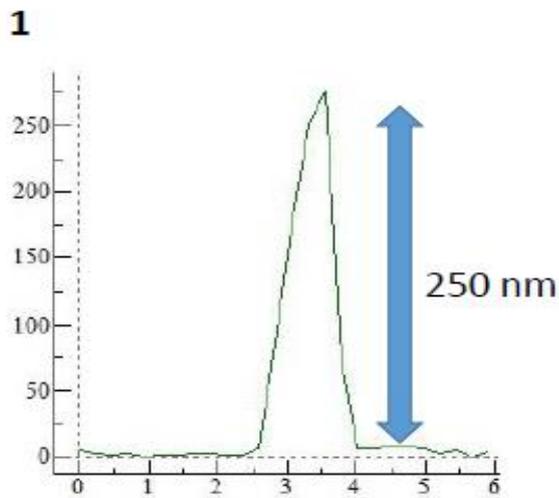
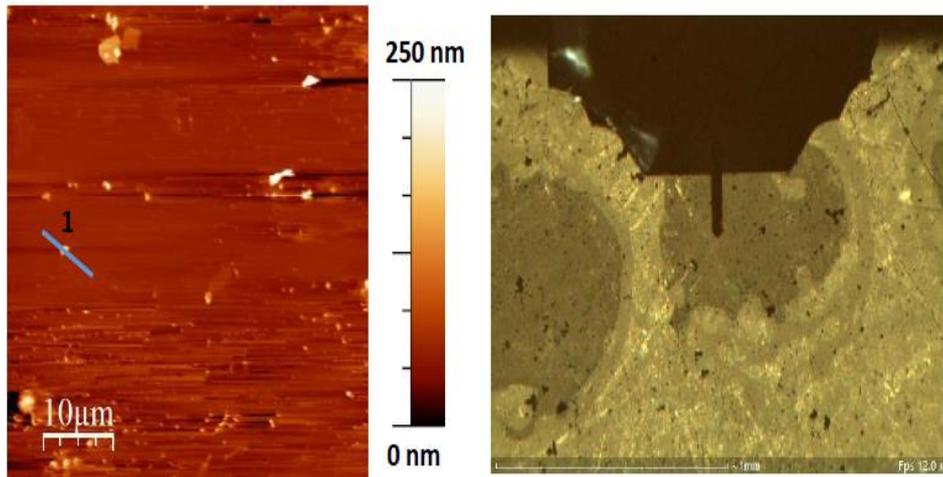


Ilustración 9-4: Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 3

Realizado por: Freire, S, 2023.

- **Muestra 4**

La solución de ferrofluido de esta muestra es heterogénea, los perfiles de las nanoestructuras exhiben alturas de 45 nm a 350 nm, aparte de las partículas se observó residuos orgánicos.

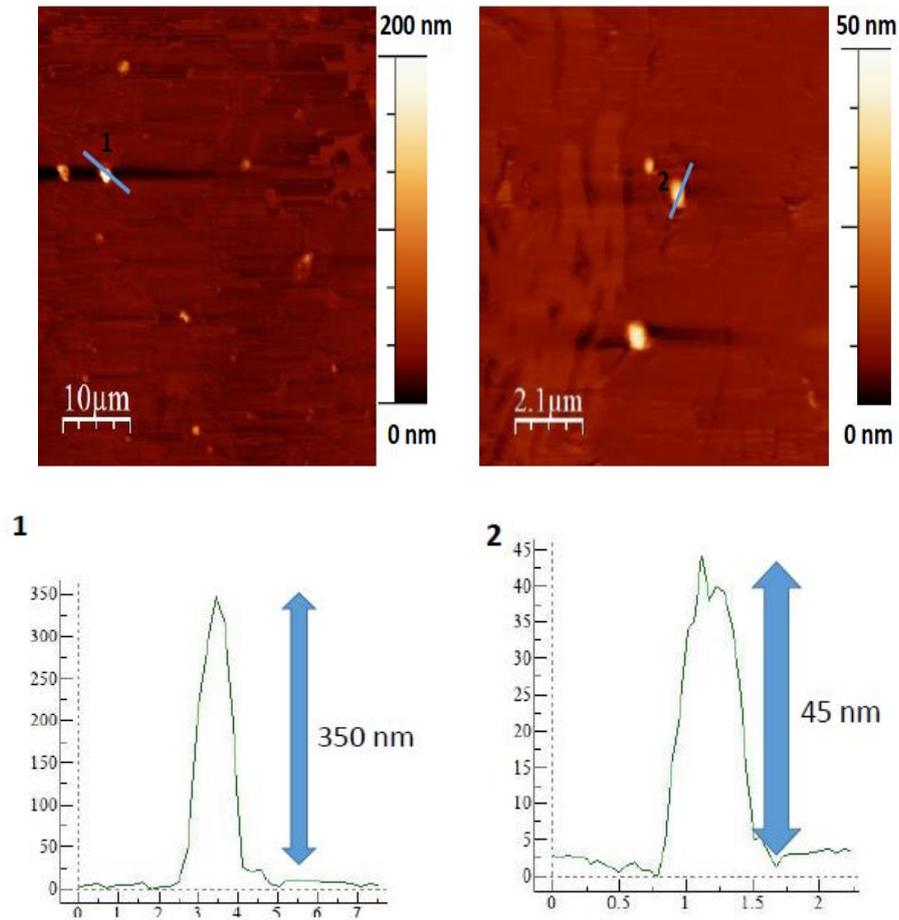


Ilustración 10-4: Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 4

Realizado por: Freire, S. 2023.

- **Muestra 5**

La técnica de síntesis aplicada para obtener esta muestra es favorable ya que la solución de ferrofluido es homogénea y además presenta perfiles de tamaños de 12 nm a 25 nm, tamaños propicios para aplicaciones futuras.

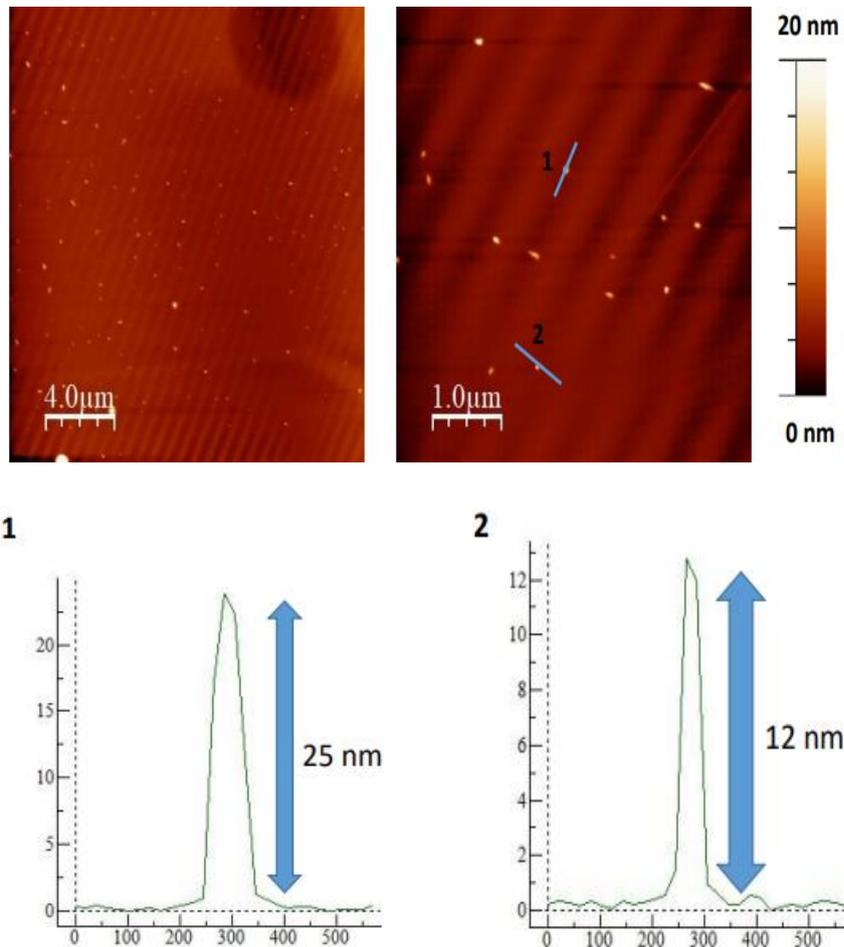


Ilustración 11-4: Imágenes y componentes de AFM de NPMs (magnetita), muestra 5

Realizado por: Freire, S, 2023.

4.1.4. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Se realizaron varias visualizaciones de las NPMs en el microscopio electrónico de barrido con un voltaje de 5.0 kV y con una magnificación de 500 y 100 μm como se observa en las ilustraciones. Este tipo de análisis se realizó a las muestras del tercero y quinto ensayo, ya que con este se deseaba verificar el tamaño de las partículas sintetizadas al aumentar la cantidad de volumen de los reactivos.

4.1.4.1. Imágenes SEM: tercer ensayo

Como ya se mencionó en la descripción de este ensayo se realizó dos muestras: M1 (seca) y M2 (seca y calcinada), se observó en el SEM que no hubo diferencia alguna ya que ambas muestras presentan aglomeración, una distribución de tamaño heterogénea, y además exhiben una forma irregular semejante a cristales debido a la naturaleza de la magnetita. Así pues, se eligió la mejor imagen para representar estas dos muestras; para analizar el tamaño de partícula se utilizó el programa ImageJ, y con un total de 85 mediciones (Anexo D), y se visualiza que el tamaño de partícula promedio es de $54\ \mu\text{m}$ aproximadamente, el cual no cumple con la escala nanométrica. Esto se debió a la naturaleza magnética de las partículas, al proceso de secado que se realizó para la observación en el microscopio electrónico de barrido y a la cantidad de volumen aumentado de los reactivos, lo cual no evidenció el tamaño real por la aglomeración existente.

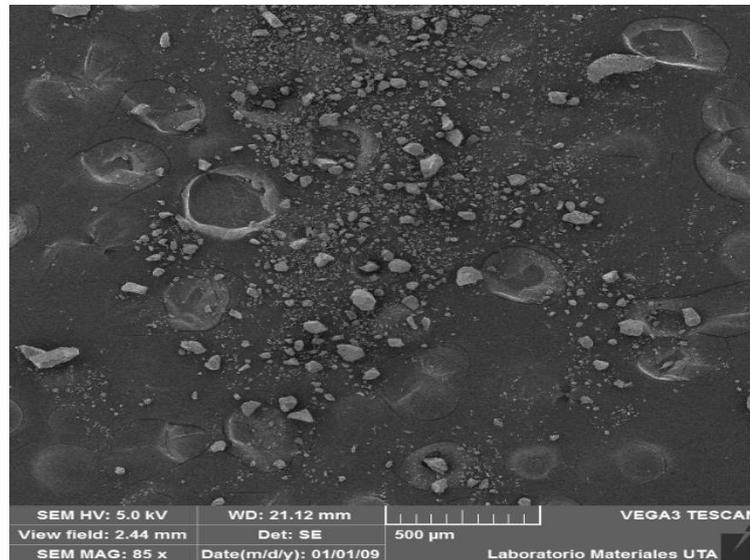


Ilustración 12-4: Imagen SEM con un aumento de $500\ \mu\text{m}$ de las NPMs

Realizado por: Freire, S, 2023

Una vez obtenido los datos de los tamaños de partículas que se pueden observar en las imágenes se realizó una distribución de tamaño mediante un histograma representado en la ilustración 25-4, que indica como resultado que el porcentaje más representativo de NPMs corresponde al 56%, en el que se encuentran las partículas entre 41 y $76\ \mu\text{m}$, y los porcentajes más bajos presentan tamaños como: 32% (6 a $41\ \mu\text{m}$), 10% (16 a $111\ \mu\text{m}$), 1% (111 a $146\ \mu\text{m}$) y 1% (181 a $216\ \mu\text{m}$).

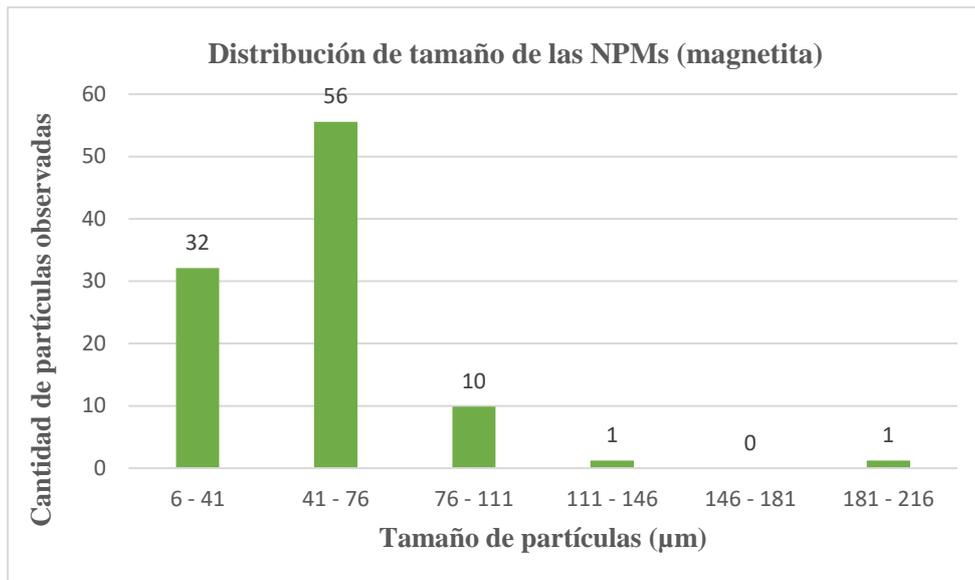


Ilustración 13-4: Distribución de tamaño de las NPMs (magnetita), tercer ensayo

Realizado por: Freire, S, 2023.

4.1.4.2. Imágenes SEM: Quinto ensayo

En este ensayo se cambió la técnica de secado, es así que la muestra de ferrofluido se liofilizó para evitar la aglomeración, se metalizó para lograr observar de mejor manera los tamaños de partículas en el SEM, sin embargo, los resultados fueron similares ya que se seguía observando acumulación y no uniformidad de tamaños, a pesar de que la imagen está realizada a un aumento de $100\ \mu m$. Cabe recalcar que el microscopio utilizado no contaba con el dispositivo EDS (Energy Dispersive Spectrometer) en el que se puede obtener de manera cualitativa la información de composición química de la muestra de manera rápida y eficiente. Se realizó un análisis con el programa ImagenJ para obtener una aproximación de tamaños de las partículas sintetizadas, el promedio visualizado fue de $20\ \mu m$ (Anexo D).

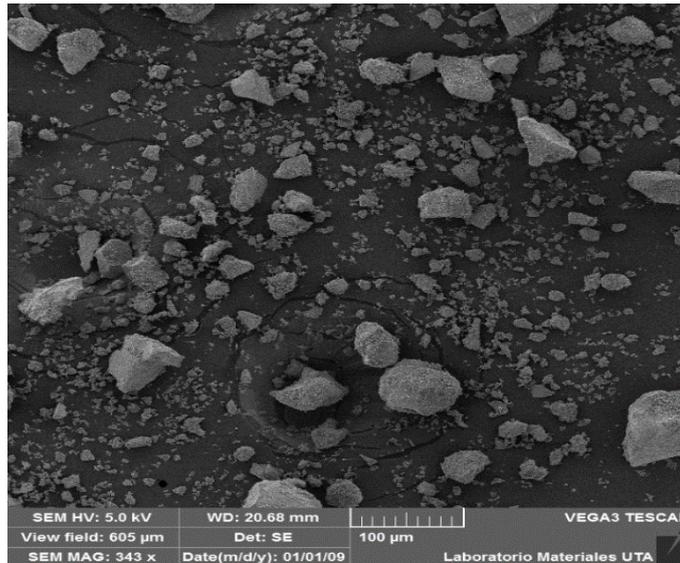


Ilustración 14-4: Imagen SEM con un aumento de 100 μm de las NPMs

Realizado por: Freire, S, 2023.

Con los datos de tamaños de partículas que se logró visualizar en la imagen se realizó un histograma mediante una distribución de tamaño, la cual se indica en la ilustración 27-4, que indica como resultado que el porcentaje más representativo de NPMs corresponde al 77%, en el que se encuentran las partículas entre 3 y 28 μm , y los porcentajes más bajos presentan tamaños como: 18% (28 a 53 μm), 5% (53 a 78 μm).

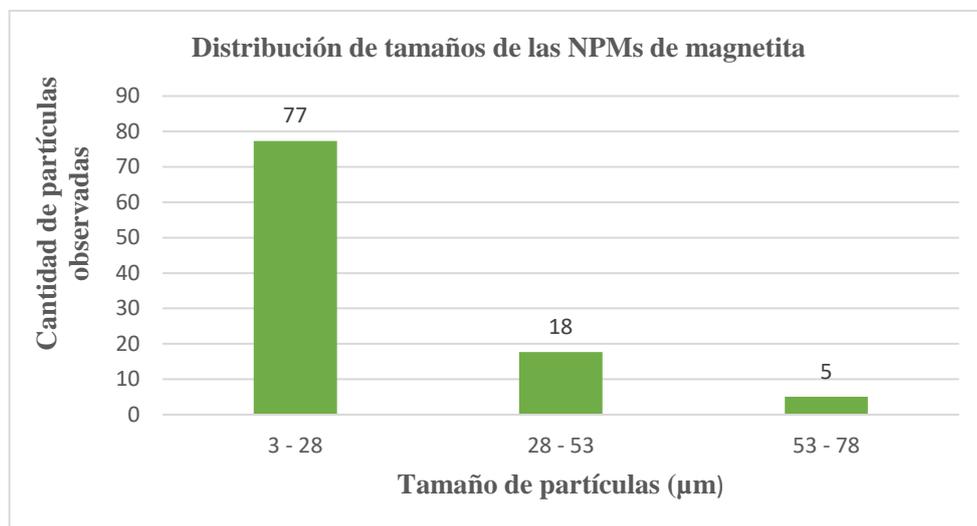


Ilustración 15-4: Distribución de tamaño de las NPMs (magnetita), quinto ensayo

Realizado por: Freire, S, 2023.

4.1.5. Demostración de Hipótesis

H1: Se podrá tener el conocimiento necesario acerca del método de síntesis de coprecipitación química el cual incide en las propiedades y la caracterización de las NPs de magnetita obtenidas.

H2: Al variar los parámetros físicos de la síntesis, se tendrá notables cambios en cuanto al tamaño de las nanoestructuras y propiedades.

H3: La caracterización de las nanopartículas será confiable para obtener resultados que apoyen la experimentación teórica práctica.

H4: A nivel de aplicabilidad las nanopartículas serán lo suficientemente eficientes para cumplir su objetivo.

H1: Gracias a la revisión de diferentes investigaciones acerca del método de síntesis de coprecipitación química se puede cumplir esta hipótesis. Investigaciones en las que se verifica la versatilidad y relación costo-efectividad del método, mediante el cual se puede obtener nanopartículas de magnetita. Sin embargo, las desventajas de este método es el control de las variables como concentración de las sales de hierro, velocidad de agitación, pH y tiempo de reacción, debido a que es más difícil controlarlas en una cantidad de volumen de solución considerable.

H2: Esta hipótesis se comprobó mediante la observación directa de las imágenes proporcionadas por SEM, además del documento (Briones y Navarrete, 2016, p. 20), que creó NPMs y utilizó diferentes tipos de tensioactivos en su síntesis para lograr mejorar las imágenes médicas y determinar la mejor manera de eliminarlas en el organismo, (Sánchez-Ramírez et al., 2014, pp. 504-512), usando diferentes tipos de síntesis para hacer magnetita y luego determinando el mejor agente de inmovilización enzimática. En cada uno de estos estudios, se variaron los parámetros controlables durante la síntesis química para determinar cómo afectaban al resultado final, NPMs.

H3: Para verificar H3, las NPMs se caracterizaron a través de 3 técnicas: primero se realizó espectroscopia IR, en la que se determinó la composición elemental y los grupos funcionales presentes en el ferrofluido de la magnetita, posteriormente se hizo microscopía de fuerza atómica AFM, en donde se verifica el tamaño del nanomaterial, para elegir el método de síntesis más eficiente y finalmente el tamaño NPMs se obtuvo por microscopía electrónica de barrido SEM.

H4: En el presente trabajo no se busca dar aplicabilidad, más bien se pone a disposición un grupo de técnicas realizadas, de las cuales se seleccionó la más viable, es decir la que presente menor tamaño nanométrico. Además, que cuente con los materiales y reactivos disponibles.

CONCLUSIONES

- El método de síntesis utilizado para la producción de nanopartículas de magnetita fue co-precipitación química ya que este es el procedimiento químico más utilizado, gracias a su simplicidad, relación costo-efectividad y facilidad de adaptación de las propiedades de las partículas, además que a partir de este método se puede llevar una producción a escala.
- Existen diferentes métodos de obtención de nanopartículas magnéticas de hierro, por mencionar algunos; descomposición química, micro emulsión inversa, oxidación directa, sol-gel, etc. Sin embargo, estos métodos presentan algunas desventajas como: controlar el proceso de síntesis, parámetros físicos (temperatura, superficie, cristalinidad, etc), no son métodos fácilmente escalables y pueden llegar a ser un poco costosos. Así pues, el método de co-precipitación química por su relación costo-efectividad se utilizó para sintetizar este tipo de nanoestructuras.
- Para la producción a escala de las NPMs, con el objetivo de optimizar y producir una cantidad considerable, se realizaron algunos ajustes en el proceso de síntesis; como aumento de la velocidad de agitación, tiempo de reacción y las cantidades (g) de las sales de hierro y de la base (NH_3), sin embargo, no se logró obtener resultados favorables.
- Para caracterizar las muestras de magnetita se utilizó IR, en la que se genera un espectro que evidencia las vibraciones características de los grupos funcionales presentes en el ferrofluido y especialmente la presencia de Fe-O propio de la magnetita. Para comprobar el tamaño de las partículas se utilizó, AFM y SEM. Las imágenes de AFM de la muestra 5 realizada en el segundo ensayo demuestran que el ferrofluido de esta muestra es homogénea con tamaños entre 12 y 25 nm lo que verifica que el método es aceptable y aplicable para la producción de este tipo de nanoestructuras. Sin embargo, las muestras del quinto ensayo que se analizó en el SEM y con el programa ImagenJ no dio resultados favorables ya que presenta un tamaño de $54 \mu m$ secado en la estufa y de $20 \mu m$ con el proceso de liofilización, esto pudo deberse al aumento considerable en las cantidades de las sales de hierro y de la base de amoníaco, lo que hizo que las partículas se aglomeren.

RECOMENDACIONES

- Modificar el método de síntesis, calculando nuevas cantidades de los reactivos, para obtener una cantidad considerable de nanopartículas.
- Realizar la síntesis en un envase de vidrio para evitar que el plástico corroa la solución
- Investigar nuevos estudios para no desperdiciar el sobrenadante de la solución de NPs magnetita y disminuir el riesgo de oxidación que puedan afectar a la aplicabilidad.
- Mejorar el método de secado para evitar aglomeraciones.
- Controlar el pH de la solución antes de liofilizar la solución

BIBLIOGRAFÍA

ALVEAR, F. Síntesis y caracterización de nanopartículas de magnetita. Revista Politécnica, 2017. Perú, Vol. 3. pp. 3-8. Disponible en: <https://revistapolitecnica.epn.edu.ec/ojs2/index.php/revista_politecnica2/article/view/545/pdf>

BIOTECH. Agregados de nanopartículas para destruir células cancerosas. 2022. Disponible en: <http://www.upm.es/biotech/noticias?id=CON00103&fmt=detail>

BORJA, J. Nanomateriales: Metodos de síntesis. Polo del conocimiento, 2020. Lima, Perú. Vol. 5(08), 429-445. Disponible en: <<https://revista-agroproductividad.org/index.php/agroproductividad/article/download/436/316/733#:~:text=Los%20m%C3%A9todos%20de%20s%C3%ADntesis%20de,m%C3%A9sicos%20en%20porciones%20m%C3%A9s%20peque%C3%Asas.>>

CAAMAÑO, K. Síntesis, caracterización y funcionalización de nanopartículas magnéticas para detección de patógenos. Estudio de la funcionalización con SiO₂ mesoporoso, 2015. Colombia, Vol 5. pp. 6-8. Disponible en: <https://ruc.udc.es/dspace/bitstream/handle/2183/17165/CaamanoChico_Katia_TFG_2016.pdf?sequence=2>

CHAMÉ, K. Síntesis y caracterización de nanopartículas magnetita. 2013. Disponible en: <<https://eprints.ucm.es/59653/1/T41856.pdf>>

CORAL, D., & JENNY, M. Una guía para el estudio de nanopartículas magnéticas de óxidos de hierro con aplicaciones biomédicas. Parte I. 2017. pp. 4-8. Disponible en: <<https://www.redalyc.org/journal/835/83550861010/html/>>

CORTÉS, J. Síntesis y caracterización de nanopartículas de óxido de hierro. 2018. Disponible en: <https://academica-e.unavarra.es/bitstream/handle/2454/30639/Cortes_Barrena_Javier_TFG_106710.pdf?sequence=1&isAllowed=y>

DÍAZ, N. Espectrofotetría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas. Ciencia Latina, 2018. México. Disponible en: <https://www.uco.es/organiza/departamentos/bioquimica-biol-mol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETRIA.pdf>

ESCOBARO, A., PIZZIOA, L., & ROMANELLI, G. Catalizadores magnéticos basados en Óxidos de Hierro: Síntesis, Propiedades y Aplicaciones. *Ciencia en desarrollo*, 10(01), 2018. Vol 3. pp. 12 - 19. Disponible en: <<http://www.scielo.org.co/pdf/cide/v10n1/0121-7488-cide-10-01-79.pdf>>

GALINDO, J. *Síntesis y Caracterización de Óxidos de Hierro (II) y (III)*. 2017. Disponible en: <<https://repositorioinstitucional.uabc.mx/bitstream/20.500.12930/5612/1/TIJ126164.pdf>>

GANAPATHE, L. Magnetite (Fe₃O₄) Nanoparticles in Biomedical Application: From Synthesis to Surface Functionalisation. *Magnetochemistry*, 2020. Vol. 1. pp. 2-35. Disponible en: <<https://www.mdpi.com/2312-7481/6/4/68>>

GARCÍA, M. Á. Nanomagnetismo. *Investigación en Gestión de la Innovación y Tecnología. NANOCIENCIA Y NANOTECNOLOGÍA*, 2006. Vol 3. pp. 34. Disponible en: <<https://revistas.uide.edu.ec/index.php/innova/article/view/1256>>

GARCÍA, M. C. *Síntesis de nanopartículas magnéticas y su aplicación en nanocompuestos de matriz polimérica con propiedades magnéticas*. 2012. Disponible en: <<https://zaguan.unizar.es/record/9918/files/TESIS-2012-151.pdf>>

GÓMEZ, G. L. *Nanopartículas de plata: tecnología para su obtención, caracterización y actividad biológica*. 2013. Disponible en: <<https://www.medigraphic.com/pdfs/invd/ir-2013/ir131c.pdf>>

GRANDE, A. H. NANOTECNOLOGÍA Y NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS: LA FÍSICA ACTUAL EN LUCHA CONTRA LA ENFERMEDAD. *Rev.R.Acad.Cienc.Exact.Fís.Nat*, 2007.. (Esp), 321-327. Disponible en: <<https://rac.es/ficheros/doc/00547.pdf>>

GREGORIO, K., RIVERA, J., & LÓPEZ, R. *Las nanopartículas magnéticas y sus múltiples aplicaciones*. 2012. Disponible en: <<https://ciqa.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1025/494/1/Las%20nanopart%20c3%a9dulas%20magn%20c3%a9ticas%20y%20sus%20m%20c3%baltiples%20aplicaciones.pdf>>

ICEA, A. Síntesis y caracterización de nanopartículas de óxido de hierro y ácido oleico por sonosíntesis. 2015. Disponible en: <<http://148.225.114.120/bitstream/20.500.12984/961/1/icealugoandreaestefanial.pdf>>

MÁRQUEZ, G. Caracterización de nanopartículas de magnetita sintetizadas por el método de coprecipitación. *Ciencia e Ingeniería*, 2019. Volumen 1. pp. 39-44. Disponible en: <<https://core.ac.uk/download/pdf/289998646.pdf>>

MARTÍNEZ, J. L. *Inmovilización de enzimas lignocelulolíticas en nanopartículas magnéticas*. 2014. Disponible en: <<https://www.scielo.br/j/qn/a/5MbRtK36fVSkYJrfr5nGCCQ/?lang=es>>

MAZO, J. UNA MIRADA AL ESTUDIO Y LAS APLICACIONES TECNOLÓGICAS Y BIOMÉDICAS DE LA MAGNETITA. *Revista EIA*(16), 2011. Vol. 3. pp. 207-223. Disponible en: <http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1794-12372011000200016#:~:text=La%20magnetita%20fue%20el%20primer,el%20desarrollo%20de%20la%20br%C3%BAjula.>>

MENESES, B. *Síntesis y propiedades magnéticas de nanopartículas de Fe₃O₄ y su aplicación en medicina*. 2018. Disponible en: <<http://148.225.114.121/bitstream/unison/1326/1/menesesbrasseabiancapalal.pdf>>

MONÁRREZ, B. *Síntesis y caracterización de nanopartículas con propiedades magnéticas sintetizadas por AACVD y su aplicación en la remoción de arsénico en el agua para el consumo humano*. 2021. Disponible en: <<https://cimav.repositorioinstitucional.mx/jspui/bitstream/1004/556/1/Tesis%20Balnca%20Elizabeth%20Mon%c3%a1rrez%20Cordero.pdf>>

MUÑOZ, V. *Nanoingeniería y nanoproductión industrial*. 2014. Disponible en: <<https://www.tecnicaindustrial.es/wp-content/uploads/Numeros/96/3327/a3327.pdf>>

PACHECO, M. P. *Síntesis y caracterización de nanopartículas superparamagnéticas obtenidas por precipitación en microemulsión inversa para aplicaciones biomédicas, 2013. Perú. Vol. 1. pp. 2-6*. Disponible en: <http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2013000200002>

PERALTA, C. Síntesis de nanopartículas magnéticas modificadas en superficie con acrilatos recubierta mediante el método de impresión molecular usando como plantilla doxorubicina. 2014. Disponible en: <<http://132.248.9.195/ptd2014/febrero/0708831/0708831.pdf>>

PICASSO, G. *Preparación de nanopartículas de magnetita por los métodos sol-gel y precipitación: estudio de la composición química y estructura.* 2012. Obtenido de <http://www.scielo.org.pe/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1810-634X2012000300003>

RESÉNDIZ, M., & CASTRELLÓN, J. Microscopio de Fuerza Atómica. *Eninvie*, 2005. Perú. Vol. 5. pp. 9-13. Disponible en: <http://www.linanipicyt.mx/Microscopio_de_Fuerza_Atomic.html#:~:text=El%20microscopio%20de%20fuerza%20at%C3%B3mica,la%20posici%C3%B3n%20generando%20una%20imagen>

SALDÍVAR, R. Síntesis y propiedades de ferrofluidos de magnetita. *Sociedad Mexicana de Ciencia de Superficies y de Vacío*, 2003. Vol. 3. pp. 28-31. Disponible en: <<https://www.redalyc.org/pdf/942/94216106.pdf>>

SKOOG, D. Principio de análisis instrumental. McGraw-Hill. 2001, Madrid, España. Disponible en: <https://www.academia.edu/43268766/Principios_de_an%C3%A1lisis_instrumental_Skoog_Douglas_A_Holler_F_James_Crouch_Stanley_R_Sexta_Edici%C3%B3n_Cengage_Learning_Ediores_2008_M%C3%A9xico>

UREA, E. *Microscopía Electrónica de Barrido (SEM).* 2015. Disponible en: <<https://www.ual.es/universidad/serviciosgenerales/stecnicos/microscopia/microscopia-electronica-de-barrido>>

URQUIJO, J. *SÍNTESIS DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS Y SU IMPLEMENTACIÓN COMO FERROFLUIDOS.* 2015. Disponible en: <<https://docplayer.es/22592863-Sintesis-de-nanoparticulas-magneticas-y-su-implementacion-como-ferrofluidos-jeaneth-patricia-urquijo-morales.html>>



ANEXOS

ANEXO A: CÁLCULO DE LA CONCENTRACIÓN MOLAR DEL HIDRÓXIDO DE SODIO

La concentración molar de una disolución indica la cantidad de moles de soluto que aparece disueltos en cada litro de la mezcla. Para calcular la concentración molar (mol/L) utilizada del hidróxido de sodio se realiza por galeras de la siguiente manera:

Datos

$$m_{NaOH} = 9,6g$$

$$PM_{NaOH} = 40g$$

$$V_{solución} = 300ml$$

$$\frac{9,6gNaOH}{300ml} \times \frac{1molNaOH}{40gNaOH} \times \frac{1000ml}{1L} = 0,8mol/L \quad (1 - A)$$

La concentración molar del NaOH utilizado en el ensayo 1 y en el ensayo 2 de la primera muestra tiene una concentración de $0,8mol/L$

ANEXO B: CÁLCULO DEL PESO Y VOLUMEN DE LAS SOLUCIONES DEL ENSAYO 2, MUESTRA 3

a) Cálculo del peso de la solución de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ para una solución de 25 ml

Para obtener la concentración de 25 ml de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, $FeCl_2 \cdot 4H_2O$, HCl y NaOH se utilizó la ecuación de molaridad de una solución (Peter William Atkins, 2005):

$$Molaridad (M) = \frac{Número\ de\ moles}{Volumen\ de\ la\ solución} = \frac{mol}{L} \quad (1-B)$$

Conociendo el peso molecular de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ que es de 270,30 g ya podemos determinar cuántos g de este compuesto debemos disolver en 25 ml de agua destilada para tener una molaridad de 1,28 M, de la siguiente manera:

$$25mlsolFeCl_3 \cdot 6H_2O \frac{1,28molFeCl_3 \cdot 6H_2O}{1000mlsolFeCl_3 \cdot 6H_2O} \times \frac{270,30gFeCl_3 \cdot 6H_2O}{1molFeCl_3 \cdot 6H_2O} \times \frac{100g}{97g} = 8,92gFeCl_3 \cdot 6H_2O \quad (2-B)$$

b) Cálculo del peso de la solución de $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ para una solución de 25 ml

Conociendo el peso molecular de $FeCl_2 \cdot 4H_2O$ que es de 198,81 g ya podemos determinar cuántos g de este compuesto debemos disolver en 25 ml de agua destilada para tener una molaridad de 0,64 M, de la siguiente manera:

$$25mlsolFeCl_2 \cdot 4H_2O \frac{0,64molFeCl_2 \cdot 4H_2O}{1000mlsolFeCl_2 \cdot 4H_2O} \times \frac{198,81gFeCl_2 \cdot 4H_2O}{1molFeCl_2 \cdot 4H_2O} = 3,18gFeCl_2 \cdot 4H_2O \quad (3-B)$$

c) Cálculo del volumen de la solución de HCl para una solución de 25 ml

Conociendo el peso molecular, la densidad y la pureza del HCl que es de 36,46 g, 1,19 g/ml y 37% ya podemos determinar cuántos ml de este compuesto debemos disolver en 25 ml de agua destilada para tener una molaridad de 0,4 M, de la siguiente manera:

$$25\text{mlsolHCl} \frac{0,4\text{molHCl}}{1000\text{mlsolHCl}} \times \frac{36,46\text{gHCl}}{1\text{molHCl}} \times \frac{100\text{g}}{37\text{g}} \times \frac{1\text{mlHCl}}{1,19\text{gHCl}} = 0,83\text{mlHCl} \quad (4-B)$$

d) Cálculo del peso de la solución de NaOH para una solución de 250 ml

Conociendo el peso molecular del NaOH que es de 40 g, ya podemos determinar cuántos g de este compuesto debemos disolver en 250 ml de agua destilada para tener una molaridad de 0,9 M, de la siguiente manera:

$$250\text{mlsolNaOH} \frac{0,9\text{molNaOH}}{1000\text{mlNaOH}} \times \frac{40\text{gNaOH}}{1\text{molNaOH}} = 9,09\text{gNaOH} \quad (5-B)$$

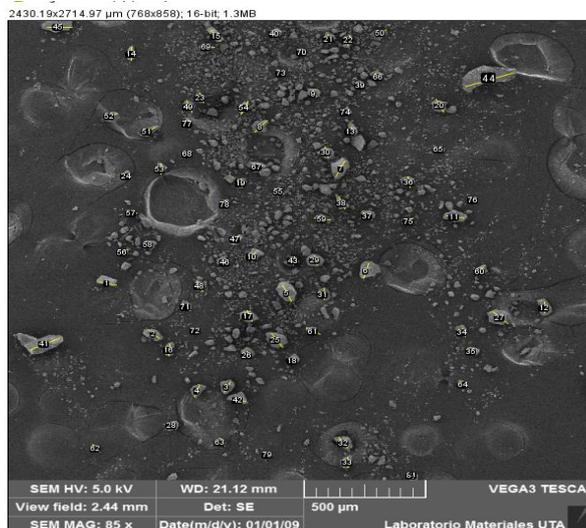
ANEXO C: CÁLCULO DEL VOLUMEN DE NH_3 AL 25%, 1M, PARA UNA SOLUCIÓN DE 500ml

Sabiendo el peso molecular y la densidad del NH_3 que es de 17,03 g y 0,903 g/ml respectivamente ya podemos determinar cuántos ml de este compuesto debemos disolver en 500 ml de agua destilada para tener una molaridad de 1 M, de la siguiente manera:

$$500\text{mlsolNH}_3 \frac{1\text{molNH}_3}{1000\text{mlsolNH}_3} \times \frac{17,03\text{gNH}_3}{1\text{molNH}_3} \times \frac{100\text{gNH}_3}{25\text{gNH}_3} \times \frac{1\text{mlNH}_3}{0,903\text{gNH}_3} = 37,72\text{mlNH}_3 \quad (1-C)$$

ANEXO D: ANÁLISIS EN IMAGEN DE LOS RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE MAGNETITA CON MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

En el Anexo D se ve la medida promedio de los cristales de magnetita formados en el proceso de secado en la estufa (a) y liofilizado (b) de las NPMs.

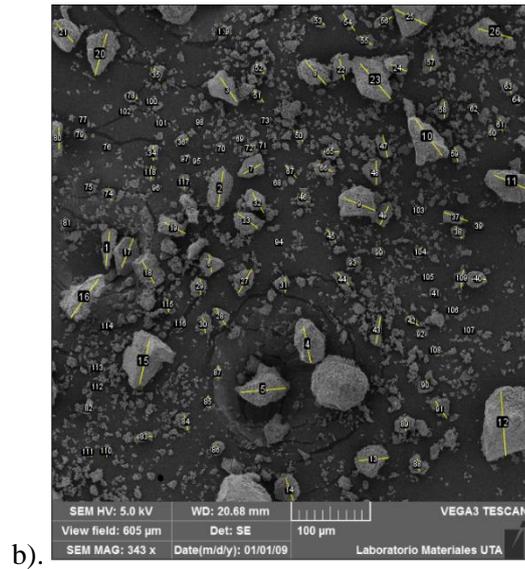


a).

1		240.308	32.501.951	11.421.000	43.835.352	-15.255	72.157
2		210.269	30.365.702	25.365.000	38.462.520	-45.000	62.650
3		190.244	27.884.548	19.717.260	36.905.617	-116.565	56.605
4		220.282	27.791.944	23.940.803	44.869.000	-106.699	66.073
5		300.384	29.887.219	18.780.000	41.605.516	-65.225	90.612
6		260.333	32.599.194	26.631.000	37.764.062	-104.036	78.281
7		300.384	30.223.096	18.588.229	42.157.820	-114.775	90.612
8		270.346	26.460.998	22.888.000	36.204.000	-128.660	81.046
9		120.154	28.137.159	20.905.000	33.833.613	-68.199	34.081
10		170.218	30.372.559	18.257.000	40.191.000	-104.036	52.187
11		230.295	27.370.427	21.116.545	35.149.910	-10.305	70.756
12		190.244	28.225.684	20.582.000	38.007.000	-90.000	56.957
13		130.167	35.770.000	26.747.000	51.648.000	-90.000	37.972
14		230.295	29.348.043	12.622.000	46.836.000	-90.000	69.615
15		230.295	32.226.140	14.773.000	49.442.000	-56.310	68.454
16		210.269	27.167.948	11.154.000	39.448.801	-95.711	63.602
17		200.256	31.120.862	17.861.000	47.140.938	-71.565	60.038
18		90.115	28.224.000	23.358.000	33.033.000	-90.000	25.314
19		150.192	26.248.819	9.842.000	30.676.572	-81.870	44.750
20		250.320	25.114.405	10.105.000	34.261.223	-65.556	76.469
21		170.218	28.819.360	9.410.000	37.313.500	-82.875	51.023
22		170.218	25.906.566	15.784.125	35.450.500	-97.125	51.023
23		180.231	26.130.303	11.595.000	35.856.266	-69.444	54.072
24		120.154	28.708.747	10.047.628	38.783.090	-68.199	34.081
25		290.372	25.525.623	7.908.786	36.980.000	-59.744	87.920
26		130.167	24.471.334	14.951.000	34.207.668	-80.538	38.495
27		290.372	28.627.379	11.362.000	39.960.223	-45.000	89.500
28		130.167	33.661.038	25.430.000	38.027.000	-80.538	38.495
29		170.218	29.331.618	22.845.000	38.846.000	-75.964	52.187
30		190.244	26.377.000	10.124.000	43.043.332	-77.471	58.347
31		190.244	23.427.000	12.368.000	32.662.000	-90.000	56.957
32		230.295	30.737.137	20.960.000	42.604.023	-56.310	68.454
33		170.218	28.523.059	24.151.000	37.135.000	-90.000	50.629
34		160.205	22.429.481	10.575.000	27.958.889	-74.055	46.073
35		110.141	30.254.963	25.253.600	34.235.000	-78.690	32.270
36		190.244	28.304.152	13.754.777	36.124.445	-83.660	57.308
37		170.218	24.084.779	9.882.875	35.724.000	-50.194	49.428
38		230.295	26.834.413	9.649.306	40.847.703	-68.199	68.161
39		110.141	29.937.909	19.316.000	42.432.000	-90.000	31.643

40		130.167	36.496.891	32.240.000	48.010.000	-59.036	36.902
41		440.564	33.576.039	25.377.908	43.967.695	27.759	135.881
42		190.244	31.471.684	27.649.334	35.589.891	-12.529	58.347
43		150.192	25.293.257	8.871.000	34.815.430	-98.130	44.750
44		690.884	26.592.168	19.102.395	33.309.000	20.556	216.287
45		330.423	28.512.758	11.434.000	47.211.000	0.000	101.258
46		110.141	28.937.818	16.000.000	34.994.000	-90.000	31.643
47		170.218	37.456.500	30.411.500	48.276.875	60.255	51.023
48		180.231	26.985.632	16.064.547	31.345.000	-69.444	54.072
49		200.256	24.925.817	16.164.225	29.649.975	-71.565	60.038
50		210.269	24.914.179	9.950.000	32.422.000	36.870	63.286
51		230.295	29.703.231	25.954.637	35.710.000	33.690	68.454
52		180.231	38.251.858	27.472.342	44.987.480	35.538	54.441
53		190.244	34.194.105	8.417.000	45.872.000	-90.000	56.957
54		250.320	27.832.911	9.825.000	38.990.797	-114.444	76.469
55		140.179	29.822.518	18.703.000	40.543.422	-26.565	42.454
56		150.192	31.985.743	19.635.000	42.566.652	45.000	44.750
57		140.179	32.542.084	28.622.082	41.734.309	18.435	40.026
58		130.167	28.917.814	23.951.000	34.958.332	-59.036	36.902
59		210.269	24.940.705	11.805.000	34.994.000	-5.711	63.602
60		150.192	31.725.191	12.388.000	42.807.285	-123.690	45.636
61		220.282	26.804.196	11.154.592	33.838.512	-29.055	65.157
62		150.192	31.450.843	13.461.674	45.498.367	-56.310	45.636
63		140.179	28.519.110	10.401.000	34.572.203	-63.435	42.454
64		140.179	25.211.451	13.899.739	37.810.000	-63.435	42.454
65		110.141	27.169.014	12.970.000	44.321.039	-53.130	31.643
66		140.179	20.692.186	9.255.953	26.581.633	-51.340	40.523
67		140.179	27.512.186	11.595.000	43.928.113	-38.660	40.523
68		110.141	32.352.836	12.144.000	40.530.199	11.310	32.270
69		210.269	27.741.681	14.148.000	38.730.000	-5.711	63.602
70		130.167	25.529.692	7.674.833	34.057.332	-80.538	38.495
71		170.218	25.356.789	11.236.750	34.898.875	-50.194	49.428
72		90.115	27.792.111	14.877.000	34.708.000	-90.000	25.314
73		80.103	26.017.000	8.299.000	35.283.000	-56.310	22.818
74		130.167	28.770.096	7.345.000	39.826.000	30.964	36.902
75		150.192	26.589.112	10.177.000	34.950.551	45.000	44.750
76		130.167	25.675.308	11.906.167	36.550.000	-30.964	36.902
77		140.179	27.052.512	11.930.000	37.655.000	-51.340	40.523
78		130.167	30.583.077	18.858.000	36.066.000	-90.000	37.972

79		30.038	35.042.000	31.280.000	37.454.000	-90.000	6.329
80		90.115	27.620.056	11.697.000	42.854.500	-75.964	26.094
81		90.115	27.620.056	11.697.000	42.854.500	-75.964	26.094
82	Mean	183.939	28.707.565	16.371.205	38.585.007	-55.986	54.980
83	SD	86.067	3.350.339	6.635.161	5.094.951	44.828	27.163
84	Min	30.038	20.692.186	7.345.000	26.581.633	-128.660	6.329
85	Max	690.884	38.251.858	32.240.000	51.648.000	60.255	216.287



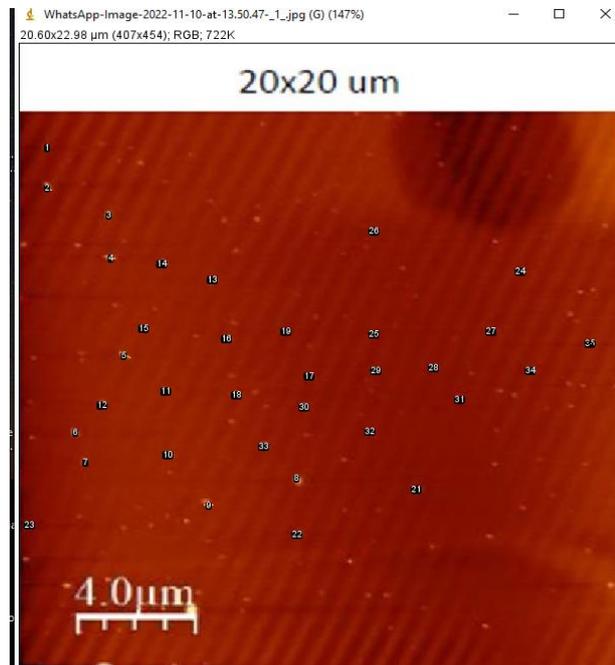
		32.317	109.059	78.231	155.846	-96.582	40.875
2		34.146	98.724	64.468	126.810	-98.427	42.627
3		27.439	114.635	92.802	167.000	-54.162	34.676
4		34.146	93.176	49.612	178.702	-77.471	43.196
5		43.293	91.878	47.743	155.257	4.899	54.861
6		16.463	94.969	56.538	153.077	-81.254	20.541
7		18.902	98.252	65.640	154.862	28.301	23.059
8		29.268	102.142	22.846	152.702	-46.736	36.459
9		31.707	90.953	58.000	128.415	-20.556	40.030
10		43.293	127.483	63.000	176.520	-53.130	54.661
11		37.805	96.268	63.171	145.173	-23.199	47.575
12		60.366	108.281	57.531	173.000	-85.333	76.780
13		28.659	97.370	48.696	138.261	4.970	36.056
14		22.561	72.027	43.333	106.000	-70.560	28.155
15		43.293	109.202	62.000	163.238	76.759	54.549
16		45.122	130.798	34.000	182.585	52.815	56.848
17		29.878	77.781	21.000	115.000	-112.249	37.122

18		23.171	88.296	41.996	139.061	-60.642	28.670
19		23.780	95.012	18.000	151.000	-25.201	29.342
20		41.463	101.838	33.769	138.057	-107.354	52.359
21		23.780	105.022	55.604	170.604	-47.121	29.837
22		19.512	84.645	19.906	131.486	-75.069	24.245
23		44.512	109.896	34.000	177.000	-48.366	56.417
24		17.683	98.898	61.245	125.883	-21.038	21.752
25		34.146	96.473	17.000	155.098	-25.641	43.308
26		34.756	84.487	20.286	133.000	-14.534	43.561
27		25.610	81.230	30.000	127.808	-119.055	32.158
28		18.902	102.681	73.000	127.098	-61.699	23.059
29		14.024	94.304	18.000	168.000	-90.000	17.179
30		15.244	88.433	28.000	130.000	-80.538	18.999
31		14.024	93.913	28.000	140.000	-90.000	17.179
32		21.951	85.552	11.551	143.388	-59.036	27.319
33		24.390	90.287	27.296	137.000	-34.509	30.323
34		14.024	98.391	40.000	137.000	-90.000	17.179
35		12.805	95.878	36.020	151.000	-66.038	15.381
36		13.415	101.890	63.286	130.000	29.055	16.079
37		23.780	83.341	27.609	120.590	-18.435	29.632
38		12.805	75.780	57.000	92.880	-63.435	15.715
39		7.317	80.326	26.000	104.091	15.255	8.903
40		14.634	102.125	78.000	131.000	0.000	17.960
41		8.537	83.409	31.000	110.870	-38.660	10.000
42		14.634	88.074	37.000	114.204	-41.424	17.704
43		25.000	89.380	56.000	129.700	-98.531	31.584
44		16.463	86.042	20.000	132.000	-43.452	20.437
45		14.024	82.393	40.000	108.000	-56.310	16.893
46		10.976	88.266	19.000	125.118	-61.928	13.275
47		21.341	82.850	24.874	108.433	-76.373	26.515
48		22.561	75.054	30.000	111.000	-90.000	28.111
49		18.902	84.422	65.173	134.390	-115.710	23.400
50		12.195	94.843	71.668	116.975	-57.995	14.733
51		15.244	95.677	41.500	125.500	-48.366	18.806
52		12.195	117.675	89.086	161.000	-51.340	15.000
53		12.805	99.562	79.000	127.000	-36.870	15.617
54		18.902	89.515	28.000	140.789	-55.784	23.608
55		14.024	83.985	55.000	106.736	-32.276	17.548
56		14.634	72.583	55.000	92.405	30.964	18.213

57		14.634	91.147	36.130	123.783	-94.970	18.028
58		15.244	88.440	49.000	125.000	-90.000	18.741
59		14.634	71.813	21.000	92.730	-74.745	17.807
60		11.585	76.413	31.704	109.000	-70.560	14.077
61		11.585	86.000	20.667	113.333	-80.538	14.250
62		10.976	72.222	28.000	99.740	-49.764	13.298
63		11.585	95.419	74.185	130.580	-67.620	14.356
64		6.098	84.944	67.667	100.556	-77.471	7.199
65		15.244	109.880	75.000	153.000	0.000	18.741
66		15.854	107.755	76.120	156.557	-26.565	19.207
67		14.634	79.093	33.248	160.000	-46.736	18.230
68		6.098	102.100	67.000	125.333	-71.565	7.408
69		6.098	99.100	77.000	143.000	-90.000	7.028
70		6.707	103.000	74.000	122.000	-90.000	7.809
71		7.317	105.917	81.000	119.314	-68.199	8.410
72		10.366	112.064	99.488	135.031	45.000	12.147
73		6.098	93.200	65.000	125.667	-71.565	7.408
74		10.976	99.797	75.294	121.176	-76.759	13.637
75		6.098	97.767	77.556	123.000	-77.471	7.199
76		5.488	103.203	45.000	139.750	-66.801	5.947
77		5.488	98.056	38.000	169.750	-75.964	6.439
78		11.585	109.563	82.889	138.136	-26.565	13.969
79		8.537	92.768	49.000	116.047	-45.000	9.939
80		20.732	104.353	68.000	168.000	-90.000	25.769
81		7.317	89.167	39.000	126.000	-90.000	8.590
82		7.927	117.846	102.000	135.000	-90.000	9.370
83		14.634	102.469	68.957	143.000	4.970	18.028
84		14.634	90.687	32.705	142.272	-77.196	17.617
85		10.976	99.248	65.941	127.941	-79.992	13.480
86		9.146	87.146	71.092	108.000	-72.897	10.621
87		11.585	99.211	64.000	130.000	-90.000	14.056
88		12.195	89.382	62.000	120.632	-78.111	15.162
89		12.195	90.539	62.895	128.947	-86.987	14.857
90		9.756	74.188	43.000	109.000	-90.000	11.713
91		20.122	79.136	22.000	114.469	-55.305	24.693
92		6.098	83.200	52.000	120.000	0.000	7.028
93		9.756	90.975	59.760	124.667	23.199	11.894
94		3.659	101.467	66.000	135.800	-78.690	3.982
95		4.878	89.000	71.000	124.000	-90.000	5.466

96		6.098	91.133	65.593	111.074	-49.399	7.199
97		7.927	109.344	40.000	147.833	-70.017	9.140
98		6.098	106.989	80.000	152.000	-77.471	7.199
99		8.537	77.984	59.000	97.462	-85.601	10.181
100		9.146	99.371	54.031	136.000	-126.027	10.621
101		6.098	105.000	37.000	161.556	-102.529	7.199
102		4.878	102.375	74.000	121.000	-90.000	5.466
103		8.537	77.500	25.000	110.000	-90.000	10.151
104		8.537	90.500	60.000	130.000	-90.000	10.151
105		8.537	78.863	34.751	102.550	28.610	9.784
106		6.098	45.700	33.000	64.000	-90.000	7.028
107		9.146	65.410	35.286	125.857	12.095	11.180
108		10.366	90.143	67.000	118.305	-52.431	12.807
109		17.073	89.786	17.000	134.444	-96.340	21.213
110		9.146	90.514	32.500	115.643	-85.914	10.960
111		10.366	99.752	76.938	138.000	-55.305	12.347
112		6.098	87.327	31.000	109.852	-54.462	6.717
113		7.927	75.667	19.500	140.000	-80.538	9.500
114		7.927	55.519	8.000	78.556	-70.017	9.140
115		12.195	93.658	29.368	126.737	-83.991	14.918
116		8.537	84.571	51.000	114.000	-90.000	10.151
117		11.585	99.482	75.500	132.667	-80.538	14.250
118		12.805	94.581	39.000	121.150	-92.862	15.637
119		7.317	102.287	79.901	120.281	-68.199	8.410
120	Mean	16.356	92.828	49.875	130.981	-57.606	20.177
121	SD	10.765	12.962	21.710	21.594	39.548	13.796
122	Min	3.659	45.700	8.000	64.000	-126.027	3.982
123	Max	60.366	130.798	102.000	182.585	76.759	76.780

ANEXO E: ANÁLISIS EN IMAGEN DE LOS RESULTADOS DE LA CARACTERIZACIÓN DE MAGNETITA CON MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA



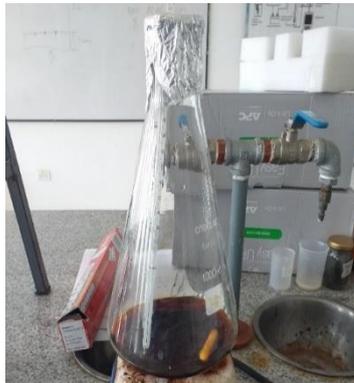
1		0.010	78.667	60.000	95.333	-71.565	0.160	160
2		0.018	109.849	65.000	150.444	-30.964	0.295	295
3		0.010	100.417	88.000	107.667	-90.000	0.152	152
4		0.015	128.367	69.333	166.533	-21.801	0.273	273
5		0.023	102.722	66.333	131.333	-29.745	0.408	408
6		0.010	132.333	120.000	144.333	-71.565	0.160	160
7		0.013	87.550	67.333	101.583	-75.964	0.209	209
8		0.015	139.767	62.333	194.733	- 101.310	0.258	258
9		0.018	62.095	61.000	63.333	0.000	0.304	304
10		0.005	122.333	119.333	125.333	-45.000	0.072	72
11		0.013	72.533	61.333	83.333	-90.000	0.202	202
12		0.013	99.000	62.667	128.000	-90.000	0.202	202
13		0.008	100.111	87.333	111.000	-90.000	0.101	101
14		0.005	91.667	78.333	105.000	-90.000	0.051	51
15		0.008	112.500	90.000	129.000	-26.565	0.113	113
16		0.008	96.222	90.333	100.333	-90.000	0.101	101
17		0.008	112.333	69.333	152.333	-90.000	0.101	101
18		0.013	90.100	58.667	113.500	-63.435	0.226	226

19		0.008	82.556	62.333	99.000	-90.000	0.101	101
20		473.410	78.426	2.000	255.000	0.000	0.000	0
21		0.008	97.000	87.667	106.667	-90.000	0.101	101
22		0.013	98.350	63.667	123.792	-45.000	0.215	215
23		0.013	76.425	59.667	85.542	-56.310	0.183	183
24		0.010	78.250	52.333	105.333	-90.000	0.152	152
25		0.013	84.233	65.333	99.833	-56.310	0.183	183
26		0.005	88.833	81.667	96.000	-90.000	0.051	51
27		0.010	93.167	67.667	112.667	-90.000	0.152	152
28		0.010	82.222	55.667	114.667	-45.000	0.143	143
29		0.008	77.167	70.000	84.167	-63.435	0.113	113
30		0.015	78.576	55.000	103.000	-53.130	0.253	253
31		0.008	73.667	65.333	78.333	-90.000	0.101	101
32		0.008	72.833	68.000	78.500	- 116.565	0.113	113
33		0.013	74.467	64.667	86.667	-26.565	0.226	226
34		0.008	76.500	72.333	83.167	-63.435	0.113	113
35		0.005	97.833	97.000	98.667	-45.000	0.072	72
36	Mean	13.536	92.831	70.486	114.689	-65.105	0.162	162
37	SD	80.019	18.547	20.156	36.501	29.645	0.085	85
38	Min	0.005	62.095	2.000	63.333	- 116.565	0.000	0
39	Max	473.410	139.767	120.000	255.000	0.000	0.408	408

ANEXO F: SÍNTESIS Y PURIFICACIÓN DE NPMS, ENSAYO 2, MUESTRA 1



1. Pesar los reactivos



2. Agregar los reactivos al Erlenmeyer y tapan el orificio con papel aluminio



3. Agitar por 30 min a una temperatura de 60 °C y agregar ácido oleico



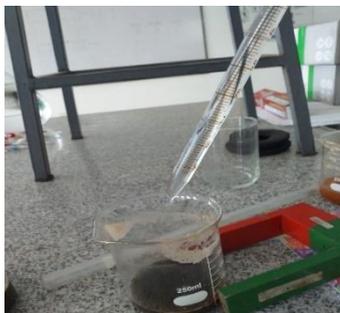
4. Luego de agregar la solución de NaOH, agitar por 30 min, manteniendo la temperatura.



5. Agitar por 30 min, a temperatura ambiente



6. Decantar por gravedad la solución



7. Lavar con etanol y agua la solución



8. Agregar la solución a un baño ultrasónico de 30 min

ANEXO G: SÍNTESIS DE PARTÍCULAS DE MAGNETITA, ENSAYO 3



1. Pesar los reactivos



2. Preparar la solución de amoníaco



3. Formar la solución con las sales ferrosas y agregar gota a gota la disolución de NH_3



4. Seguir agregando la solución de NH_3 , hasta que la se torne de color negro la mezcla



5. Decantar y lavar hasta un pH neutro



6. Secar la muestra a $70^{\circ}C$



epoch

**Dirección de Bibliotecas y
Recursos del Aprendizaje**

**UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y
DOCUMENTAL**

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 29 / 11 / 2023

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: SANDY LISBETH FREIRE FREIRE
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: CIENCIAS
Carrera: INGENIERÍA QUÍMICA
Título a optar: INGENIERA QUÍMICA
f. Analista de Biblioteca responsable: Ing. Rafael Inty Salto Hidalgo

0899-DBRA-UPT-2023

