

ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIAL

OBTENCIÓN DE TEJIDOS DE POLIÉSTER IMPREGNADOS CON PARTÍCULAS DE HIERRO CON ACTIVIDAD ANTIBACTERIANA

PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO

JUAN ALBERTO BUSTAMANTE ANDRADE
juan.bustamante@epn.edu.ec

DIRECTOR: ING. FRANCISCO JAVIER QUIROZ CHÁVEZ MSc.
francisco.quiroz@epn.edu.ec

Quito, Junio 2017

©Escuela Politécnica Nacional (2017)
Reservados todos los derechos de reproducción

DECLARACIÓN

Yo, Juan Alberto Bustamante Andrade, declaro que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

La Escuela Politécnica Nacional puede hacer uso de los derechos correspondientes a este trabajo, según el establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

Juan Alberto Bustamante Andrade

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por el Sr. Juan Alberto Bustamante Andrade, bajo mi supervisión.

Ing. Francisco Javier Quiroz Chávez MSc.
DIRECTOR DE PROYECTO

AGRADECIMIENTOS

A Dios, porque a través de la confianza y fe en él he podido sobrellevar cada obstáculo que se ha presentado a lo largo de mi camino, sabiendo que a su lado nada es imposible.

A mis padres, José y Amparito. En primer lugar, por los sacrificios que han hecho para sacar adelante a todos sus hijos. Sin lugar a dudas, soy el reflejo de la educación que mis padres me han dado. Segundo, por empujarme siempre hacia adelante para alcanzar mis metas, haciéndome sentir que nunca he caminado solo. A mis hermanos, José y Anita, por las risas, la confianza, el amor incondicional, pero sobre todo por la amistad que tenemos entre nosotros. Les amo con todo mi corazón.

Al Dr. Juan Anacona por la idea que dio origen a ésta investigación.

A mi director el ingeniero Francisco Quiroz y al ingeniero Omar Bonilla, por haberme ayudado a sacar adelante el proyecto enfrentando las dificultades que se presentaban.

A Yadi, por su amistad y preocupación por obtener avances en el proyecto.

A Liz, por haber estado pendiente siempre del avance en el proyecto, por las conversaciones y las risas, la confianza y la amistad que me ha brindado durante mi tiempo en CIAP.

A Iván, por su ayuda para realizar análisis, por su tiempo para discutir resultados, y la grata convivencia cotidiana durante mi estancia en el CIAP.

A mis amigos del CIAP en el desarrollo de la tesis, por los momentos vividos y compartidos durante este camino, y a todos mis amigos y compañeros durante mis años en la facultad. Hicieron de esta experiencia algo inolvidable.

DEDICATORIA

A mis padres y hermanos. La mejor familia que alguien podría pedir.

ÍNDICE DE CONTENIDO

		PÁGINA
	RESUMEN	ix
	INTRODUCCIÓN	xi
1	REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	1
1.1	METALES COMO AGENTES ANTIMICROBIANOS	1
1.1.1	MECANISMOS DE LA TOXICIDAD METÁLICA	1
1.1.1.1	Mecanismos que se basan en el potencial reductor del metal	2
1.1.1.2	Mecanismos basados en la selectividad del átomo donador	2
1.1.2	MÉTODOS DE SÍNTESIS Y APLICACIONES DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO	3
1.1.3	COMPUESTOS DE COORDINACIÓN O COMPLEJOS METÁLICOS	4
1.1.3.1	La cefalexina como ligante para la formación de complejos metálicos	6
1.1.3.2	Propiedades generales de los complejos metálicos	7
1.1.3.3	Aspectos generales del magnetismo	8
1.2	TEXTILES ANTIBACTERIANOS	12
1.2.1	PROCESOS DE OBTENCIÓN DE POLÍMEROS ANTIBACTERIANOS	12
1.2.1.1	Procesos de acabado textil en poliéster	14
1.2.1.2	Materiales usados como agentes antimicrobianos en procesos de acabado textil	15
2	PARTE EXPERIMENTAL	17
2.1	EVALUACIÓN DE LAS CONDICIONES APROPIADAS PARA LA OBTENCIÓN DE PARTÍCULAS DE HIERRO	18
2.2	CARACTERIZACIÓN DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO	22
2.3	DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE IMPREGNACIÓN DE PARTÍCULAS DE HIERRO EN TEJIDOS DE POLIÉSTER	23
2.4	EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD ANTIBACTERIANA DE LOS TEJIDOS DE POLIÉSTER IMPREGNADOS	25
3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	27
3.1	MEDIDAS DE MAGNETISMO Y TAMAÑO DE PARTÍCULA	27

3.2	DIFRACCIÓN DE RAYOS X	36
3.3	ESPECTROSCOPIA INFRARROJA	37
3.4	ESPECTROSCOPIA UV-VIS	41
3.5	CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO A IMPREGNAR EN LOS TEJIDOS DE POLIÉSTER	45
3.6	MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	47
3.7	ACTIVIDAD ANTIMICROBIANA DE LAS TELAS IMPREGNADAS	49
4	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	54
4.1	CONCLUSIONES	54
4.2	RECOMENDACIONES	55
5	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	58
	ANEXOS	63

ÍNDICE DE TABLAS

		PÁGINA
Tabla 1.1.	Geometrías de los complejos de coordinación	5
Tabla 3.1.	Escala de magnetismo cuantitativo en valores del 1,00 al 10,00 de las partículas de hierro sintetizadas a diferentes condiciones	27
Tabla 3.2.	Principales bandas del espectro infrarrojo de la cefalexina	37
Tabla 3.3.	Resultados de los antibiogramas de los tejidos de poliéster impregnados con cefalexina	50
Tabla 3.4.	Resultados de los antibiogramas de los tejidos de poliéster impregnados con partículas de hierro	51
Tabla 3.5.	Resultados de los antibiogramas de las partículas de hierro sintetizadas a diferentes pH y 10 h de tiempo de reacción	52
Tabla AII.1.	Datos para la obtención de la escala cuantitativa de magnetismo	65
Tabla AIII.1.	Contenido porcentual de minerales obtenido en la difracción de rayos X de las muestras sintetizadas a pH igual a 12,5	67

ÍNDICE DE FIGURAS

		PÁGINA
Figura 1.1.	Estructura de la cefalexina	6
Figura 1.2.	Estructura de los anillos betalactámico (a) y dihidrotiacínico	7
Figura 1.3.	Orientación de los momentos magnéticos individuales en el paramagnetismo	9
Figura 1.4.	Orientación de los momentos magnéticos individuales en el ferri/ferromagnetismo	10
Figura 1.5.	Orientación de los momentos magnéticos individuales en el súper paramagnetismo	10
Figura 1.6.	Curvas de magnetización características de materiales paramagnéticos	11
Figura 1.7.	Esquema ilustrativo de la relación coercitividad-tamaño de partícula	12
Figura 1.8.	Esquema del proceso de impregnación y calandrado del material textil	13
Figura 1.9.	Efecto de aplanamiento del textil debido al calandrado	14
Figura 2.1.	Configuración del reactor acoplado con mangueras de PVC para mantener atmósfera inerte	19
Figura 2.2.	Configuración de la cámara con atmósfera inerte usada para aislar las partículas de hierro sintetizadas	20
Figura 2.3.	Sistema completo usado para cuantificar magnetismo sin muestra (izq.) y con muestra (der.)	21
Figura 2.4.	Vista anterior (izq.) y posterior (der.) del equipo Foulard usado para impregnación	24
Figura 2.5.	Equipo usado para los procesos de secado y termo fijado de las muestras de tejido de poliéster	25
Figura 2.6.	Muestras de tejido de poliéster impregnadas listas para el análisis antimicrobiano	26
Figura 3.1.	Intensidad vs tamaño de partícula de las muestras sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de reacción	28

Figura 3.2.	Microscopía de fuerza atómica de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción	29
Figura 3.3.	Curva magnetización vs campo magnético a 300 K de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción	30
Figura 3.4.	Curva magnetización vs temperatura a 100 Oe de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de reacción	31
Figura 3.5.	Intensidad vs tamaño de partícula de las muestras sintetizadas a pH igual a 12,5 y 24 de reacción	32
Figura 3.6.	Microscopía de fuerza atómica de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de reacción tomada a diferentes acercamientos	33
Figura 3.7.	Curva magnetización vs campo magnético a 300 K de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de reacción	34
Figura 3.8.	Curva magnetización vs temperatura a 100 Oe de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de reacción	35
Figura 3.9.	Espectro DRX de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de tiempo de reacción	36
Figura 3.10.	Espectro DRX de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 24 h de tiempo de reacción	36
Figura 3.11.	Espectro infrarrojo de la cefalexina pura	38
Figura 3.12.	Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción comparado con el de la cefalexina	39
Figura 3.13.	Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de reacción comparado con el de la cefalexina	40
Figura 3.14.	Espectro UV-Vis de la cefalexina	42
Figura 3.15.	Espectro UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH = 12,5 y t = 10 h comparado con el de la cefalexina	43
Figura 3.16.	Espectro UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH = 12,5 y t = 24 h comparado con el de la cefalexina	44

Figura 3.17.	Análisis termogravimétrico de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción	45
Figura 3.18.	Pérdidas porcentuales de masa observadas en el análisis TGA de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción	46
Figura 3.19.	Calorimetría diferencial de barrido de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción	47
Figura 3.20.	Microscopías del tejido de poliéster sin impregnar	47
Figura 3.21.	Microscopías del tejido de poliéster impregnado al 1% spt (izq.) y 3% spt. (der.) y termo fijado a 140°C	48
Figura 3.22.	Microscopías del tejido de poliéster impregnado al 1% spt (izq.) y 3% spt. (der.) y termo fijado a 160°C	48
Figura AI.1.	Análisis termogravimétrico de la cefalexina	64
Figura AI.2.	Calorimetría diferencial de barrido de la cefalexina	64
Figura AIV.1.	Antibiogramas del poliéster impregnado con cefalexina al 1% spt en agar de <i>Escherichia coli</i> (izq.) y <i>Staphylococcus aureus</i> (der.)	68
Figura AIV.2.	Antibiogramas del poliéster impregnado con cefalexina al 3% spt en agar de <i>Escherichia coli</i> (izq.) y <i>Staphylococcus aureus</i> (der.)	68
Figura AIV.3.	Antibiogramas del poliéster impregnado con partículas de hierro al 1% spt y termo fijado a 140°C en agar de <i>Escherichia coli</i> (izq.) y <i>Staphylococcus aureus</i> (der.)	69
Figura AIV.4.	Antibiogramas del poliéster impregnado con partículas de hierro al 1% spt y termo fijado a 160°C en agar de <i>Escherichia coli</i> (izq.) y <i>Staphylococcus aureus</i> (der.)	69
Figura AIV.5.	Antibiogramas del poliéster impregnado con partículas de hierro al 3% spt y termo fijado a 140°C en agar de <i>Escherichia coli</i> (izq.) y <i>Staphylococcus aureus</i> (der.)	70
Figura AIV.6.	Antibiogramas del poliéster impregnado con partículas de hierro al 3% spt y termo fijado a 160°C en agar de <i>Escherichia coli</i> (izq.) y <i>Staphylococcus aureus</i> (der.)	70
Figura AIV.7.	Antibiogramas de las partículas de hierro sintetizadas a diferentes pH y 10 h de reacción en agar de <i>Escherichia coli</i> (izq.) y <i>Staphylococcus aureus</i> (der.)	71

Figura AV. 1.	Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de tiempo de reacción	72
Figura AV. 2.	Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 8,5 y 10 h de tiempo de reacción	72
Figura AV. 3.	Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 10,5 y 10 h de tiempo de reacción	73
Figura AV. 4.	Espectro UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 10,5 y 10 h de reacción comparado con el de la cefalexina	73
Figura AV. 5.	Espectro UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 8,5 y 10 h de reacción comparado con el de la cefalexina	74

ÍNDICE DE ANEXOS

	PÁGINA
ANEXO I	
Curvas de caracterización térmica de la cefalexina	64
ANEXO II	
Ejemplo de cálculo de los valores de la escala cuantitativa de magnetismo	65
ANEXO III	
Resultados de la difracción de rayos x	67
ANEXO IV	
Imágenes de los antibiogramas realizados a las muestras de tela impregnadas y a las partículas de hierro	68
ANEXO V	
Espectros infrarrojos y uv-vis de las partículas de hierro sintetizadas a ph de 12,5, 10,5 y 8,5 y 10 h de tiempo de reacción	72

RESUMEN

En este trabajo se obtuvieron tejidos de poliéster impregnados con partículas de hierro sintetizadas por el método de co-precipitación a partir de cefalexina y sulfato ferroso heptahidratado. Para sintetizar las partículas se modificó el pH del medio de reacción entre 8,5 y 12,5 y el tiempo de reacción entre 10 h y 24 h para evaluar el efecto de estas variables en las propiedades de las partículas obtenidas.

Las partículas se caracterizaron mediante magnetometría de muestra vibrante (VSM), espectroscopías UV-Vis e infrarroja (IR), difracción de rayos X (DRX), y el tamaño se determinó por dispersión de luz dinámica (DLS) y microscopía de fuerza atómica (AFM).

La caracterización de las partículas mostró que al incrementar el pH del medio de síntesis se incrementó el magnetismo obtenido en las muestras, y que estas se comportaron como ferrimagnéticas; mientras que al incrementar el tiempo de reacción se obtuvo tamaños de partícula más grandes. Los espectros UV-Vis e infrarrojo de las partículas mostraron que existe interacción entre la cefalexina y el hierro formando un complejo de coordinación. Los ensayos de difracción de rayos X determinaron la presencia de maghemita y magnetita en la estructura de las partículas mostrando que la coordinación entre el metal y la cefalexina ocurrió a través de iones Fe^{+2} y Fe^{+3} .

Las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de tiempo de reacción se impregnaron en los tejidos de poliéster a través del método “*pad-dry-cure*” usando baños de concentración de 1% y 3% sobre el peso de tela y temperaturas de termo fijado de 413 K y 433 K. Mediante microscopía electrónica de barrido se determinó que existe mejor dispersión y retención de las partículas sobre el tejido cuando la concentración del baño fue de 3% sobre el peso de tela.

La actividad antimicrobiana de los tejidos impregnados fue evaluada ante cepas de *Staphylococcus aureus* y *Escherichia coli* mediante la técnica de difusión en agar. Los antibiogramas obtenidos mostraron que los tejidos no tenían actividad antimicrobiana significativa. Para verificar la actividad antimicrobiana de las partículas de hierro sintetizadas, se realizaron pruebas sobre las mismas obtenidas a diferentes valores de pH. Los antibiogramas mostraron que las partículas de hierro sintetizadas a pH de 8,5 y 10,5 y 10 h de tiempo de reacción conservaron el

espectro antimicrobiano de la cefalexina mientras que las partículas sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción no poseían actividad antimicrobiana significativa, indicando que al incrementarse el pH la actividad antimicrobiana disminuye. Es decir, para este estudio, las partículas con mayor valor de magnetismo, no tienen actividad antimicrobiana significativa

INTRODUCCIÓN

Debido a la capacidad que tienen los microorganismos de evolucionar en forma continua, las infecciones causadas por estos son cada vez más difíciles de controlar. Al desarrollar resistencia, muchos microorganismos inutilizan gran parte de los productos usados para el control de su propagación, por ejemplo antibióticos convencionales (Nibras y Ahmed, 2012, p. 24).

A consecuencia de la aparición de microorganismos resistentes, se ha buscado la manera de desarrollar materiales que ayuden a controlar la propagación bacteriana, especialmente en hospitales y casas de salud en donde las infecciones intrahospitalarias (IIH) son una de las principales causas de morbilidad y muerte, tanto en países desarrollados como en países en vías de desarrollo (Villacís, 2011, p. 5). Los porcentajes estimados de personas afectadas por IIH alcanzan aproximadamente el 10% en países desarrollados y el 25% en países en vías de desarrollo (Kafati, Muñoz, Benavides, López, 2009, p. 13).

Los acabados antibacterianos son una alternativa para emplearse en textiles que están continuamente expuestos a un gran número de personas (Hall, 2000, p. 171). Varios estudios han puesto de manifiesto la capacidad que tienen los microorganismos para desarrollarse y subsistir por semanas e incluso meses sobre distintos tipos de tejidos, entre ellos el poliéster, convirtiéndolos así en parte de la cadena de propagación de infecciones (Koca, Altoparlak, Ayyildiz, y Kaynar, 2012, p. 29).

La plata y el oro así como los óxidos de zinc, titanio, etc., son los agentes antimicrobianos inorgánicos más usados en procesos de acabado textil (Melchor-Alemán, Mesta-Torres y Martel-Estrada, 2016, pp. 163 – 164).

Por otra parte, se han obtenido resultados satisfactorios al estudiar la actividad antimicrobiana de complejos de hierro formados a partir de antibióticos (Al-Noor, AL-Jeboori, y Aziz, 2013, p. 124). Las partículas de hierro, ya sea formando óxidos o complejos metálicos, pueden obtenerse por diferentes rutas de síntesis. De acuerdo con Wu, He, y Jiang (2008), la co-precipitación es una de las alternativas más sencillas de llevar a cabo para la obtención de óxidos de hierro (p. 398). Otros investigadores como Orlowska et. al (2016) también han usado el método de co-precipitación para sintetizar complejos de hierro (p.396 – 397).

Al tratarse de un metal esencial capaz de originar la muerte celular de microorganismos mediante procesos de oxidación (Lemire, Harrison, y Turner, 2013, p. 1, 6) el hierro puede ser una alternativa a usar como agente antimicrobiano en los procesos de acabado textil.

En esta investigación se plantea obtener tejidos de poliéster impregnados con partículas de hierro sintetizadas a partir de cefalexina y sulfato ferroso heptahidratado, para luego evaluar la actividad antimicrobiana de los tejidos impregnados.

1. REVISION BIBLIOGRÁFICA

1.1. METALES COMO AGENTES ANTIMICROBIANOS

Los elementos metálicos han sido ampliamente usados debido a sus propiedades antibacterianas desde la antigüedad. El cobre y la plata eran usados por los griegos, romanos, persas, y egipcios para desinfectar agua y preservar alimentos, por citar algunos ejemplos. Además, varios metales se usaron también en el campo de la medicina. Históricamente, la plata se ha usado en suturas así como para prevenir infecciones en recién nacidos y pacientes de cirugía. Otros metales como teluro, arsénico, magnesio, y mercurio se usaron para el tratamiento de enfermedades como la lepra y la tuberculosis (Lemire, Harrison, y Turner, 2013, p. 2; Allaker, Vargas-Reus y Ren, 2012, p. 328).

Los metales pueden ser clasificados como esenciales, cuando se requieren para la fisiología y funcionamiento normal de los organismos; o no esenciales, cuando no se encuentran relacionados con funciones biológicas. Ambos tipos de metales pueden resultar tóxicos para los organismos vivos (Lemire, Harrison, y Turner, 2013, p. 1) La diferencia entre ambos grupos radica en las concentraciones a las cuales estos resultan dañinos para las células, de esta forma, los metales esenciales requieren dosis elevadas para causar daño, mientras que los metales no esenciales resultan tóxicos a concentraciones bajas (Palza, 2015, p. 2099).

1.1.1. MECANISMOS DE LA TOXICIDAD METÁLICA

Los metales pueden interactuar con microorganismos de distintas maneras que determinan que tan venenoso puede ser un átomo metálico para la célula (Gad, 2010, 613).

Aunque no se conocen específicamente las causas de la toxicidad de los metales, se atribuye sus propiedades antimicrobianas a ciertos mecanismos que se explican brevemente a continuación.

1.1.1.1. Mecanismos que se basan en el potencial reductor del metal

Es conocida la capacidad de los metales de participar en reacciones de óxido – reducción en las cuales tienden a reducirse al adquirir un par de electrones provenientes de un donador. Esta característica permite que algunos metales actúen como cofactores catalíticos en un amplio rango de enzimas; además, permite a los metales esenciales transferir electrones durante algunos procesos biológicos (Lemire, Harrison, y Turner, 2013, p. 2)

Al intervenir en la cinética enzimática se producen especies químicas que reaccionan con oxígeno cuya concentración está directamente relacionada con dosis tóxicas de iones metálicos dentro de la célula (Imlay, 2013, p. 395). Las especies que reaccionan con oxígeno inducen procesos de oxidación que en ocasiones pueden exceder la capacidad antioxidante de la célula dañando proteínas, lípidos, y ADN, causando posteriormente la muerte celular (Palza, 2013, pp. 2101 – 2102; Valko, Morris, y Cronin, 2005, pp. 1161 – 1162).

1.1.1.2. Mecanismos basados en la selectividad del átomo donador

Los iones metálicos tienen tendencia a unirse con ciertos átomos donadores de electrones, como nitrógeno, oxígeno o azufre, que provienen de moléculas conocidas como ligantes. Estas interacciones, basadas en la química de coordinación, son fuertes y selectivas (Palza, 2013, p. 2102). Dicha selectividad se relaciona con la teoría ácido – base en la cual se clasifica a las moléculas según su capacidad de donar o aceptar un par de electrones (Bucheli, 2006, p. 187).

Dentro de la teoría ácido – base las moléculas pueden, a su vez, clasificarse como ácidos y bases fuertes, intermedios, o débiles. Esta clasificación predice que, al reaccionar, las bases fuertes prefieren a los ácidos fuertes, las bases débiles prefieren a los ácidos débiles, y, las bases intermedias prefieren a los ácidos intermedios. La mayoría de iones metálicos, tanto esenciales como no esenciales, constituyen ejemplos de los diferentes tipos de ácidos; mientras que, las moléculas orgánicas son un buen ejemplo de los diferentes tipos de bases (Kathryn, Franz, y Franz, 2009, p. 4924).

La selectividad de las moléculas orgánicas por ciertos iones metálicos es la razón de que las proteínas se unan al ión correcto, necesario para el adecuado plegamiento de la estructura de la proteína y el desarrollo de sus funciones. Sin embargo, no todas las bio-moléculas poseen un elevado nivel de discriminación de iones metálicos causando que muchos de ellos, o sus compuestos de coordinación, reemplacen a los iones adecuados provocando una disfunción celular. Este fenómeno se conoce como mimetismo iónico o molecular dependiendo de si se involucran iones o complejos metálicos (Lemire, Harrison, y Turner, 2013, p. 2; Palza, 2013, pp. 2102 - 2103).

Las propiedades antimicrobianas de los metales pueden ser aditivas a las de otros compuestos, por lo que resulta útil combinar varios metales o formar compuestos de coordinación a partir de antibióticos (Lemire, Harrison, y Turner, 2013, p. 10).

1.1.2. MÉTODOS DE SÍNTESIS Y APLICACIONES DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO

El hierro es uno de los metales esenciales y el elemento de transición más abundante del planeta (Zhang, Wang, Song, Li y Wang, 2016, p. 369). Si bien no se considera un metal tóxico, este puede originar procesos de oxidación mediante reacciones Fenton dentro de la célula, lo que puede causar la destrucción de la misma (Lemire, Harrison, y Turner, 2013, p. 6).

El hierro y algunos de sus compuestos se caracterizan por poseer magnetismo. Los óxidos de hierro como la magnetita, la maghemita, y la hematita, son los compuestos de hierro más estudiados debido a sus propiedades magnéticas y, a que son biocompatibles, lo que hace posible su uso en bioaplicaciones (Wu, He, y Jiang, 2008, p. 397).

Los métodos más comunes de obtención de óxidos de hierro son la co-precipitación, la descomposición térmica, la síntesis hidrotérmica, las microemulsiones y la síntesis sonoquímica. De entre todos estos métodos, la co-precipitación es el más sencillo de realizar pues no requiere procesos complejos (Wu, He, y Jiang, 2008, p. 398).

La co-precipitación se lleva a cabo mediante reacción en fase acuosa. Cuando el producto que se desea obtener es un metal puro o un óxido el proceso de formación de las partículas es más simple que cuando se forman compuestos ternarios o cuaternarios. En este caso, varias especies químicas precipitan de forma simultánea. Además, inducir la precipitación de un compuesto no significa que el tamaño de partícula que se obtendrá estará en orden nano métrico o que su distribución de tamaños será mono dispersa. Las etapas de nucleación y crecimiento de las partículas determinan el tamaño y forma de las partículas que se obtienen en el proceso de precipitación (Cushing, Kolesnichenko y O'Connor, 2004, pp. 3895).

El método de co-precipitación suele usarse para obtener nanopartículas. Sin embargo, es necesario el uso de un estabilizante que permita mantener el tamaño de las partículas obtenidas en la escala nano métrica, en caso contrario la aglomeración es inevitable (Cushing, Kolesnichenko y O'Connor, 2004, pp. 3896). Aunque en el caso de la síntesis de complejos de coordinación metálicos no se ha establecido rutas generales de obtención, varios investigadores han usado el método de co-precipitación. Al-Noor, AL-Jeboori, y Aziz (2013) sintetizaron complejos de hierro usando como ligante una combinación de nicotinamida y cefalexina, y estudiaron las propiedades antibacterianas de los complejos formados (p. 114), Orlowska et. al (2016) sintetizaron complejos de hierro y estudiaron su uso potencial como suplemento de hierro para el crecimiento de algas en agua de mar sintética (pp. 396 – 397), Zhang et. al. (2016) sintetizaron complejos de hierro usando salicilaldimina como ligante y evaluaron el posible uso de estos complejos en la oligomerización de etileno (369 – 370), por citar algunos ejemplos.

1.1.3. COMPUESTOS DE COORDINACIÓN O COMPLEJOS METÁLICOS

Los complejos metálicos son aquellas sustancias que poseen en su estructura al menos un ión complejo, que consiste en una especie química formada por un ión metálico central que posee carga positiva y está enlazado a moléculas que poseen carga negativa conocidas como ligantes (Silberberg, 2009, p. 1037).

Las estructuras de los compuestos de coordinación se describen de acuerdo al número de coordinación, la geometría de la molécula, y el número de átomos donadores de electrones presentes en el ligante (Silberberg, 2009, p. 1038).

El número de coordinación es el número de átomos donadores de electrones que están directamente unidos al ión metálico central y depende del estado de oxidación con el que el átomo metálico se encuentra en el compuesto (Silberberg, 2009, p. 1038).

La geometría molecular del complejo guarda relación directa con el número de coordinación y la naturaleza del ión metálico (Silberberg, 2009, p. 1038 – 1039). En la Tabla 1.1 se lista algunas geometrías moleculares adoptadas por complejos metálicos basados en su número de coordinación.

Tabla 1.1. Geometrías de los complejos de coordinación

Número de coordinación	Distribución de los átomos donadores alrededor del centro metálico	Distribuciones poco comunes
2	Lineal	
3	Trigonal plana	Trigonal piramidal
4	Tetraédrica, cuadrangular plana	
5	Trigonal bipiramidal; piramidal con base cuadrada	
6	Octaédrica	Trigonal prismática
7	Pentagonal bipiramidal	Prisma trigonal de una sola capa; octaédrica de una sola capa
8	Dodecaédrica; cuadrada no prismática; bipiramidal hexagonal	Cúbica, trigonal prismática de dos capas
9	Trigonal prismática de tres capas	

(Housecroft y Sharpe, 2005, p. 541)

En general, las moléculas ligantes tienen al menos un átomo capaz de donar electrones al ión metálico central para formar un enlace covalente. Los átomos

donadores de electrones provienen de las familias VA, VIA, y VIIA pues sus elementos poseen al menos un par de electrones desapareados (Silberberg, 2009, p. 1039).

1.1.3.1. La cefalexina como ligante para la formación de complejos metálicos

La cefalexina es una cefalosporina de primera generación que pertenece al grupo de antibióticos betalactámicos. En su estructura posee varios átomos capaces de donar electrones que se encuentran formando parte de los anillos betalactámico y dihidrotiacínico (Suárez y Gudiol, 2009, p. 118, 119). Las estructuras de este antibiótico junto con la de los anillos mencionados se muestran a continuación en las Figuras 1.1 y 1.2, respectivamente.

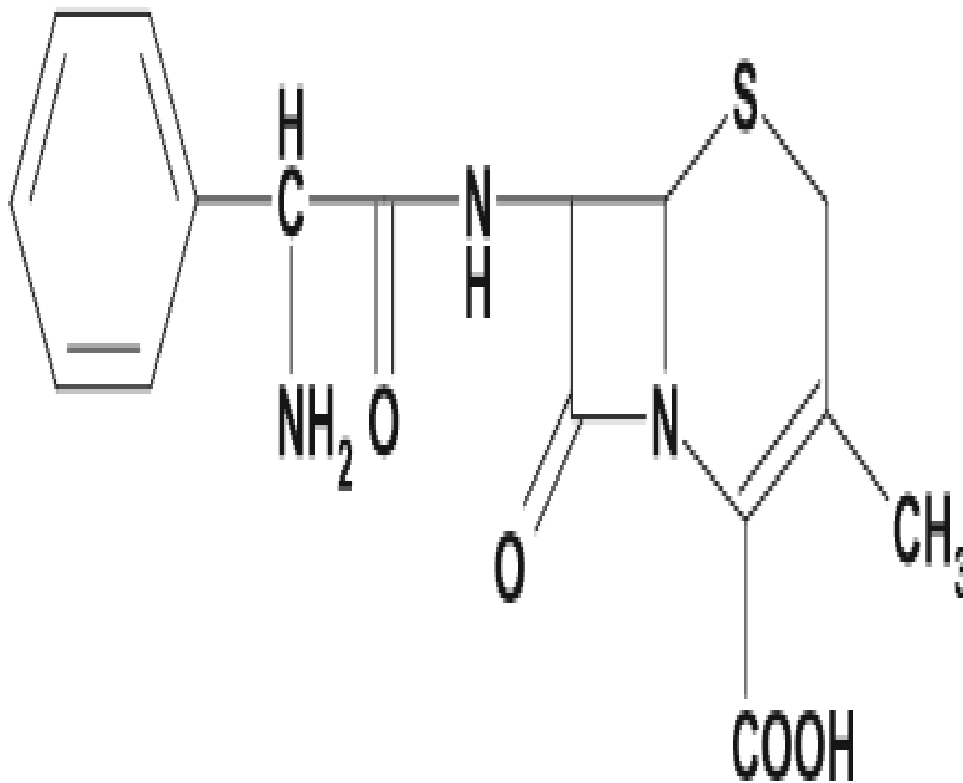


Figura 1.1. Estructura de la cefalexina
(Anacona y Rodríguez, 2004, p. 1264)

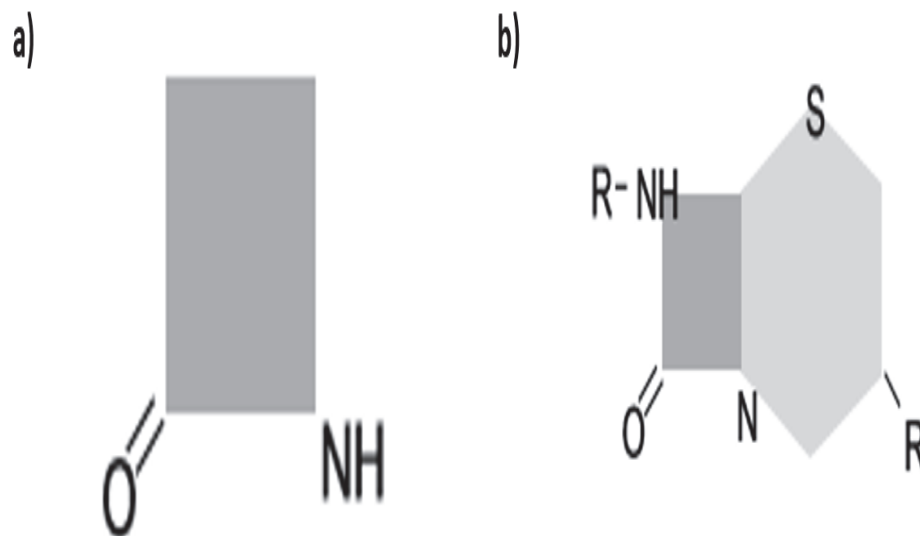


Figura 1.2. Estructura de los anillos betalactámico (a) y dihidrotiacínico (b)
(Suárez y Gudiol, 2009, p. 118)

Como se observa, el anillo betalactámico forma parte del anillo dihidrotiacínico. La combinación del anillo betalactámico con un anillo secundario da origen al núcleo antibiótico de las cefalosporinas y caracteriza su mecanismo de acción. La asociación de este núcleo con diferentes radicales modifica las características antimicrobianas de cada uno de los miembros de la familia de las cefalosporinas (Suárez y Gudiol, 2009, p. 117).

Al igual que otras cefalosporinas de primera generación, la cefalexina se considera un antibiótico de amplio espectro debido a que son muy activas contra microorganismos grampositivos y moderadamente activas frente a bacterias gramnegativas (Suárez y Gudiol, 2009, p. 123).

1.1.3.2. Propiedades generales de los complejos metálicos

Entre todas sus propiedades, los compuestos de coordinación formados con metales de transición poseen varias específicas, entre las que están el color, magnetismo, estabilidad, y reactividad. Todas estas características se deben a que

el átomo metálico central posee electrones desapareados, y se explican a través de la teoría del campo del cristal (Averill y Eldredge, 2012, p. 2813).

La teoría del campo del cristal es un modelo electrostático que permite predecir cómo se dividirán los orbitales d del complejo metálico. El patrón de división está directamente relacionado con la geometría de la molécula y el tipo de ligantes presentes (Housecroft y Sharpe, 2005, p. 558).

1.1.3.3. Aspectos generales del magnetismo

El magnetismo es un fenómeno físico que se debe a la distribución de electrones en los niveles más externos de los átomos. De acuerdo a esto, los materiales pueden ser clasificados como diamagnéticos o paramagnéticos (Hafeli y Chastellain, 2006, p. 398).

- **Materiales diamagnéticos:** en estos materiales todos los electrones se encuentran apareados por lo que tienen un momento magnético igual a cero y tienden a disminuir la intensidad del campo magnético cuando se exponen a uno, por lo que son repelidos en lugar de ser atraídos. Por esta razón, se dice que les caracteriza una pequeña susceptibilidad magnética negativa. (Bhat, 2015, p. 28; Hafeli y Chastellain, 2006, p 398).

- **Materiales paramagnéticos:** estos materiales tienen electrones desapareados por lo que su momento magnético neto, que es el resultado de la suma vectorial de cada uno de sus momentos magnéticos individuales, es diferente de cero (Hafeli y Chastellain, 2006, p. 398). Además, su susceptibilidad magnética es levemente positiva, debido a la orientación al azar de sus momentos magnéticos individuales, y tienden a alinearse en dirección paralela al campo magnético cuando son expuestos a uno (Bhat, 2015, p. 28). Los materiales paramagnéticos pueden clasificarse como ferromagnéticos o ferrimagnéticos cuando sus momentos magnéticos individuales se encuentran ordenados de manera que forman dominios. Cada dominio se puede interpretar como un volumen dado de material en el que todos los momentos magnéticos individuales que lo componen se encuentran alineados de forma paralela y apuntan a la misma dirección (Akbarzadeh, Samiei, y Davaran, 2012, p. 3).

- **Materiales ferromagnéticos:** en estos materiales los dominios se encuentran apuntando hacia la misma dirección causando que la susceptibilidad magnética se incremente (Bhat, 2015, p. 28).
- **Materiales ferrimagnéticos:** en estos materiales los dominios se encuentran apuntando hacia direcciones opuestas causando que la susceptibilidad magnética disminuya (Bhat, 2015, p. 28).

El fenómeno del magnetismo se manifiesta solamente a escalas de tamaño reducidas (Ansari, Khan, Alhoshan, Aldwayyan y Alsalhi, 2010, p. 2). El paramagnetismo, por ejemplo, está asociado a materiales cuyo tamaño se encuentran en el rango de unas cuantas micras. Sin embargo, al reducir el tamaño de estos materiales hasta la escala nano métrica se puede apreciar un ordenamiento de los momentos magnéticos individuales de tal manera que se comportan como un dominio simple. Este fenómeno se conoce como **súper paramagnetismo** y se caracteriza por tener una susceptibilidad magnética alta (Hafeli y Chastellain, 2006, p. 400; Pankhurst, Connolly, Jones y Dobson, 2003, p. 168).

En las Figuras 1.3, 1.4 y 1.5 se pueden apreciar las disposiciones de los momentos magnéticos individuales en cada uno de los casos antes mencionados.



Figura 1.3. Orientación de los momentos magnéticos individuales en el paramagnetismo (Hafeli y Chastellain, 2006, p. 400)



Figura 1.4. Orientación de los momentos magnéticos individuales en el ferri/ferromagnetismo
(Hafeli y Chastellain, 2006, p. 400)



Figura 1.5. Orientación de los momentos magnéticos individuales en el súper paramagnetismo
(Hafeli y Chastellain, 2006, p. 400)

La susceptibilidad magnética, M , es la respuesta de una sustancia al ser expuesta a un campo magnético, y sirve, junto con los momentos magnéticos individuales, para cuantificar las propiedades magnéticas de los materiales (Bhat, 2015, p. 29). La susceptibilidad magnética se grafica en función del campo magnético inducido, H , en lo que se conoce como curvas de magnetización. En general, cuando se exponen a un campo magnético todos los dominios tienden a alinearse en la dirección del campo. En los casos del ferri y ferromagnetismo este proceso requiere que varias paredes de dominio se muevan, lo que implica una dificultad debido a la gran cantidad de dominios que pueden estar presentes dependiendo del tamaño de partícula, y causa la magnetización remanente que conservan estos materiales después de haber sido expuestos a un campo magnético, aun cuando este ya no

está. En otras palabras, en los casos del ferri y ferromagnetismo los dominios no pueden regresar a su orientación inicial después de ser expuestos a un campo magnético. Por otra parte, alinear el dominio simple que posee un material súper paramagnético resulta sencillo y es por eso que al dejar de estar expuesto a un campo magnético dicho dominio regresa a su posición inicial por lo que no hay magnetización remanente (Hafeli y Chastellain, 2006, p. 399).

En la Figura 1.6 se muestran las curvas de magnetización características de los materiales ferro/ferrimagnéticos y súper paramagnéticos, y su relación con el tamaño de partícula.

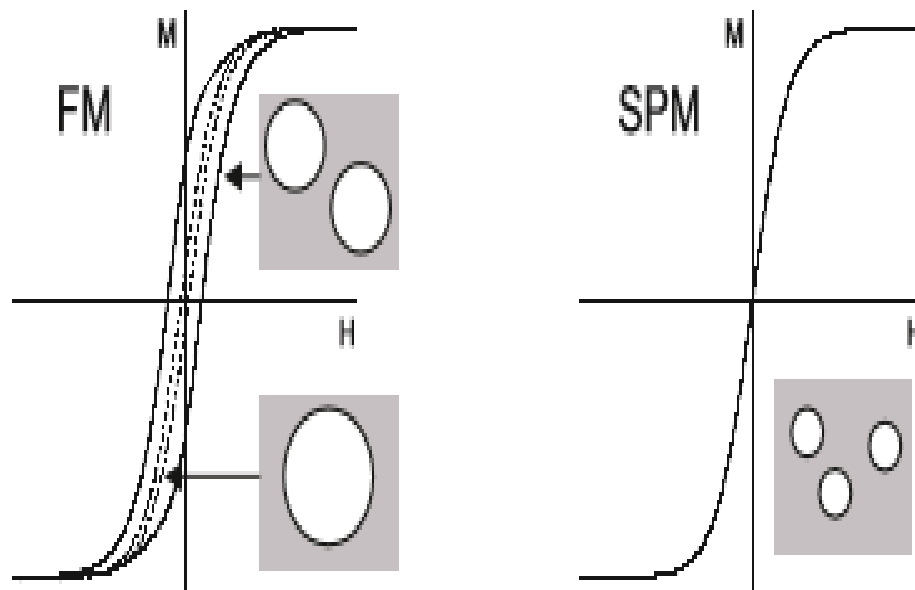


Figura 1.6. Curvas de magnetización características de materiales paramagnéticos (Pankhurst, Connolly, Jones y Dobson, 2003, p. 168)

Como se observa en la curva correspondiente a los materiales ferro/ferrimagnéticos, además de la magnetización remanente (equivalente al valor de M cuando el valor de H es cero) existe coercitividad (representada en la curva como el valor de H cuando el valor de M es cero). La coercitividad, se relaciona con el tamaño de partícula de modo que al disminuir el tamaño la coercitividad se incrementa hasta un máximo para luego disminuir hasta cero (como en el caso de materiales súper paramagnéticos). En la Figura 1.7 se representa de mejor manera la afirmación anterior.

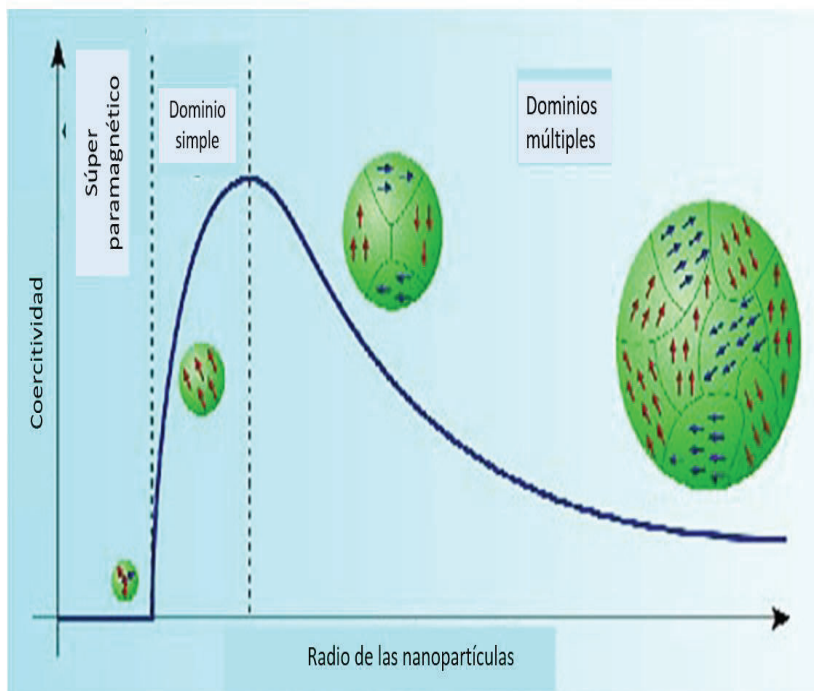


Figura 1.7. Esquema ilustrativo de la relación coercitividad-tamaño de partícula (Akbarzadeh, Samiei, y Davaran, 2012, p. 3)

1.2. TEXTILES ANTIBACTERIANOS

Los textiles antibacterianos o antimicrobianos pertenecen a la familia de textiles que se adaptan, y se caracterizan por causar la destrucción de microorganismos patógenos o, al menos, inhibir su crecimiento. Además, este tipo de textiles son capaces de contrarrestar el desarrollo de olores que provienen de la descomposición bacteriana en prendas de vestir debido a la transpiración (Rouette, 2001, pp. 86-87).

Los acabados antimicrobianos se usan en textiles que están continuamente expuestos a un gran número de personas. Algunos ejemplos de estos lugares incluyen hospitales, hostales, hoteles, etc. (Hall, 2000, p. 171).

1.2.1. PROCESOS DE OBTENCIÓN DE POLÍMEROS ANTIBACTERIANOS

Para producir textiles antimicrobianos se utiliza diferentes técnicas de acabado textil que sirven para incrementar la utilidad del producto final. La adición de la sustancia

antimicrobiana durante la manufactura de la fibra textil, las modificaciones que involucran reacciones químicas y/o procesos de impregnación, y los procesos térmicos de adición del agente antimicrobiano al textil, como el secado y curado, son los principales grupos dentro de los cuales se pueden clasificar las técnicas de acabado para obtener textiles antimicrobianos (Rouette, 2001, p. 86).

Los procesos químicos de acabado textil, al igual que los procesos de impregnación, se aplican normalmente usando una solución acuosa o emulsión conocida como baño de impregnación. La principal técnica de aplicación de este tipo de acabado consiste en hacer pasar el material textil por el baño de impregnación seguido de un sistema de calandrado. La concentración del baño de impregnación depende de la eficiencia del agente antimicrobiano. Sin embargo, concentraciones que se encuentran entre el 1% y 4% sobre el peso de tela se usan generalmente (Hall, 2000, pp. 153, 172).

La Figura 1.8 muestra el esquema básico de la técnica de aplicación del agente antimicrobiano y el proceso de calandrado en textiles.

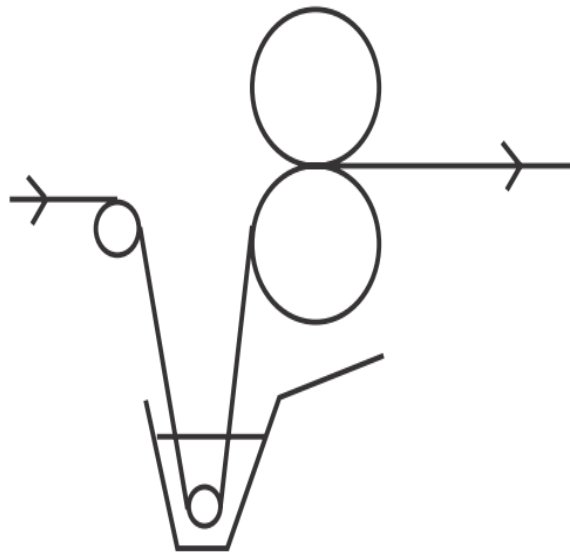


Figura 1.8. Esquema del proceso de impregnación y calandrado del material textil
(Hall, 2000, p. 153)

El proceso de calandrado se realiza para reducir los espacios que existen entre los entrecruzamientos de las fibras del textil mediante la presión que ejercen los rodillos del equipo. Este proceso de aplanamiento, ayuda a retener de mejor manera la

sustancia química antimicrobiana usada sobre las fibras del textil (Hall, 2000, pp. 153 – 154).

En la Figura 1.9 se muestra un esquema del efecto de aplanamiento que el proceso de calandrado produce en el textil.

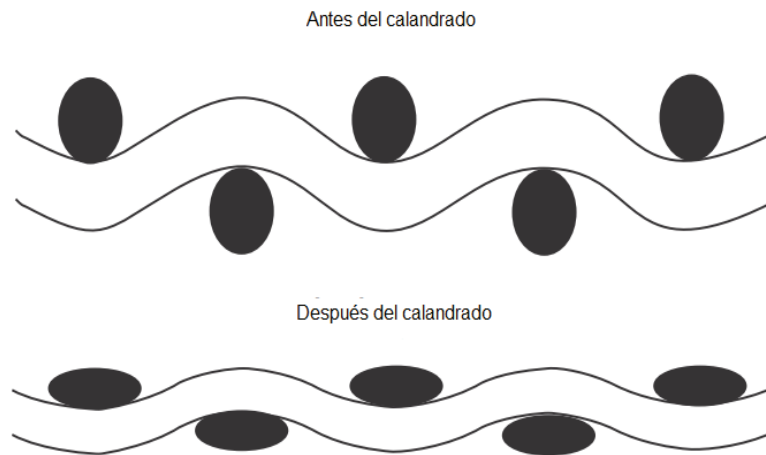


Figura 1.9. Efecto de aplanamiento del textil debido al calandrado (Hall, 2000, p. 154)

Después del calandrado, se lleva a cabo un proceso de secado que sirve para remover agua del tejido y fijar de mejor manera el agente antimicrobiano al textil. Por lo general, el proceso de secado se lleva a cabo a temperaturas elevadas por períodos de tiempo cortos, lo que permite que la sustancia química aplicada forme una unión más estable con la superficie del material textil (Hall, 2000, p. 153).

1.2.1.1. Procesos de acabado textil en poliéster

Varias investigaciones se han llevado a cabo a fin de mejorar las propiedades de los tejidos de poliéster. A continuación, se describen brevemente algunas de ellas, en las que se buscaba obtener propiedades antimicrobianas.

El-Gabry, Allam, y Hakeim (2013) estudiaron los procesos de acabado antibacterianos en tejidos de viscosa y poliéster usando nanopartículas de SiO₂ como agente antimicrobiano. El agente antimicrobiano fue añadido a los tejidos en presencia y ausencia, respectivamente, de un enlazante químico mediante un

proceso de inmersión en baños de impregnación, seguido de etapas de calandrado, secado, y finalmente curado. Los resultados de su investigación mostraron la eficiencia del uso de nanopartículas de SiO_2 como agente antimicrobiano tanto en tejidos de viscosa como en tejidos de poliéster y resaltaron que la estabilidad en cuanto a la retención del agente antimicrobiano sobre el tejido mejora cuando se usa un enlazante químico (pp. 354, 356, 357).

Lee, Yeo, y Jeong (2003) investigaron el efecto antibacteriano que producen las nanopartículas de plata aplicadas en tejidos de poliéster y mezcla de algodón-poliéster. Las nanopartículas de plata se aplicaron mediante inmersión en un baño de impregnación seguido de un proceso de calandrado. En este caso, la etapa de secado se llevó a cabo a temperatura ambiente y no se utilizó ningún tipo de enlazante químico para fijar el antimicrobiano a las fibras de los tejidos. La investigación concluyó que las nanopartículas de plata actúan con eficacia al inhibir el crecimiento de microorganismos, y, que a pesar de no usar un enlazante, la eficacia antimicrobiana adquirida por los tejidos se mantiene incluso después de realizar procesos de lavado sobre estos (pp. 2200, 2203).

Mihailović et. al estudiaron los efectos que produce usar nanopartículas de TiO_2 junto a un enlazante químico en diferentes propiedades de los tejidos de poliéster, entre las que se encontraba la eficiencia antibacteriana. El proceso usado consistió en sumergir el tejido, después de haber sido modificado con un enlazante químico, en un baño de impregnación para luego ser secado a temperatura ambiente y finalmente atravesar una etapa de curado o termo fijado. Los resultados que obtuvieron mostraron que la eficiencia antibacteriana es mejor cuando se usa un enlazante químico para retener el agente antimicrobiano sobre las fibras del material textil, y que este permanece sobre el tejido incluso después de pasar por pruebas de lavado (pp. 527, 528, 530).

1.2.1.2. Materiales usados como agentes antimicrobianos en procesos de acabado textil

Melchor-Alemán, Mesta-Torres y Martel-Estrada (2016) indican que las nanopartículas de dióxido de titanio, cobre, óxido de silicio, óxido de zinc y plata

son los agentes antimicrobianos más usados en procesos de acabado textil (pp. 163 – 164). Además, Dastjerdi y Montazer (2010) señalan que nanotubos de carbono, nanopartículas de oro, y agentes antibacterianos a base de galio pueden ser usados también para conseguir acabados antimicrobianos en textiles (p. 6).

Como se ha descrito, los metales son los agentes antimicrobianos más usados en procesos de acabado textil. Cuando se reduce el tamaño de un metal, se incrementa la relación área – volumen pues se logra que una mayor cantidad de átomos se encuentren en la superficie de la estructura cristalina del mismo. Se cree que la efectividad antimicrobiana está directamente relacionada con dicha relación, de modo que, al disminuir el tamaño de partícula hasta la escala nano métrica la efectividad anti microbiana se incrementa. Además, tal parece ser que las bacterias son menos propensas a desarrollar resistencia contra los metales, y un sin número de mutaciones deberían ocurrir para que empiecen a mostrarla. Se piensa que esto ocurre debido a que los metales pueden actuar en contra de un amplio rango de microorganismos. (Allaker, Vargas – Reus y Ren, 2012, pp. 328 – 329, 331).

2. PARTE EXPERIMENTAL

Para llevar a cabo esta investigación se realizaron cuatro etapas experimentales. La primera se centró en modificar las condiciones de síntesis para obtener partículas de hierro con propiedades magnéticas.

En la segunda etapa, se caracterizaron las partículas de hierro sintetizadas mediante una serie de técnicas físico-químicas para seleccionar aquellas que en la etapa siguiente serían usadas en la impregnación de tejidos.

La tercera etapa consistió en impregnar las partículas de hierro en tejidos de poliéster modificando variables del proceso de impregnación con el fin de determinar cómo afectan al resultado final del proceso.

Finalmente, se evaluó las propiedades antibacterianas del tejido impregnado frente a cepas de *Escherichia coli* y *Staphylococcus aureus*.

A continuación, se listan los equipos más relevantes usados para el desarrollo experimental

- Equipo de calorimetría diferencial de barrido, NETZSCH, modelo DSC 204 F1 Phoenix
- Espectrofotómetro FTIR, PERKIN ELMER, modelo Spectrum One
- Equipo de difracción de rayos X (DRX), Bruker AXS, modelo D8 Advance
- Equipo de dispersión de luz dinámica (DLS), Brookhaven 90 plus
- Microscopio de fuerza atómica (AFM), Nanosurf-Naio AFM
- Magnetómetro de fuerza vibrante (VSM), VersaLab con capacidad de 3 Tesla
- Espectrofotómetro UV-Vis, Agilent Technologies, modelo Carry 60
- Equipo de termogravimetría (TGA), Shimadzu, modelo TGA-5
- Microscopio electrónico de barrido, Bunker, modelo Vega Tescan
- Equipo de impregnación Foulard, Ernst Benz, modelo LEV 5007 2R
- Balanza analítica, Denver, modelo AA-200, 210 g, 0,0001 g

2.1. EVALUACIÓN DE LAS CONDICIONES APROPIADAS PARA LA OBTENCIÓN DE PARTÍCULAS DE HIERRO

Para sintetizar las partículas de hierro se desarrolló un diseño factorial 4x3, en el que las variables de estudio fueron el pH con tres niveles: 8,5, 10,5 y 12,5; y el tiempo de reacción con cuatro niveles: 10 h, 12 h, 18 h y 24 h. No se realizó repeticiones del diseño debido al tiempo que tomaba sintetizar las partículas.

Los reactivos usados fueron sulfato de hierro II heptahidratado al 99% de pureza (Loba Chemie, Mumbai, India), cefalexina monohidrato 99% pura (Life, Quito, Ecuador) e hidróxido de sodio (Merck, grado analítico).

La cefalexina fue caracterizada mediante ensayos de espectroscopía infrarroja y calorimetría diferencial de barrido para identificar tanto sus transiciones térmicas como los principales grupos funcionales presentes en el reactivo y compararlos con datos bibliográficos. El proceso de análisis térmico mediante DSC se llevó a cabo entre 20°C y 210°C a una velocidad de calentamiento de 10°C/min. Las curvas de la caracterización térmica obtenidas se muestran en el Anexo I.

Para empezar, se prepararon soluciones de sulfato de hierro II y cefalexina manteniendo la relación molar entre estas siempre igual a 4:1. Para ello se pesó, por separado, 0,1000 g de cefalexina y 0,3200 g de sulfato de hierro. Luego, se disolvió cada reactivo en 10 mL de agua. Después, se mezclaron ambas soluciones en un matraz Erlenmeyer de 125 mL y se procedió a regular el pH del medio de reacción con soluciones de hidróxido de sodio de concentración 1,0 M y 0,1 M, preparadas según el método AOAC 936,16 "*Standard solution of sodium hydroxide*", hasta fijar el pH en cada uno de los valores mencionados en el diseño descrito.

Después de fijar el pH del medio de reacción, se colocó un tapón de caucho perforado con dos mangueras que permitían la entrada y salida de nitrógeno del matraz de modo que se aseguró que la reacción se llevó a cabo en atmósfera inerte. En la Figura 2.1 se muestra un esquema del reactor acoplado con mangueras de PVC que se desarrolló para evitar que las partículas de hierro se oxidaran durante el proceso de síntesis.



Figura 2.1. Configuración del reactor acoplado con mangueras de PVC para mantener atmósfera inerte

La velocidad de agitación y la temperatura de la plancha de calentamiento se mantuvieron constantes en 800 rpm y 298 K (25°C), respectivamente.

Finalizada la reacción, se colocó el producto resultante en una caja Petri para aislar las partículas obtenidas mediante el método de evaporación del solvente a temperatura ambiente. A su vez, la caja Petri fue colocada dentro de un recipiente de vidrio que contenía material desecante en su interior y dos perforaciones en su tapa por las cuales cruzaban dos mangueras que permitían la entrada y salida de nitrógeno del recipiente, de manera que el aislamiento del sólido se llevó a cabo en atmósfera inerte. En la Figura 2.2 se muestra una imagen de la cámara con atmósfera inerte usada para aislar las partículas de hierro sintetizadas en cada reacción química.



Figura 2.2. Configuración de la cámara con atmósfera inerte usada para aislar las partículas de hierro sintetizadas

Después de aislar las muestras sólidas, se evaluaron las propiedades magnéticas de las mismas haciendo uso de una escala cuantitativa de magnetismo. Para ello se diseñó y construyó un soporte que se colocó dentro de la cámara de la balanza analítica sin que hubiese contacto físico entre el soporte y el plato de la balanza. Luego, se colocó un imán de neodimio sobre el plato de la balanza y se encoró la lectura del peso del imán. Las muestras evaluadas se colocaron por separado en tubos eppendorf que luego se ubicaron sobre el soporte, que mantenía la muestra dentro del tubo alejado siempre a la misma distancia del imán que reposaba sobre el plato de la balanza.

Debido a su carácter magnético, cuando las muestras se acercaban al imán provocaban una atracción que provocó que el peso del imán disminuya, aun cuando no existía contacto físico entre la muestra y el imán. Este principio permitió elaborar una escala de magnetismo cuantitativo de entre 0,00 y 10,00 en la cual la muestra

que causó la mayor disminución en el peso del imán tuvo el valor de 10,00. Los valores de magnetismo de las demás muestras expresados dentro de la escala se obtuvieron por regla de tres simple en función de aquella muestra que obtuvo el valor más alto. En la Figura 2.3 se observa un esquema del sistema completo usado para medir magnetismo.

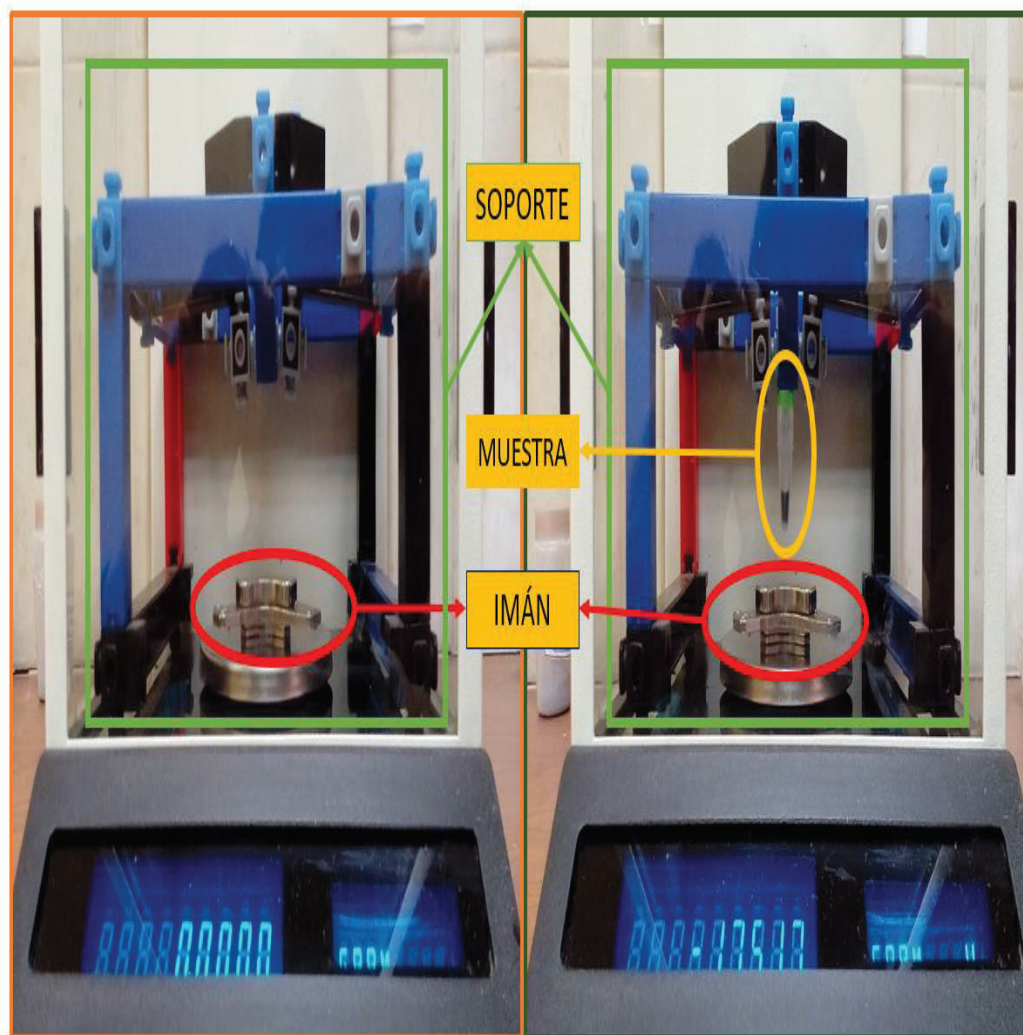


Figura 2.3. Sistema completo usado para cuantificar magnetismo sin muestra (izq.) y con muestra (der.)

Finalmente, se seleccionaron las dos muestras cuyos valores de magnetismo fueron los más altos para su posterior caracterización físico química. Sólo se caracterizaron dos muestras debido a la limitación en cuanto al uso de equipos necesarios para realizar los análisis.

2.2. CARACTERIZACIÓN DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO

Las partículas de hierro obtenidas se caracterizaron mediante los siguientes ensayos.

- Difracción de rayos X (DRX)

Los ensayos de difracción de rayos X se realizaron a fin de conocer y cuantificar la estructura cristalina de las partículas de hierro obtenidas en la síntesis.

- Dispersión de luz dinámica (DLS)

Los ensayos de dispersión de luz dinámica se llevaron a cabo con el objetivo de conocer la distribución de tamaños de las partículas de hierro sintetizadas.

- Microscopía de fuerza atómica (AFM)

Los ensayos de microscopía de fuerza atómica se realizaron con el objetivo de visualizar la forma de la partícula y medir su tamaño. Se empleó el método de contacto intermitente.

- Magnetometría de fuerza vibrante (VSM)

Los ensayos de magnetometría de fuerza vibrante se llevaron a cabo a fin de caracterizar el comportamiento magnético de las partículas y obtener las curvas magnetización vs campo magnético (MH) y magnetización vs temperatura (MT). Las curvas MH se obtuvieron variando el campo magnético entre -30 000 y 30 000 Oe y manteniendo la temperatura constante en 300 K (27°C). Las curvas MT se obtuvieron variando la temperatura entre 50 K y 350 K y manteniendo el campo magnético constante en 100 Oe

- Espectroscopía infrarroja (FTIR)

Los ensayos de espectroscopía FTIR se realizaron en el rango de longitud de onda de 450 cm^{-1} hasta 4000 cm^{-1} mediante la técnica de transmitancia.

- Espectroscopía UV – Vis

Los ensayos de espectroscopía UV – Vis se realizaron en el rango de longitud de onda comprendido entre 180 nm y 1021 nm con el objetivo de determinar las transiciones electrónicas que ocurren, características de complejos metálicos. La técnica usada fue la de absorbancia.

- Termogravimetría (TGA)

Los ensayos termogravimétricos se realizaron de acuerdo con la norma ASTM E-1131 “*Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry*” para

determinar las condiciones máximas de temperatura que pueden soportar las partículas de hierro durante el proceso de impregnación.

- Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Los ensayos DSC de las partículas de hierro se realizaron para identificar sus transiciones térmicas y complementar los resultados obtenidos en el análisis TGA realizado de forma previa a la impregnación de las partículas.

2.3.DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE IMPREGNACIÓN DE PARTÍCULAS DE HIERRO EN TEJIDOS DE POLIÉSTER

La impregnación de las muestras de tejido de poliéster con las partículas de hierro obtenidas se realizó siguiendo un diseño experimental 2x2, en el que las variables de estudio fueron la temperatura de termo fijado con dos niveles: 413 K (140°C) y 433 K (160°C); y la concentración del baño de impregnación también con dos niveles: 1% y 3% sobre el peso de tela (spt). No se realizaron repeticiones del diseño debido a la limitada masa de partículas disponible para la impregnación de las probetas.

Las concentraciones de los baños de impregnación se tomaron como referencia del trabajo realizado por Ojstršek, Kleinschek, y Fakin (2013) en su estudio de modificación de la estructura de tejidos de poliéster (p. 69). Estas concentraciones son comunes cuando se usa procesos continuos en lugar de procesos batch.

En primer lugar, se calentó 50 mL de cada baño de impregnación hasta una temperatura de 343 K (70°C). Luego, se colocó el baño caliente en una tina de acero diseñada para albergar volúmenes pequeños. A su vez, la tina fue encajada frente a un sistema de rodillos usados para exprimir la probeta de tela que pasaba entre ellos después de haber pasado por el baño. Se reguló la presión que ejercen los rodillos hasta un valor de 11 kg/cm² con el cual se aseguró que el porcentaje de expresión de las probetas sería igual a 90%. En la Figura 2.4 se muestra una imagen del equipo usado para la impregnación de las telas. En la industria textil este equipo se conoce con el nombre de Foulard.

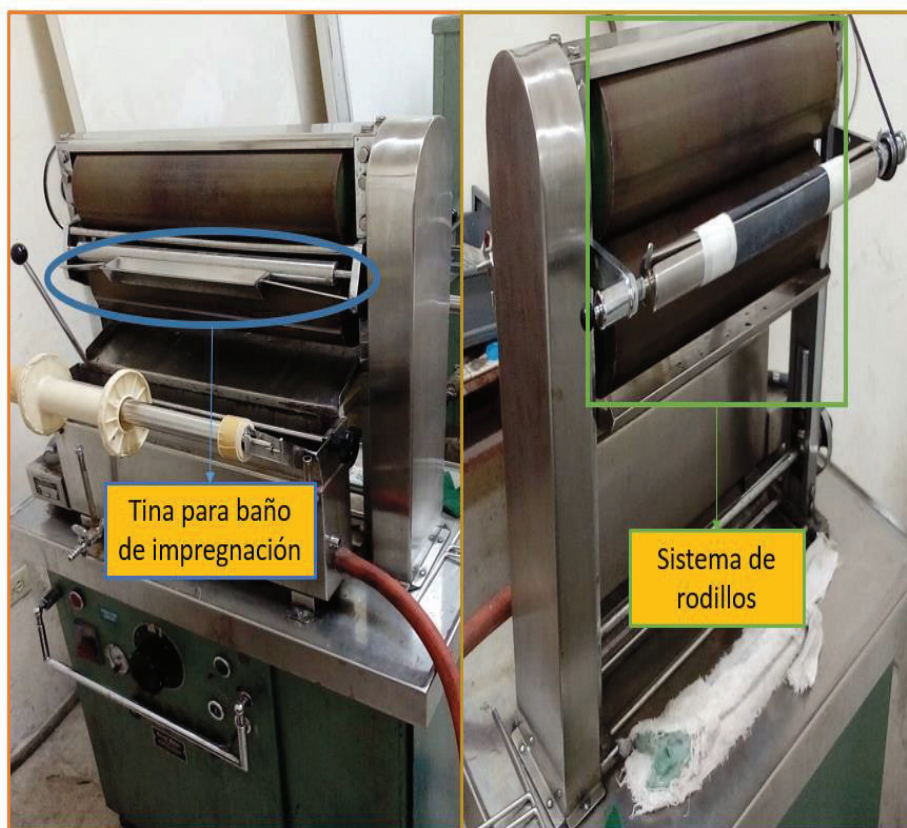


Figura 2.4. Vista anterior (izq.) y posterior (der.) del equipo Foulard usado para impregnación

Después de que las telas fueron impregnadas, se procedió a secarlas mediante un túnel de secado. Las muestras pasaron a través del túnel sobre un porta muestras hecho de acero. Se fijó la temperatura de secado en 383 K (110°C) y se reguló a 60 s el tiempo que tardaron las muestras en pasar por el túnel.

Luego, se hizo pasar nuevamente las muestras de tela secas por el túnel con el propósito de termo fijar las partículas impregnadas. Las dos temperaturas usadas fueron las antes mencionadas en el diseño experimental. Debido a que no se usó un proceso de fijación química de las partículas al tejido, se realizó el proceso de fijación en caliente pues este es común en la industria textil. El tiempo de termo fijado fue de 180 s porque garantizaba la eliminación total de la humedad que hubiese podido retener el tejido después del secado y permitió que las partículas se quedaran sobre el tejido al final del proceso. En la Figura 2.6 se muestra una imagen del equipo usado para secar las muestras de tejido impregnadas y después termo fijar las partículas al tejido.



Figura 2.5. Equipo usado para los procesos de secado y termo fijado de las muestras de tejido de poliéster

Una vez completado el diseño experimental, se procedió a tomar fotografías de los tejidos de poliéster impregnados mediante el uso de microscopía electrónica de barrido (SEM). Las microscopías de las muestras impregnadas se tomaron usando un detector BSE, a un acercamiento de 150x, en un campo visual de 1,44 mm, y voltaje de 20,00 kV.

También se impregnaron probetas de tejido de poliéster con cefalexina pura en baños de concentraciones iguales a las mencionadas en el diseño experimental (1% y 3% spt) que luego sirvieron como patrón de referencia para la evaluación de la actividad antimicrobiana de los tejidos impregnados con las partículas de hierro.

2.4. EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD ANTIBACTERIANA DE LOS TEJIDOS DE POLIÉSTER IMPREGNADOS

Para evaluar la actividad antimicrobiana de los tejidos de poliéster impregnados se utilizó el método de difusión en agar, con base en el método de prueba AATCC 147 – 2004 “*Antibacterial Activity Assesment of Textile Materials: Parallel Streak Method*” que sirve para determinar si existe actividad antibacteriana en materiales textiles que han pasado por algún proceso de acabado que pudiera añadirle esta

cualidad, con la variante de haber sembrado las cepas microbianas en toda el área del círculo interno de la caja Petri, en lugar de sembrar solamente cinco líneas paralelas separadas entre sí.

Primero, se cortaron muestras cuadradas de 10x10 mm y 20x20 mm de tamaño de cada probeta de las telas impregnadas que luego fueron colocadas en los cultivos microbianos. De acuerdo al método mencionado, es recomendable usar muestras rectangulares de las dimensiones que se consideren convenientes.

Los inóculos usados para realizar las pruebas fueron *Staphylococcus aureus* (Gram-positivo) y *Escherichia coli* (Gram-negativo). El medio de cultivo usado fue TSA. Cada cepa microbiana fue sembrada en una caja Petri estéril en donde previamente se dispensó y solidificó el medio de cultivo. En cada caja Petri se colocó una muestra de 10x10 mm y una muestra de 20x20 mm de cada probeta de tejido de poliéster impregnada.

Después de colocar las muestras, se incubaron las placas a 35°C por 24 h. Luego, se observó mediante la técnica de luz transmitida si existían zonas de inhibición formadas alrededor de las muestras.

En la Figura 2.6 se puede ver las muestras de cada probeta de tejido de poliéster impregnado listas para ser colocadas en el cultivo microbiano.

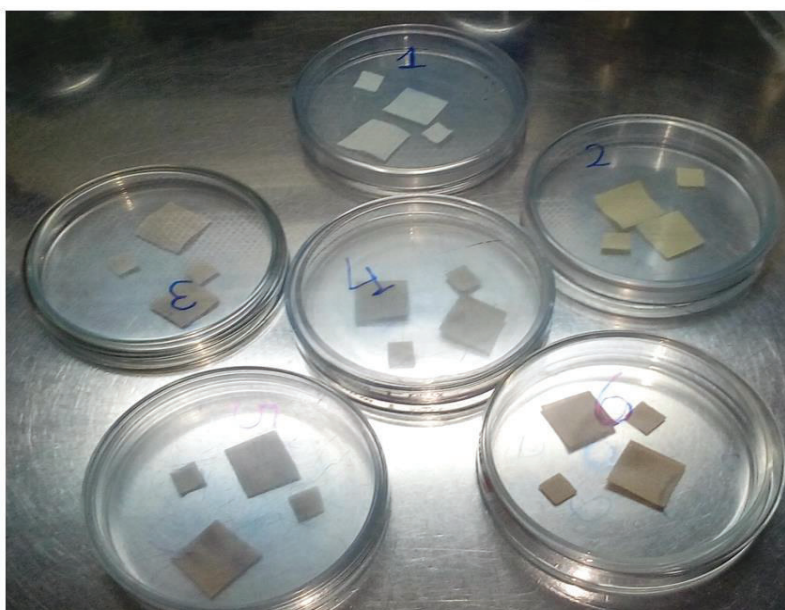


Figura 2.6. Muestras de tejido de poliéster impregnadas listas para el análisis antimicrobiano

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. MEDIDAS DE MAGNETISMO Y TAMAÑO DE PARTÍCULA

En la Tabla 3.1 se presentan los resultados de magnetismo cuantitativo usados para determinar cuáles muestras serían posteriormente caracterizadas. Un ejemplo de cálculo se muestra en el Anexo II

Tabla 3.1. Escala de magnetismo cuantitativo en valores del 1,00 al 10,00 de las partículas de hierro sintetizadas a diferentes condiciones

pH	Tiempo de reacción (h)	Magnetismo cuantitativo
8,5	10	0,02
	12	0,07
	18	0,04
	24	0,02
10,5	10	3,02
	12	1,89
	18	1,49
	24	5,77
12,5	10	7,03
	12	7,05
	18	7,07
	24	10,00

Los resultados mostrados en la Tabla 3.1 indican que las muestras con mayor magnetismo fueron aquellas sintetizadas a pH igual a 12,5 siendo la de 24 h de tiempo de reacción la más magnética, mientras que, las de 10 h, 12 h, y 18 h presentan valores de magnetismo similares. Por esta razón, las muestras sintetizadas a pH igual a 12,5 y tiempos de reacción de 10 h y 24 h fueron las seleccionadas para ser caracterizadas.

En la Figura 3.1 se muestra el resultado obtenido mediante dispersión de luz dinámica de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de tiempo de reacción.

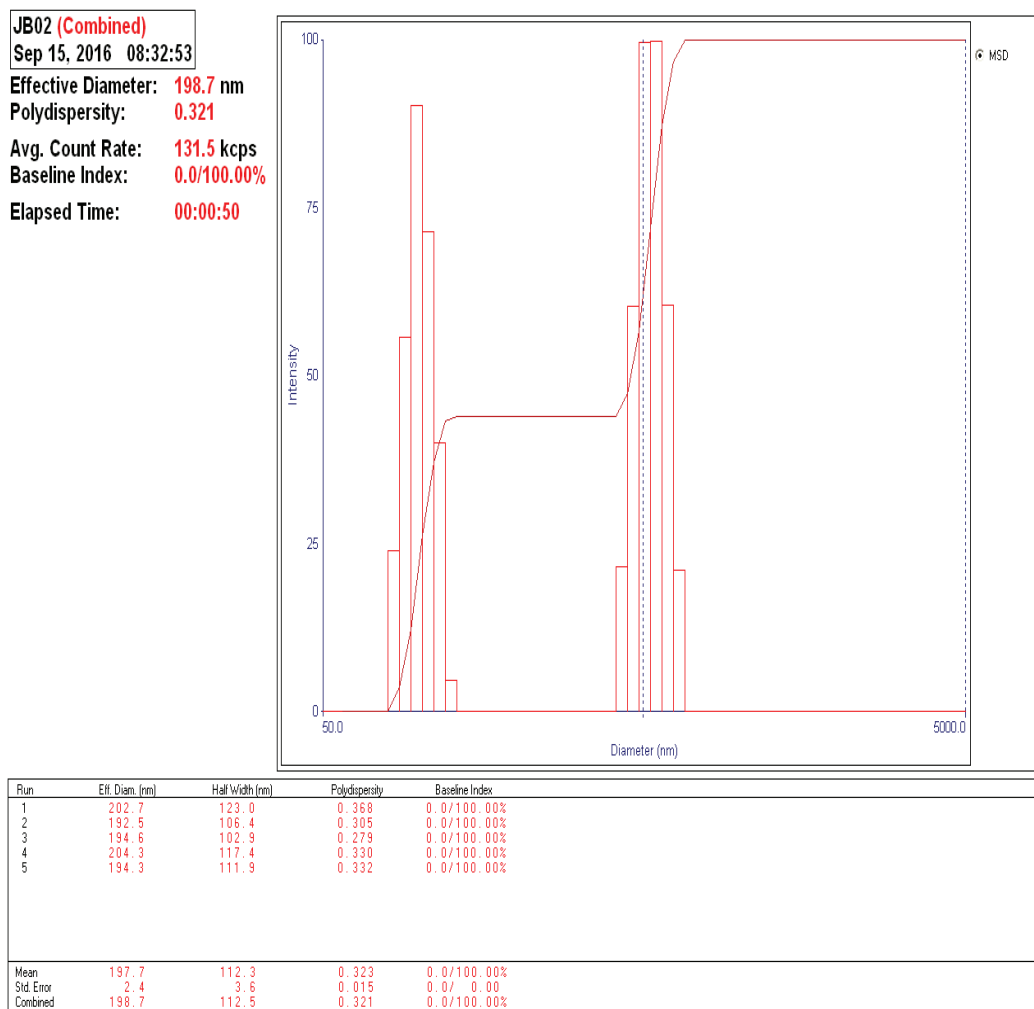


Figura 3.1. Intensidad vs Tamaño de partícula de las muestras sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de reacción

La Figura 3.1 indica un tamaño promedio de partícula de 198,7 nm y dos distribuciones de tamaño de partícula que están localizadas aproximadamente a 200 nm y 500 nm, a las que corresponden valores de intensidad, vistas sobre el eje Y, de aproximadamente 90 y 100, respectivamente. Es importante señalar que la escala en la que se reporta el tamaño de partícula es logarítmica, y, que de acuerdo a la intensidad reportada las partículas cuyo tamaño aproximado es 500 nm son más abundantes que aquellas cuyo tamaño aproximado es de 200 nm.

En la imagen obtenida por microscopía de fuerza atómica mostrada en la Figura 3.2 se puede observar la forma esférica que poseían las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y tiempo de reacción de 10 h. Debido a la limitación de la técnica sólo se pueden ver partículas cuyos tamaños se aproximan a 200 nm como máximo.

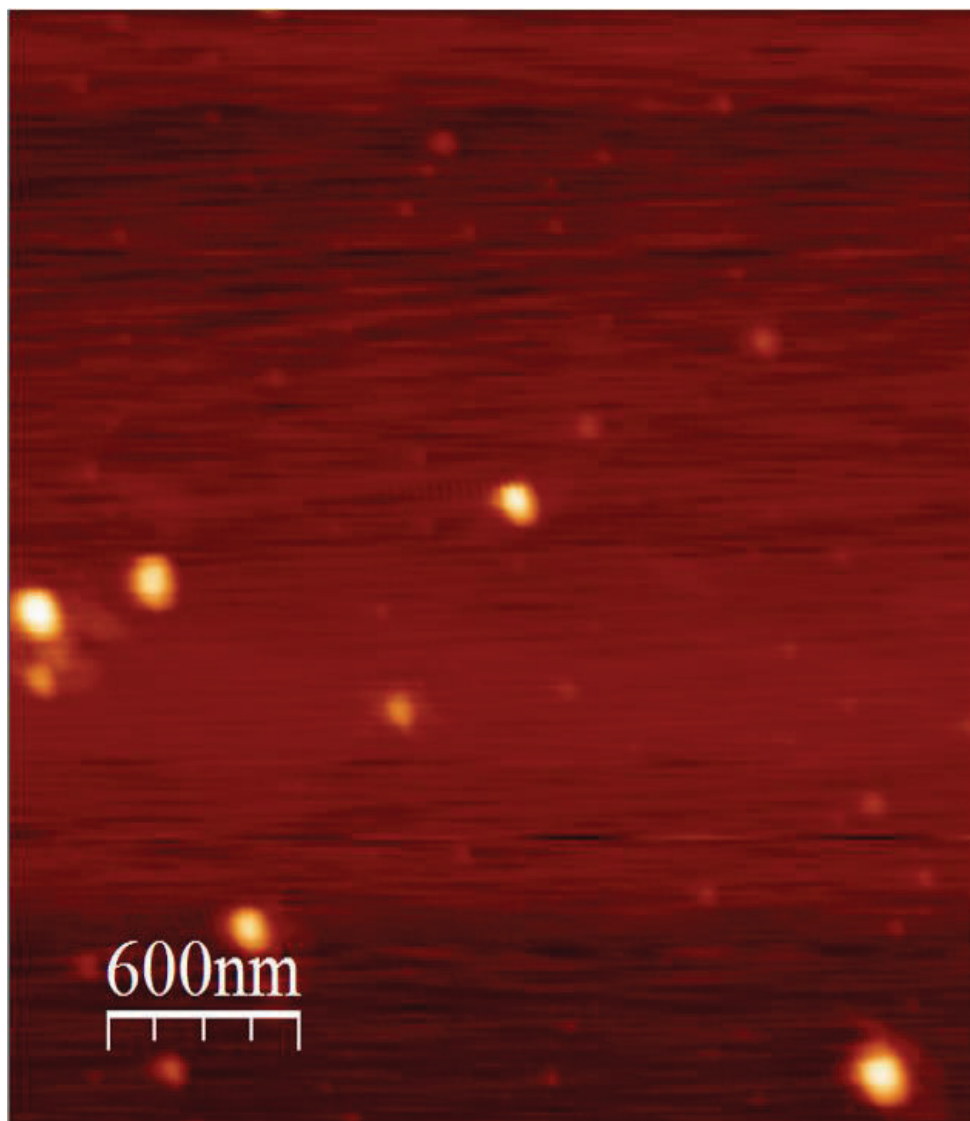


Figura 3.2. Microscopía de fuerza atómica de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción

En la Figura 3.3 se muestra la curva magnetización vs campo magnético de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de tiempo de reacción. El análisis se realizó a 300 K (27°C).

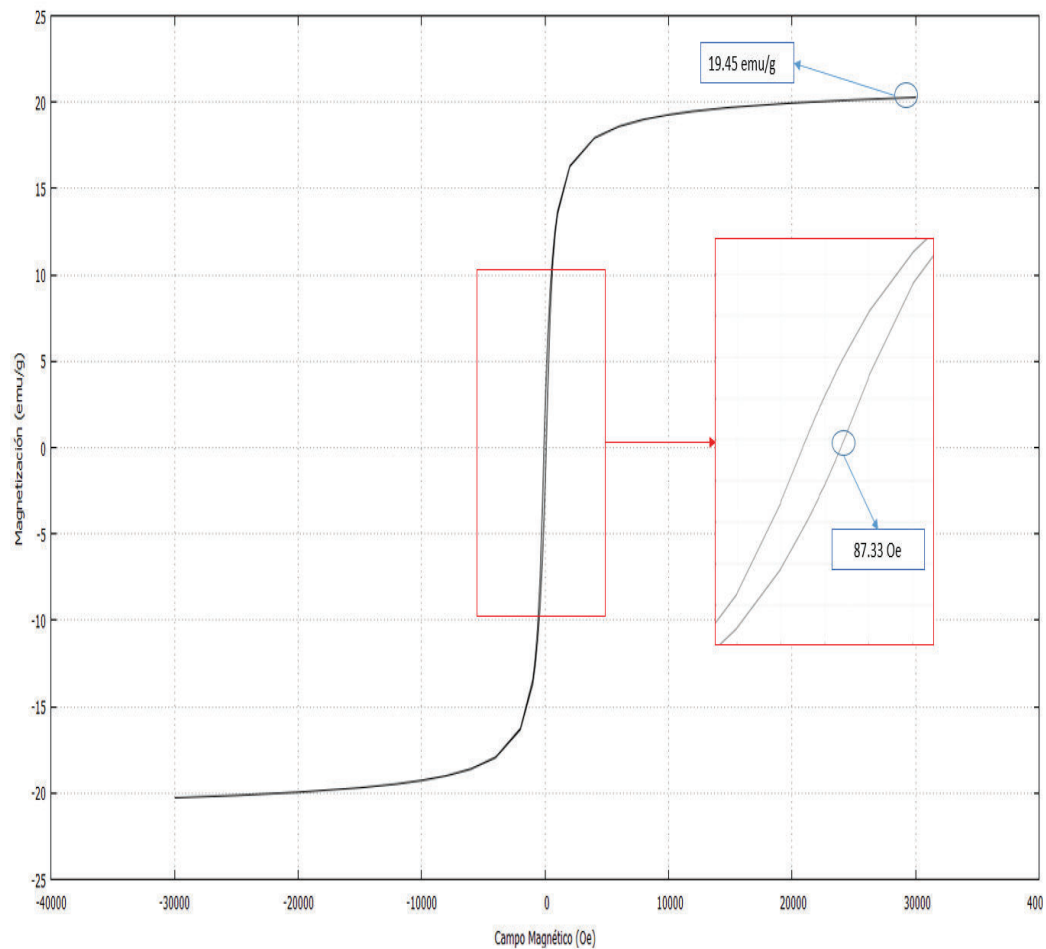


Figura 3.3. Curva magnetización vs campo magnético a 300 K de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción

En la Figura 3.3 se puede ver que las partículas de hierro se comportan como un material ferrimagnético y prueba de ello es la coercitividad que se observa cuando el valor de magnetización es cero. El valor reportado de coercitividad es de 87,33 Oe. Como se mencionó en la revisión bibliográfica en los aspectos generales del magnetismo, la coercitividad observada se debe a los dominios que existen dentro de las partículas, y la cantidad de dominios presentes es mayor cuando el tamaño de partícula es más grande. Con un tamaño promedio obtenido de 198,7 nm y dos distribuciones de tamaño de partícula de aproximadamente 200 nm y 500 nm existe la posibilidad de que una gran cantidad de paredes de dominio estén presentes en las partículas causando la coercitividad observada. Además, se observa que el valor máximo de magnetización alcanzado, la magnetización de saturación, es de 19,45 emu/g.

En la Figura 3.4 se muestran las curvas magnetización vs temperatura de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de tiempo de reacción. El análisis se realizó a 100 Oe.

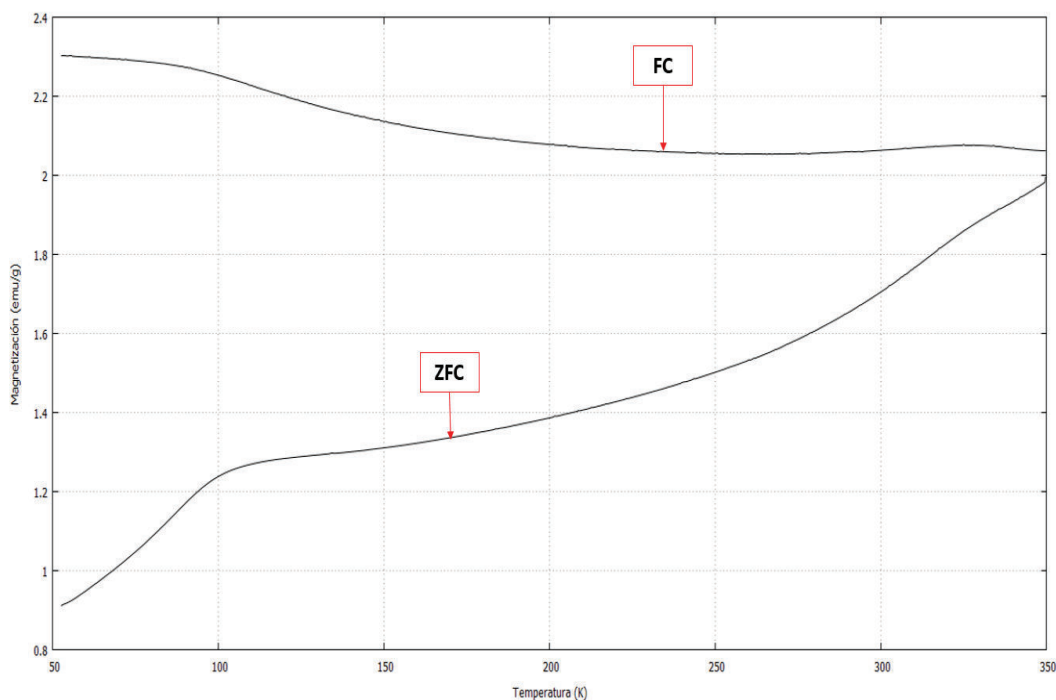


Figura 3.4. Curva magnetización vs temperatura a 100 Oe de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de reacción

La Figura 3.4 muestra dos cambios de tendencia observados sobre la curva ZFC. El primero a temperatura cercana a los 100 K (-173°C) y el otro a temperatura aproximada de 350 K (77°C). La aparición de estos dos cambios de tendencia se relaciona con las dos distribuciones de tamaño de partícula obtenidas. Una posibilidad es la sustentada por Bruvera, Mendoza Zélis, Pilar Catalayud y Goya (2015) quienes afirman que de acuerdo con su tamaño las partículas deben superar una barrera energética por encima de la cual sus momentos magnéticos empiezan a reaccionar ante la presencia de un campo, y sostienen que una distribución amplia de tamaños implica diferentes barreras y por lo tanto diferentes temperaturas (p. 2). De acuerdo con la afirmación anterior los momentos magnéticos presentes en las partículas de menor tamaño empiezan a moverse más libremente en presencia de un campo magnético a temperaturas mayores a 100 K (-173°C), mientras que las partículas de mayor tamaño requieren superar los 350

K (77°C) para lograr que sus momentos magnéticos reaccionen fácilmente ante un campo magnético.

En la Figura 3.5 se muestra el resultado de la dispersión de luz dinámica realizada a las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de tiempo de reacción.

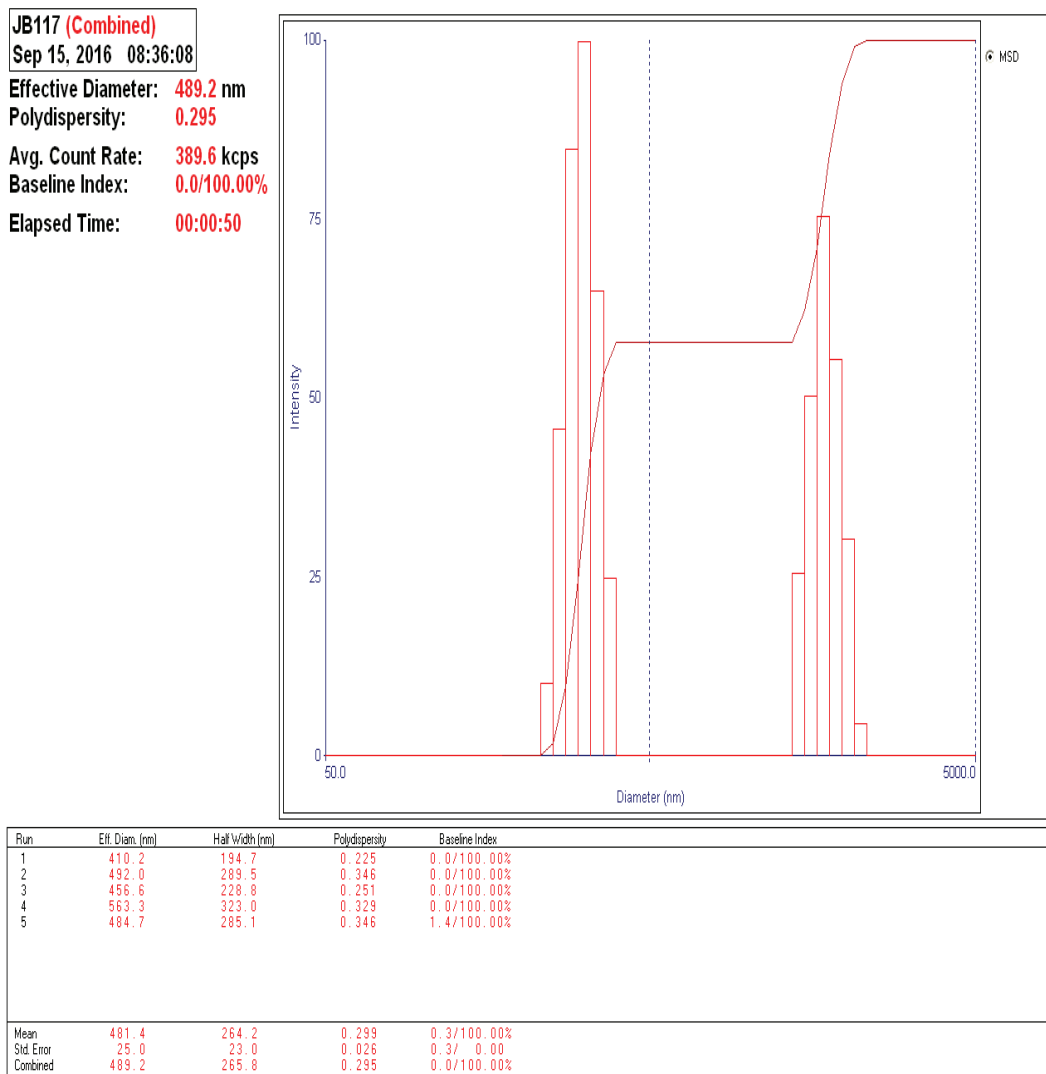


Figura 3.5. Intensidad vs. Tamaño de partícula de las muestras sintetizadas a pH igual a 12,5 y 24 h de reacción

En la Figura 3.5 se observa que el tamaño promedio de las partículas de hierro es 489,2 nm, y dos distribuciones de tamaño de partícula localizadas aproximadamente a 500 nm y 2000 nm, cuyas intensidades son de aproximadamente de 100 y 75, respectivamente. Con base en los valores de

intensidad mencionados se puede decir que las partículas cuyo tamaño se encuentra cerca de los 500 nm son más abundantes que aquellas cuyo tamaño se aproxima a 2000 nm.

En la Figura 3.6 se muestra la microscopía de fuerza atómica realizada a las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 24 h de tiempo de reacción las cuales poseen forma esférica. En la parte izquierda de la figura se observa que existen partículas cuyo tamaño alcanza 2 micras junto a otras cuyos tamaños se aproximan a 500 nm, mientras que en la parte derecha se observa una partícula de tamaño aproximado de 500 nm junto a otra mucho más pequeña.

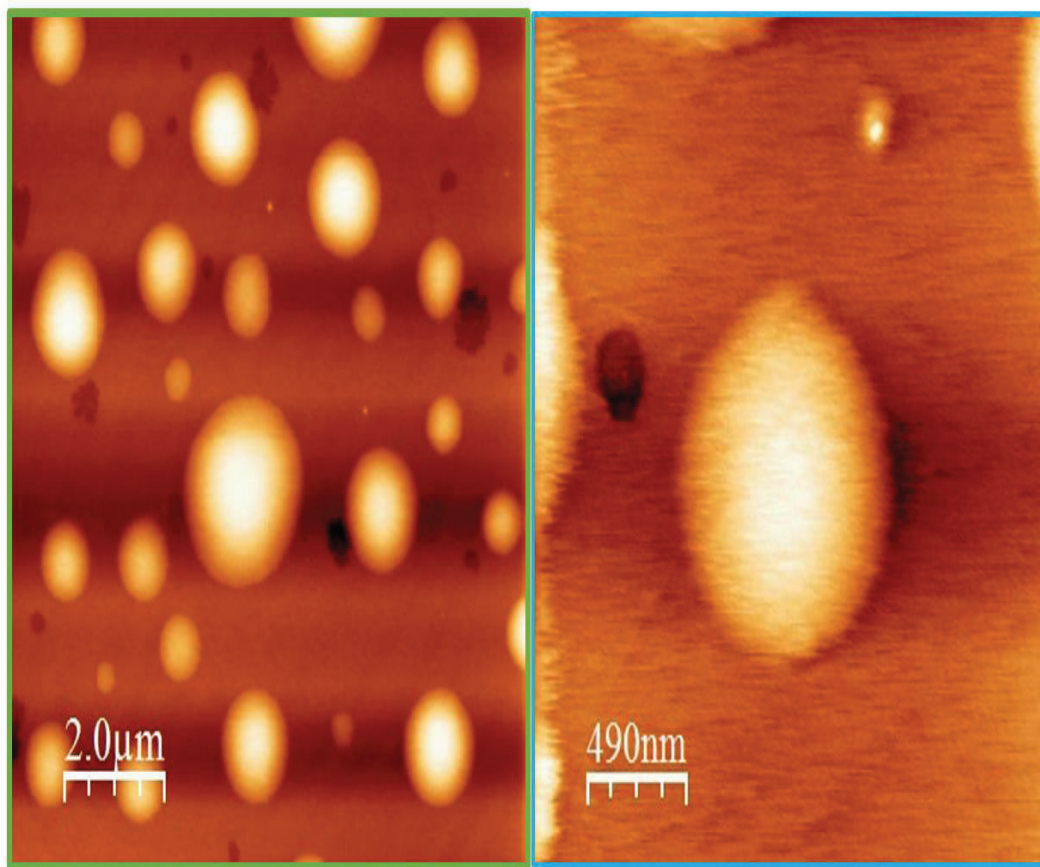


Figura 3.6. Microscopía de fuerza atómica de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de reacción tomada a diferentes acercamientos

En la Figura 3.7 se muestra la curva magnetización vs campo magnético de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 24 h de tiempo de reacción. El análisis se realizó a 300 K (27°C).

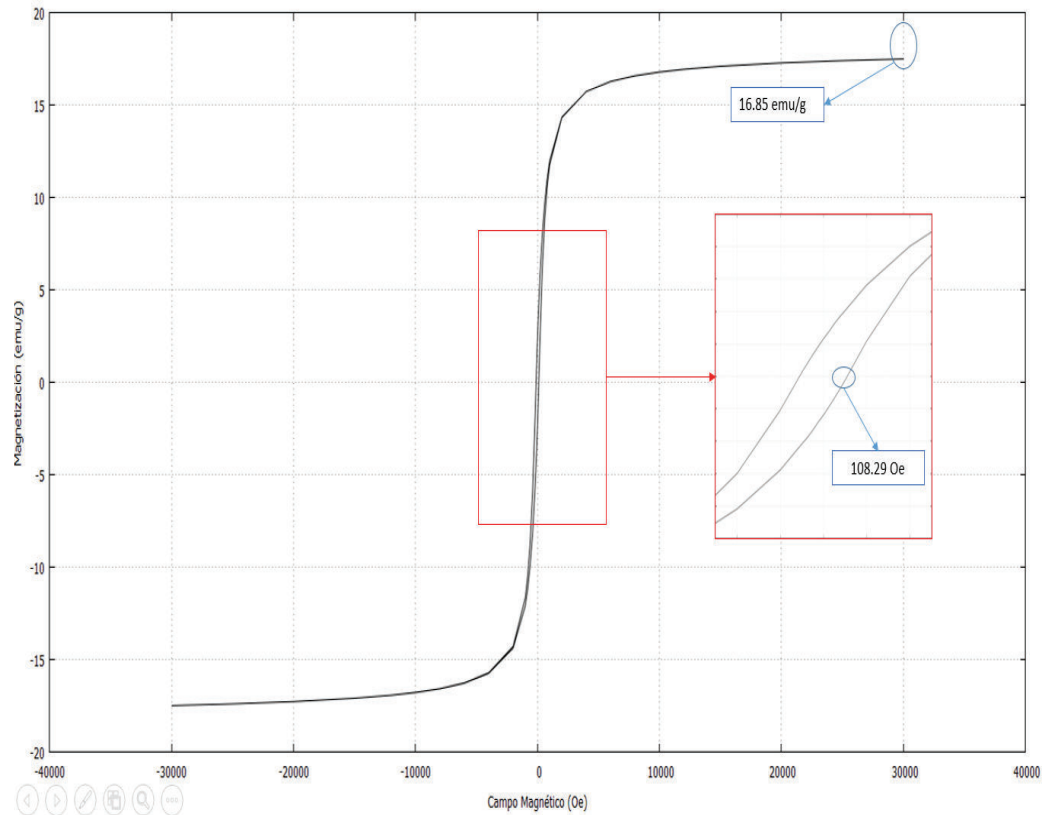


Figura 3.7. Curva magnetización vs campo magnético a 300 K de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de reacción

La Figura 3.7 muestra el comportamiento de un material ferrimagnético pues presenta un valor de coercitividad igual a 108,29 Oe. Al obtener tamaños de partícula de alrededor de 500 nm y superiores existe la posibilidad de que una gran cantidad de paredes de dominio cuyos momentos magnéticos se encuentran alineados en diferentes direcciones estén presentes en las partículas de hierro causando así la coercitividad observada en la curva, en donde también se puede apreciar que la magnetización de saturación es de 16,85 emu/g.

Si se compara el valor de coercitividad obtenido en las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de tiempo de reacción (87,33 Oe) con el de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 24 h de tiempo de reacción (108,29 Oe) se puede argumentar que la diferencia entre ambos se debe a que existe mayor cantidad de paredes de dominio en las partículas cuyo tiempo de reacción fue de 24 h ya que éstas tienen tamaños de partícula más grandes. Por lo tanto, el tiempo de reacción determina que el tamaño de partícula se incremente, y con él la cantidad de paredes de dominio.

En la Figura 3.8 se muestra la curva magnetización vs temperatura de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de tiempo de reacción. La curva se obtuvo manteniendo un campo magnético de 100 Oe.

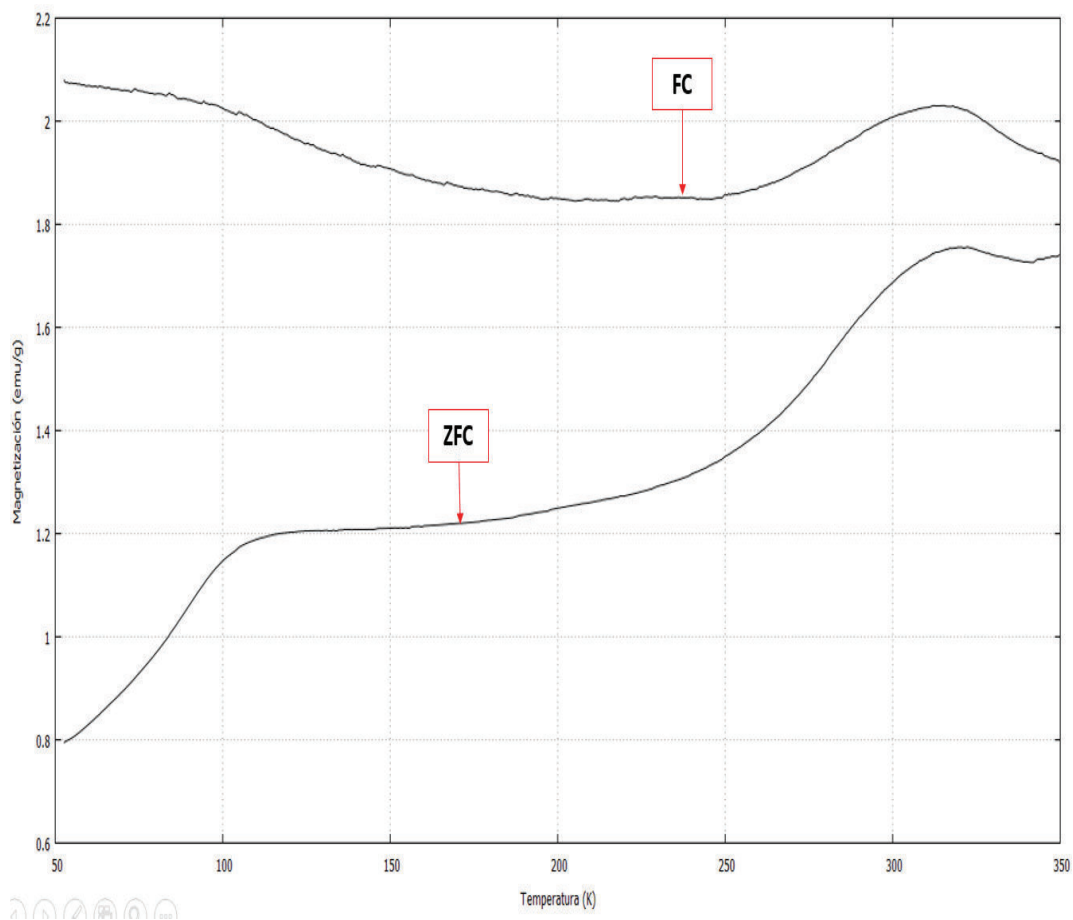


Figura 3.8. Curva magnetización vs temperatura a 100 Oe de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de reacción

En la Figura 3.8 se puede observar dos máximos en la curva ZFC localizados aproximadamente a 100 K (-173°C) y 300 K (27°C). De acuerdo con Bruvera *et al.* (2015) estos valores de temperatura representan las barreras energéticas que las partículas deben superar para que sus momentos magnéticos puedan reaccionar cuando se les aplica un campo magnético (p.2). Debido a las dos distribuciones de tamaño obtenidas, se puede sustentar que las partículas de tamaño aproximado de 500 nm deben superar los 100 K (-173°C) para que sus momentos magnéticos reaccionen en presencia de un campo magnético, mientras que las partículas de tamaño aproximado de 2000 nm deben superar los 300 K (27°C).

3.2. DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Los espectros obtenidos por difracción de rayos X de las muestras sintetizadas a pH igual a 12,5 y tiempos de reacción de 10 h y 24 h se muestran a continuación en las Figuras 3.9 y 3.10.

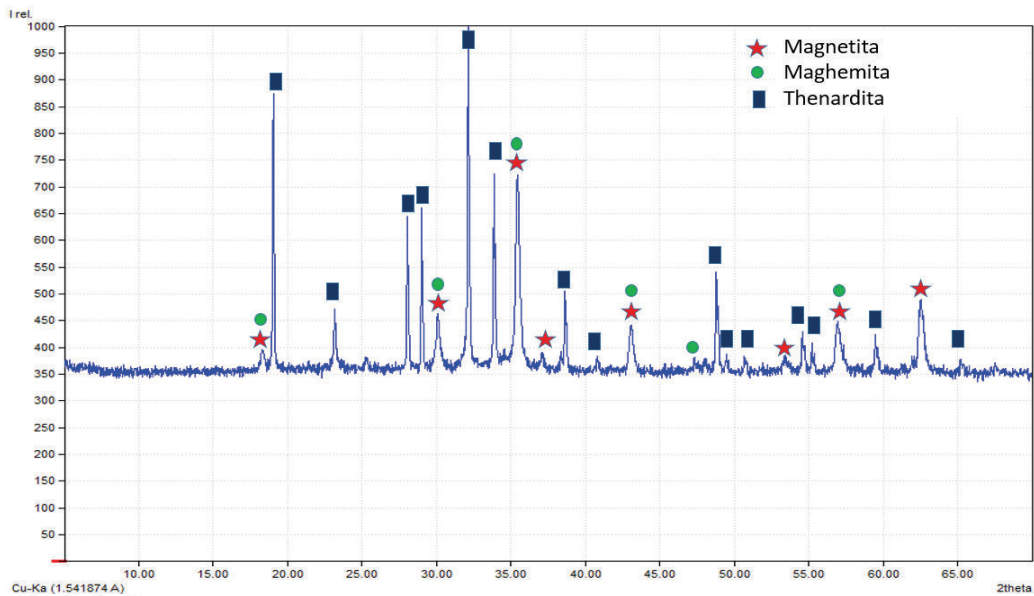


Figura 3.9. Espectro DRX de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 10 h de tiempo de reacción

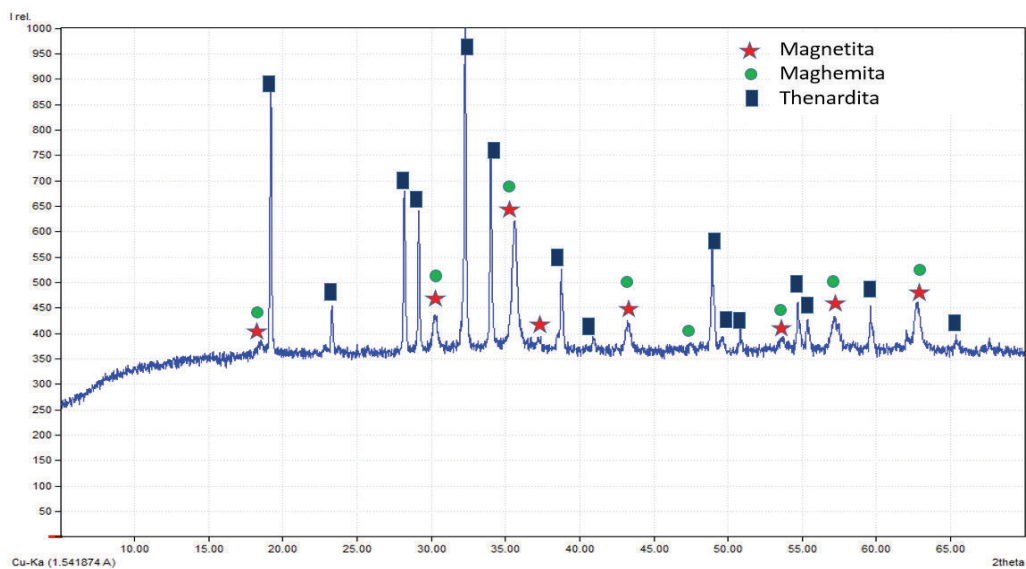


Figura 3.10. Espectro DRX de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 24 h de tiempo de reacción

Los dos espectros DRX mostrados en las Figuras 3.9 y 3.10 son similares pues poseen picos situados en posiciones idénticas. En ambos espectros se puede apreciar la formación de dos fases cristalinas definidas del hierro que son la magnetita (Fe_3O_4) y la maghemita (Fe_2O_3), así como la aparición de thenardita (Na_2SO_4) como producto de la reacción entre el sulfato ferroso y el hidróxido de sodio. Los resultados de semi-cuantificación obtenidos con el programa Diffrac plus, que se reportan en el Anexo III, indican que las fases cristalinas de hierro alcanzan un máximo de 35% (magnetita 26% y maghemita 9%) mientras que el resto corresponde a las otras fases encontradas. En la estructura de la magnetita se encuentran los iones Fe^{+2} y Fe^{+3} mientras que en la de la maghemita se encuentra el ión Fe^{+2} lo que sugiere que estos iones son los que forman un complejo de coordinación con la cefalexina como lo reporta Mohammad (2009) en su estudio de complejos de coordinación entre cefalexina y hierro (p. 2).

3.3. ESPECTROSCOPIA INFRARROJA

Las principales bandas asignadas a los grupos funcionales presentes en la estructura de la cefalexina se detallan en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2. Principales bandas del espectro infrarrojo de la cefalexina

Longitud de onda (cm^{-1})	Asignación
3 000 – 3 500	Grupo OH del agua y estiramiento del grupo NH
2 600 (amplio)	NH_3^+
1 760	Estiramiento del grupo CO del anillo β -lactámico
1 690	Estiramiento del grupo CO (amida)
1 400 – 1 600 (muy amplio)	Estiramiento del grupo COO (carboxilato)

(Marrelli, 1975, p. 27)

Con base en la información de la Tabla 3.2, se analiza el espectro infrarrojo de la cefalexina pura mostrado en la Figura 3.11, en el cual se han resaltado las principales bandas que corresponden a los grupos funcionales que forman la

estructura del antibiótico. La banda situada a $1\,757,92\text{ cm}^{-1}$ representa al enlace carbonilo (C=O) del anillo betalactámico, la banda que aparece en $1\,689,27\text{ cm}^{-1}$ corresponde al enlace carbonilo presente en el grupo amida, y las bandas situadas a $1\,580,88\text{ cm}^{-1}$ y $1\,389,39\text{ cm}^{-1}$ indican el estiramiento del ión carboxilato. Anacona y Rodríguez (2004) reportan que la banda situada a $1\,580,88\text{ cm}^{-1}$ corresponde al estiramiento asimétrico del ión carboxilato, mientras que la banda cuya posición es $1\,389,39\text{ cm}^{-1}$ se debe al estiramiento simétrico del ión mencionado (p. 1265).

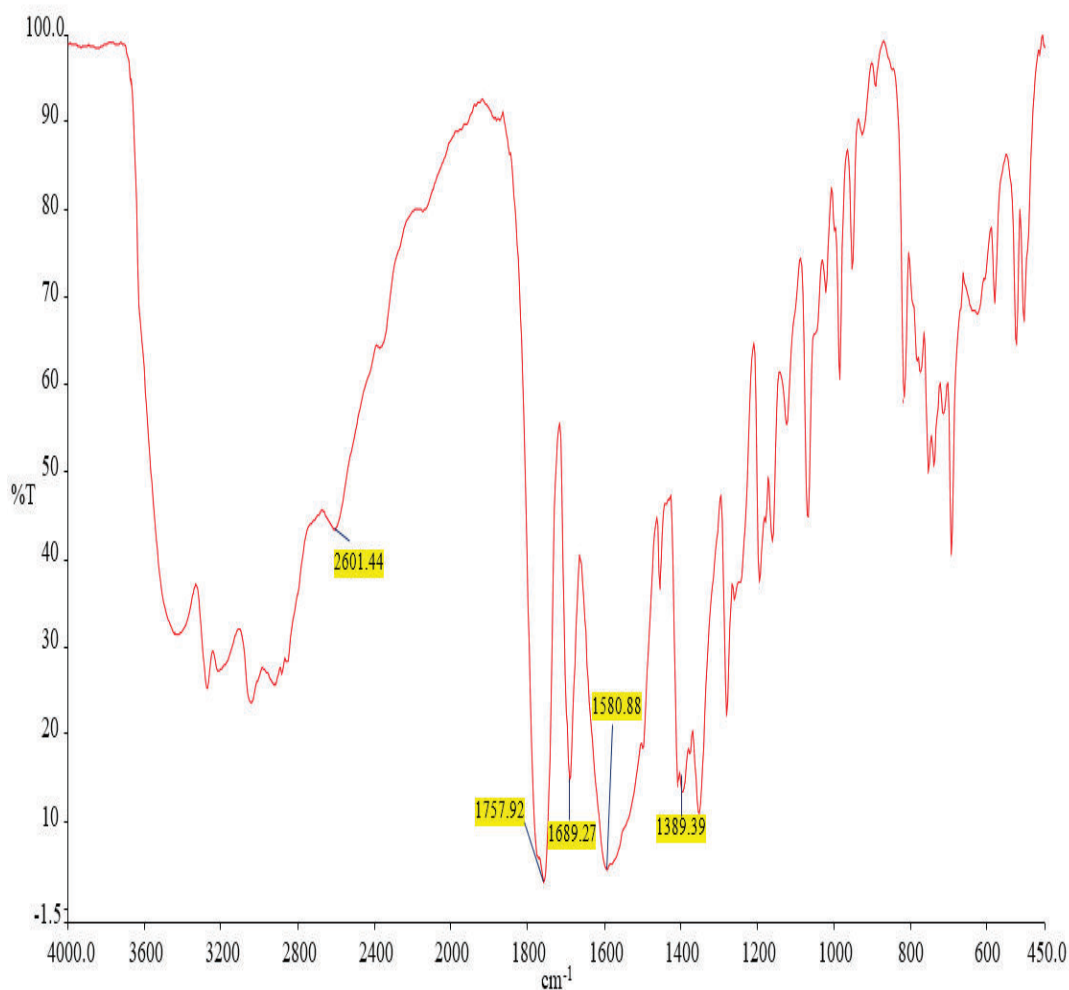


Figura 3.11. Espectro infrarrojo de la cefalexina pura

En la Figura 3.12 se muestra la comparación entre los espectros infrarrojos de la cefalexina pura y las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de tiempo de reacción.

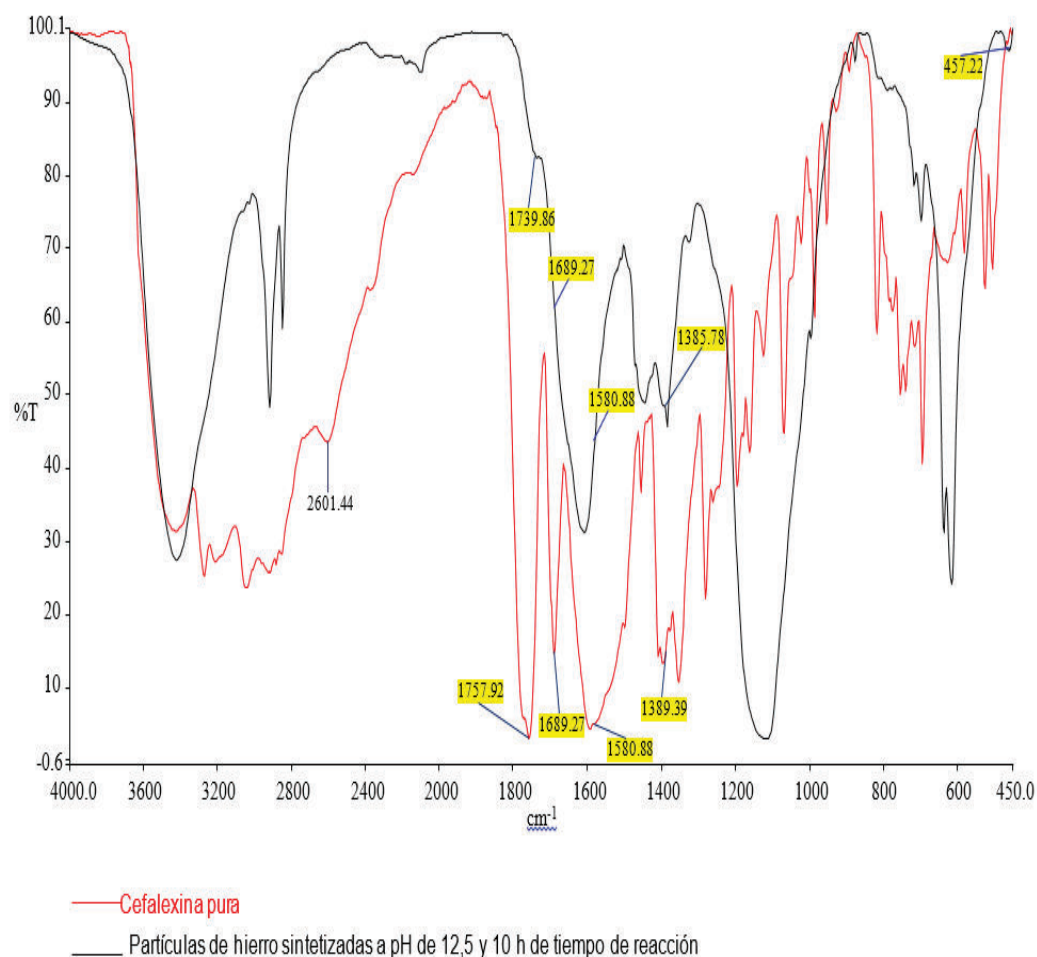


Figura 3.12. Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción comparado con el de la cefalexina

En la comparación de espectros de la Figura 3.12 se puede observar el cambio de posición de la banda del enlace carbonilo del anillo betalactámico desde $1757,92\text{ cm}^{-1}$ en la cefalexina pura hacia $1739,86\text{ cm}^{-1}$ en las partículas de hierro. Este cambio de posición indica que existe una coordinación, es decir una interacción, entre el hierro y el grupo carbonilo del anillo betalactámico (Anacona y Rodríguez, 2004, p. 1266).

Por otra parte, no es posible asegurar la interacción del enlace carbonilo del grupo amida de la molécula de cefalexina con el hierro debido a que en el espectro de las partículas de hierro aparece una banda significativamente ancha entre aproximadamente 1500 cm^{-1} y 1700 cm^{-1} dentro de la cual puede estar enmascarada la banda correspondiente al enlace carbonilo del grupo amida.

En cuanto al ión carboxilato, la banda de estiramiento asimétrico también se ve enmascarada dentro de la banda que aparece entre $1\ 500\text{ cm}^{-1}$ y $1\ 700\text{ cm}^{-1}$. Por otro lado, la banda de estiramiento simétrico situada a $1\ 389,39\text{ cm}^{-1}$ en el espectro de la cefalexina se desplaza hacia $1\ 385,78\text{ cm}^{-1}$ en el espectro de las partículas de hierro, lo que sustenta la idea de que existe coordinación entre el hierro y el ión carboxilato.

Finalmente, en el espectro infrarrojo de las partículas de hierro se puede ver una banda en $457,22\text{ cm}^{-1}$ que de acuerdo con Anacona y Rodríguez (2004) evidencia la coordinación entre el nitrógeno de la molécula de cefalexina y el hierro. Esta interacción podría llevarse a cabo entre el hierro y el grupo NH_2 o el grupo NH que forman parte de la molécula del antibiótico (p. 1266).

En la Figura 3.13 se compara el espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y 24 h de tiempo de reacción con el de la cefalexina.

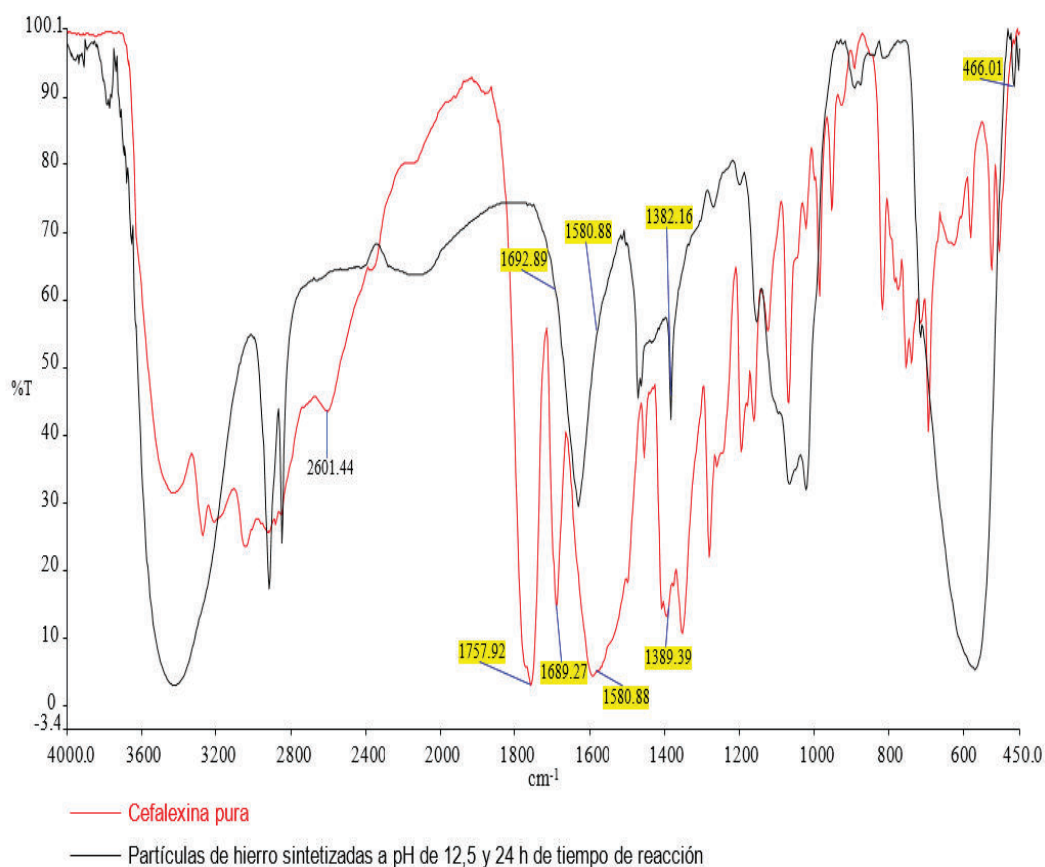


Figura 3.13. Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 24 h de reacción comparado con el de la cefalexina

En la comparación de espectros de la Figura 3.13 se puede observar la desaparición total de la banda que representa al enlace carbonilo del anillo betalactámico en el espectro infrarrojo de las partículas de hierro. Esta banda se ubica en $1757,92\text{ cm}^{-1}$ en el espectro infrarrojo de la cefalexina. Esto indica la modificación de la estructura del antibiótico que probablemente ocurrió por el tiempo de reacción tan largo (24 h) y el pH básico del medio.

La banda que representa al enlace carbonilo del grupo amida, que en la cefalexina se ubica en $1689,27\text{ cm}^{-1}$ puede estar enmascarada dentro de una banda más grande ubicada entre 1500 cm^{-1} y 1700 cm^{-1} en el espectro infrarrojo de las partículas de hierro lo que no permite sustentar que exista coordinación entre el enlace carbonilo del grupo amida y el metal. Algo similar sucede con la banda de estiramiento asimétrico del ión carboxilato, que aparece en $1580,88\text{ cm}^{-1}$ en la cefalexina, pero no puede distinguirse en el espectro de las partículas de hierro. Por otro lado, la banda de estiramiento simétrico del ión carboxilato sí se ha desplazado hacia $1382,16\text{ cm}^{-1}$ en el espectro de las partículas de hierro con respecto a su posición en el espectro de la cefalexina, que es de $1389,39\text{ cm}^{-1}$ lo que indica que hay coordinación entre este ión y el hierro (Anacona y Rodríguez, 2004, p. 1266).

Por último, en el espectro infrarrojo de las partículas de hierro se observa la aparición de una banda en $466,01\text{ cm}^{-1}$ que, por otro lado, no aparece en el espectro de la cefalexina. Tal como mencionan Anacona y Rodríguez (2004) estas bandas indican coordinación ya sea entre el nitrógeno del grupo NH_2 o del grupo NH de la cefalexina y el hierro (p. 1266).

3.4. ESPECTROSCOPIA UV-VIS

En la Figura 3.14 se presenta el espectro UV-Vis de la cefalexina pura obtenido para usarse como medio de comparación de los espectros de las partículas de hierro sintetizadas a diferentes condiciones.

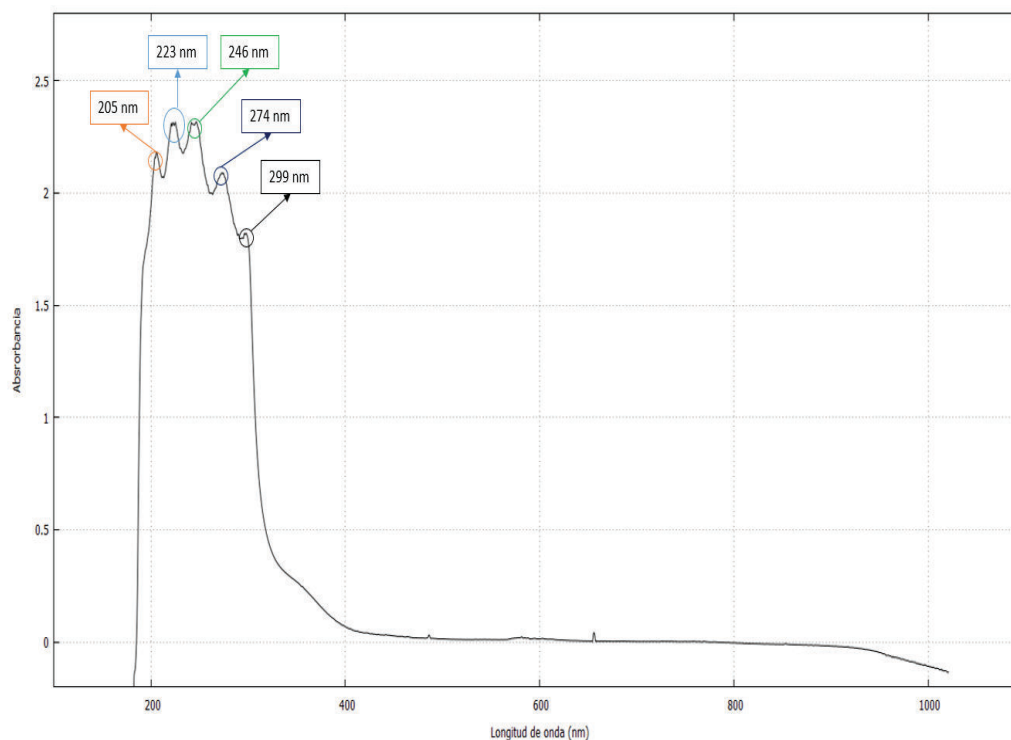


Figura 3.14. Espectro UV-Vis de la cefalexina

En el espectro de la Figura 3.14 se observa un sistema de varias bandas de absorción. La cefalexina posee varios grupos cromóforos capaces de absorber en la región UV-Vis. Entre estos grupos están el benceno, grupos funcionales amida y ácido, así como electrones no enlazantes presentes en los grupos amina, y en los átomos de nitrógeno y azufre.

Inagaki (1972) en su estudio a profundidad del espectro de la molécula de benceno en la región ultravioleta señala la existencia de varios picos de absorción situados aproximadamente a 191 nm, 215 nm, 230 nm, 235 nm, 240 nm, 245 nm, 250 nm, 255 nm y 262 nm (pp. 2527 – 2528).

Por otra parte, átomos de nitrógeno y azufre que poseen electrones no enlazantes manifiestan bandas de absorción a 195 nm aproximadamente (Castro, Litter, Wong y Mori, 2009, p.47); mientras que otros grupos cromóforos como amida, amina, y ácido poseen bandas de absorción situadas aproximadamente a 210 nm (Kumar, 2006, p. 9)

La información descrita en los párrafos anteriores sustenta la presencia de los grupos capaces de absorber radiación que forman parte de la estructura de la

cefalexina en el espectro de la Figura 3.14. Las principales bandas observadas se encuentran a 205 nm, 223 nm, 246 nm, 274 nm y 299 nm.

En la Figura 3.15 se compara el espectro de las partículas de hierro obtenidas a pH igual a 12,5 y tiempo de reacción de 10 h con el de la cefalexina.

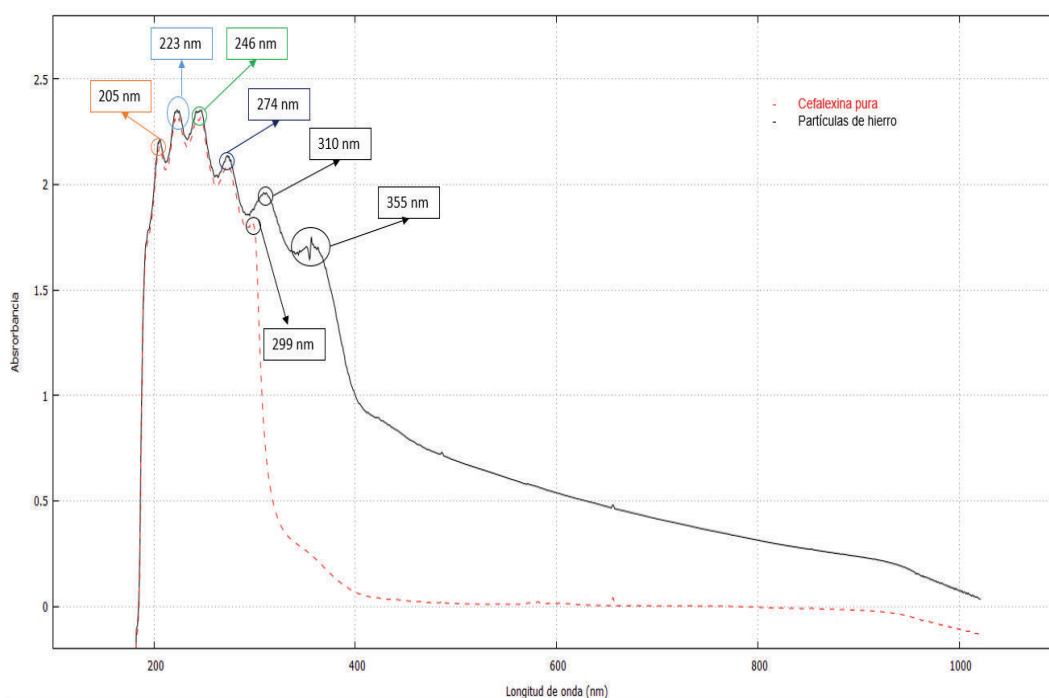


Figura 3.15. Espectro UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH = 12,5 y t = 10 h comparado con el de la cefalexina

En el espectro de las partículas de hierro obtenidas, mostrado en la Figura 3.15, se puede ver que las bandas de 205 nm, 223 nm, 246 nm y 274 nm no se han modificado en comparación con el espectro de la cefalexina pura, lo que sustenta la presencia de cefalexina. Se observa también la aparición de dos nuevas bandas situadas a 310 nm y 355 nm respectivamente. La banda observada a 310 nm podría deberse a transiciones electrónicas dentro la cefalexina que han causado el desplazamiento de la banda que antes se ubicaba a 299 nm (Anacona y Rodríguez, 2004, p. 1266). Por otra parte, la banda ubicada a 355 nm puede ser atribuida a la formación de un complejo de coordinación entre la cefalexina y el hierro, tal como Mohammad (2009) menciona en su estudio de complejos metálicos sintetizados con cefalexina y hierro (p. 2, 3).

En la Figura 3.16, se compara el espectro de las partículas de hierro obtenidas a pH igual a 12,5 y tiempo de reacción de 24 h con el de la cefalexina.

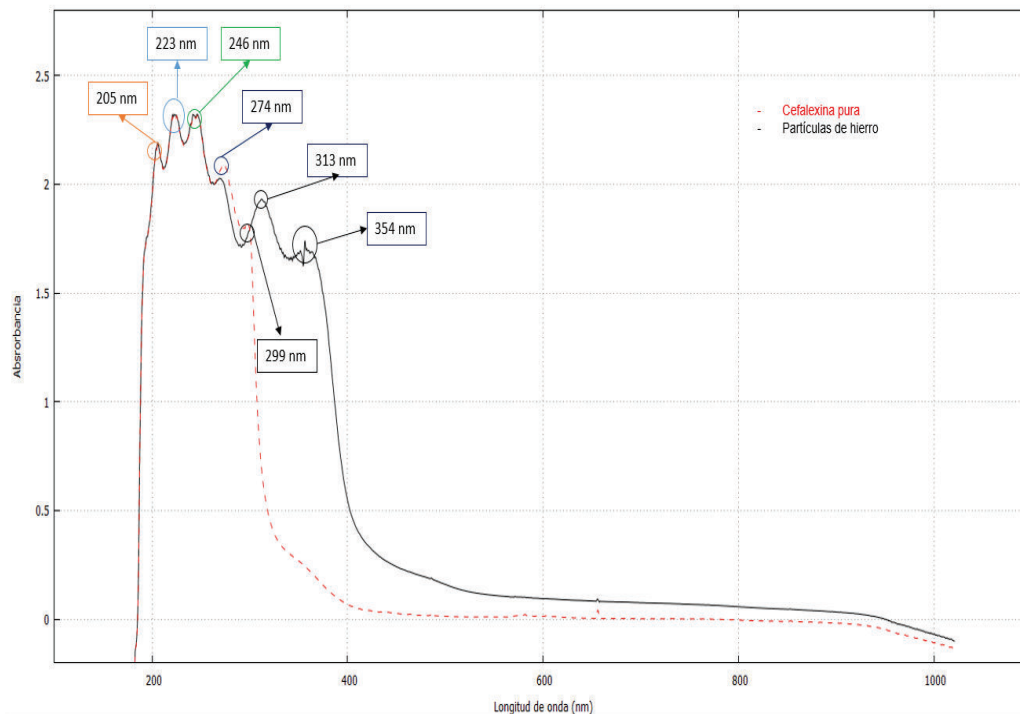


Figura 3.16. Espectro UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH = 12,5 y t = 24 h comparado con el de la cefalexina

En la comparación de espectros de la Figura 3.16 se observa bandas del espectro de la molécula de cefalexina que no han cambiado de posición en el espectro de las partículas de hierro, lo que sustenta que el antibiótico se encuentra en la estructura de las partículas de hierro analizadas. Dichas bandas se encuentran a 205 nm, 223 nm, 246 nm y 274 nm, respectivamente. También se puede observar un desplazamiento de la banda ubicada a 299 nm, correspondiente al ligante puro, hacia 313 nm en el espectro de las partículas de hierro cuyo origen podría radicar en transiciones electrónicas que ocurren en la molécula de cefalexina (Anacona y Rodríguez, 2004, p. 1266). Además, se observa una banda adicional que aparece a 354 nm. Como se mencionó anteriormente, esta banda indica la formación de un complejo de coordinación entre el hierro y la cefalexina de acuerdo con lo descrito por Mohammad (2009) en su estudio de los complejos de coordinación hechos con cefalexina (p. 2, 3).

3.5. CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO A IMPREGNAR EN LOS TEJIDOS DE POLIÉSTER

En la Figura 3.17 se muestra el análisis TGA de las partículas sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción.

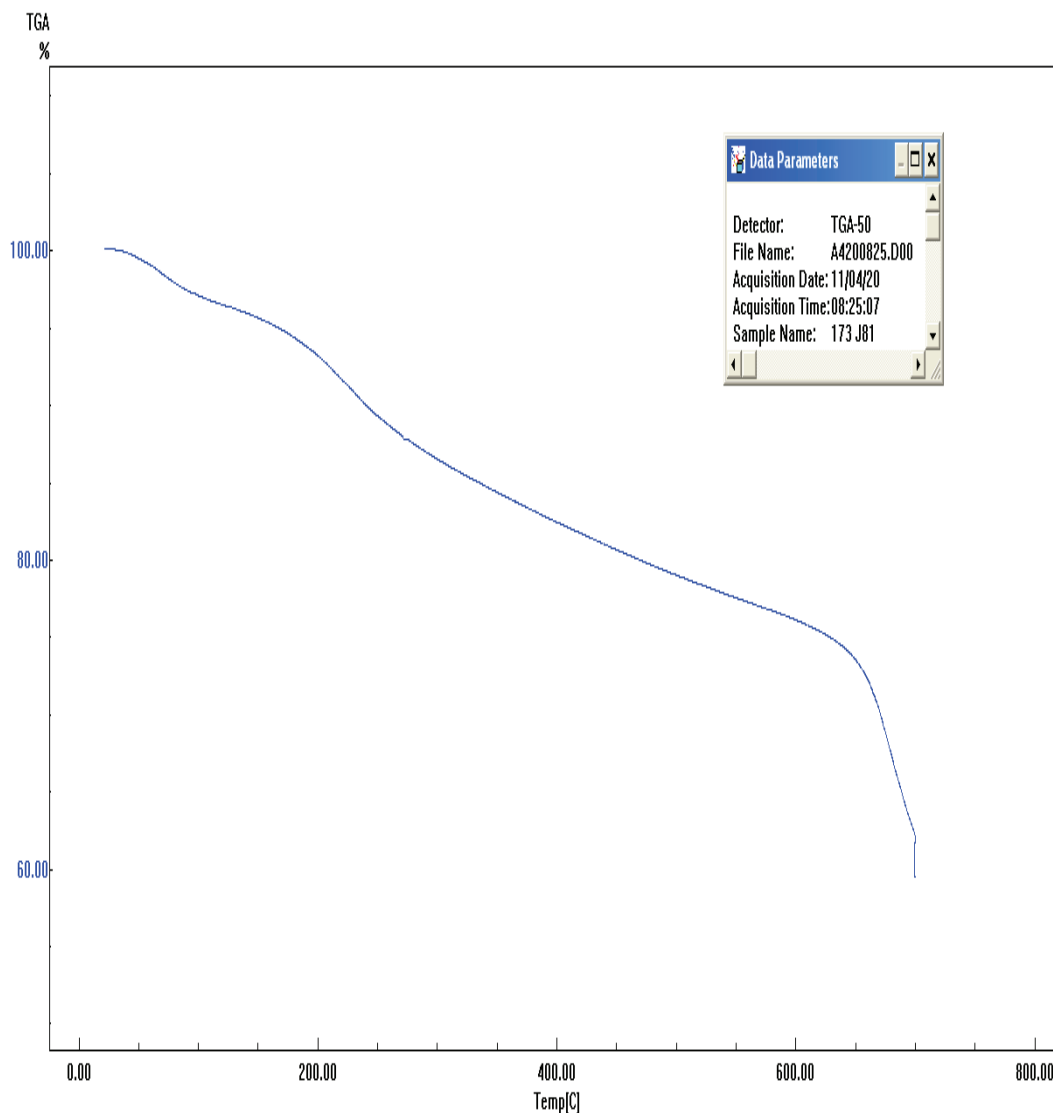


Figura 3.17. Análisis termogravimétrico de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción

En la Figura 3.18 se muestran las pérdidas porcentuales de masa obtenidas en el análisis TGA mostrado en la Figura 3.17.

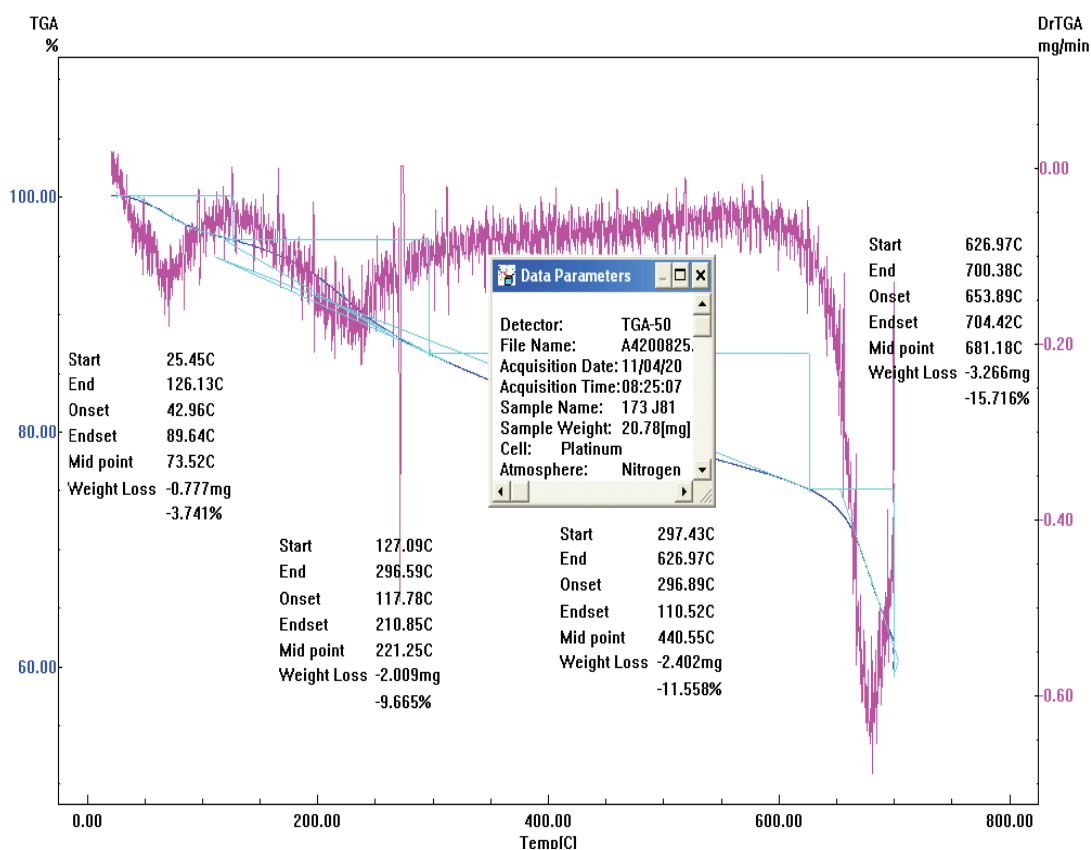


Figura 3.18. Pérdidas porcentuales de masa observadas en el análisis TGA de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción

Al observar las temperaturas promedio de las dos primeras transiciones térmicas en la Figura 3.18 se puede notar que la primera pérdida de masa ocurre a los 74°C, la cual podría deberse a pérdida de agua, y la segunda pérdida ocurre a los 221°C, lo que lleva a sustentar que la degradación térmica de las partículas de hierro ocurre a partir de esta temperatura.

En la Figura 3.19 se muestra la curva obtenida mediante DSC de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción. En este análisis, se pudo observar que las dos primeras transiciones térmicas de las partículas de hierro ocurren a 75°C y 229°C, respectivamente. La primera transición obtenida concuerda con la pérdida de masa obtenida a 74°C en el análisis TGA, mientras que la segunda se asemeja a la segunda pérdida de masa registrada a los 221°C. Esta información permitió sustentar que las partículas de hierro no debían exceder la temperatura de 220°C durante el proceso de impregnación, para asegurar que sus propiedades no se vieron afectadas por acción de la temperatura.

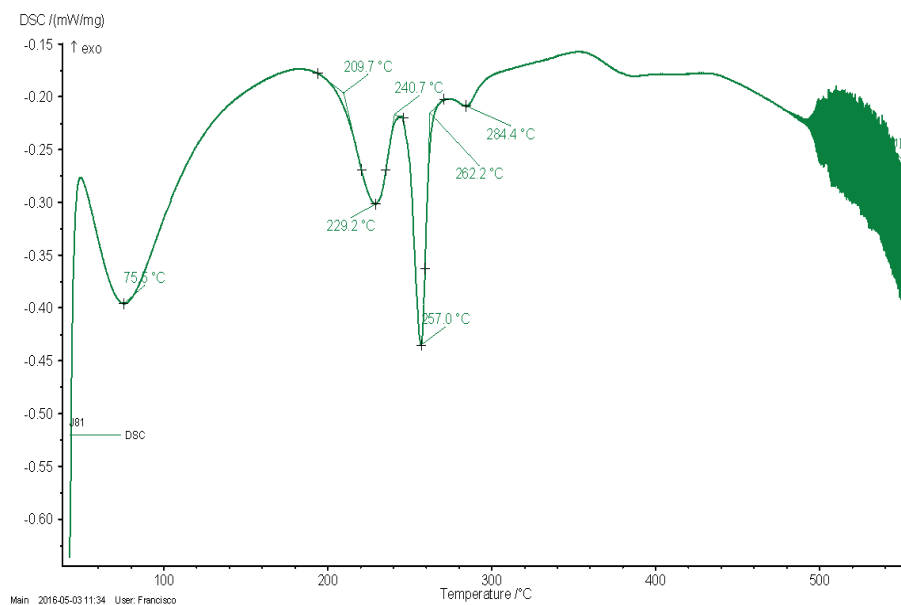


Figura 3.19. Calorimetría diferencial de barrido de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción

3.6. MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

En la Figura 3.20 se muestra la microscopía del tejido de poliéster sin impregnar.

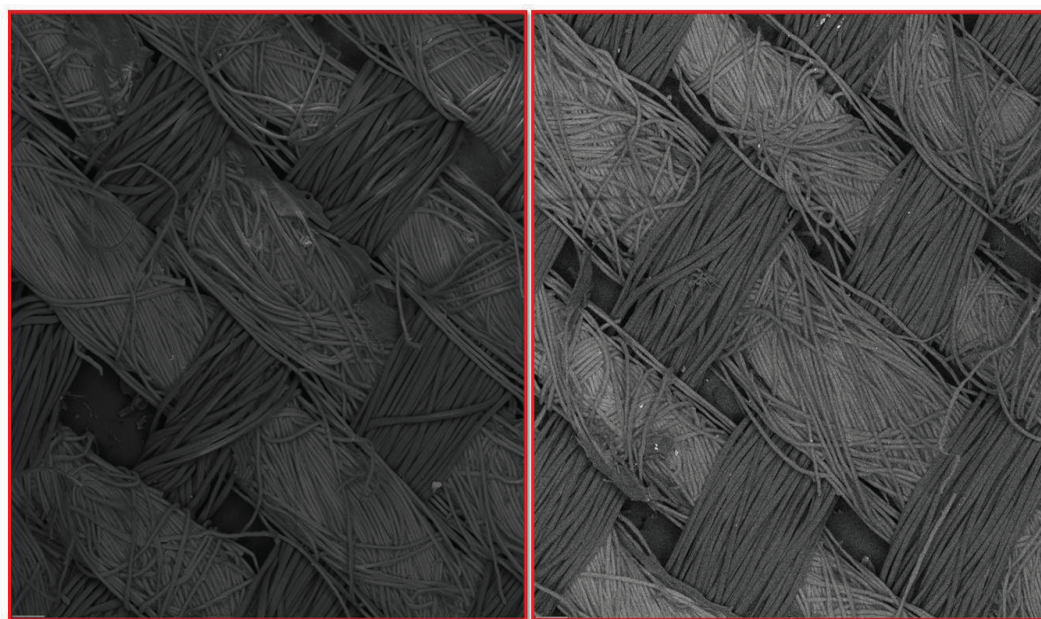


Figura 3.20. Microscopías del tejido de poliéster sin impregnar

En la Figura 3.21 se compara las microscopías de los tejidos de poliéster impregnados usando baños de concentración del 1% y 3% spt, y termo fijados a 140 °C.

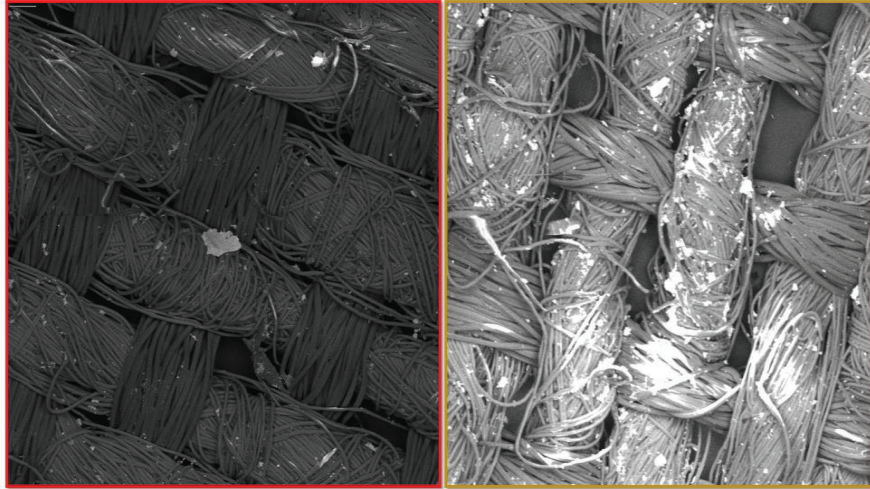


Figura 3.21. Microscopías del tejido de poliéster impregnado al 1% spt (izq.) y 3% spt. (der.) y termo fijado a 140°C

En la Figura 3.22 se compara las microscopías de los tejidos de poliéster impregnados usando baños de concentración del 1% y 3% spt, y termo fijados a 160 °C.

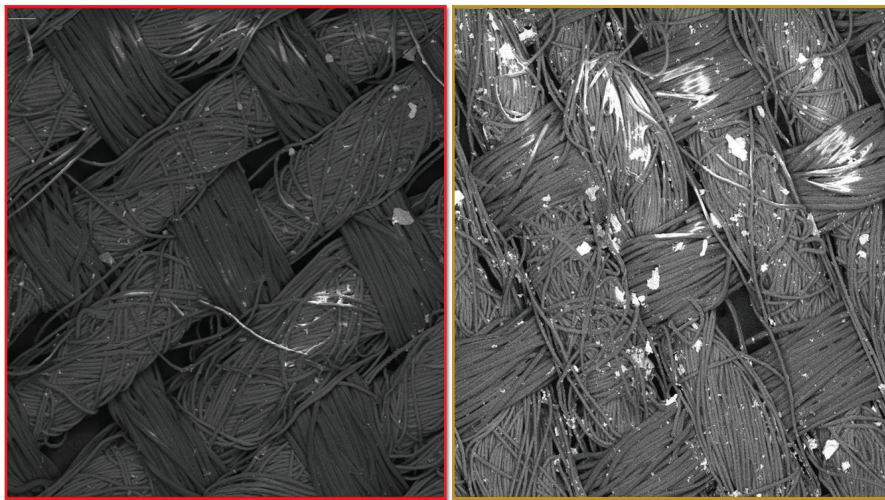


Figura 3.22. Microscopías del tejido de poliéster impregnado al 1% spt (izq.) y 3% spt. (der.) y termo fijado a 160°C

En las Figuras 3.21 y 3.22, se puede ver a las partículas de hierro como un sólido blanco sobre las fibras del tejido de poliéster. Al comparar a las muestras de tejido impregnadas con baños de concentración al 1% y 3% sobre el peso de tela entre sí, es posible notar que las partículas permanecen sobre el tejido en mayor cantidad cuando se ha usado un baño de impregnación más concentrado. Esto se aprecia en las imágenes al observar que las partículas de hierro aparecen dispersas sobre el área observada en la microscopía de las muestras impregnadas al 1% spt en las cuales además cubren zonas muy pequeñas, mientras que en las muestras impregnadas al 3% spt las partículas cubren gran parte de área de tejido observado. De acuerdo a los estudios realizados por Broasca, Borgia, Dumitrascu, y Vrinceanu (2013) la dispersión de las partículas sobre el tejido se relaciona con la concentración del baño de impregnación usado. Cuando se incrementa la concentración del baño, las partículas tienden a aglomerarse lo que conduce a formar recubrimientos no uniformes sobre el tejido (p. 274). El enunciado anterior sustenta que a concentraciones del 1% la cantidad de partículas que permanecen sobre el tejido después de ser impregnadas no recubre uniformemente las fibras del mismo, mientras que a concentraciones del 3% las partículas podrían tender a formar aglomerados sobre la superficie del tejido, pero lo recubren de mejor manera.

3.7. ACTIVIDAD ANTIMICROBIANA DE LAS TELAS IMPREGNADAS

En la Tabla 3.3 se presentan los resultados de los antibiogramas de las muestras de tejido de poliéster impregnadas solamente con cefalexina a concentraciones del 1% y 3% spt. El resultado obtenido con respecto al carácter antimicrobiano es positivo pues se formaron halos de inhibición del crecimiento bacteriano alrededor de cada muestra de tejido impregnado. Las imágenes de los antibiogramas se pueden ver en el Anexo IV.

Tabla 3.3. Resultados de los antibiogramas de los tejidos de poliéster impregnados con cefalexina

Muestra	Área de la muestra (cm ²)	Cultivo bacteriano	Halo de inhibición (mm)
Poliéster impregnado con cefalexina al 1% spt.	1	<i>Staphylococcus aureus</i>	5,0
	4		5,0
	1	<i>Escherichia coli</i>	4,0
	4		4,0
Poliéster impregnado con cefalexina al 3% spt.	1	<i>Staphylococcus aureus</i>	5,5
	4		5,5
	1	<i>Escherichia coli</i>	5,0
	4		5,0

Los resultados de la Tabla 3.3 muestran una mayor eficacia en la inhibición del crecimiento bacteriano de las muestras impregnadas con cefalexina en contra de *Staphylococcus aureus* en comparación con *Escherichia coli*. Esto se debe a que la cefalexina es una cefalosporina de primera generación, las cuales se conocen por ser muy activas en contra de cocos grampositivos, grupo al que pertenecen los estafilococos; mientras que, poseen actividad moderada en contra de bacilos gramnegativos, grupo al que pertenecen las coliformes (Suárez y Gudíol, 2009, p. 123). Además, alrededor de las muestras impregnadas con baños al 1% sobre el peso de tela se observan colonias aisladas presentes dentro del halo, algo que no sucede con las muestras impregnadas al 3%. Esto supone que si la concentración es del 1% la inhibición del crecimiento de las poblaciones bacterianas no es eficiente, mientras que si la concentración es del 3% se inhibe por de mejor manera el crecimiento bacteriano.

Los resultados de los antibiogramas obtenidos con las muestras de tejido impregnadas con las partículas de hierro no fueron positivos pues no apareció halo de inhibición alrededor de ninguna de ellas, como se detalla en la Tabla 3.4. Las imágenes de los mismos se pueden ver en el Anexo IV.

Tabla 3.4. Resultados de los antibiogramas de los tejidos de poliéster impregnados con partículas de hierro

Muestra	Área de la muestra (cm²)	Cultivo bacteriano	Halo de inhibición (mm)
Poliéster impregnado con partículas de hierro al 1% spt y termo fijado a 140°C	1	<i>Staphylococcus aureus</i>	0,0
	4		0,0
	1	<i>Escherichia coli</i>	0,0
	4		0,0
Poliéster impregnado con partículas de hierro al 1% spt y termo fijado a 160°C	1	<i>Staphylococcus aureus</i>	0,0
	4		0,0
	1	<i>Escherichia coli</i>	0,0
	4		0,0
Poliéster impregnado con partículas de hierro al 3% spt y termo fijado a 140°C	1	<i>Staphylococcus aureus</i>	0,0
	4		0,0
	1	<i>Escherichia coli</i>	0,0
	4		0,0
Poliéster impregnado con partículas de hierro al 3% spt y termo fijado a 160°C	1	<i>Staphylococcus aureus</i>	0,0
	4		0,0
	1	<i>Escherichia coli</i>	0,0
	4		0,0

Debido al resultado obtenido en los antibiogramas de los tejidos de poliéster impregnados, se evaluó la actividad antimicrobiana de las partículas de hierro sintetizadas a los tres diferentes pH, que fueron 8,5, 10,5, y 12,5, y tiempo de reacción de 10 h ya que sólo estas muestras poseían la banda que representa al anillo betalactámico en sus espectros infrarrojos. Los espectros infrarrojos mencionados se muestran en el Anexo V. El método usado fue el de difusión en agar. Para ello, se usó discos de papel filtro esterilizado e impregnado con las partículas de hierro. Los resultados de los antibiogramas obtenidos se muestran en la Tabla 3.5, mientras que las imágenes de los mismos se pueden ver en el Anexo IV.

Tabla 3.5. Resultados de los antibiogramas de las partículas de hierro sintetizadas a diferentes pH y 10 h de tiempo de reacción

pH	Tiempo de reacción (h)	Cultivo bacteriano	Diámetro del halo de inhibición (mm)
8,5	10	<i>Staphylococcus aureus</i>	36
		<i>Escherichia coli</i>	29
10,5	10	<i>Staphylococcus aureus</i>	40
		<i>Escherichia coli</i>	30
12,5	10	<i>Staphylococcus aureus</i>	0
		<i>Escherichia coli</i>	0

Una posibilidad por la cual las partículas de hierro sintetizadas a pH igual a 12,5 y tiempo de reacción de 10 h no tienen actividad antimicrobiana, a diferencia de las partículas sintetizadas a pH de 8,5 y 10,5 y 10 h de tiempo de reacción, es la interacción que existe entre el hierro y la cefalexina a cada una de las condiciones mencionadas. Esta interacción puede interpretarse mediante el desplazamiento de las principales bandas del espectro infrarrojo de la cefalexina en comparación con el espectro infrarrojo de las partículas de hierro, y por la disminución de la intensidad de dichas bandas.

Suárez y Gudiol (2009) indican que para que el anillo betalactámico tenga carácter antimicrobiano se requiere que la concentración bactericida mínima (CBM), la cual garantiza la eliminación del 99.9% de las bacterias, sea igual a la concentración mínima de inhibición (CIM), que representa la cantidad mínima de antimicrobiano que se requiere para inhibir el crecimiento de bacterias. Cuando la CBM es mayor a la CIM el anillo betalactámico se transforma en bacteriostático, lo que quiere decir que pierde su carácter antimicrobiano (p. 118).

Con base en el párrafo anterior, una posibilidad que justifica la ausencia de actividad antimicrobiana en las partículas sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de tiempo de reacción es la disminución de la intensidad de la banda que representa al anillo betalactámico en el espectro infrarrojo de las partículas de hierro, el cual aparece en el Anexo V. Esta disminución de la intensidad sustenta que la igualdad entre la CIM y la CBM se ha modificado causando que la CBM sea mayor a la CIM lo que determina que el anillo betalactámico haya perdido su actividad antimicrobiana.

En el Anexo V se presentan los espectros infrarrojos de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 8,5, 10,5, y 12,5 y 10 h de tiempo de reacción resaltando la intensidad de la banda que representa al anillo betalactámico de la cefalexina en cada espectro, así como los espectros UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 8,5 y 10,5 y 10 h de tiempo de reacción comparados con el espectro de la cefalexina.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1. CONCLUSIONES

- El pH tuvo incidencia en el magnetismo observado en las partículas de hierro sintetizadas. Al incrementar el pH del medio de reacción, se obtuvo partículas con mayores valores de magnetismo.
- El pH también tuvo efecto directo en la actividad antimicrobiana de las partículas de hierro sintetizadas. Aunque a valores de 8,5 y 10,5 la actividad antimicrobiana se mantuvo en las partículas obtenidas, las partículas sintetizadas a pH igual a 12,5 no tenían actividad antimicrobiana significativa. Por lo tanto, el carácter magnético de las partículas sintetizadas no guarda relación con la actividad antimicrobiana que estas poseen.
- El tamaño de partícula obtenido tuvo relación directa con el tiempo de reacción. A mayor tiempo de reacción se obtuvo mayor tamaño de partícula.
- Los espectros infrarrojos y UV-Vis de las partículas obtenidas mostraron que existe interacción entre la cefalexina y el hierro, que forman un complejo metálico en el que el hierro está presente con números de oxidación +2 y +3, tal como lo demuestran las fases cristalinas obtenidas mediante difracción de rayos X.
- La distribución y retención de partículas sobre el tejido de poliéster después de ser impregnadas mejoró cuando se incrementó la concentración del baño de impregnación, por lo cual, las mejores condiciones de impregnación fueron aquellas en las que se usó baños de concentración al 3% spt.

4.2. RECOMENDACIONES

- Se recomienda usar un dispersante durante la síntesis de las partículas de hierro para obtener tamaños de partícula más uniformes para comprobar que una distribución amplia de tamaños causa la histéresis observada en las curvas magnetización vs campo magnético.
- Se recomienda usar una relación molar en la que el antibiótico esté en exceso con respecto a la sal de hierro para estudiar mediante espectroscopía infrarroja la estabilidad de los principales grupos presentes en las partículas obtenidas en función del tiempo de reacción.
- Se recomienda también el uso de otras técnicas de impregnación de tejidos, por ejemplo químicas, que sirvan para comparar la cantidad obtenida de partículas impregnadas sobre el tejido por diferentes métodos.
- Se recomienda evaluar la actividad antimicrobiana de las partículas de hierro sintetizadas ante otras cepas de microorganismos grampositivos y gramnegativos.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Akbarzadeh A., Samiei M., Davaran S. (2012). Magnetic nanoparticles: preparation, physical properties, and applications in biomedicine. *Nanoscale Research Letters* 7(144), 1-13. Doi: 10.1186/1556-276X-7-144.
2. Allaker R.P., Vargas-Reus M.A., Ren G.G. (2012). Nanometals as antimicrobials. En Lagarón, J.M., Ocio, M., López-Rubio, A. (Ed.). *Antimicrobial polymers* (pp. 327-345). New Jersey, Estados Unidos: Wiley.
3. Al-Noor T.H., AL-Jeboori A. T., Aziz M. (2013). Synthetic, spectroscopic and antibacterial studies of Fe (II), Co (II), Ni (II), Cu (II), and Zn (II) mixed ligand complexes of nicotinamide and cephalexin antibiotics. *Chemistry and Materials Research*, 3 (3), 114-125. Recuperado de https://www.researchgate.net/publication/259526751_Synthetic_Spectroscopic_And_Antibacterial_Studies_Of_FeIICoIINiIICuIIand_ZnIIMixed_Ligand_Complexes_Of_Nicotinamide_And_Cephalexin_antibiotics.
4. American Association of Textile Chemists and Colorists. (2010). *Technical Manual*. Recuperado de <http://shanghaijifa.com/UploadFile/201104/AATCC2010%E8%8B%B1%E6%96%87%E7%89%88.pdf> (Marzo, 2017).
5. Anacona J., Rodríguez I. (2004). Synthesis and antibacterial activity of cephalexin metal complexes. *Journal of Coordination Chemistry* 57(15), 1263-1269. Doi: 10.1080/00958970410001721411.
6. Ansari, A., Khan, M. Alhoshan, M. Aldwayyan, A.S. y Alsalhi, M.S. (2010). Nanostructured materials: classification, properties, fabrication,

characterization and their applications in biomedical sciences. En Kestell, A. E. y DeLorey, G. T. (Ed.). *Nanoparticles: Properties, classification, characterization, and fabrication*, (pp. 1-78). Nueva York, Estados Unidos: Nova Science Publishers.

7. AOAC International. (2007). *Official methods of analysis* (18va. Ed.). Maryland, Estados Unidos: Gaithersburg.
8. ASTM E-1131. (2014). *Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry*. Recuperado de <http://www.astm.org/Standards/E1131.htm> (Febrero, 2016).
9. Averill B., Eldredge P. (2012). *Principles of General Chemistry*. Recuperado de <http://2012books.lardbucket.org/pdfs/principles-of-general-chemistry-v1.0.pdf> (Diciembre, 2016).
10. Bhat, V. (2015). *Essentials of Coordination Chemistry: A Simplified Approach with 3D Visuals* (1a. ed.). San Diego, Estados Unidos: Academic Press.
11. Broasca G., Borcia G., Dumitrascu N., Vranceanu N. (2013). Characterization of ZnO polyester fabrics for UV protection. *Applies Surface Science*, 279, 272-278. Doi: 10.1016/j.apsusc.2013.04.084.
12. Bruvera I. J., Mendoza Zélis P., Pilar Catalayud M., Goya G. F. (2015). Determination of blocking temperature of magnetic nanoparticles: The good, the bad, and the ugly. *Journal of Applied Physics*, 118(18), 1-7. Doi: 10.1063/1.4935484.
13. Bucheli F. (2006). *Fundamentos de Química 2*. (3ª.ed.). Quito, Ecuador: ediciones RODIN.
14. Castro M. Litter M., Wong M., Mori V. (2009). Métodos espectrofotométricos UV-Vis. En Litter M., Armienta M., Farías S.

(Ed.) *Metodologías analíticas para la determinación y especiación de arsénico en aguas y suelos*, (pp. 43-62). Argentina: CYTED.

15. Cushing B., Kolesnichenko V. L., O'Connor C. J. (2004). Recent advances in the liquid-phase syntheses of inorganic nanoparticles. *Chemical Reviews*, 104 (9), 3893-3946. Doi: 10.1021/cr030027b.
16. Dastjerdi R., Montazer M. (2010). A review on the application of inorganic nano-structured materials in the modification of textiles: Focus on anti-microbial properties. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 79, 5-18. Doi: 10.1016/j.colsurfb.2010.03.029.
17. El-Gabry L.K., Allam O. G., Hakeim O.A. (2013). Surface functionalization of viscose and polyester fabrics toward antibacterial and coloration properties. *Carbohydrate Polymers*, 92, 353-359. Doi: 10.1016/j.carbpol.2012.08.108.
18. Gad G. (2010). Metals, minerals and microbes: geomicrobiology and bioremediation. *Microbiology*, 156, 609-643. Doi: 10.1099/mic.0.037143-0.
19. Hafeli, Urs. Y Chastellain, M. (2006). Magnetic nanoparticles as drug carriers. En Torchilin, V. (Ed.). *Nanoparticles as drug carriers*, (pp. 397-411). Londres, Inglaterra: Imperial College Press.
20. Hall M. E. (2000). Finishing of the technical textiles. En Horrocks A.R. y Anand S.C. (Ed.). *Handbook of technical textiles* (pp. 152-172). Nueva York, Estados Unidos: CRC Press.
21. Housecroft C., Sharpe A. (2005). *Inorganic Chemistry*. (2a. ed.). Londres, Inglaterra: Pearson – Prentice Hall.

22. Imlay J. (2003). Pathways of oxidative damage. *Annual Review of Microbiology*, 57, 396-418. Doi: 10.1146/annurev.micro.57.030502.090938.
23. Inagaki T. (1972). Absorption spectra of pure liquid benzene in the ultraviolet region. *The Journal of Chemical Physics* 57(6), 2526-2530. Recuperado de [https://ir.lib.osaka-kyoiku.ac.jp/dspace/bitstream/123456789/1159/1/jou_chem_phy57\(6\)_p2526.pdf](https://ir.lib.osaka-kyoiku.ac.jp/dspace/bitstream/123456789/1159/1/jou_chem_phy57(6)_p2526.pdf). (Enero, 2017).
24. Kafati R., Muñoz I., Benavides K., López S. (2009). *Normas y procedimientos para prevención y control de infecciones intrahospitalarias*. Tegucigalpa, Honduras: Hospital Escuela Departamento de Epidemiología.
25. Kathryn L., Franz H., Franz K. (2009). Application of metal coordination chemistry to explore and manipulate cell biology. *Chem. Rev.* 109 (10), 4921-4960. Doi: 10.1021/cr900134a
26. Koca O., Altoparlak U., Ayyildiz A. Kaynar H. (2012). Persistence of nosocomial pathogens on various fabrics. *The Euroasian Journal of Medicine*, 44, 28-31. Doi: 10.5152/eajm.2012.06.
27. Kumar S. (2006). Organic Chemistry: Spectroscopy of organic compounds. Recuperado de <http://nsdl.niscair.res.in/jspui/bitstream/123456789/793/1/spectroscopy%20of%20organic%20compounds.pdf>. (Enero, 2017).
28. Lee H. J., Yeo S. Y., Jeong H. (2003). Antibacterial effect of nanosized silver colloidal solution on textile fabrics. *Journal of Materials Science*, 38, 2199-2204. Doi: 10.1023/A:1023736416361.

29. Lemire J.A., Harrison J.J., y Turner R. J. (2013). Antimicrobial activity of metals: mechanisms, molecular targets and applications. *Nature Reviews Microbiology*, 11, 371-384. Doi: 10.1038/nrmicro3028.
30. Marrelli L. (1975). Cephalexin. En Florey K. (Ed.). *Analytical profiles of drug substances*, (pp. 21-46). Nueva York, Estados Unidos. Doi: 10.1016/S0099-5428(08)60007-6.
31. Melchor-Alemán M., Mesta-Torres L., Martel-Estrada S. (2016). Aplicaciones de nanopartículas en textiles para el diseño de interiores. *Revista digital de la Universidad Autónoma de Chiapas*, 5 (10), 152-180. Recuperado de http://espacioimasd.unach.mx/articulos/num10/Aplicaciones_de_nanoparticulas_en_textiles.php.
32. Mihailović D., Šaponjić Z., Radoičić M., Radetić T., Jovančić P., Nedeljković J., Radetić M. (2010). Functionalization of polyester fabrics with alginates and TiO₂ nanoparticles. *Carbohydrate Polymers*, 79, 526-532. Doi: 10.1016/j.carbpol.2009.08.036.
33. Mohammad A. (2009). Determination of cefalexin by direct (UV-Vis) spectrophotometer and indirect (flame atomic absorption) technique. *Iraqi Journal of Pharmaceutical Sciences* 18(1), 49-55. Recuperado de: <http://www.iasj.net/iasj?func=fulltext&ald=4412>.
34. Nibras A.A., Ahmed M. (2012). Bacterial resistance and challenges of biocide plastics. En Lagarón, J.M., Ocio, M., López-Rubio, A. (Ed.). *Antimicrobial polymers* (pp. 24-41). New Jersey, Estados Unidos: Wiley.
35. Ojstršek A., Kleinschek K., Fakin D. (2013). Characterization of nano-sized TiO₂ for functional modification of polyester fabric. *Surface &*

Coatings Technology, 226, 68-74. Doi:
10.1016/j.surfcoat.2013.03.037.

36. Orlowska E., Roller A., Pignitter M., Jirsa F., Krachler R., Kandioller W. y Keppler B. K. (2016). Synthetic iron complexes as models for natural iron-humic compounds: synthesis, characterization and algal growth experiments. *Science of the Total Environment*, 577, 94-104. Doi: 10.1016/j.scitotenv.2016.10.109.
37. Palza, H. (2015). Antimicrobial polymers with metal nanoparticles. *International Journal of Molecular Sciences*, 16, 2099-2116. Doi: 10.3390/ijms16012099.
38. Pankhurst Q.A., Connolly J., Jones S.K. y Dobson J. (2003). Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 36, 167-181. Doi: stacks.iop.org/JPhysD/36/R167.
39. Rouette H.K. (2001). Encyclopedia of textile finishing. (1ra. Ed.). Berlín, Alemania: Springer.
40. Silberberg M. (2009). *Chemistry: The Molecular Nature of Matter and Change*. (5a. Ed.). Nueva York: Estados Unidos: McGraw-Hill.
41. Suárez C. y Gudiol F. (2009). Antibióticos betalactámicos. *Enfermedades infecciosas y microbiología clínica* 27(2), 116-129. Doi: 10.1016/j.eimc.2008.12.001
42. Valko M., Morris H., M.T.D. Cronin. (2005). Metals, Toxicity and Oxidative Stress. *Current Medicinal Chemistry*, 12 (10), 1161-1208. Recuperado de <http://citeseerx.ist.psu.edu/viewdoc/download?doi=10.1.1.498.2796&rep=rep1&type=pdf> (Enero, 2017).

43. Villacís J. (2011). Las infecciones intrahospitalarias. Primer Congreso Internacional de Infecciones Intrahospitalarias. Quito, Ecuador: Ministerio de Salud Pública.
44. Wu W., He Q., Jiang C. (2008). Magnetic iron oxide nanoparticles: synthesis and surface functionalization strategies. *Nanoscale research letters*, 3 (11), 397-415. Doi: 10.1007/s11671-008-9174-9.
45. Zhang N., Wang S., Song L., Li C., Wang J. (2016). Iron (II) complexes with hyperbranched salicylaldimine ligands: synthesis, characterization and ethylene oligomerization. *Inorganica Chimica Acta*, 453, 369-375. Doi: 10.1016/j.ica.2016.08.043.

ANEXOS

ANEXO I

CURVAS DE CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE LA CEFALEXINA

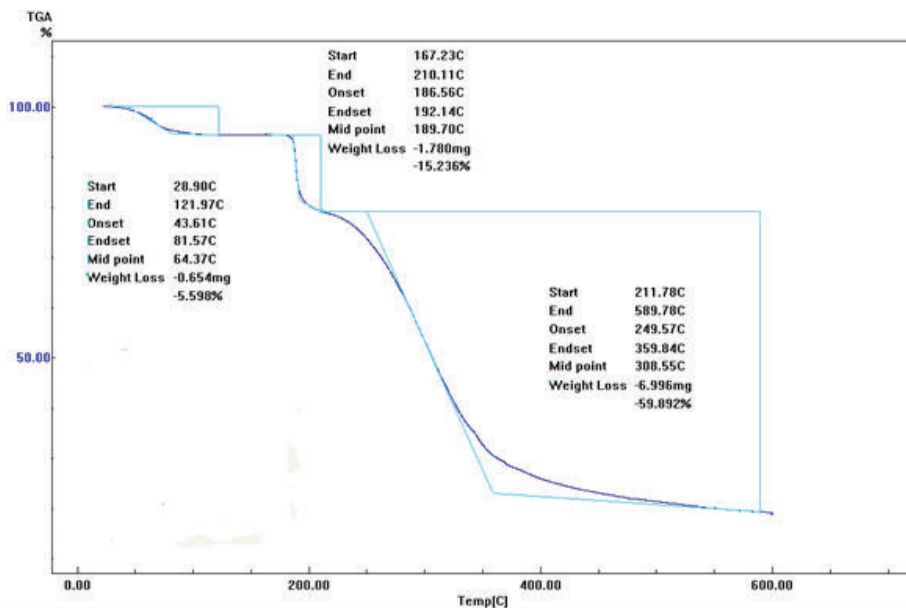


Figura AI. 1. Análisis termogravimétrico de la cefalexina

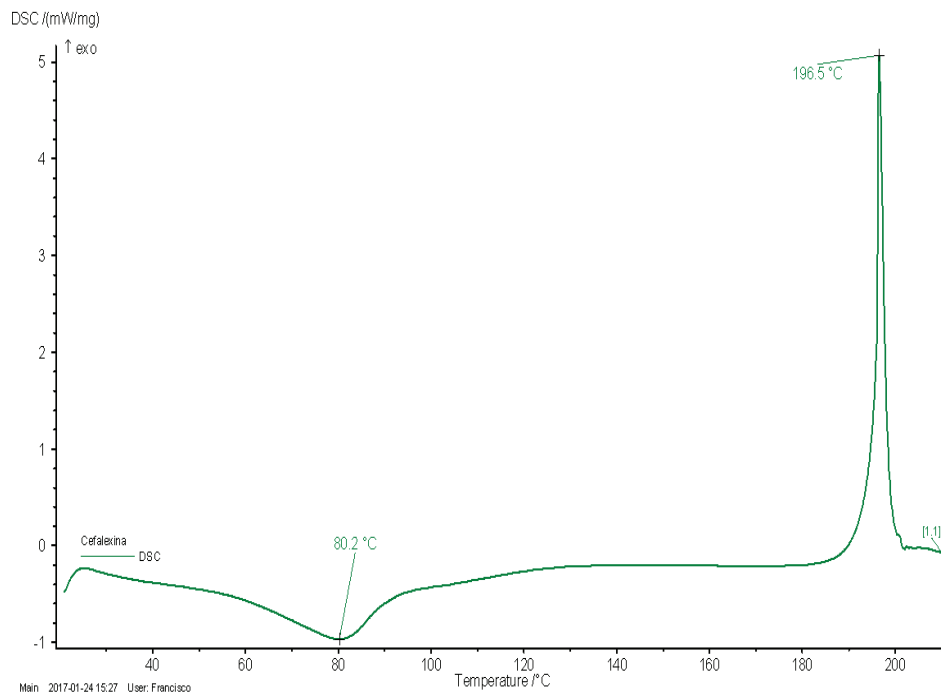


Figura AI. 2. Calorimetría diferencial de barrido de la cefalexina

ANEXO II

**EJEMPLO DE CÁLCULO DE LOS VALORES DE LA ESCALA
CUANTITATIVA DE MAGNETISMO**

Tabla AII.1. Datos para la obtención de la escala cuantitativa de magnetismo

Masa de partículas de hierro (g)	Tiempo de reacción (h)	pH	Variación de la masa del imán (g)	Magnetismo calculado
0,0625	10	8,5	-0,0024	-0,0384
0,0679	12	8,5	-0,0087	-0,1281
0,0962	18	8,5	-0,0078	-0,0811
0,0689	24	8,5	-0,0022	-0,0319
0,0956	10	10,5	-0,5320	-5,5649
0,1230	12	10,5	-0,4284	-3,4829
0,0891	18	10,5	-0,2445	-2,7441
0,0714	24	10,5	-0,7587	-10,6261
0,1302	10	12,5	-1,6852	-12,9432
0,1489	12	12,5	-1,9326	-12,9792
0,1683	18	12,5	-2,1916	-13,0220
0,1163	24	12,5	-2,1419	-18,4170

Primero, se pesó la masa de partículas que estaban contenidas en el tubo eppendorf.

Luego, se colocó el tubo eppendorf con las partículas en el soporte y se registró la pérdida de masa del imán (por eso tiene signo negativo)

Después, se calculó el magnetismo dividiendo la variación de masa del imán para la masa de partículas de hierro. La ecuación usada se presenta a continuación.

$$\text{Magnetismo} = \frac{\Delta\text{Masa del imán}}{\text{Masa de partículas de hierro}} \quad [\text{AII.1}]$$

Por ejemplo, para las partículas sintetizadas a pH de 12,5 y 18 h de tiempo de reacción:

$$\text{Magnetismo} = \frac{-2,1916}{0,1683} = -13,0220$$

Luego, se asignó el valor de 10,00 al magnetismo calculado más alto. Es decir, que la equivalencia de -18,4170 fue 10,00. Se tomaron dos cifras decimales debido a que todas las partículas sintetizadas a pH de 8,5 registraban valores de la escala menores a 1, que no habrían sido expresados correctamente si se usaba solamente números enteros o incluso enteros y una cifra decimal.

Finalmente, por regla de tres simple se calculó los valores de magnetismo de las demás muestras dentro de la escala. La relación usada se detalla en la siguiente ecuación.

$$\text{Escala de magnetismo} = \frac{\text{Magnetismo calculado}}{\text{Magnetismo calculado}_{(\text{más alto})}} * 10,00 \quad [\text{AII.2}]$$

Continuando con el ejemplo de las partículas sintetizadas a pH de 12,5 y 18 h de tiempo de reacción:

$$\text{Magnetismo dentro de la escala} = \frac{-13,0220}{-18,4170} * 10,00 = 7,07$$

ANEXO III**RESULTADOS DE LA DIFRACCIÓN DE RAYOS X****Tabla AIII.1.** Contenido porcentual de minerales obtenido en la difracción de rayos X de las muestras sintetizadas a pH igual a 12,5

Mineral	Fórmula	Contenido (%)
Thenardita	Na ₂ SO ₄	63
Magnetita	Fe ₃ O ₄	26
Maghemita	Fe ₂ O ₃	9
Halita	NaCl	1
Hematita	Fe ₂ O ₃	1

ANEXO IV

IMÁGENES DE LOS ANTIBIOGRAMAS REALIZADOS A LAS MUESTRAS DE TELA IMPREGNADAS Y A LAS PARTÍCULAS DE HIERRO

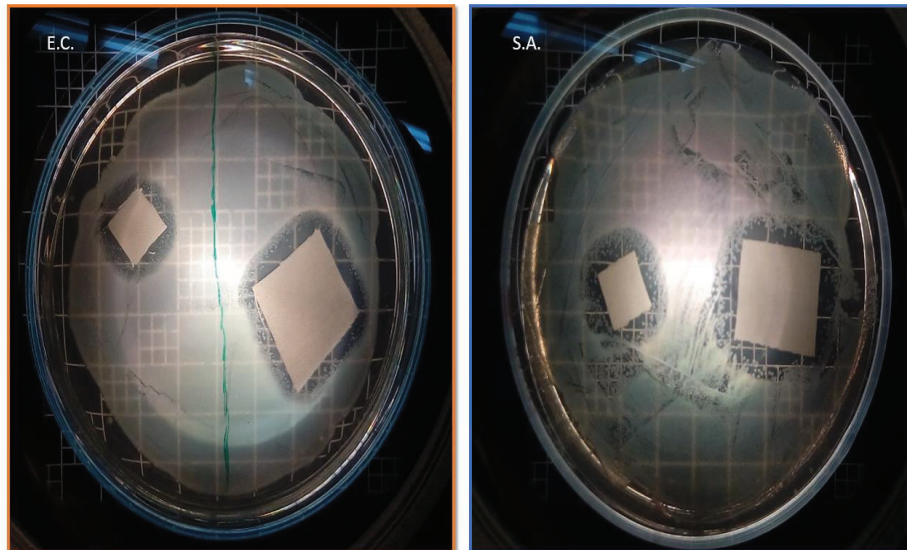


Figura AIV.1. Antibiogramas del poliéster impregnado con cefalexina al 1% spt en agar de *Escherichia coli* (izq.) y *Staphylococcus aureus* (der.)

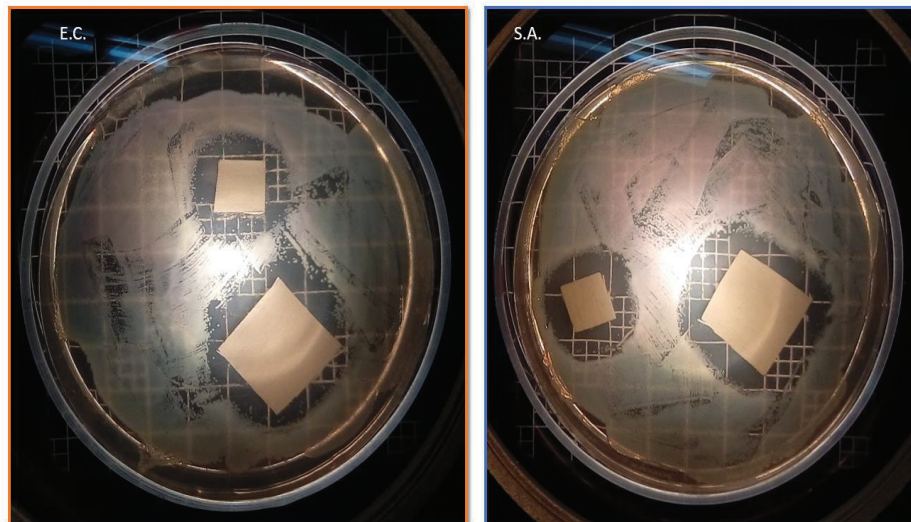


Figura AIV.2. Antibiogramas del poliéster impregnado con cefalexina al 3% spt en agar de *Escherichia coli* (izq.) y *Staphylococcus aureus* (der.)

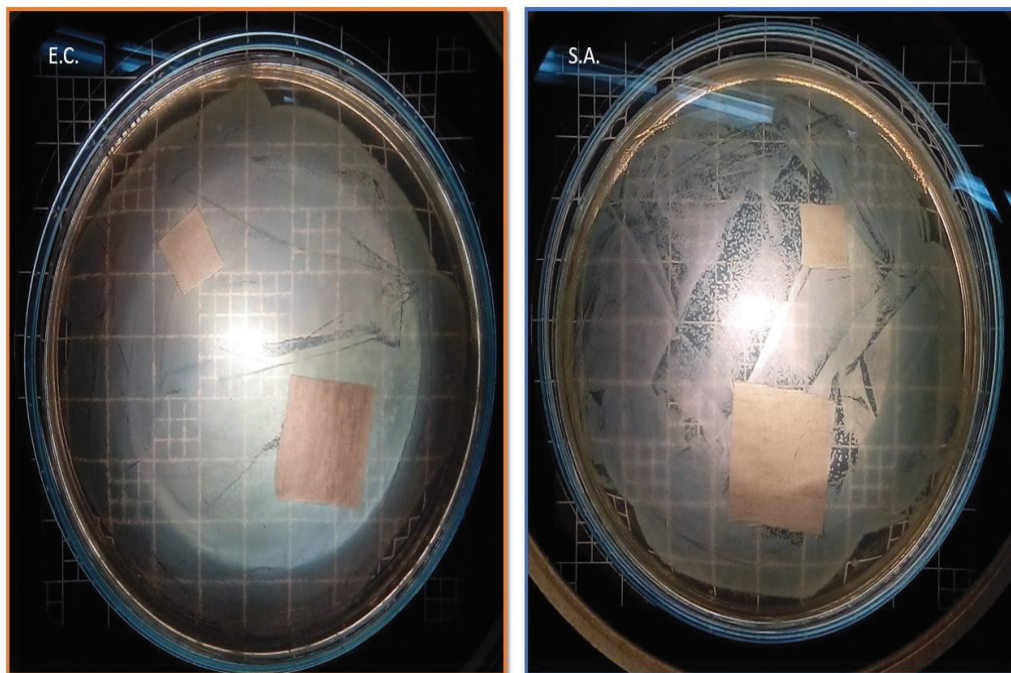


Figura AIV.3. Antibiogramas del poliéster impregnado con partículas de hierro al 1% spt y termo fijado a 140°C en agar de *Escherichia coli* (izq.) y *Staphylococcus aureus* (der.)

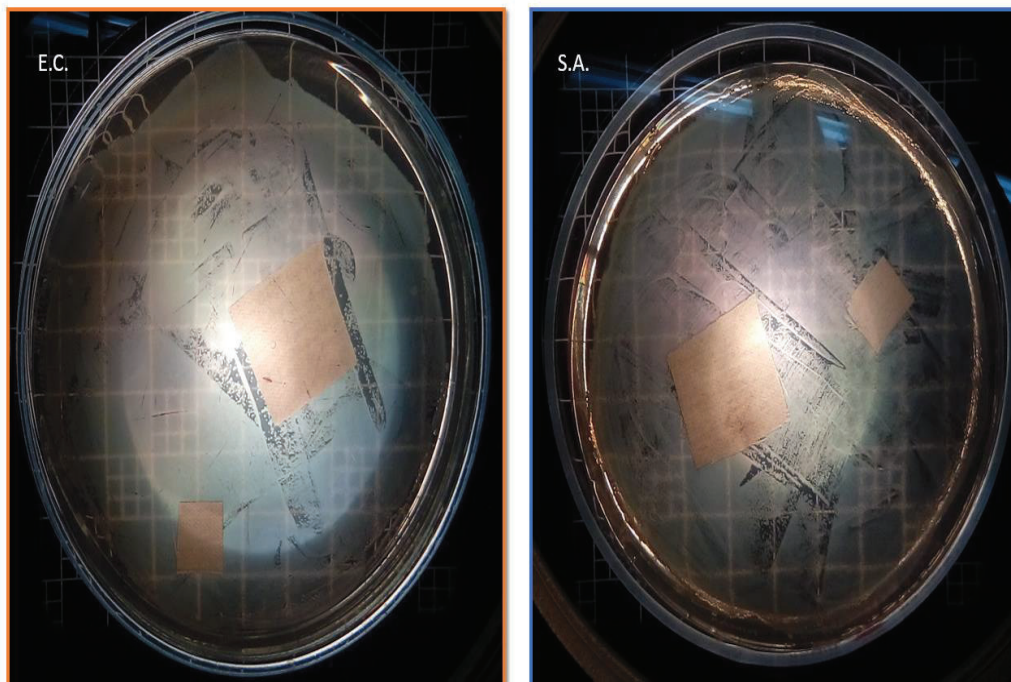


Figura AIV.4. Antibiogramas del poliéster impregnado con partículas de hierro al 1% spt y termo fijado a 160°C en agar de *Escherichia coli* (izq.) y *Staphylococcus aureus* (der.)

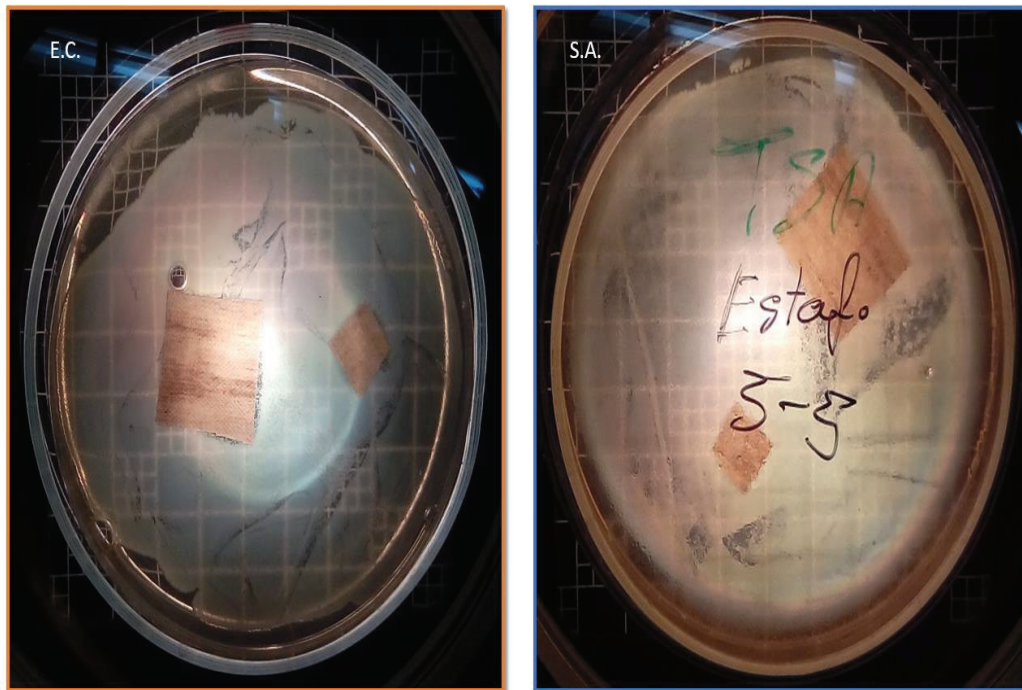


Figura AIV.5. Antibiogramas del poliéster impregnado con partículas de hierro al 3% spt y termo fijado a 140°C en agar de *Escherichia coli* (izq.) y *Staphylococcus aureus* (der.)

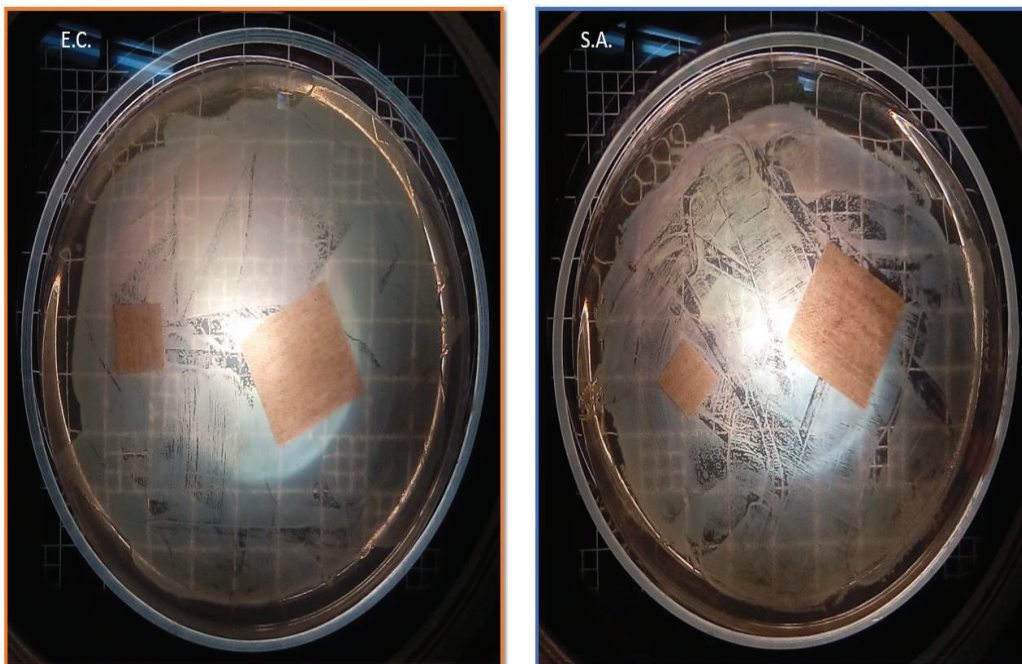


Figura AIV.6. Antibiogramas del poliéster impregnado con partículas de hierro al 3% spt y termo fijado a 160°C en agar de *Escherichia coli* (izq.) y *Staphylococcus aureus* (der.)

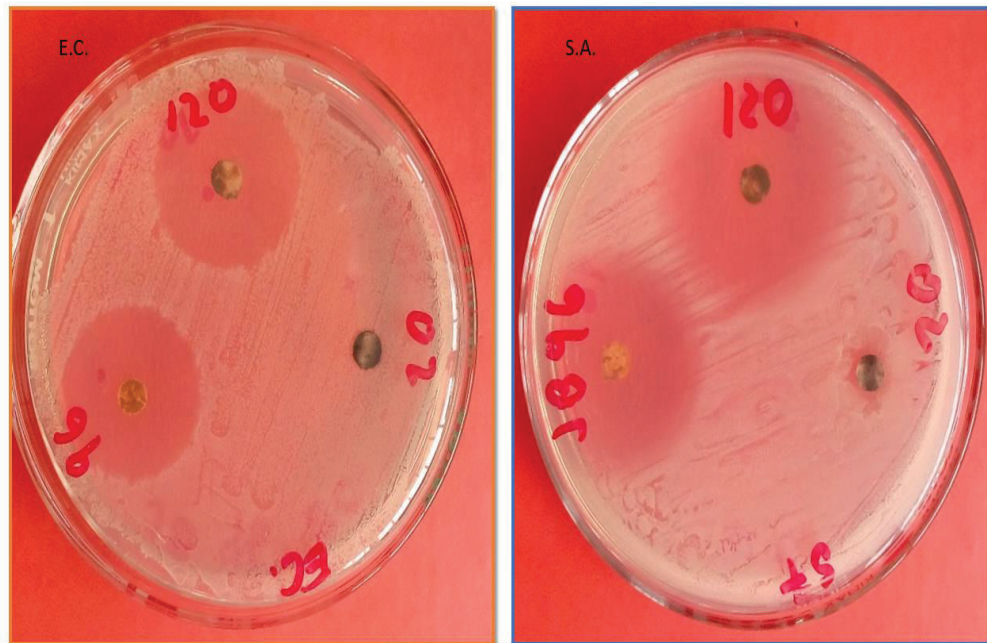


Figura AIV.7. Antibiogramas de las partículas de hierro sintetizadas a diferentes pH y 10 h de reacción en agar de *Escherichia coli* (izq.) y *Staphylococcus aureus* (der.)

Las codificaciones observadas en la Figura AV.7 corresponden a lo siguiente:

96: Partículas de hierro sintetizadas a pH de 8,5 y 10 h de reacción

120: Partículas de hierro sintetizadas a pH de 10,5 y 10 h de reacción

02: Partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de reacción

ANEXO V

**ESPECTROS INFRARROJOS Y UV-VIS DE LAS PARTÍCULAS DE
HIERRO SINTETIZADAS A pH DE 12,5, 10,5 Y 8,5 Y 10 h DE
TIEMPO DE REACCIÓN**

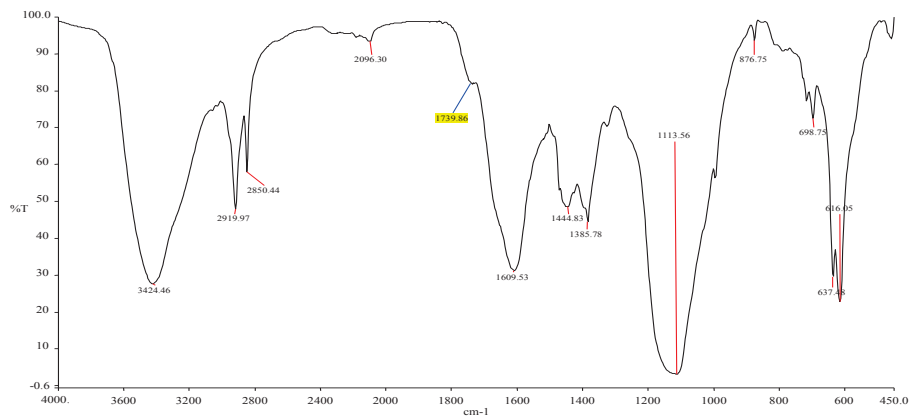


Figura AV. 1. Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 12,5 y 10 h de tiempo de reacción

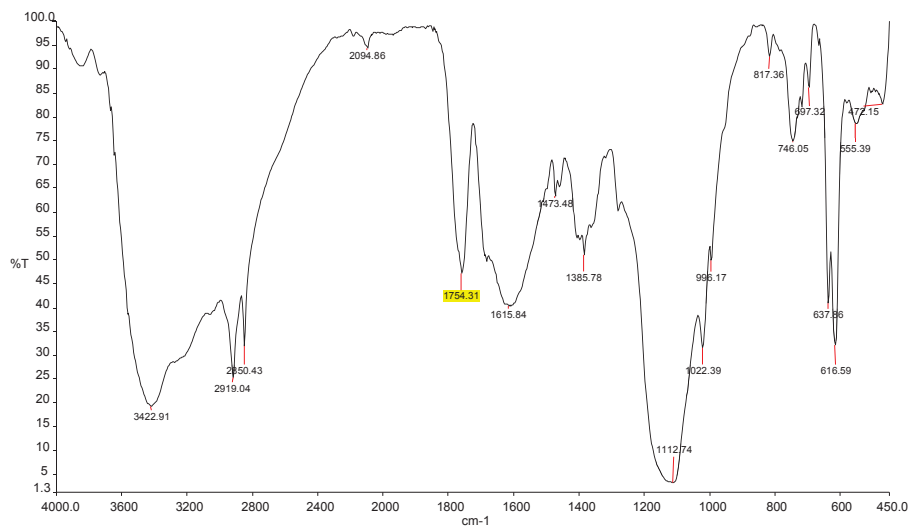


Figura AV. 2. Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 8,5 y 10 h de tiempo de reacción

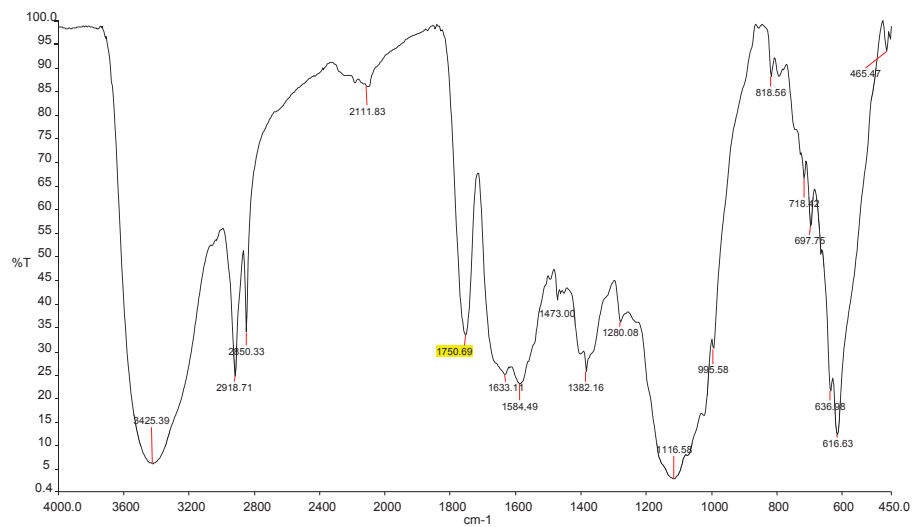


Figura AV. 3. Espectro infrarrojo de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 10,5 y 10 h de tiempo de reacción

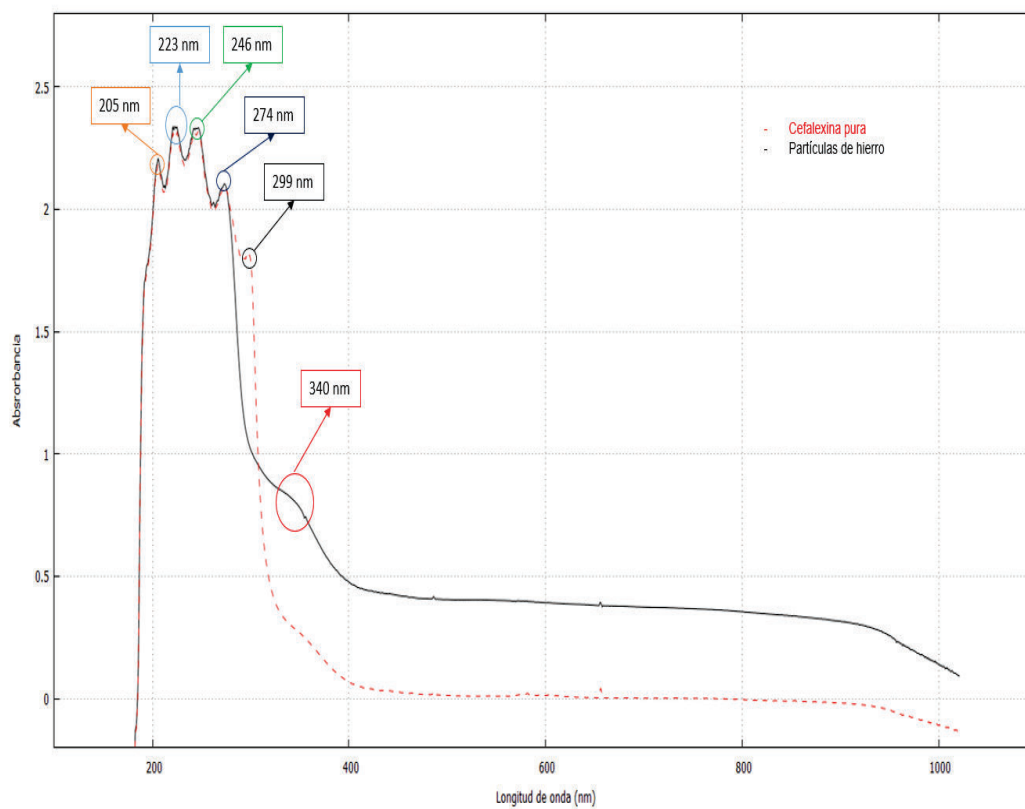


Figura AV. 4. Espectro UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 10,5 y 10 h de reacción comparado con el de la cefalexina

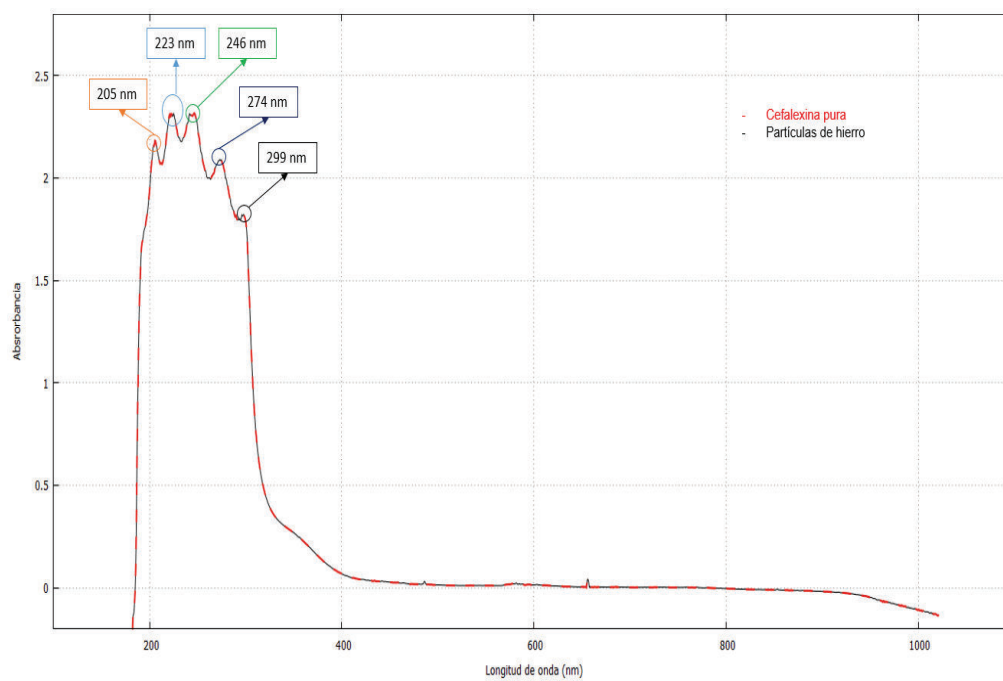


Figura AV. 5. Espectro UV-Vis de las partículas de hierro sintetizadas a pH de 8,5 y 10 h de reacción comparado con el de la cefalexina