

# ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL

Ing.

Katherine Vanessa Pazmiño Viteri

Abril, 2018

## FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y AGROINDUSTRIA

### OBTENCIÓN DE MICROESFERAS DE POLI(ESTIRENO) CON PROPIEDADES MAGNÉTICAS

PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERA  
QUÍMICA

KATHERINE VANESSA PAZMIÑO VITERI  
katherine.pazmino@epn.edu.ec

DIRECTOR: M.Sc. FRANCISCO JAVIER QUIROZ CHÁVEZ  
francisco.quiroz@epn.edu.ec

Quito, abril 2018

# **ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL**

**FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y  
AGROINDUSTRIA**

**OBTENCIÓN DE MICROESFERAS DE POLI(ESTIRENO) CON  
PROPIEDADES MAGNÉTICAS**

**PROYECTO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERA  
QUÍMICA**

**KATHERINE VANESSA PAZMIÑO VITERI**

**DIRECTOR: M.Sc. FRANCISCO JAVIER QUIROZ CHÁVEZ**

**Quito, abril 2018**

© Escuela Politécnica Nacional (2018)  
Reservados todos los derechos de reproducción

## **DECLARACIÓN**

Yo Katherine Vanessa Pazmiño Viteri, 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 lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.

---

Katherine Vanessa Pazmiño Viteri

## **CERTIFICACIÓN**

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Katherine Vanessa Pazmiño Viteri bajo mi supervisión.

---

M.Sc. Francisco Javier Quiroz Chávez  
**DIRECTOR DEL PROYECTO**

## **AGRADECIMIENTOS**

Primero a Dios, porque Él es la fuerza que me impulsa cada día para completar cada meta que me he propuesto.

A mis padres y hermanas, quienes con su apoyo incondicional velaron por mí desde el inicio hasta el final de esta difícil pero gratificante etapa de mi vida.

A mi director M.Sc. Francisco Quiroz, que a pesar de las dificultades del proyecto siempre supo guiarme pacientemente hasta la culminación del mismo.

A M.Sc. José Iván Chango, porque siempre estuvo presto para aportar soluciones con sus sabios consejos, conocimientos y valiosa experiencia.

A todos mis amigos del CIAP, de la facultad y de la universidad que siempre mantuvieron palabras de aliento para terminar victoriosa en este reto.

A todas las personas que de alguna forma u otra abogaron para la terminación satisfactoria de este proyecto de titulación, entre ellos: Ph.D. Juan Anacona, Ph.D. Darío Niebeskikwiat, Ph.D. Patricio Espinoza, Ing. Salomé Galeas, Ph.D. Alicia Guevara, M.Sc. Rosario Barrera, Ph.D. Antonio Díaz, Ph.D. Henry Osorio, Ph.D. Thomas Cadenbach.

## DEDICATORIA

A mis padres Darwin y Silvia, quienes han sabido guiarme durante toda mi vida con amor, paciencia y dedicación.

A mis hermanas Joyce y Michelle, quienes me brindaron su apoyo tanto emocionalmente como académicamente.

A mi abuelita Emma, por ser un soporte incondicional para mi familia en los períodos en los que se vivieron circunstancias adversas.

A Kathy, por ser una amiga insuperable en todo tiempo hasta en los más difíciles momentos. A Estefy y Vale por todas las peculiares y fantásticas experiencias que vivimos juntas.

# ÍNDICE DE CONTENIDOS

	<b>PÁGINA</b>
<b>RESUMEN</b>	<b>ix</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>xi</b>
<b>1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>1</b>
1.1 Partículas metálicas	1
1.1.1 Partículas de hierro	3
1.1.1.1 Método de co-precipitación controlada	6
1.1.1.2 Propiedades magnéticas	8
1.1.1.3 Propiedad antibacteriana	14
1.2 Impregnación y encapsulamiento de partículas metálicas en matrices poliméricas	17
1.2.1 Técnicas ex-situ	17
1.2.1.1 Polimerización en suspensión	18
<b>2 PARTE EXPERIMENTAL</b>	<b>20</b>
2.1 Determinación de las condiciones de síntesis de partículas óxido de hierro	20
2.1.1 Diseño experimental de la síntesis de partículas de óxido de hierro	20
2.1.2 Síntesis de partículas de óxido de hierro	21
2.1.3 Evaluación del carácter magnético de las partículas de óxido de hierro	23
2.1.4 Caracterización de las partículas de óxido de hierro	25
2.1.4.1 Magnetometría de muestra vibrante	25
2.1.4.2 Dispersión de luz dinámica	25
2.1.4.3 Microscopía de fuerza atómica	26
2.1.4.4 Termogravimetría	26
2.1.4.5 Calorimetría diferencial de barrido	26
2.1.4.6 Espectroscopía de infrarrojo FT-IR	27
2.1.4.7 Espectrofotometría UV-VIS	27
2.1.4.8 Difracción de rayos X	28
2.2 Establecimiento de las condiciones para la incorporación de las partículas de hierro en una matriz polimérica de poli(estireno)	28
2.3 Evaluación de las propiedades magnéticas y antimicrobianas del material polimérico elaborado	31
2.3.1 Evaluación de la propiedad magnética	31
2.3.2 Evaluación de la propiedad antimicrobiana	31
<b>3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	<b>34</b>



3.1	Evaluación preliminar del carácter magnético de las partículas de hierro	34
3.2	Caracterización de las partículas de hierro	36
3.2.1	Caracterización por magnetometría de muestra vibrante	36
3.2.1.1	Resultados para la muestra D3	36
3.2.1.2	Resultados para la muestra D6	40
3.2.2	Caracterización por dispersión de luz dinámica	42
3.2.3	Caracterización por microscopia de fuerza atómica	44
3.2.4	Caracterización por análisis térmicos	47
3.2.4.1	Análisis térmico del antibiótico clindamicina	47
3.2.4.2	Análisis termogravimétrico	49
3.2.4.3	Análisis por calorimetría diferencial de barrido	51
3.2.5	Caracterización por espectroscopía de infrarrojo FT-IR	53
3.2.6	Caracterización por espectrofotometría UV-VIS	57
3.2.7	Caracterización por difracción de rayos X	58
3.3	Caracterización del material compuesto de partículas de hierro y poli(estireno)	61
3.3.1	Evaluación del carácter magnético y las características ópticas	61
3.3.1.1	Evaluación preliminar del carácter magnético y las características ópticas	61
3.3.1.2	Caracterización de las características ópticas	63
3.3.1.3	Caracterización de la propiedad magnética	65
3.3.2	Evaluación de la actividad antibacteriana	67
<b>4</b>	<b>CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES</b>	<b>70</b>
4.1	Conclusiones	70
4.2	Recomendaciones	72
	<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>74</b>
	<b>ANEXOS</b>	<b>83</b>

## ÍNDICE DE TABLAS

		PÁGINA
<b>Tabla 1.1.</b>	Microorganismos in vitro susceptibles a la clindamicina	16
<b>Tabla 2.1.</b>	Valores de los niveles de las variables de pH y tiempo de reacción modificadas en el diseño experimental durante la síntesis de partículas de hierro	20
<b>Tabla 2.2.</b>	Datos de las concentraciones constantes de los reactivos en la reacción de polimerización	29
<b>Tabla 2.3.</b>	Datos de los niveles en los que variaron las concentraciones de los reactivos en la reacción de polimerización	30
<b>Tabla 3.1.</b>	Datos de la susceptibilidad magnética calculada de las seis muestras de partículas de hierro del diseño experimental	34
<b>Tabla 3.2.</b>	Bandas del espectro infrarrojo de los principales grupos funcionales y enlaces que conforman el antibiótico clindamicina	52
<b>Tabla 3.3.</b>	Composición de las muestras D3 y D6 analizadas con la técnica de difracción de rayos X	58
<b>Tabla 3.4.</b>	Datos de la susceptibilidad magnética calculada experimentalmente y evaluada cualitativamente de las tres muestras de material polimérico compuesto	61
<b>Tabla 3.5.</b>	Resultados del análisis antibacteriano de la sensibilidad de la cepa <i>Staphylococcus aureus</i> ante la acción de diferentes muestras	67
<b>Tabla AI.1.</b>	Datos experimentales de las pruebas preliminares realizadas durante la síntesis de las partículas de hierro	84
<b>Tabla AI.1.</b>	Datos experimentales de las pruebas preliminares realizadas durante la síntesis de las partículas de hierro (continuación)	85
<b>Tabla AIII.1.</b>	Datos experimentales para el cálculo del valor de la susceptibilidad magnética de cada muestra del diseño experimental de la síntesis de partículas de hierro	87
<b>Tabla AV.1.</b>	Datos experimentales para el cálculo del valor de la susceptibilidad magnética de cada muestra de la incorporación de partículas de hierro en una matriz polimérica de poli(estireno)	93

## ÍNDICE DE FIGURAS

		PÁGINA
<b>Figura 1.1.</b>	Comparación entre los tamaños de los objetos que se perciben en la vida cotidiana	1
<b>Figura 1.2.</b>	Métodos más usuales para la síntesis de partículas metálicas a través de los enfoques “ <i>top-down</i> ” y “ <i>bottom-up</i> ”	2
<b>Figura 1.3.</b>	Esquema de las fases comunes de la formación y transformación de los óxidos de hierro	4
<b>Figura 1.4.</b>	Teoría de los ácidos y bases fuertes-débiles puede ayudar a predecir la selectividad de los iones metálicos por moléculas biológicas donantes de ligandos	5
<b>Figura 1.5.</b>	Movimiento de un electrón en a) su propio eje con espín arriba y espín abajo y b) movimiento alrededor del núcleo	8
<b>Figura 1.6.</b>	Distribución de la orientación de los dipolos magnéticos de un material a) paramagnético, b) ferromagnético, c) antiferromagnético y d) ferrimagnético	10
<b>Figura 1.7.</b>	Curva de histéresis de un material ferromagnético policristalino	11
<b>Figura 1.8.</b>	Curva de histéresis de los diferentes comportamientos magnéticos de los materiales cuando se aplica un campo externo	11
<b>Figura 1.9.</b>	Modelo de los materiales a) superparamagnéticos con partículas de direcciones de magnetización aleatorias y b) superferromagnéticos con partículas alineadas por la interacción dipolo-dipolo	12
<b>Figura 1.10.</b>	Antibióticos de la familia de las lincosamidas: en lincomicina, R = OH y en clindamicina, R = Cl	14
<b>Figura 1.11.</b>	Clasificación de algunos agentes antimicrobianos por su lugar de acción.	15
<b>Figura 1.12.</b>	Comportamiento en contra de un microorganismo por parte de los dos tipos de antibióticos, bacteriostático y bactericida	15
<b>Figura 1.13.</b>	Representación del proceso de una reacción de polimerización donde se observa la estabilidad de la gota de monómero debido a) agitación mecánica y b) acción del coloide protector	19

<b>Figura 2.1.</b>	a) Equipo para el monitoreo del pH de la solución y b) reactor adaptado para mantener una atmósfera de nitrógeno en contacto con la solución	22
<b>Figura 2.2.</b>	a) Desecador modificado para mantener una atmósfera de nitrógeno y b) partículas de hierro sólidas raspadas con una espátula metálica	23
<b>Figura 2.3.</b>	Soporte adaptado a una balanza analítica para evidenciar el carácter magnético de las partículas de hierro	24
<b>Figura 2.4.</b>	Configuración del equipo utilizado en la reacción de polimerización entre poli(estireno) y las partículas de hierro	29
<b>Figura 2.5.</b>	a) Medio TSB dispensado en tubos de ensayo y b) Medio TSA dispuesto en cajas Petri.	32
<b>Figura 3.1.</b>	Gráfica de contornos, relación de la susceptibilidad magnética en función del pH y tiempo de reacción	35
<b>Figura 3.2.</b>	Gráfica de histéresis que relaciona magnetización versus campo magnético de la muestra D3 una $T=300$ K	37
<b>Figura 3.3.</b>	Gráfica de histéresis que relaciona magnetización versus campo magnético de la muestra D3 una $T=55$ K	38
<b>Figura 3.4.</b>	Gráfica de magnetización en función de la temperatura de la muestra D3 a $H=100$ Oe	39
<b>Figura 3.5.</b>	Gráfica de magnetización versus campo magnético de la muestra D6 a una $T=300$ K	40
<b>Figura 3.6.</b>	Gráfica de histéresis que relaciona magnetización versus campo magnético de la muestra D6 una $T=55$ K	41
<b>Figura 3.7.</b>	Gráfica de magnetización versus temperatura de la muestra D6 a un campo constante $H=100$ Oe	41
<b>Figura 3.8.</b>	Histograma realizado por la técnica DLS de la muestra D3	42
<b>Figura 3.9.</b>	Histograma de las mediciones realizadas por la técnica DLS de la muestra D6	43
<b>Figura 3.10.</b>	Imágenes AFM con su respectiva topografía de la muestra D3	45
<b>Figura 3.11.</b>	Imágenes AFM con su respectiva topografía de la muestra D6	46

<b>Figura 3.12.</b>	Termogramas del antibiótico clindamicina aplicado con las técnicas de a) DSC y b) TGA	48
<b>Figura 3.13.</b>	Termograma por TGA obtenido para la muestra D3	49
<b>Figura 3.14.</b>	Termograma por TGA obtenido para la muestra D6	50
<b>Figura 3.15.</b>	Termogramas por DSC en la fase de calentamiento de las muestras a) D3 y b) D6	51
<b>Figura 3.16.</b>	Diagrama de la fase de enfriamiento del análisis de calorimetría diferencial de barrido de la muestra D3	52
<b>Figura 3.17.</b>	Diagrama de la fase de enfriamiento del análisis de calorimetría diferencial de barrido de la muestra D6	53
<b>Figura 3.18.</b>	Espectro de infrarrojo del antibiótico clindamicina	54
<b>Figura 3.19.</b>	Espectro de infrarrojo de la muestra D3	55
<b>Figura 3.20.</b>	Espectro de infrarrojo de la muestra D6	55
<b>Figura 3.21.</b>	Espectros UV-VIS para el antibiótico clindamicina, y las muestras D3 y D6	57
<b>Figura 3.22.</b>	Productos obtenidos por la incorporación de partículas de hierro en poli(estireno) de las muestras a) PS1, b) PS2 y c) PS3	62
<b>Figura 3.23.</b>	Histograma de DLS de la muestra PS3	63
<b>Figura 3.24.</b>	Imágenes de la muestra PS3 obtenidas con la técnica SEM a diferentes aumentos	64
<b>Figura 3.25.</b>	Gráfica histéresis de la relación de magnetización en función del campo magnético aplicado de la muestra PS3 a T=300 K	65
<b>Figura 3.26.</b>	Gráfica de histéresis de la relación de magnetización en función del campo magnético aplicado de la muestra PS3 a T=55 K	65
<b>Figura 3.27.</b>	Gráfica por VSM que relaciona la magnetización en función de la temperatura a un H=100 Oe de la muestra PS3	64
<b>Figura 3.28.</b>	Halos de inhibición hacia la cepa Staphilococcus aureus por parte de a) clindamicina y b) Muestra D6	68
<b>Figura AII.1.</b>	Pasos para escoger el tipo de diseño experimental a factorial	86
<b>Figura AII.2.</b>	Ventana que especifica el tipo de diseño factorial utilizado	86

<b>Figura AII.3.</b>	Ventana para seleccionar las variables controladas y el número de niveles de cada una	86
<b>Figura AIV.1.</b>	Difractograma realizado por la técnica de DRX de la muestra D3	91
<b>Figura AIV.2.</b>	Difractograma realizado por la técnica de DRX de la muestra D6	92

## ÍNDICE DE ANEXOS

	<b>PÁGINA</b>
<b>ANEXO I</b> Datos experimentales de las pruebas preliminares realizadas durante la síntesis de las partículas de hierro	84
<b>ANEXO II</b> Procedimiento para el ingreso de datos del diseño experimental en el software Minitab 17	86
<b>ANEXO III</b> Datos experimentales para el cálculo del valor de la susceptibilidad magnética de cada muestra del diseño experimental de la síntesis de partículas de hierro	87
<b>ANEXO IV</b> Difractogramas de las muestras analizadas con la técnica de difracción de rayos X	90
<b>ANEXO V</b> Datos experimentales para el cálculo del valor de la susceptibilidad magnética de cada muestra de la incorporación de partículas de hierro en una matriz polimérica de poli(estireno)	93

## RESUMEN

El objetivo principal de esta investigación fue obtener un material polimérico compuesto por microesferas de poli(estireno) que conserven las características magnéticas y antibacterianas de las partículas de óxido de hierro que se le ha incorporado. Para cumplir con dicho objetivo se ha completado tres etapas en la metodología experimental aplicada. En la primera etapa, se sintetizó partículas de óxido de hierro mediante el método de co-precipitación controlada de los reactivos clindamicina y la sal sulfato de hierro, añadidos en una relación molar 1:4, mediante la adición de una solución de hidróxido de sodio para modificar el pH del medio. Dichas partículas fueron caracterizadas por las técnicas de magnetometría de muestra vibrante (VSM), dispersión de luz dinámica (DLS), microscopía de fuerzas atómicas (AFM), termogravimetría (TGA), calorimetría diferencial de barrido (DSC), espectroscopía de infrarrojo por transformadas de Fourier (FT-IR), espectrofotometría UV-VIS y difracción de rayos X (DRX). En la segunda etapa se incorporó las partículas de óxido de hierro en una matriz polimérica de poli(estireno) a través de una reacción de polimerización en suspensión. Y en la tercera etapa se caracterizó el material polimérico compuesto por las técnicas de magnetometría de muestra vibrante (VSM), dispersión de luz dinámica (DLS) y microscopía electrónica de barrido (SEM). También se evaluó la actividad antimicrobiana del material polimérico compuesto hacia la cepa de microorganismos *Staphylococcus aureus*.

Los resultados obtenidos en la síntesis de partículas de hierro determinaron las condiciones de pH igual a 12 y tiempo de reacción de 24 h. Se obtuvieron partículas de óxido de hierro con comportamiento superparamagnético con una magnetización de saturación de 3,4202 emu/g y coercitividad igual a 24,99 Oe. El tamaño de partícula estuvo alrededor del tamaño de diámetro efectivo de 1,62  $\mu\text{m}$  con una distribución bimodal. Las diferentes técnicas de caracterización descritas anteriormente, sugieren que las partículas obtenidas corresponden a óxidos de hierro con porcentajes no establecidos de magnetita, hematita y ferrihidrita, y adicionalmente se presentan impurezas tales como sulfato de sodio y thenardita. Las condiciones para obtener un material polimérico compuesto de partículas de



óxido hierro corresponden a una relación de porcentaje en peso de monómero de estireno y partículas de hierro de 14,00  $^{w/w}\%$  y 0,50  $^{w/w}\%$  respectivamente. El material polimérico compuesto presentó un tamaño de partícula promedio de 3,10  $\mu\text{m}$  y al igual que las partículas que ha incorporado, una distribución de tamaños bimodal. La morfología visualizada ha sido irregular, pero se avista que ha incorporado en su interior a las partículas de óxido de hierro. Así mismo conservó el comportamiento superparamagnético que se vio mermado en una magnetización de saturación de 0,6995 emu/g y un valor de 99,87 Oe de coercitividad. También en dicho material polimérico compuesto se evidencia un comportamiento diamagnético dotado por la matriz polimérica. Finalmente, el material polimérico compuesto no presentó ninguna acción antibacteriana hacia la cepa de *Staphilococcus aureus*, pero las partículas incorporadas han demostrado un comportamiento bacteriostático con halos de inhibición de 12 mm.

## INTRODUCCIÓN

Las estadísticas revelan que la cantidad de ríos que están contaminados alcanzan cifras hasta del 71% a nivel nacional (Puentestar, 2015, p. 82). Específicamente se data que la causa principal de dicha contaminación es por la descarga de efluentes industriales y domésticos que contienen desechos peligrosos como lo son las grasas y los aceites (Arias & Seilles, 2014, p. 19). Estos desechos representan un inconveniente no solo por la necesidad de darles un tratamiento previo antes de su descarga a los diferentes sistemas de alcantarillado y cumplir con la norma de calidad ambiental TULSMA (Ministerio del Ambiente, 2014, p. 7), sino que también su presencia constituye un riesgo para la fauna y flora existentes en aguas dulces, marinas y estuarios (Ministerio del Ambiente, 2014, p. 13).

La contaminación de aguas hoy por hoy es muy alarmante, por tal motivo muchas investigaciones buscan métodos y materiales innovadores capaces de mitigar y eliminar este problema que acaece a la población mundial. Entre las últimas investigaciones que declaran solucionar este problema se encuentran los resultados reportados por Malato, et al. (2016), en donde se diseñó una plataforma solar en Almería que fuese capaz de descontaminar y desinfectar aguas a través de la fotocatalisis (p. 15); de igual forma Heim, Vallazza, Van der Waals, & Prechtl (2016) determinaron un método para la producción de hidrógeno a partir de la catálisis de rutenio para la descontaminación de aguas (p. 1469).

En la actualidad existe una gran demanda de micro y nanopartículas, las cuales poseen propiedades físicas, ópticas, mecánicas, eléctricas y magnéticas (Dávila, et al., 2011, p. 14) que pueden ser aprovechadas en muchos campos de la ciencia y tecnología (Lara, et al., 2005, p. 47). Por tal motivo, ha crecido la expectativa en cuanto al uso de partículas magnéticas en compósitos de poli(estireno) para descontaminación de aguas de agentes orgánicos, por ejemplo, aceites y grasas (Tempesti, Bonini, Ridi, & Baqlioni, 2014, p. 1980).

En la Escuela Politécnica Nacional existen varias investigaciones con respecto a la síntesis y caracterización de nanopartículas (Asimbaya, 2016, p. 6; Díaz, 2007,

p. 1-3), inclusive Calvopiña (2013) realizó el estudio del uso de nanopartículas de hematita coloidal para la remoción de cromo (IV) de soluciones sintéticas (p. 47).

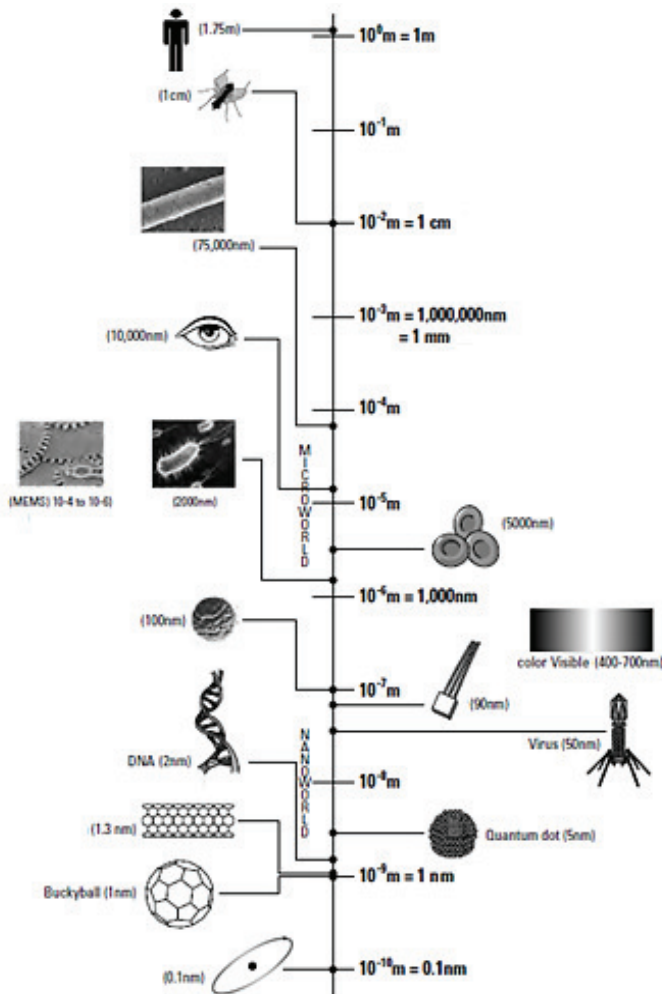
Mediante esta investigación se busca obtener un material compuesto por poli(estireno) que conserve las características magnéticas de las partículas de óxido de hierro que se le ha incorporado además de tener características bactericidas o bacteriostáticas. Para lo cual se plantea determinar las condiciones de síntesis de partículas de óxido de hierro, establecer las condiciones para la incorporación de las partículas de óxido de hierro en una matriz polimérica de poli(estireno), y evaluar las propiedades magnéticas y antimicrobianas del material polimérico elaborado. Estas propiedades son de alto interés para futuras investigaciones que estudiarían la posibilidad de remover los contaminantes grasos a través del uso de este material.

La importancia de este trabajo también radica en que se sentará una base para futuras investigaciones que se realicen en la Escuela Politécnica Nacional dentro del campo de la incorporación de partículas magnéticas en matrices poliméricas, ya que existen un sin número de procesos y enfoques diferentes a los tratados en este proyecto de investigación que pueden ser trascendentes motivos de estudio.

# 1 REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

## 1.1 PARTÍCULAS METÁLICAS

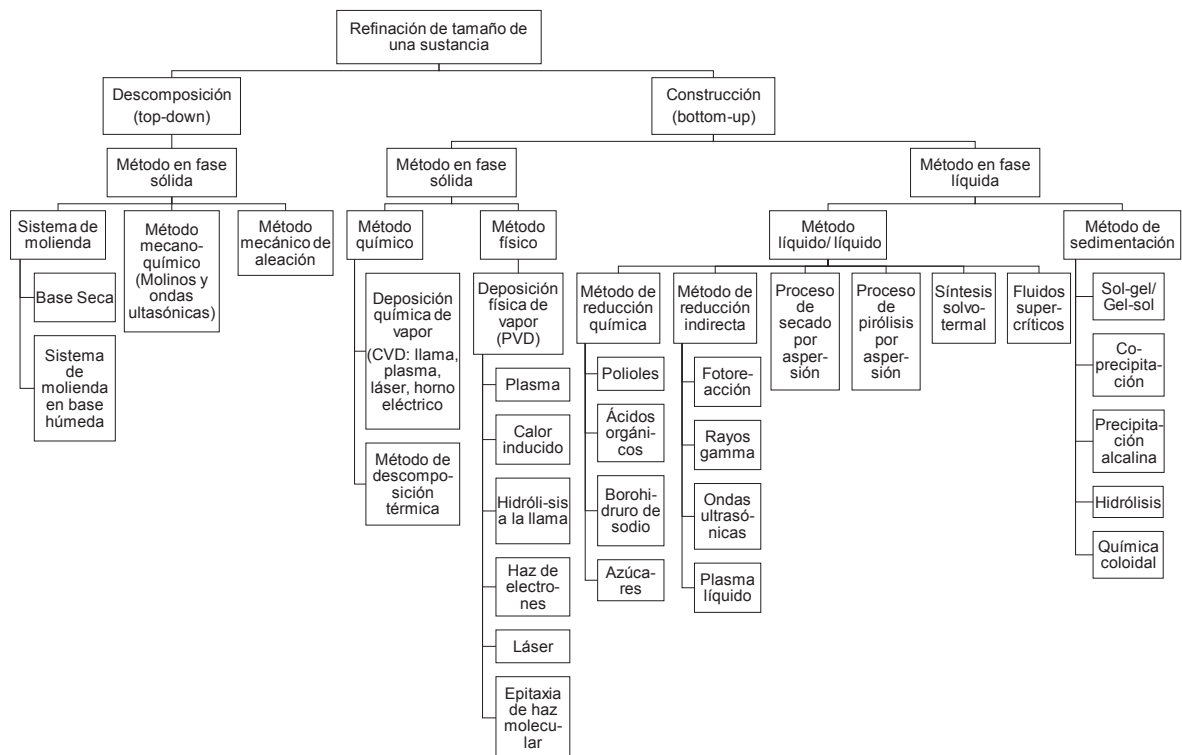
Las partículas metálicas son muy atractivas en el mercado actual debido a la infinidad de aplicaciones, tales como biomédicas o de almacenamiento, que presentan cuando se encuentran en su estado macroscópico o también llamado “*bulk*” y adicionalmente las propiedades no convencionales que llegan a tener cuando se mantienen estables a escalas más pequeñas (Booker & Boysen, 2005, p. 10). La Figura 1.1 hace una comparación entre las distintas escalas de los objetos que se perciben en la vida diaria.



**Figura 1.1.** Comparación entre los tamaños de los objetos que se perciben en la vida cotidiana  
(Booker & Boysen, 2005, p. 11)

Existen muchos métodos ya sean químicos o mecánicos para sintetizar estas partículas, que se clasifican en dos grandes grupos: “*top-down*” y “*bottom-up*”. Los procesos “*top-down*” se refieren a los que parten de materiales macroscópicos y se utilizan precursores masivos que reducen la materia hasta que ésta alcance niveles estructurados a escalas más pequeñas. Por el contrario, en los procesos “*bottom-up*” se empiezan a sintetizar partículas desde la estructura más elemental que son los átomos hasta alcanzar el tamaño requerido. Estos procesos son preferidos por la micro y nanotecnología ya que existe cierta libertad para escoger el origen composicional del producto (Vollath, 2013, p. 2-3).

Los procesos más representativos según Horikoshi & Serpone (2013) de cada categoría o enfoque se han puntualizado en el organigrama la Figura 1.2 (p. 8).



**Figura 1.2.** Métodos más usuales para la síntesis de partículas metálicas a través de los enfoques “*top-down*” y “*bottom-up*” (Horikoshi & Serpone, 2013, p. 8)

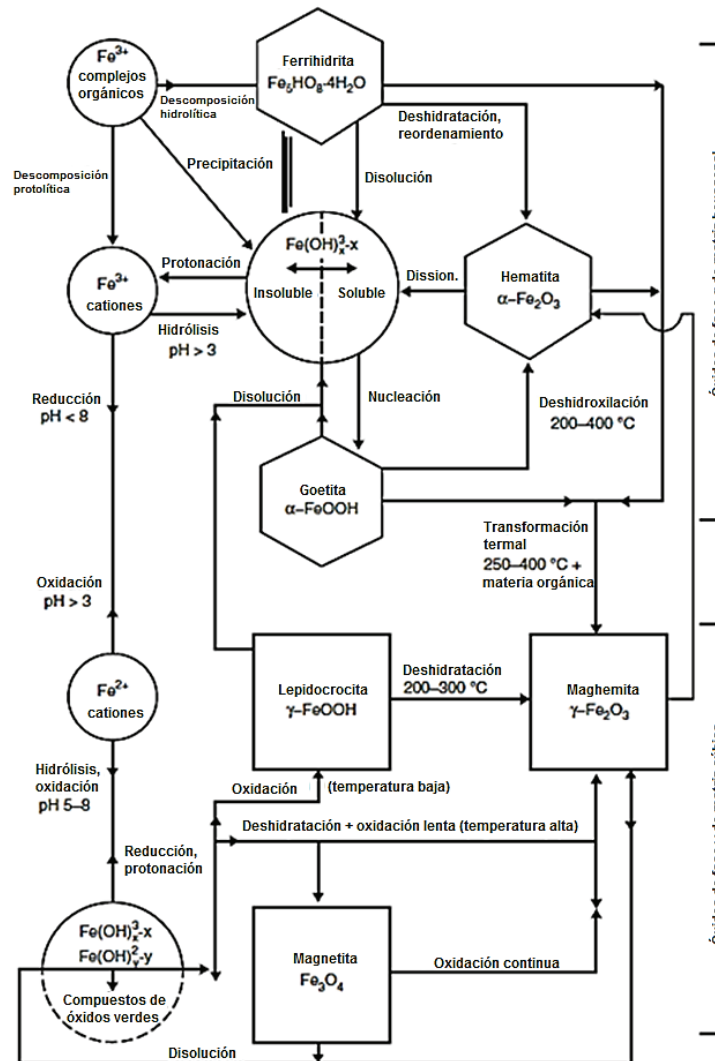
### 1.1.1 PARTÍCULAS DE HIERRO

En el universo existe una cantidad desproporcional del elemento hierro debido a procesos nucleosintéticos ocurridos en el interior de las estrellas. Por tal motivo, se lo considera el sexto elemento más abundante después de H, He, O, C, y Ne. Consecuentemente, este elemento en su forma natural también se encuentra en grandes cantidades en la Tierra, por ello la importancia de buscar aplicaciones viables para su uso (Faivre, 2016, p. 10-11).

El hierro posee una configuración electrónica tal que su último electrón se ubica en el orbital d. Por lo tanto, es proclive a que pierda sus electrones y forme cationes  $\text{Fe}^{2+}$  y  $\text{Fe}^{3+}$ . Esto le confiere la habilidad de integrarse fácilmente a otras estructuras mineralógicas, entre los cuales se encuentran los sulfatos, carbonatos, silicatos y óxidos. Los únicos óxidos de hierro que se pueden encontrar en la naturaleza son: magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), hematita ( $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ), maghemita ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) y wustita ( $\text{FeO}$ ) (Faivre, 2016, p. 11).

Al hacer reaccionar el hierro a escala de laboratorio se pueden obtener óxidos, hidróxidos, e inclusive hierro cero-valente. Cuando se tienen iones de hierro divalentes o trivalentes en una solución y éste medio reacciona con otros compuestos, lo más probable es que el producto formado, es decir las partículas de hierro (POFe), sea un óxido de hierro debido a que éste es un estado del hierro que tiende a ser más estable (Faivre, 2016, p. 15).

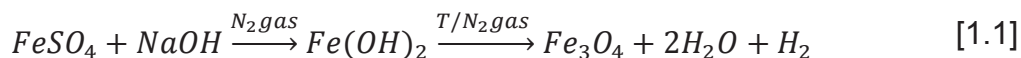
En la Figura 1.3 se presenta un diagrama con los procesos de formación y transformación de las fases más comunes de los óxidos de hierro.



**Figura 1.3.** Esquema de las fases comunes de la formación y transformación de los óxidos de hierro  
(Faivre, 2016, p. 18)

De pruebas de laboratorio evaluadas por Faivre (2016), se establece que a condiciones normales los factores tales como potencial de hidrógeno (pH), potencial oxi-reducción (Eh), humedad relativa, tasa de oxidación del ión  $\text{Fe}^{2+}$ , concentración de otros aniones, cationes y ligandos orgánicos, y el control de tamaño de partícula determinará la estabilidad de la fase termodinámica y por lo tanto el tipo de óxido de hierro que se formará (p. 15).

La reacción de Schikorr representada en la ecuación 1.1, señala los productos que se originan a través de la reacción que se da entre el hierro y un agente que modifica su pH, como por ejemplo el NaOH (Khalil, 2015, p. 279).



Las partículas sintetizadas pueden adquirir propiedades especiales según los elementos y moléculas que las conformen. El hierro por estar en el bloque d puede enlazarse con moléculas orgánicas a través de ligandos presentes en las mismas para formar complejos de coordinación (Pfennig, 2015, p. 110, 476).

Lemire, Harrison, & Turner (2013) mencionan la afinidad de los iones  $Fe^{2+}$  y  $Fe^{3+}$  con los diferentes tipos de enlaces que se pueden encontrar en las moléculas orgánicas, los mismos que se detallan en la Figura 1.4 (p. 374).

	Fuertes	Fronterizos	Débiles
Ácidos	Na <sup>+</sup> , K <sup>+</sup> , Mg <sup>2+</sup> , Ca <sup>2+</sup> , Cr <sup>3+</sup> , Al <sup>3+</sup> , Ga <sup>3+</sup> , Co <sup>3+</sup> , Fe <sup>3+</sup>	Cu <sup>2+</sup> , Zn <sup>2+</sup> , Pb <sup>2+</sup> , Bi <sup>3+</sup> , Ni <sup>2+</sup> , Co <sup>2+</sup> , Fe <sup>2+</sup>	Cu <sup>+</sup> , Au <sup>+</sup> , Ag <sup>+</sup> , Hg <sup>2+</sup> , Hg <sup>+</sup> , Cd <sup>2+</sup>
Bases	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}^--\text{C}-\text{O}^- \\ \text{Carbonato} \end{array}$ $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}^--\text{S}-\text{O}^- \\ \text{Sulfato} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{NH}_2 \\   \\ \text{C}_6\text{H}_5 \\ \text{Anilina} \end{array}$ $\begin{array}{c} \text{H} \\   \\ \text{N} \\ / \quad \backslash \\ \text{C} \quad \text{C} \\ \backslash \quad / \\ \text{N} \\ \text{Imidazol} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{R} \\   \\ \text{C}_6\text{H}_5 \\ \text{Grupos fenilo} \end{array}$ $\text{R}-\text{SH}$ Tioles
	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{R}-\text{C}-\text{O}^- \\ \text{Carboxilato} \end{array}$ $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}^--\text{N}^+-\text{O}^- \\ \text{Nitrat} \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{N} \\   \\ \text{C}_5\text{H}_5 \\ \text{Piridina} \end{array}$ $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}^--\text{N} \\ \text{Nitritos} \end{array}$	$\text{R}-\text{S}-\text{R}$ Tioéteres
	$\text{R}-\text{OH}$ Alcoholes	$\begin{array}{c} \text{R}-\text{N}=\text{N}^+=\text{N}^- \\ \text{Azidas} \end{array}$	$\equiv \text{N}^-$ Ciano
	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{O}^--\text{P}-\text{O}^- \\ \text{Fosfato} \end{array}$ $\text{R}-\text{O}-\text{R}$ Éteres Also: H <sub>2</sub> O, OH <sup>-</sup> , NH <sub>3</sub> , hidrazina	También: N <sub>2</sub>	También: H <sub>2</sub> S, H <sub>2</sub> <sup>-</sup>

Estado de oxidación

Radio iónico o atómico

Electronegatividad (Bases)

Polaridad

Mayormente enlace iónico      Mayormente enlace covalente

**Figura 1.4.** Teoría de los ácidos y bases fuertes-débiles puede ayudar a predecir la selectividad de los iones metálicos por moléculas biológicas donantes de ligandos (Lemire, Harrison, & Turner, 2013, p. 374)



En la figura anterior, se explica el hecho de que tanto ácidos como bases tienden a reaccionar entre sí cuando presentan la misma naturaleza, es decir ácidos fuertes reaccionan con bases fuertes formando enlaces iónicos, y ácidos débiles lo hacen con bases débiles, dando como resultado productos con enlaces de carácter covalente. Para ayudar a predecir qué elementos y moléculas se enlazarán también hay que tomar en cuenta los estados de oxidación, radio atómico e iónico, electronegatividad y polaridad (Harrison, & Turner, 2013, p. 374).

Los métodos de tipo sedimentación son los preferidos para sintetizar estas partículas por su simplicidad y por la facilidad que prestan para usar reactivos y equipos no muy sofisticados (Harrison, & Turner, 2013, p. 374). A continuación, se hablará más detalladamente acerca del método de co-precipitación controlada, el cual ha sido desarrollado en este trabajo de investigación.

#### **1.1.1.1 Método de co-precipitación controlada**

Es uno de los métodos más antiguos y básicos para la síntesis de partículas metálicas, aleaciones, óxidos, hidróxidos; y especialmente para partículas de hierro. Su procedimiento es relativamente fácil y rentable ya que se parte de reactivos que se encuentran en soluciones acuosas u orgánicas. No obstante, los más grandes inconvenientes con este método es controlar la distribución de tamaños y la forma final de estas partículas (Daraio & Jin, 2012, p. 35).

La reacción dada en este método es una reacción de precipitación, y tal como indica su nombre el producto obtenido será un precipitado, el cual depende de diferentes etapas físicas y químicas que se originan dentro de la reacción. Estas etapas se las denominan nucleación, crecimiento, maduración de Ostwald y aglomeración. Durante la nucleación, la solución que contienen a los reactivos se sobresatura y se transforma en un precipitado. En la etapa de crecimiento los cristales del precipitado crecen hasta el tamaño determinado por la solución de saturación. En la etapa de maduración de Ostwald algunas partículas crecen mucho más que otras, hasta que terminan absorbiendo a las partículas más pequeñas. Y finalmente en la

etapa de aglomeración, las partículas de cada interfase forman enlaces químicos y fuerzas físicas entre sí. Cabe destacar que mientras más pequeñas son las partículas, más fuertes serán las fuerzas de vinculación. (Salaheldeen, Danafar, & Hashemipour, 2015, p. 249-250).

Así mismo según Salaheldeen et al. (2015) existen otros factores que también intervienen en el tamaño de partícula (p. 250-251):

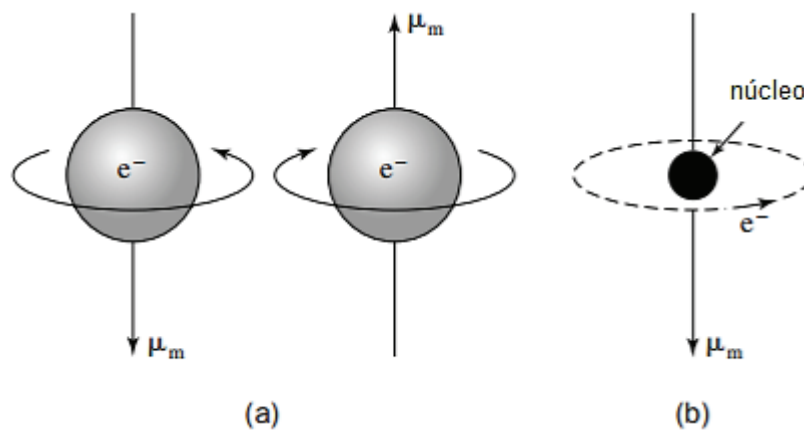
- **Tasa de precipitación:** Es necesaria una precipitación lenta que evite la formación de núcleos para favorecer el crecimiento de los cristales, los mismos que evitan que iones extraños disueltos en la solución ingresen dentro de las partículas metálicas.
- **Concentración de iones y solubilidad de sólidos:** Una solución con la concentración de sólidos suficiente para formar un precipitado, dará como resultado una ralentización del proceso provocando una mayor producción de cristales.
- **Temperatura:** Es esencial encontrar una temperatura óptima que aumente el movimiento térmico de las partículas, pero al mismo tiempo no diluya la concentración de sólidos presente en la misma.
- **Digestión:** Este proceso reduce el área de superficie de las partículas permitiendo que iones comunes que encajan perfectamente en los cristales sean absorbidos en vez de iones extraños que se transforman en impurezas.
- **Grado de sobresaturación:** Mientras mayor es el grado de saturación, se mejoran las condiciones en las que se forman los núcleos beneficiando a que se formen cristales más rápidamente.
- **Disolvente:** Se requieren disolventes que no sean muy polares, lo cual disminuye la solubilidad del precipitado. Se pueden añadir alcoholes para disminuir la polaridad de las soluciones acuosas.
- **Agitación:** Este factor aumenta el movimiento de partículas, lo cual resulta en etapas de nucleación y crecimiento más lentas para la producción de cristales más puros y grandes.

- **pH:** Modificando el pH del medio puede afectar la concentración de iones en el precipitado, debido al efecto del ion común. Igualmente, éste promueve una formación selectiva de precipitados.

Procesos de re-precipitación y lavado constantes realizados una vez finalizada la reacción de precipitación, hacen que las impurezas se disuelvan en el solvente puro favoreciendo la obtención de partículas con un grado mayor de pureza (Salaheldeen et al., 2015, p. 251).

### 1.1.1.2 Propiedades magnéticas

Todos los materiales responden a la acción de un campo magnético, por lo tanto, las propiedades magnéticas de un material están directamente relacionadas a la estructura electrónica de los átomos que los conforman. Los átomos de los materiales crean dipolos magnéticos, y el comportamiento observado corresponderá al tipo de interacción que tengan estos dipolos. El origen del momento magnético total de un material se debe tanto al movimiento de los electrones alrededor del núcleo, como también al movimiento de espín de los electrones en su propio eje (Askeland & Phulé, 2004, p. 849-851). Ambos movimientos están ejemplificados en la Figura 1.5.



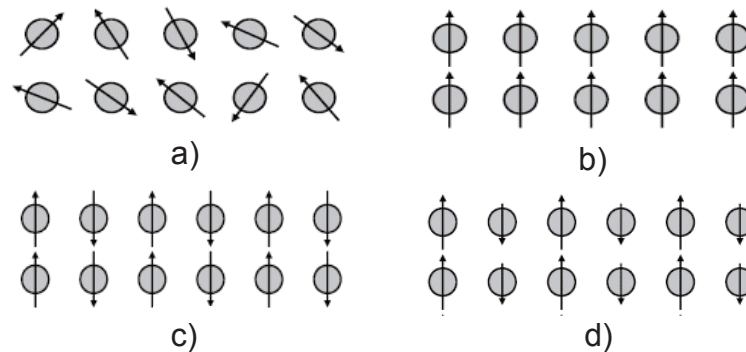
**Figura 1.5.** Movimiento de un electrón en a) su propio eje con espín arriba y espín abajo y b) movimiento alrededor del núcleo (Hummel, 2005, p. 229)

De acuerdo con esta descripción los materiales pueden ser clasificados en diamagnéticos, paramagnéticos, ferromagnéticos, antiferromagnéticos y ferrimagnéticos. Según el principio de exclusión de Pauli dos electrones que se encuentran en el mismo nivel de energía deben tener direcciones opuestas de movimiento de espín; por lo tanto, esto hace que se compensen y se anulen el uno al otro. En el diamagnetismo, se tienen átomos con pares de electrones apareados, provocando un momento magnético de espín nulo. Pero también ocurre que los momentos magnéticos producidos por el movimiento orbital de los electrones se cancelan, dando como resultado, materiales “no magnéticos”. Por el contrario, el paramagnetismo aparece cuando se tiene un número impar de electrones, el momento magnético total de espín no se anula y por lo tanto tiene un valor diferente de cero. Sin embargo, en sólidos iónicos se comparten todos los electrones para mantener estructuras estables, haciendo que el valor del momento magnético sea nulo (Askeland & Phulé, 2004, p. 851, 856; Vollath, 2013, p. 147).

Cuando se aplica un campo externo, se induce un momento dipolar sobre los átomos; en el caso de los materiales diamagnéticos este momento dipolar presenta una orientación opuesta al campo externo, mientras que, en el caso de los materiales paramagnéticos, cuya orientación de los momentos magnéticos es desordenada, la orientación del dipolo magnético tendrá la misma dirección que el campo aplicado. La magnetización medida en el primer caso será negativa, mientras que para el segundo caso tendrá un valor positivo (Askeland & Phulé, 2004, p. 851, 856; Vollath, 2013, p. 147).

Sin la presencia de un campo externo, los materiales revelan su carácter fundamental. Esto se puede apreciar con los materiales ferromagnéticos, que al igual que los materiales paramagnéticos, presentan niveles orbitales incompletos; y por lo tanto su momento magnético neto es diferente de cero. Tienen una orientación ordenada y paralela de sus dipolos elementales, lo cual genera valores de magnetización altos ya que se necesita grandes cantidades de energía para reorientarlos cuando se aplica un campo externo. En otros casos se puede observar una orientación antiparalela de los dipolos elementales, originando así materiales llamados antiferromagnéticos. En el antiferromagnetismo también puede darse el

caso en el que los dipolos opuestos no tengan la misma magnitud, consecuentemente se tendrá un momento magnético residual, característica especial de los materiales llamados ferrimagnéticos (Vollath, 2013, p. 148). En la Figura 1.6 se puede distinguir gráficamente lo que ocurre en cada uno de los tipos de magnetismo.

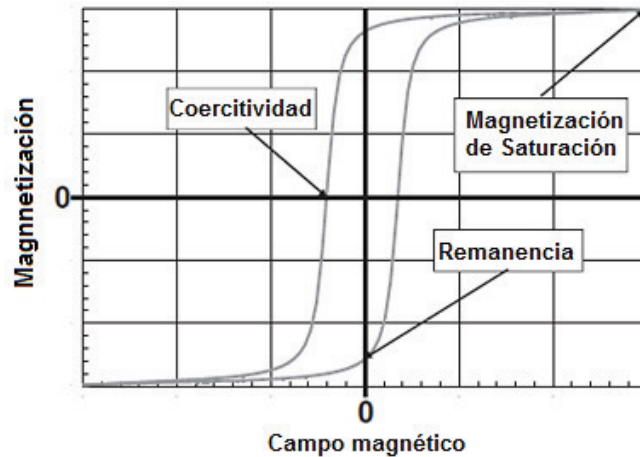


**Figura 1.6.** Distribución de la orientación de los dipolos magnéticos de un material a) paramagnético, b) ferromagnético, c) antiferromagnético y d) ferrimagnético (Vollath, 2013, p. 148)

El rango de temperaturas en el cual pueden existir materiales ferromagnéticos y ferrimagnéticos es restringido. La temperatura en la que cualquiera de estos materiales se convierte en paramagnéticos se llama temperatura de Curie ( $T_c$ ). Análogamente, para el caso de los materiales antiferromagnéticos a esta temperatura se la denomina temperatura de Néel. Cuando se analiza el comportamiento de los óxidos de hierro, se establece que éstos a temperatura ambiente son ferrimagnéticos (magnetita-maghemita), antiferromagnéticos (goetita, hematita bajo la temperatura de Morin) y en algunos casos ferromagnéticos (hematita sobre la temperatura de Morin). Los mismos pueden presentar un comportamiento paramagnético cuando se sobrepasan las temperaturas de Curie o Néel, lo cual dificulta la correcta caracterización de materiales con distintas fases de hierro (Vollath, 2013, p. 149; Faivre, 2016, p. 315-316).

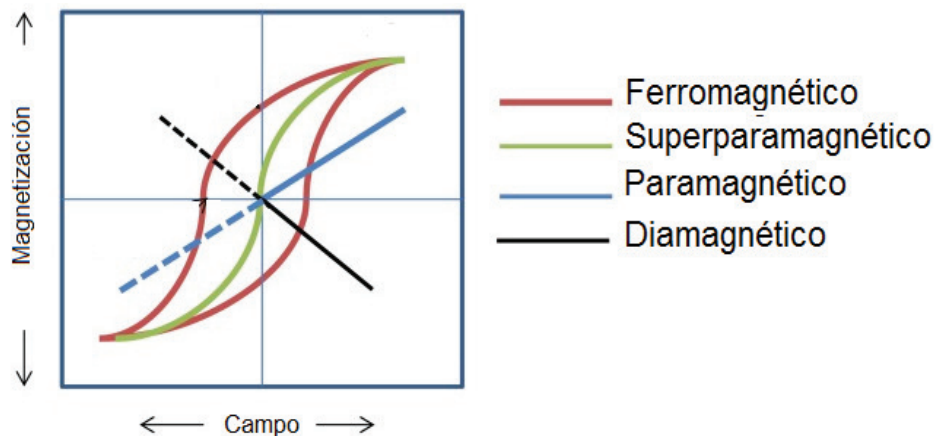
Cuando se expone un material a un campo externo se puede obtener la gráfica de magnetización medida en función de la magnitud de este campo, la misma que se denomina curva de histéresis. Esta curva representada en la Figura 1.7 presenta las siguientes propiedades de un material ferromagnético o ferrimagnético:

- **Magnetización de saturación:** es la magnetización máxima obtenida cuando se alcanza una alineación total de los dipolos magnéticos del material con la dirección del campo aplicado.
- **Remanencia:** es la cantidad de magnetización que permanece cuando se retira el campo magnético aplicado.
- **Coercitividad:** es el campo necesario para retirar completamente la magnetización del material evaluado.



**Figura 1.7.** Curva de histéresis de un material ferromagnético policristalino (Vollath, 2013, p. 151)

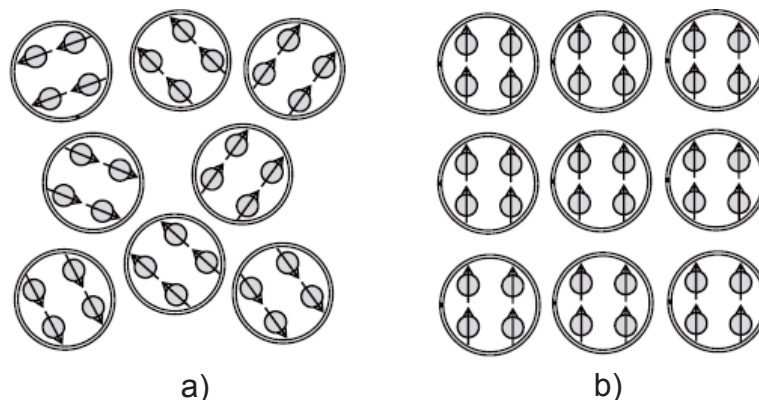
A continuación, se presenta la Figura 1.8 que expone el comportamiento de los diferentes tipos de magnetismo en la curva de histéresis.



**Figura 1.8.** Curva de histéresis de los diferentes comportamientos magnéticos de los materiales cuando se aplica un campo externo (Kolhatkar, Jamison, Litvinov, Wilson, & Lee, 2013, p. 15981)

Se observa que se tienen valores de magnetización “negativos” para los materiales diamagnéticos ya que sus dipolos se oponen al campo magnético; por otro lado, los materiales paramagnéticos evidencian magnetizaciones mayores que cero debido a la alineación de sus dipolos con el campo en la misma dirección. En el caso de materiales superparamagnéticos se observa una curva de forma sigmoïdal sin la presencia de histéresis (Askeland & Phulé, 2004, p. 856-858; Kolhatkar, Jamison, Litvinov, Wilson, & Lee, 2013, p. 15981).

Adicionalmente, según Askeland & Phulé (2004) cuando los materiales ferromagnéticos y ferrimagnéticos alcanzan tamaños por debajo de un cierto tamaño “crítico”, éstos actúan como si fueran paramagnéticos. Es decir que instantáneamente el material tiene momentos magnéticos pequeños que cambian aleatoriamente de dirección debido a que su energía anisotrópica es menor a la energía térmica, por consiguiente, pareciera que tienen momento magnético nulo. Este comportamiento se lo conoce como superparamagnetismo, en donde la orientación magnética de las partículas es aleatoria (p. 858). Igualmente, para que un material sea superparamagnético no debe existir una interacción dipolo-dipolo de las partículas que lo componen. Sin embargo, si llegase a existir este tipo de interacción derivando un sistema ordenado y de organización propia, a este material se lo llamaría superferromagnético (Vollath, 2013, p. 154). Ambos comportamientos se los puede observar gráficamente en la Figura 1.9.



**Figura 1.9.** Modelo de los materiales a) superparamagnéticos con partículas de direcciones de magnetización aleatorias y b) superferromagnéticos con partículas alineadas por la interacción dipolo-dipolo (Vollath, 2013, p. 154).

La susceptibilidad magnética, propiedad característica en materiales magnéticos, se define como la relación entre el cambio de magnetización y la variación de un campo externo, cuando éste último tiende a cero. Según Vollath (2013), la ecuación [1.2] representa a la susceptibilidad magnética (p. 152).

$$\chi = \left. \frac{\partial M}{\partial H} \right|_{H=0} \quad [1.2]$$

Donde:

$\chi$ : susceptibilidad magnética

$M$ : magnetización

$H$ : campo aplicado

En este contexto, cuando se realizan mediciones de las propiedades magnéticas, se grafican curvas que relacionen la magnetización medida en función del campo aplicado. Sin embargo, para complementar la información obtenida, se elaboran gráficas que relacionen magnetización en función de la temperatura. Para obtener estos datos se siguen dos protocolos de medición de magnetizaciones: ZFC (*zero-field-cooling*) y FC (*field-cooling*). En el protocolo de la curva FC se realizan mediciones de susceptibilidad magnética a la muestra en un proceso de enfriamiento desde la temperatura ambiente a temperaturas cercanas al cero absoluto cuando se ha aplicado un campo externo. Por el contrario, en el protocolo de la curva ZFC se realiza primero un proceso de enfriamiento sin la aplicación de un campo externo desde temperatura ambiente hasta temperaturas cercanas al cero absoluto, y a continuación se mide la susceptibilidad magnética de la muestra en el proceso de calentamiento cuando ésta es expuesta a un campo externo (Lee et al., 2014, p. 196).

De las curvas graficadas se obtiene información acerca la distribución de tamaños de las partículas y la temperatura de bloqueo ( $T_B$ ). Esta temperatura corresponde al valor máximo ubicado en la curva ZFC y es la temperatura máxima hasta la cual los momentos magnéticos de los dominios permaneces bloqueados y alineados en

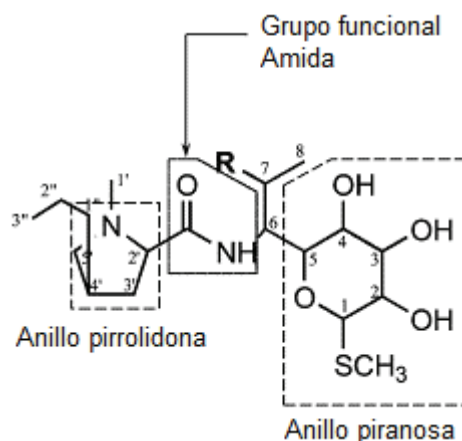


la misma dirección que el campo aplicado. Una vez superada esta temperatura, la energía térmica es tan alta que hace que los dominios vuelvan a sus orientaciones aleatorias originales (Knobel et al., 2008, p. 2842; Issa, Obaidat, Albiss, & Haik, 2013, p. 21270).

### 1.1.1.3 Propiedad antibacteriana

Desde tiempos antiguos se conoce la propiedad antibacteriana asociada a los metales de transición. De hecho, si estos metales forman complejos de coordinación con moléculas orgánicas como los antibióticos existe una gran posibilidad que esta propiedad se intensifique. Esta propiedad depende de la naturaleza del metal de transición y del antibiótico usado (Rizzotto, 2012, p. 74-75).

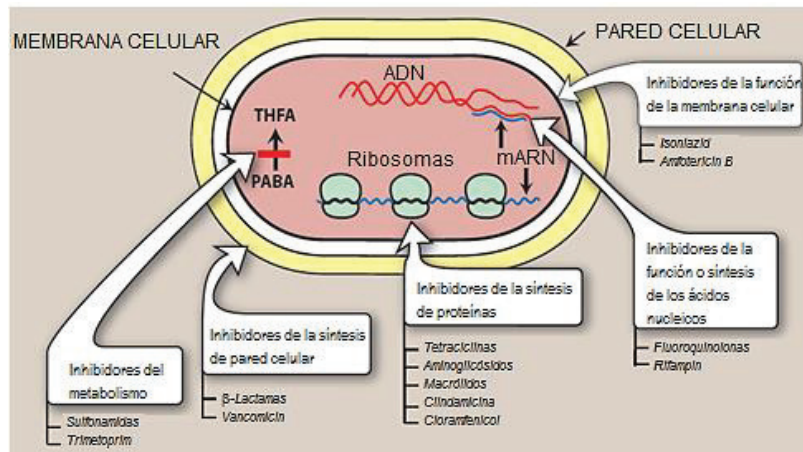
Olstein & Hierroirtag (2005) hacen referencia a que antibióticos de la familia de las lincosamidas como la lincomicina y clindamicina tienen agentes reactivos potenciales para formar complejos metálicos como lo son los ligandos de metales S, O y N, los mismos que se observan en la Figura 1.10 (p. 66).



**Figura 1.10.** Antibióticos de la familia de las lincosamidas: en lincomicina, R = OH y en clindamicina, R = Cl  
(Chen et al., 2010, p. 4485)

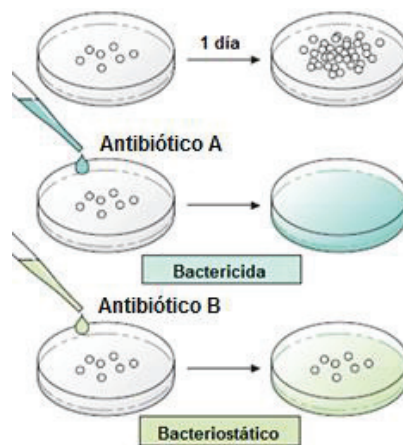
La clindamicina es un antibiótico sintético derivado de la lincomicina, que fue sintetizada mediante el aislamiento del *Streptomyces lincolnensis*. La característica principal de este antibiótico es que se une a la subunidad ribosomal 50S para inhibir

la síntesis de proteínas, como se muestra en la Figura 1.11 (Clark, Finkel, Rey, Whalen, & Harvey, 2012, p. 378).



**Figura 1.11.** Clasificación de algunos agentes antimicrobianos por su lugar de acción. (Clark, Finkel, Rey, Whalen, & Harvey, 2012, p. 379)

Este comportamiento es típico de los antibióticos bacteriostáticos, que solamente inhiben la multiplicación del microorganismo, pero no lo matan como lo hace su contraparte, los antibióticos bactericidas. Sin embargo, dependiendo de la concentración de clindamicina, éste puede adoptar cualquiera de los dos comportamientos (Beale & Block, 2011, p. 313-314). En la Figura 1.12 se puede apreciar la dinámica de estos dos tipos de antibióticos, donde el antibiótico (A) elimina al microorganismo y el antibiótico (B) sólo inhibe el crecimiento del mismo.



**Figura 1.12.** Comportamiento en contra de un microorganismo por parte de los dos tipos de antibióticos, bacteriostático y bactericida (Lüllmann, Mohr, Hein, & Bieger, 2005, p- 269)

A pesar de que la clindamicina es un antibiótico por naturaleza bacteriostático, tiene un amplio espectro de acción contra bacterias Gram positivas y Gram negativas. En la Tabla 1.1 se ha añadido una lista de los microorganismos que son sensibles a la clindamicina y en qué medida lo son (Bennett, Dolin, & Blaser, 2015, p. 372).

**Tabla 1.1.** Microorganismos in vitro susceptibles a la clindamicina

Organismo	Concentración Mínima Inhibitoria [ $\mu\text{g mL}^{-1}$ ]	
	Rango	MIC <sub>50</sub> *
<i>Streptococcus pneumoniae</i>	$\leq 0,25$ - $\geq 128$	$\leq 0,25$
<i>Streptococcus pyogenes</i>	$\leq 0,06$ - $> 64$	$\leq 0,06$
<i>Viridans streptococci</i>	$\leq 0,06$ - $> 256$	$\leq 0,06$ - $0,12$
<i>Enterococcus</i>	$0,12$ - $> 8$	$> 8$
<i>Staphylococcus aureus</i>	$\leq 0,06$ - $> 8$	$0,25$
<i>Staphylococcus epidermidis</i>	$< 0,12$ - $> 8$	$0,12$
<i>Clostridium perfringens</i>	$\leq 0,06$ - $> 4$	$1$
<i>Neisseria Gonorrhoeae</i>	$0,01$ - $6,3$	$3,1$
<i>Haemophilus influenzae</i>	$0,4$ - $50$	$12,5$
Grupo <i>bacteroides fragilis</i>	$0,03$ - $> 128$	$1$ - $3$
<i>Bacteroides melaninogenicus</i>	$\leq 0,1$ - $1$	$< 1$
<i>Bacteroides thetaiotaomicron</i>	$0,06$ - $> 128$	$1,7$ - $4$
<i>Fusobacterium spp.</i>	$\leq 0,008$ - $> 16$	$0,25$
<i>Peptococcus spp</i>	$\leq 0,1$ - $> 100$	$\leq 0,5$
<i>Peptostreptococcus spp.</i>	$\leq 0,06$ - $> 32$	$0,125$
<i>Prevotella spp.</i>	$0,03$ - $> 128$	$0,12$
<i>Mycoplasma pneumoniae</i>	$1,6$ - $3,1$	$3,1$

\*MIC<sub>50</sub>, [ $\mu\text{g mL}^{-1}$ ]: concentración mínima inhibitoria para el 50% de microorganismos aislados (Bennett, Dolin, & Blaser, 2015, p. 373)

## 1.2 IMPREGNACIÓN Y ENCAPSULAMIENTO DE PARTÍCULAS METÁLICAS EN MATRICES POLIMÉRICAS

La incorporación de partículas metálicas en matrices poliméricas se ha convertido una prioridad para el campo de la ciencia y tecnología, debido a que éstos procesos son relativamente sencillos y se pueden aprovechar las propiedades que ambos materiales aportan al nuevo compuesto obtenido. Las partículas metálicas aportan propiedades tales como plasmón de absorción, superparamagnetismo, o fotoluminiscencia; mientras que el polímero contribuye con resistencia física y química, protegiendo así a las partículas metálicas embebidas. Estos compósitos pueden ser obtenidos por dos enfoques llamados técnicas *in-situ* y *ex-situ* (Nicolais & Carotenuto, 2005, p. 155-156).

En las técnicas *in-situ*, generalmente las partículas metálicas son sintetizadas dentro de la matriz polimérica. Se pueden utilizar métodos de descomposición como por ejemplo radiólisis, fotólisis, o termólisis; o así mismo por reducción química en donde se disuelve en el polímero un precursor metálico. Por el contrario, en las técnicas *ex-situ*, las partículas metálicas son sintetizadas de primera mano por métodos de química básica y después son dispersadas dentro de matrices poliméricas. Por lo general la segunda técnica es preferible debido a ciertas ventajas. Primero debido al carácter hidrofóbico de las partículas, éstas son propensas a formar mezclas con los polímeros más fácilmente; y segundo las características ópticas del producto obtenido son de alta calidad (Nicolais & Carotenuto, 2005, p. 156).

### 1.2.1 TÉCNICAS *EX-SITU*

Jensen et al. (2017) exponen que en la técnicas *ex-situ* hay diferentes tipos de reacciones de polimerización que se pueden aplicar para lograr el encapsulamiento de partículas metálicas dentro de matrices poliméricas. Entre las reacciones más comunes se encuentran (p. 207):

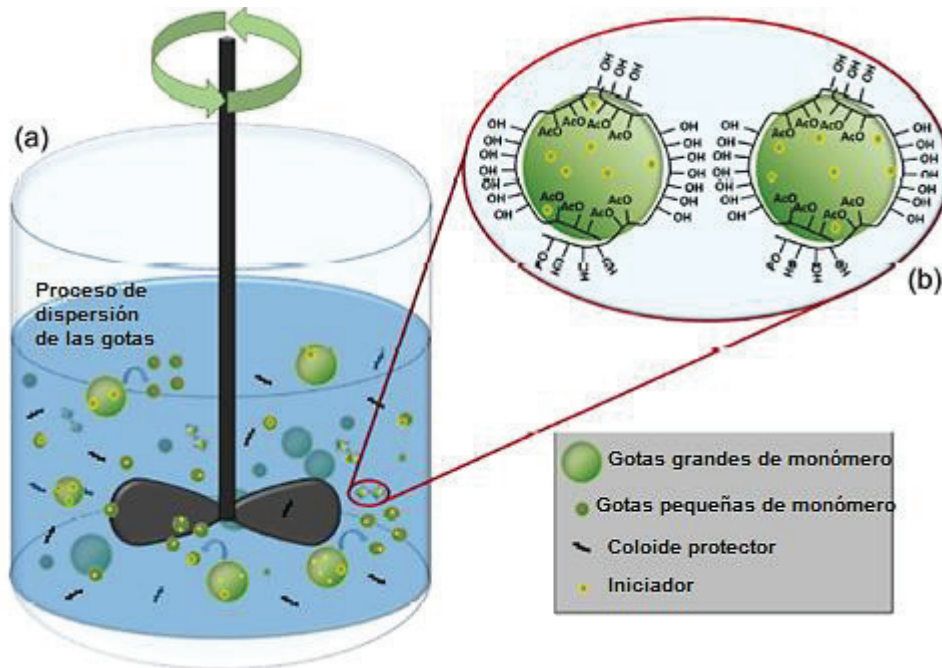
- **Policondensación:** es una reacción de polimerización de crecimiento gradual la cual puede ser autocatalizada mediante la adición de metales de transición o complejos metálicos.
- **Poliadición:** es una reacción que se da por la adición sucesiva de moléculas individuales de monómero. Puede ser iniciada iónicamente a través de aniones o cationes, o por la formación de radicales libres.
- **De coordinación:** Se añaden compuestos de coordinación en medios homogéneos como por ejemplo *bulk* o solución, o en medios heterogéneos como lo son suspensión, emulsión, miniemulsión y microemulsión.

A continuación, se describirá con más detalle el método de polimerización en suspensión, ya que éste fue puesto en práctica para la síntesis de polimérico obtenido.

#### 1.2.1.1 Polimerización en suspensión

Este tipo de reacción se caracteriza por desarrollarse en un medio heterogéneo, en el cual el monómero a polimerizar es insoluble en la fase continua que por lo general es agua. Este sistema depende de la agitación mecánica entregada y de la adición de un coloide protector disuelto en la fase continua que sirve como un agente estabilizante de las gotas de monómero formadas dentro de la fase acuosa. Además, se debe contar con un iniciador de la reacción que es soluble en el monómero añadido (Jensen et al., 2017, p. 208).

La Figura 1.13 proporciona una idea más clara del sistema en cuestión.



**Figura 1.13.** Representación del proceso de una reacción de polimerización donde se observa la estabilidad de la gota de monómero debido a) agitación mecánica y b) acción del coloide protector  
(Jensen et al., 2017, p. 208)

De acuerdo con Jensen et al. (2017) este método es uno de los predilectos porque presenta varias ventajas. Entre ellas se encuentran las siguientes (p. 209):

- Sistemas de regulación de temperatura eficientes
- Existencia de mínimas cantidades de contaminantes en el producto final
- Facilidad para separar el producto del resto de componentes
- Y la más importante, polímeros compuestos con tamaños de partículas que se encuentran en el rango de los nanómetros a los micrómetros.

A pesar de presentar estas ventajas, las variables tales como diseño del reactor, temperatura, presión, tipo y concentración del iniciador, tipo y concentración del agente estabilizante y velocidad de agitación; serán de vital importancia para obtener un producto con tamaños de partícula pequeños (Jensen et al., 2017, p. 209).

## 2 PARTE EXPERIMENTAL

### 2.1 DETERMINACIÓN DE LAS CONDICIONES DE SÍNTESIS DE PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO

#### 2.1.1 DISEÑO EXPERIMENTAL DE LA SÍNTESIS DE PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO

Para sintetizar las POFe se aplicó el método químico de precipitación controlada. Se adoptó un diseño experimental de tipo factorial de 3 x 2. Las variables de entrada evaluadas fueron dos, el pH y el tiempo de reacción, en tres y dos diferentes niveles respectivamente; valores detallados en la Tabla 2.1. Y como variable de salida se valoró la susceptibilidad magnética de las POFe obtenidas. Para ello se ejecutaron pruebas preliminares, descritas en el Anexo I, que permitieron establecer las variables estudiadas y el rango en el cual operarían. Este diseño fue elaborado en el software Minitab 17, y el procedimiento para el ingreso de datos en este software está expuesto en el Anexo II.

**Tabla 2.1.** Valores de los niveles de las variables de pH y tiempo de reacción modificadas en el diseño experimental durante la síntesis de partículas de hierro

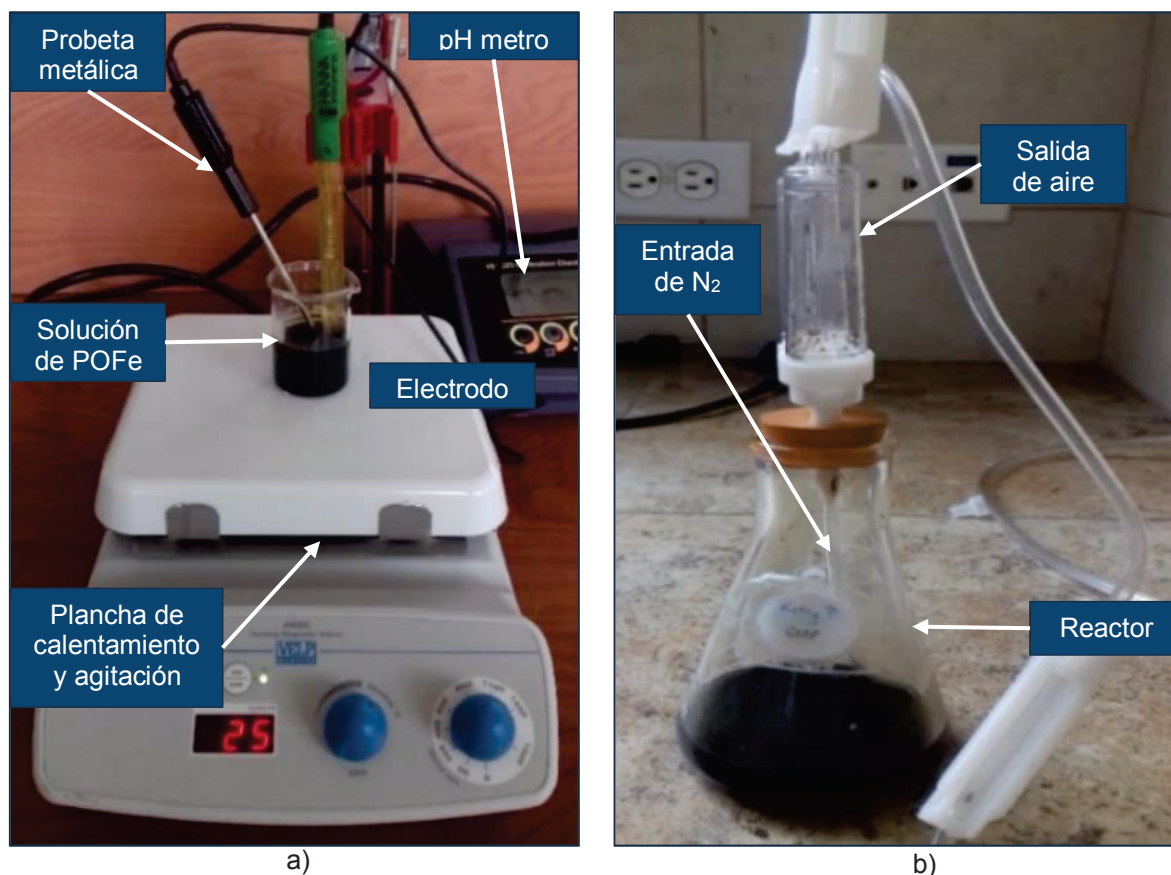
Nº Prueba	pH	Tiempo [h]
D1	10	12
D2		24
D3	11	12
D4		24
D5	12	12
D6		24

### 2.1.2 SÍNTESIS DE PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO

Para la síntesis de POFe se pesó en una balanza analítica DENVER INSTRUMENT COMPANY modelo AA-200 con precisión de 0,1 mg, los reactivos en una relación molar de 4:1 de  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ : clindamicina. El antibiótico utilizado fue clorhidrato de clindamicina de marca comercial Merck con una presentación de cápsulas de 300 mg. Ambos reactivos se mezclaron con 20 mL de agua destilada en un vaso de precipitación y se reguló el pH del medio mediante la adición de dos soluciones de NaOH, una de concentración 1 M y la otra de concentración 0,1 M para afinar el rango. El procedimiento se monitoreó mediante el uso de un pH metro HANNA modelo HI 2223 provisto de una probeta metálica para medición de temperatura y un electrodo de cuerpo plástico HANNA modelo HI 1043P.

Se realizaron seis ensayos en total del diseño experimental tomando en cuenta los valores determinados de las variables expuestas en la Tabla 2.1. A continuación, cada solución se la mantuvo sobre una plancha de calentamiento y agitación magnética AREC modelo F20510011 a una temperatura de 25 °C, con una velocidad de agitación de 800 rpm y atmósfera de nitrógeno dentro de un pequeño reactor adaptado para este procedimiento. Este reactor se lo diseñó con un matraz Erlenmeyer, una tapa de caucho para evitar la entrada de aire y una válvula de PVC que permitía el ingreso de nitrógeno a la solución de partículas de óxido de hierro. Ambos sistemas se pueden observar en la Figura 2.1.





**Figura 2.1.** a) Equipo para el monitoreo del pH de la solución y b) reactor adaptado para mantener una atmósfera de nitrógeno en contacto con la solución

Una vez terminado el tiempo de reacción se vertió la mezcla resultante sobre una caja Petri, la misma que también se encontraba bajo una atmósfera de nitrógeno. Para lograr esta atmósfera se modificó un pequeño desecador para que tuviese una válvula entrada de gas nitrógeno y una válvula de salida de aire para evitar oxidaciones en el proceso de secado; tal como se indica en la Figura 2.2a.

El producto se mantuvo en este estado a una temperatura de 25 °C, el tiempo necesario para que se evaporara completamente el agua asociada y se obtuviera un sólido cristalino que correspondió a las POFe requeridas. Mediante el uso de la técnica de raspado y una espátula metálica, se removió el producto obtenido de la caja Petri; tal como se indica en la Figura 2.2b. Posteriormente, el mismo se envasó dentro de un tubo Eppendorf de polipropileno de 1,5 mL de capacidad.

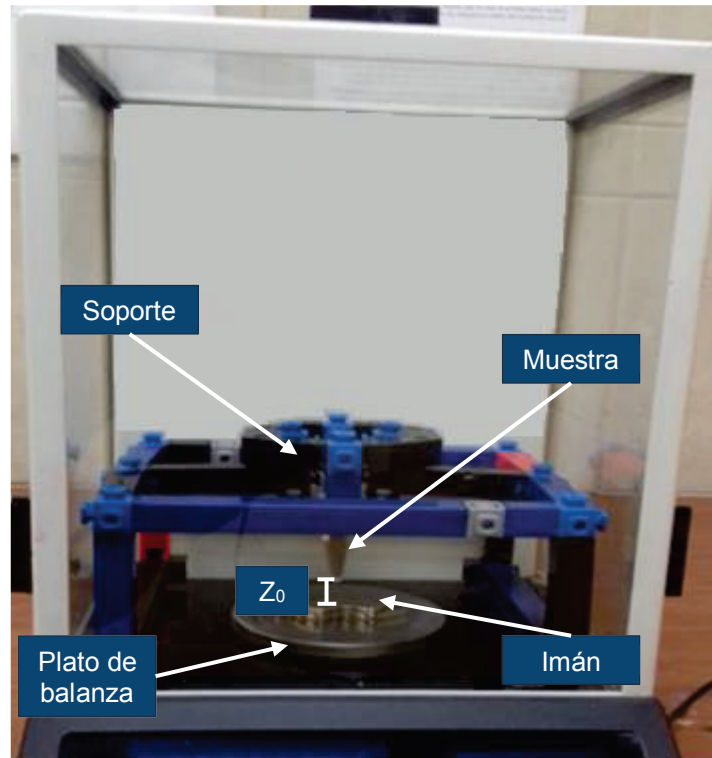


**Figura 2.2.** a) Dsecador modificado para mantener una atmósfera de nitrógeno y b) partículas de hierro sólidas raspadas con una espátula metálica

### 2.1.3 EVALUACIÓN DEL CARÁCTER MAGNÉTICO DE LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO

Esta propiedad llamada susceptibilidad magnética se la ha evaluado mediante la cuantificación de la atracción magnética de las POFe hacia un imán de neodimio; se ha seguido el procedimiento descrito por Escobar & Alatorre (2005), quienes han aplicado el principio de medición de Gouy (p. 13, 16).

Se usó una balanza analítica DENVER INSTRUMENT COMPANY modelo AA-200 con 0,1 mg de precisión y se colocó un imán de neodimio sobre el platillo de medición. Conjuntamente sobre esta estructura se ubicó un soporte plástico que mantuvo a una altura de 5 mm ( $Z_0$ ) sobre la superficie a un tubo Eppendorf con un contenido de menos de 1 g de muestra y se registró la variación de masa que presentó la balanza analítica (Nava & Pezet, 2002, p. 1). En la Figura 2.3 se puede evidenciar el equipo adaptado para este propósito.



**Figura 2.3.** Soporte adaptado a una balanza analítica para evidenciar el carácter magnético de las partículas de hierro

La relación que cuantificó la susceptibilidad magnética está descrita en TeachSpin, Inc. (2015) por la ecuación 2.1 (p. 2).

$$\chi = \frac{2\mu_0 \Delta m g}{10^3 A B^2} \quad [2.1]$$

Donde:

$\chi$ : susceptibilidad magnética es adimensional

$\mu_0$ : constante magnética igual a  $4\pi \times 10^{-7}$  [N A<sup>-2</sup>]

$\Delta m$ : diferencia entre  $m_f$  y  $m_0$  en [g]

$m_0$ : masa de la muestra inicial en [g]

$m_f$ : masa de la muestra cuando se ha aplicado un campo externo en [g]

A: área transversal del recipiente que contiene a la muestra

B: densidad de flujo magnético en [T]

Se escogieron las muestras que presentaron la mayor atracción magnética hacia el imán de neodimio para su posterior caracterización.

#### **2.1.4 CARACTERIZACIÓN DE LAS PARTÍCULAS DE ÓXIDO DE HIERRO**

Las siguientes técnicas a describir se llevaron a cabo por duplicado, es decir que se realizaron a dos muestras de POFe.

##### **2.1.4.1 Magnetometría de muestra vibrante**

Se cuantificó el carácter magnético de las muestras en el Laboratorio de Física de Electricidad y Magnetismo de la Universidad San Francisco de Quito. Se realizaron curvas de magnetización  $M(H)$  a una temperatura de 300 K, y  $M(T)$  con los protocolos ZFC y FC a un campo magnético de 100 Oe. Se ha dispuesto de un magnetómetro de muestra vibrante VERSALAB modelo 281 con capacidad de 3 Teslas y sensibilidad de  $10^{-6}$  emu/ $\sqrt{\text{Hz}}$ . El software MATLAB versión R2013b fue usado para el procesamiento de datos obtenidos.

##### **2.1.4.2 Dispersión de luz dinámica**

En este ensayo realizado para la determinación de tamaño de partícula de las muestras de POFe, se ha hecho uso de un dispersor de luz dinámico BROOKHAVEN INSTRUMENTS CORPORATION modelo 90 Plus Particle Size Analyzer del Laboratorio de Nuevos Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Escuela Politécnica Nacional con una capacidad de medición de 0,3 nm a 6  $\mu\text{m}$ . Preliminarmente se prepararon dispersiones de 10 mg de las muestras en 30 mL de agua destilada. Para lo cual se empleó una centrifugadora de alta velocidad HEAL FORCE modelo Neofuge 15 del Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros de la Escuela Politécnica Nacional a una velocidad de 5000 rpm por 30 min. A continuación, se separó 5 mL de cada muestra con la ayuda de

una jeringa para evitar recoger sedimentos de POFe que podrían haber interferido con la lectura de las muestras.

#### **2.1.4.3 Microscopía de fuerza atómica**

El modo de preparación de muestra fue el mismo que está descrito en el subcapítulo 2.1.4.2, con la diferencia que el disolvente fue cloroformo. Para analizar la muestra se tomó una gota de la dispersión preparada y se dejó secar sobre la superficie del microscopio. A continuación, con la ayuda de un cantiléver se hizo un escaneo de la superficie de la muestra. Esta técnica fue llevada a cabo en un microscopio de fuerza atómica NANOSURF modelo Naio del Laboratorio de Física de la Facultad de Ciencias de la Escuela Politécnica Nacional y el software utilizado fue Nanotec WSxM Data Acquisition Wizard 5.0.

#### **2.1.4.4 Termogravimetría**

Este ensayo permitió determinar pérdidas de peso en el antibiótico y en las muestras según sus componentes. El equipo usado fue una termobalanza SHIMADZU modelo TGA-50 del Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros de la Escuela Politécnica Nacional, se aplicó la norma técnica ASTM E1131 “Standard Test Method for Compositional Analysis by Thermogravimetry” en un rango de 20 °C a 900 °C con velocidad de calentamiento de 10 °C/min y flujo de nitrógeno de 50 mL/min. Para realizar el procesamiento de los datos obtenidos se utilizó el software TA-50WSI Program.

#### **2.1.4.5 Calorimetría diferencial de barrido**

Por medio del empleo de un calorímetro diferencial de barrido NETZSCH modelo DSC 204 F1 Phoenix del Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros de la Escuela Politécnica Nacional se determinó la estabilidad del antibiótico y

cristalinidad de las muestras escogidas, al igual que también fue posible determinar ciertas transiciones. Previamente las muestras fueron pesadas en una balanza analítica SHIMADZU modelo AEL-405M con una precisión de 0,01 mg. En el caso del antibiótico se realizó un barrido de 20 °C a 200 °C con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. Por otro lado, para determinar si las muestras de POFe eran cristalinas fue necesario aplicar los siguientes intervalos:

- Calentamiento de 20°C a 550 °C a una velocidad de 10 °C/min.
- Paso isothermal a 550 °C durante 5 min.
- Enfriamiento de 550 °C a 20 °C a una velocidad de 10 °C/min.

Al finalizar los ensayos se utilizó el software NETZSCH Proteus® for Thermal Analysis 5.1.0. para procesar la información obtenida.

#### **2.1.4.6 Espectroscopía de infrarrojo FT-IR**

Se efectuó este análisis con la finalidad de constatar una correlación entre los enlaces de los grupos funcionales del antibiótico clindamicina y las POFe. Se dispuso de un espectrofotómetro infrarrojo PERKIN ELMER modelo Spectrum One del Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros de la Escuela Politécnica Nacional y el barrido se lo realizó con la técnica de transmitancia en un rango de longitud de onda de 450 a 4000  $\text{cm}^{-1}$  con una resolución de 4  $\text{cm}^{-1}$ . La información obtenida se procesó con el software Spectrum v3.02.

#### **2.1.4.7 Espectrofotometría UV-VIS**

Se utilizó un espectrofotómetro AGILENT TECHNOLOGIES modelo Carry 60 del Laboratorio de Microbiología de la Facultad de Ingeniería Química de la Escuela Politécnica Nacional para comprobar la presencia de la parte orgánica proveniente del antibiótico usado en la síntesis de las muestras. Para lo cual, en una centrifugadora de alta velocidad HEAL FORCE modelo Neofuge 15 del Centro de Investigaciones Aplicadas a Polímeros de la Escuela Politécnica Nacional a una velocidad de 5000 rpm por 30 min, se prepararon tres dispersiones de 10 mg en

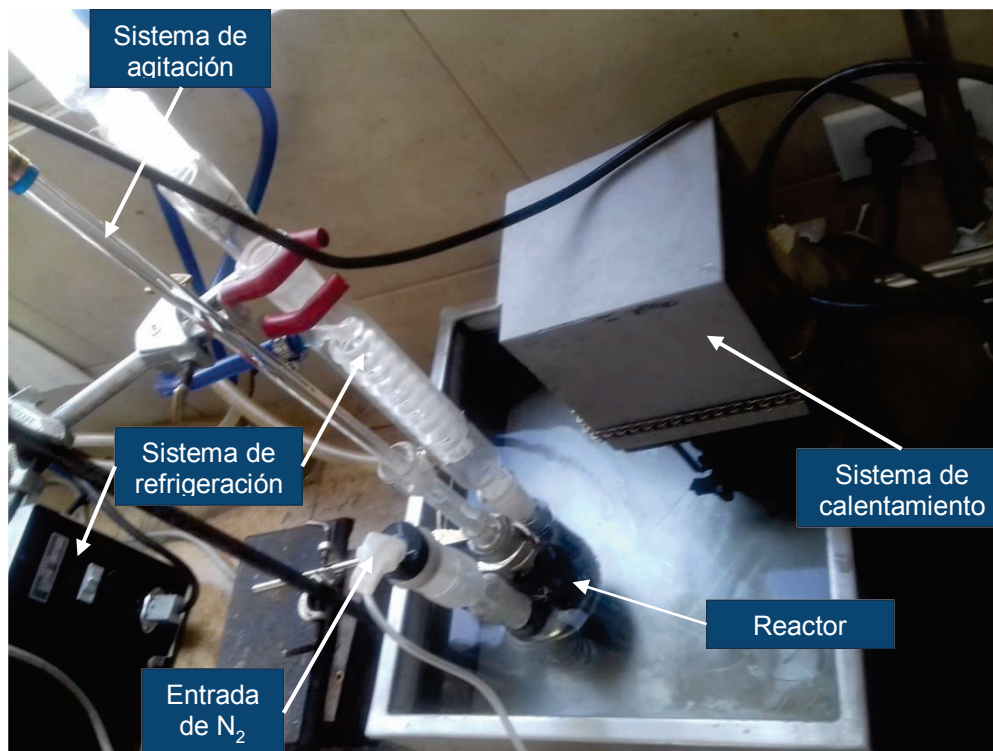
30 mL de aceite mineral del antibiótico y las muestras de POFe a analizar. A continuación, se separó 5 mL de cada muestra con la ayuda de una jeringa para evitar recoger sedimentos de POFe. Se cuantificó la absorbancia transmitida de en un rango de 200 nm a 800 nm.

#### **2.1.4.8 Difracción de rayos X**

La determinación de los compuestos con cristalización definida presentes en las muestras se realizó empleando el difractor D8 ADVANCE del Laboratorio de Metalurgia Extractiva de la Facultad de Ingeniería Química de la Escuela Politécnica Nacional, aplicando un barrido desde 5° hasta 70° con un ángulo  $2\theta$  de 5°. Previamente se calcinaron 2 g de las muestras desde 20 °C hasta 950 °C durante 2 h con intervalos de 50 °C cada 10 min. Se ha empleado el software Match 3 para dictaminar una cualificación y semicuantificación de los espectros obtenidos.

## **2.2 ESTABLECIMIENTO DE LAS CONDICIONES PARA LA INCORPORACIÓN DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO EN UNA MATRIZ POLIMÉRICA DE POLI(ESTIRENO)**

Para incorporar las POFe en una matriz polimérica de poli(estireno) se estableció una configuración adecuada de un reactor, con capacidad de calentamiento, agitación, condensación, y dosificación que permitió llevar a cabo una reacción de polimerización en suspensión del polímero y las POFe. En la Figura 2.4 se puede apreciar la configuración del equipo utilizado.



**Figura 2.4.** Configuración del equipo utilizado en la reacción de polimerización entre poli(estireno) y las partículas de hierro

Los reactivos que formaron parte de la reacción de polimerización se añadieron con base en 100 g de mezcla inicial. La Tabla 2.2 contiene porcentajes de las concentraciones constantes de los reactivos en la reacción:

**Tabla 2.2.** Datos de las concentraciones constantes de los reactivos en la reacción de polimerización

Reactivo	Concentración [ <sup>w</sup> / <sub>w</sub> %]
Medio: agua	84,88
Iniciador: peróxido de benzoilo	0,42
Tensoactivo: PVA	0,20

El porcentaje restante de la base de 100 g mezcla inicial se lo ha completado variando las cantidades añadidas de monómero estireno y POFe. En la Tabla 2.3 se describen los valores de las concentraciones de los reactivos a variar en la reacción de polimerización en suspensión, las cuales constituyen las variables de entrada en esta parte de la metodología aplicada.



**Tabla 2.3.** Datos de los niveles en los que variaron las concentraciones de los reactivos en la reacción de polimerización

<b>N° Prueba</b>	<b>Monómero [<sup>w</sup>/<sub>w</sub>%]</b>	<b>Partículas de Hierro [<sup>w</sup>/<sub>w</sub>%]</b>
PS1	12,50	2,00
PS2	14,17	0,33
PS3	14,00	0,50

Establecida la composición de la mezcla inicial, se describe el procedimiento seguido a continuación. El agua, previamente nitrogenada durante 10 min, conjuntamente con el PVA se añadieron directamente dentro del balón de tres bocas con una capacidad de 250 mL. Se agitó este medio a la velocidad mínima marcada, provista por el motor usado y se ajustó la temperatura del baño termostático a 85°C. El monómero de estireno previamente mezclado con el peróxido de benzoilo fue dosificado al reactor inmediatamente después de que se apreciara al medio acuoso homogéneo. Al cabo de 30 min se añadió una suspensión acuosa de POFe y se expuso dicha reacción a un flujo de gas nitrógeno para evitar oxidaciones por parte del hierro (Neves, De Souza, Suarez, Umpierre, & Machado, 2011, p. 299-300).

El tiempo de reacción fue de 6 h en total y al cabo de las primeras 3 h se aumentó la temperatura a 90°C. Se dejó enfriar el producto, se lo filtró y se realizó lavados suficientes con agua destilada para que el producto no tenga residuos de monómero sin reaccionar. Finalmente, el producto obtenido se dejó secar dentro de una estufa por 5 h y a una temperatura de 50°C. También se sintetizó dos muestras extra: una sólo con poli(estireno) y otra con clindamicina incorporada en el poli(estireno). Dichas muestras sirvieron como referentes en las pruebas microbiológicas detalladas en el siguiente subcapítulo.

Las variables de salida para evaluar el producto final obtenido fueron la susceptibilidad magnética y las características ópticas. La atracción magnética fue medida de la misma forma que fue descrito en el subcapítulo 2.1.3. Y las características ópticas valuadas fueron el tamaño de partícula y la morfología

esférica típica de materiales sintetizados con base en poli(estireno) (Reese, Guerrero, Weissman, Lee, & Asher, 2000, p. 76). El tamaño de partícula se ha medido empleando la técnica de DLS con el mismo equipo y procedimiento especificado en el acápite 2.1.4.2. En cambio, para observar la morfología de la muestra se aplicó la técnica de microscopía de escaneo de electrón (SEM), la cual se la realizó en el Laboratorio de Metalurgia Extractiva de la Facultad de Ingeniería Química de la Escuela Politécnica Nacional en un microscopio electrónico de barrido TESACAN-BRUKER con analizador de rayos X Quantax con el software Espirit 1.8.

## **2.3 EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES MAGNÉTICAS Y ANTIMICROBIANAS DEL MATERIAL POLIMÉRICO ELABORADO**

### **2.3.1 EVALUACIÓN DE LA PROPIEDAD MAGNÉTICA**

Mediante la técnica de magnetometría de muestra vibrante (VSM) descrita en el subcapítulo 2.1.4.1 se caracterizó el carácter magnético de la muestra que presente la mayor fuerza de atracción con el imán de neodimio cuantificado anteriormente.

### **2.3.2 EVALUACIÓN DE LA PROPIEDAD ANTIMICROBIANA**

Este procedimiento se lo realizó en el Laboratorio de Microbiología de la Facultad de Ingeniería Química de la Escuela Politécnica Nacional. Para evaluar la propiedad antimicrobiana se usó una cepa de microorganismos de *Staphylococcus aureus*. Se tomó como referencia la norma JIS Z 2801:2010 (E) (Kōgyō, 2012, p. 2-12). Antes de empezar el procedimiento, se realizó una esterilización en un autoclave de todo el material de vidrio y plástico a utilizar. Se prepararon las cantidades necesarias, dependiendo de la cantidad de muestras a analizar, de los medios de cultivo de TSA y TSB. Para lo cual se midió la cantidad de agua destilada

necesaria en una probeta de vidrio de 250 mL y se pesó en una balanza la cantidad necesaria del medio de cultivo TSA con una concentración de 4 g en 100 mL y TSB con una concentración de 3g en 100 mL.

Se colocó cada medio en un matraz Erlenmeyer de 1000 mL con el agua destilada. Se dejó calentar y agitar magnéticamente cada medio hasta que se observó el inicio del proceso de ebullición. El medio de cultivo TSA se dispuso en cajas Petri, mientras que el medio de cultivo TSB se dispensó en 10 tubos de ensayo, como se puede observar en la Figura 2.5.



a)



b)

**Figura 2.5.** a) Medio TSB dispensado en tubos de ensayo y b) Medio TSA dispuesto en cajas Petri.

En un tubo de ensayo se puso una concentración de 20  $\mu\text{L}$  de bacterias y en otro se colocó una concentración de 10  $\mu\text{L}$ . Al cabo de este tiempo se hizo una lectura de estos dos tubos en un espectrofotómetro SHIMADZU modelo UV-160A a una longitud de onda de 625 nm. Se realizaron las diluciones pertinentes hasta que la medida de absorbancia no sobrepasase el rango de 0,080 a 0,100. Se escogió la muestra de los tubos de ensayo que presentó una absorbancia de 0,096 y se sembró la cepa con un asa bacteriológica en las cajas Petri y se dejó incubar a 35°C por 24 h.

Terminado este tiempo se colocaron 50 mg de todas las muestras a analizar en las cajas Petri y se dejó que estén en contacto con la cepa por un periodo de 24 h a 35 °C. Finalmente se midió con un calibrador el ancho del halo de inhibición que tienen las muestras. Los resultados se compararon con blancos y con la acción antimicrobiana que tienen los discos de una concentración de 30 µg de Gentamicina (Sacsquispe & Velásquez, 2002, p. 25)

Los ensayos se los realizó a muestras de antibiótico puro, POFe, material polimérico puro, material polimérico con clindamicina y material polimérico con POFe.

### 3 RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 3.1 EVALUACIÓN PRELIMINAR DEL CARÁCTER MAGNÉTICO DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO

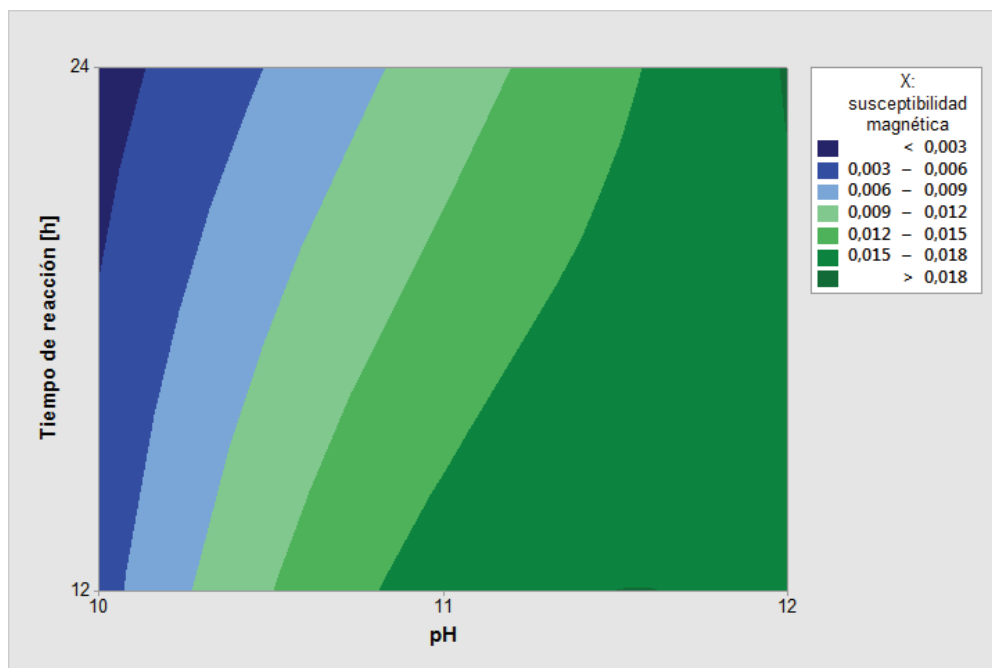
Una vez concluido el proceso experimental de la síntesis de POFe, se procedió a evaluar cómo las variables de entrada del diseño experimental que son el pH y el tiempo de reacción afectaron a la variable de salida, que en este caso es la susceptibilidad magnética ( $\chi$ ) de las POFe obtenidas. Se ha calculado esta propiedad para cada una de las seis muestras del diseño experimental con la ecuación 2.1 descrita en el subcapítulo 2.1.3. El ejemplo de cálculo de esta propiedad está detallado en el Anexo III. A continuación, se pueden constatar dichos datos en la Tabla 3.1.

**Tabla 3.1.** Datos de la susceptibilidad magnética calculada de las seis muestras de partículas de hierro del diseño experimental

Nº Prueba	pH	Tiempo de reacción [h]	Susceptibilidad magnética ( $\chi$ )
D1	10	12	$4,8256 \times 10^{-3}$
D2	10	24	$1,7625 \times 10^{-3}$
D3	11	12	$1,6331 \times 10^{-2}$
D4	11	24	$1,0389 \times 10^{-2}$
D5	12	12	$1,6974 \times 10^{-2}$
D6	12	24	$1,8171 \times 10^{-2}$

El signo positivo de los valores de la susceptibilidad magnética indica que las POFe no tienen un carácter magnético diamagnético, lo cual se corrobora con el efecto de atracción entre la muestra y el imán de neodimio observado durante la medición de los datos experimentales y con la teoría expuesta en el subcapítulo 1.1.1.2 (Vollath, 2013, p. 147).

Los valores de la variable de salida se procesaron con el software Minitab 17 para realizar la gráfica de contornos que delimite los rangos entre los cuales se escogieron dos de las seis muestras, lo cual se puede evidenciar en la Figura 3.1.



**Figura 3.1.** Gráfica de contornos, relación de la susceptibilidad magnética en función del pH y tiempo de reacción

Como se puede observar en la Figura 3.1 la zona con el color verde más oscuro es la que delimita las condiciones a las cuales se obtuvieron partículas con una mayor susceptibilidad magnética. Se puede observar también que mientras aumenta el pH y el tiempo de reacción también lo hace la propiedad en estudio. Sin embargo, se pueden distinguir zonas que a pesar de tener tiempos altos de reacción no se obtienen valores altos de esta propiedad. Según los estudios realizados por Salaheldeen et al. (2015), establecen que mientras más pequeñas son las POFe sus fuerzas de vinculación son más grandes, lo cual denota valores más altos de la propiedad susceptibilidad magnética (p. 249-250). De acuerdo con los resultados obtenidos, no se tienen valores altos de susceptibilidad magnética a tiempos de reacción altos a menos que no exista un pH alto. Por lo tanto, se decidió que las muestras que serían caracterizadas por el resto de técnicas serían las muestras D3 y D6. Las mismas que corresponden a pH de 11 y 12 y tiempos de reacción de 12 h y 24 h respectivamente. El criterio de selección para la muestra D6 fue debido a

que ésta tuvo el valor más alto de susceptibilidad magnética al comparar todas las muestras. Por el contrario, se ha escogido la muestra D3 que a pesar de que no tiene el segundo valor más alto de susceptibilidad magnética, todavía se encuentra dentro de la zona antes descrita. Además, se ha considerado de mayor interés el comparar los resultados obtenidos descritos a continuación entre estas dos muestras, ya que poseen distintos pH y tiempos de reacción.

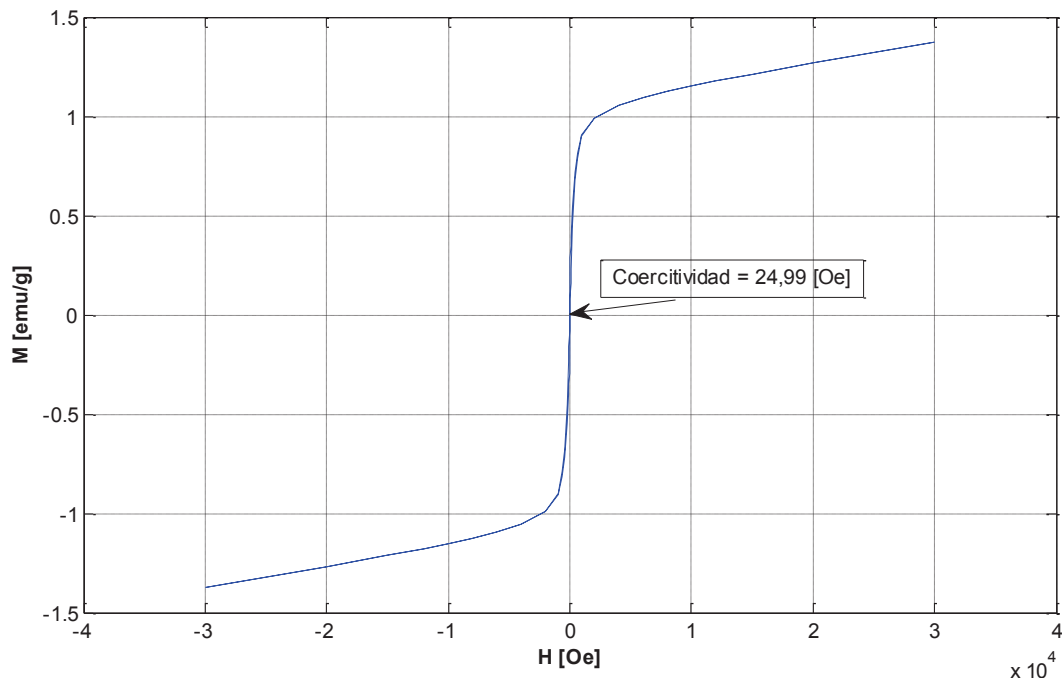
## **3.2 CARACTERIZACIÓN DE LAS PARTÍCULAS DE HIERRO**

### **3.2.1 CARACTERIZACIÓN POR MAGNETOMETRÍA DE MUESTRA VIBRANTE**

Se han caracterizado dos muestras por la técnica de magnetometría de muestra vibrante (VSM) obteniéndose curvas de magnetización  $M(H)$  también llamada curva de histéresis y curvas de magnetización  $M(T)$  siguiendo los protocolos ZFC y FC explicados en el subcapítulo 1.1.1.2.

#### **3.2.1.1 Resultados para la muestra D3**

En la Figura 3.2 se ha realizado una representación de la magnetización de la muestra D3 ( $M$ ) versus el campo aplicado ( $H$ ).

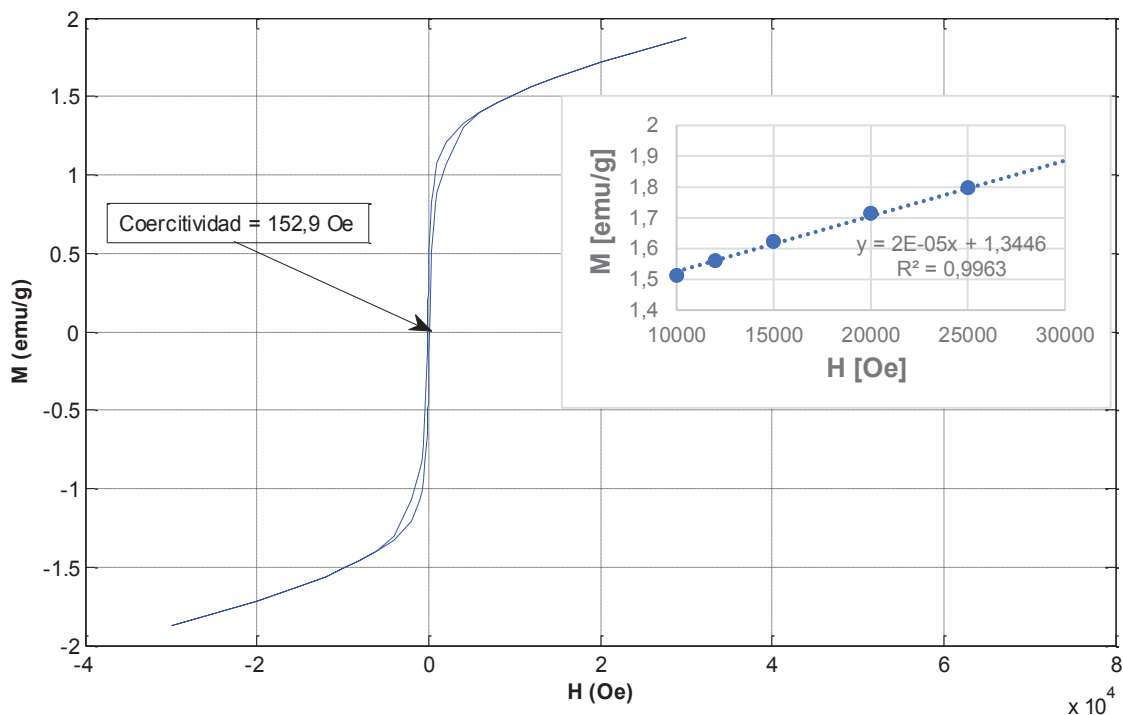


**Figura 3.2.** Gráfica de histéresis que relaciona magnetización versus campo magnético de la muestra D3 una  $T=300$  K

Claramente se puede observar que el comportamiento de las partículas corresponde a un superparamagnetismo, el cual se caracteriza por tener la forma de una “S”, donde la magnetización no tiene una relación lineal con la magnitud del campo aplicado. Se tiene un valor de coercitividad de 24,99 Oe, el cual a una temperatura de 300 K es casi imperceptible. Este comportamiento se lo puede observar en compuestos de óxido de hierro (Josephson, Lewis, Jacobs, Hahn, & Stark, 1988, p. 649-650).

También se pueden obtener valores de la magnetización de saturación, pero éstos valores se obtienen de la curva  $M(H)$  a 55 K, temperatura a la que los momentos magnéticos se encuentran totalmente orientados debido a la ausencia de energía térmica. Estos datos están representados en la Figura 3.3.





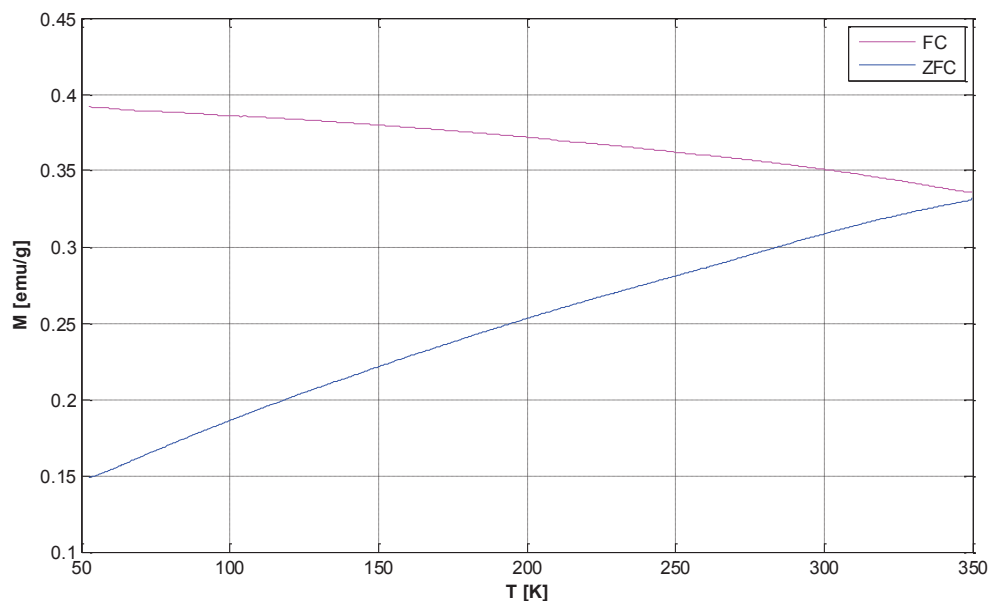
**Figura 3.3.** Gráfica de histéresis que relaciona magnetización versus campo magnético de la muestra D3 una  $T=55$  K

De la Figura 3.3 se han tomado los datos entre 10000 Oe y 30000 Oe para obtener la ecuación que rige a esta parte de la curva  $M$  ( $T$ ). La línea de tendencia tiene un valor de coeficiente de correlación ( $R^2$ ) de 0,9963, lo cual indica una tendencia lineal que se debe a la magnetización de los componentes de la muestra (Lee et al., 2014, p. 6, 8). De igual manera se obtiene el valor de la ordenada en el origen que corresponde a la magnetización de saturación igual a 1,3446 emu/g. Este valor es comparable con los resultados obtenidos en investigaciones que reportan valores entre 0,1 emu/g y 2,5 emu/g de magnetización de saturación para muestras de óxido de hierro (hematita) (Strangway & McMahon, 1967, p. 368; Lee et al., 2014, p. 7-8).

De acuerdo con estudios realizados por Huls et al. (2013) reporta un caso en el que establece que el comportamiento superparamagnético de las partículas se lo puede alcanzar a temperaturas cercanas a la temperatura ambiente. Por lo tanto, cerca de esta temperatura se origina la transición de un estado ferromagnético a un estado superparamagnético, lo que ocasiona valores de coercitividad que tienden

a cero (p. 8494). Lo mismo sucede en este caso en el que el valor de la coercitividad es de 24,99 Oe a una temperatura de 300 K. Sin embargo, en la Figura 3.3, se reporta una coercitividad de 152,9 Oe, característica de un típico comportamiento ferromagnético.

La Figura 3.4 representa a la curva de magnetización donde se evalúa el valor de magnetización ( $M$ ) en función de la temperatura ( $T$ ) cuando se tiene un campo magnético constante de 100 Oe. Tal y como se observa la curva ZFC no alcanza a tener un punto máximo, y lo más probable es que este punto se alcance a una temperatura más alta. Así mismo se observa que la curva FC no logra tener un punto de intersección con la curva ZFC, por lo que la distribución de tamaños que se esperaría de esta gráfica es incierta. Experimentalmente no es posible recopilar estos datos dado que la capacidad del equipo no puede realizar mediciones de magnetización a temperaturas más altas.

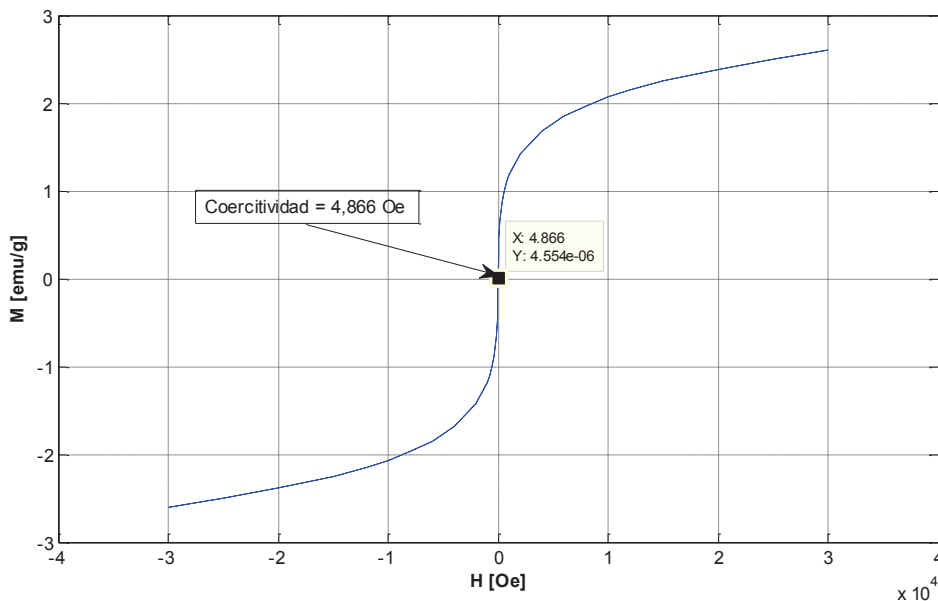


**Figura 3.4.** Gráfica de magnetización en función de la temperatura de la muestra D3 a  $H=100$  Oe

Curvas con la misma estructura se pueden comparar en Dunlop & Özdemir (1997), quienes revelan que dicho comportamiento se puede visualizar en muestras de hematita formada por la deshidratación de óxidos de hierro hidratados (p. 75).

### 3.2.1.2 Resultados para la muestra D6

La Figura 3.5 representa la magnetización de la muestra en función del campo magnético aplicado.

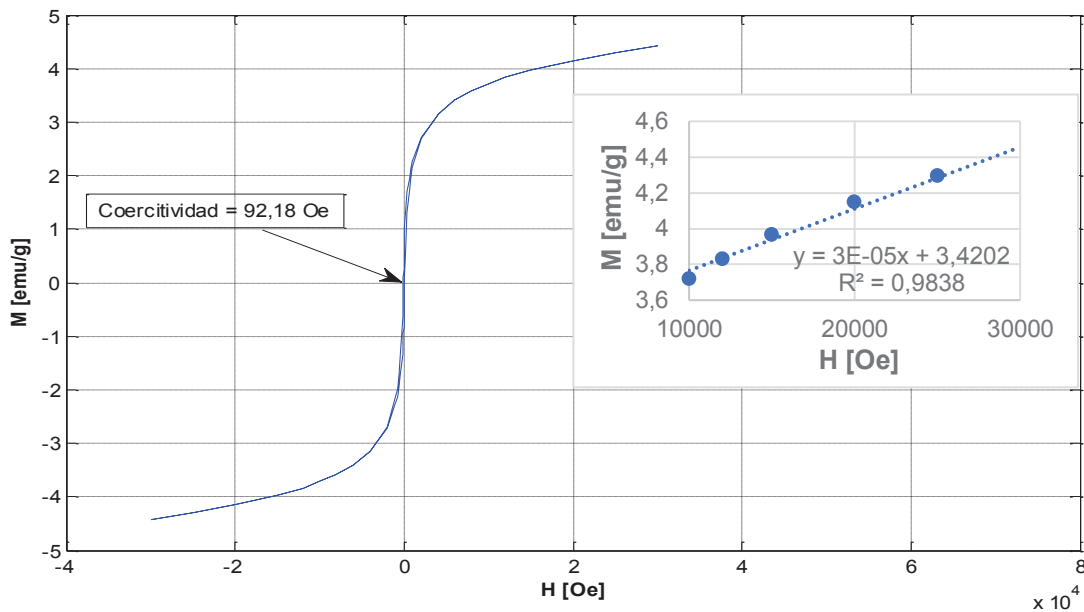


**Figura 3.5.** Gráfica de magnetización versus campo magnético de la muestra D6 a una  $T=300$  K

Como se puede observar, esta curva tiene una forma mucho más semejante a la forma de una S, lo cual sólo se evidencia en materiales estrictamente superparamagnéticos. Además, se observa un valor de coercitividad de 4,87 Oe, un valor casi nulo (Josephson, Lewis, Jacobs, Hahn, & Stark, 1988, p. 649-650). De igual forma para obtener el valor de la magnetización de saturación es necesario el aislamiento de los datos obtenidos en el rango de los últimos 20000 Oe de la curva  $M(H)$  a 55 K. Se ha graficado dicha información en la Figura 3.6.

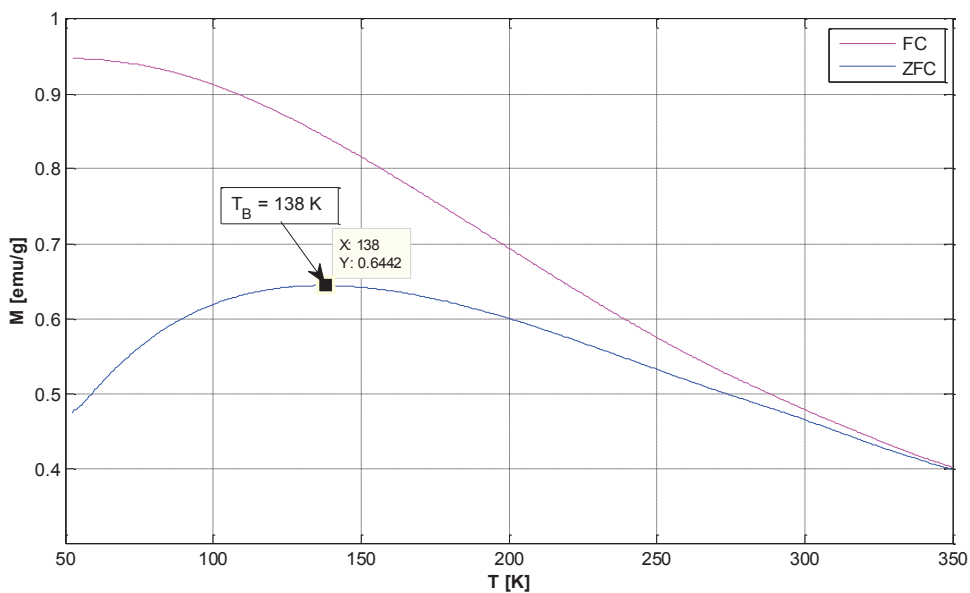
La línea de tendencia obtenida es lineal con un coeficiente de correlación ( $R^2$ ) de 0,9838. Así como también se puede observar que la ordenada en el origen, que corresponde a la magnetización de saturación, la cual tiene un valor de 3,4202 emu/g. Estos resultados se pueden comparar por los reportados por Lee et al. (2014) para muestras que continen hematita (p. 7-8) Si se compara este valor con el que se obtuvo para la muestra D3, éste es 2,54 veces que el anterior. Este valor

confirma que mientras más alto sea el pH de un medio de reacción, más alto va a ser el valor de la propiedad de magnetización.



**Figura 3.6.** Gráfica de histéresis que relaciona magnetización versus campo magnético de la muestra D6 a  $T=55$  K

También se realizó la representación gráfica de la magnetización en función de la temperatura, ejemplificada en la Figura 3.7.

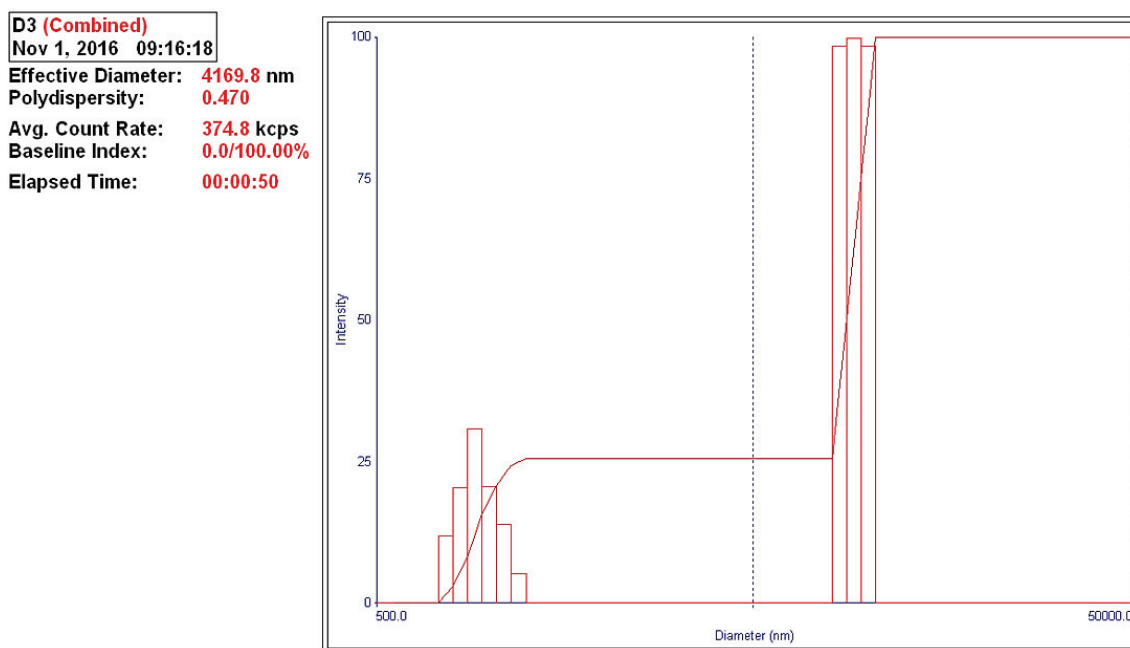


**Figura 3.7.** Gráfica de magnetización versus temperatura de la muestra D6 a un campo constante  $H=100$  Oe

Como se puede observar en esta gráfica se tiene una dinámica totalmente diferente. En la curva ZFC se tiene un valor máximo de magnetización de 0,64 emu/g que le corresponde una temperatura de bloqueo igual a 138 K. Igualmente se avista un punto de intersección entre las curvas FC y ZFC a 350 K, un valor alejado con respecto a la temperatura de bloqueo. Los resultados obtenidos en la investigación de Mamani, Gamarra, & Brito (2014) sugieren que, para el caso del óxido de hierro, cuando se tienen curvas FC y ZFC que no alcanzan a superponerse, es porque las partículas más grandes se bloquean a temperaturas cercanas al ambiente. Así como también se puede relacionar el valor de la  $T_B$  con los tamaños de partícula. Con respecto al valor de la coercitividad de 92,18 Oe a una temperatura constante de 55 K, temperatura menor a la  $T_B$ , según bibliografía este es un comportamiento típico de partículas de óxido de hierro microestructuradas (p. 545).

### 3.2.2 CARACTERIZACIÓN POR DISPERSIÓN DE LUZ DINÁMICA

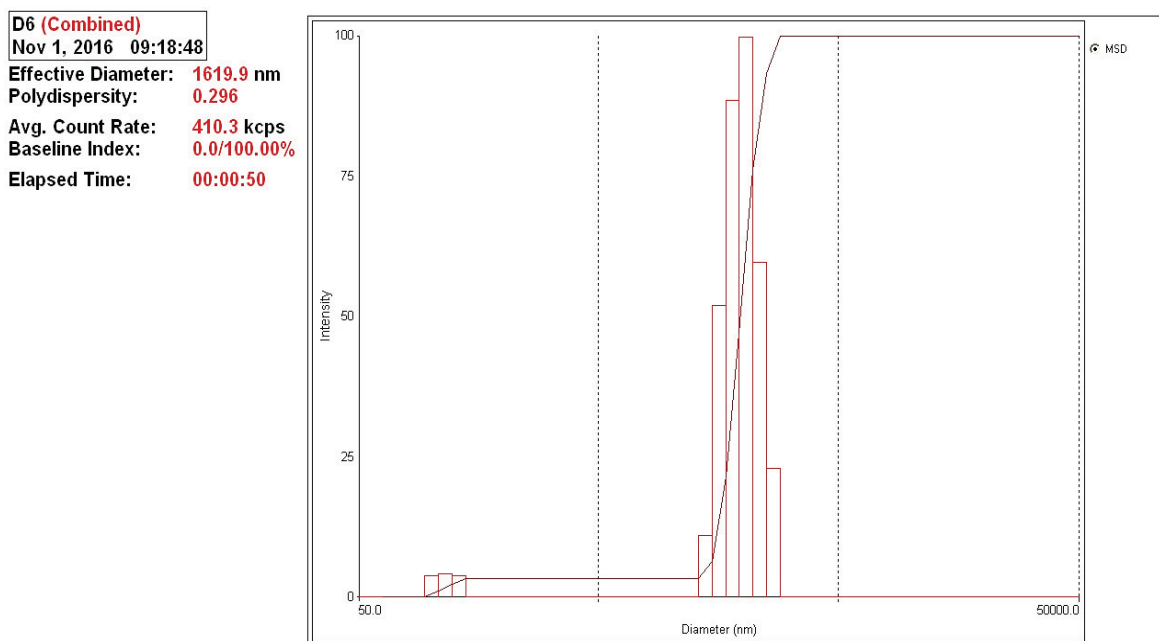
A continuación, se presenta el histograma obtenido por la técnica de dispersión de luz dinámica (DLS) para la muestra D3, representada por la Figura 3.8.



**Figura 3.8.** Histograma realizado por la técnica DLS de la muestra D3

El valor del tamaño de partícula de la muestra D3 obtenido de esta caracterización es aproximadamente igual a un diámetro efectivo de 4,17  $\mu\text{m}$  con una polidispersidad de 0,47; por lo cual se observa que los tamaños de partícula tienen una distribución de tamaños bimodal. Esta característica coincide con los resultados obtenidos por magnetometría de muestra vibrante en la que se presume un valor alto de la temperatura de bloqueo, a mayor temperatura de bloqueo se tienen partículas de mayor tamaño. Estos resultados se corroboran con la teoría expuesta por Faivre (2016) en la que hace hincapié sobre la relación del tamaño de partícula con la medida de magnetización de los materiales, mientras más altos los tamaños de partícula menor es la susceptibilidad magnética (p. 362).

De igual manera, en la Figura 3.9 se ha representado el histograma de la muestra D6 obtenido por la técnica de DLS.



**Figura 3.9.** Histograma de las mediciones realizadas por la técnica DLS de la muestra D6

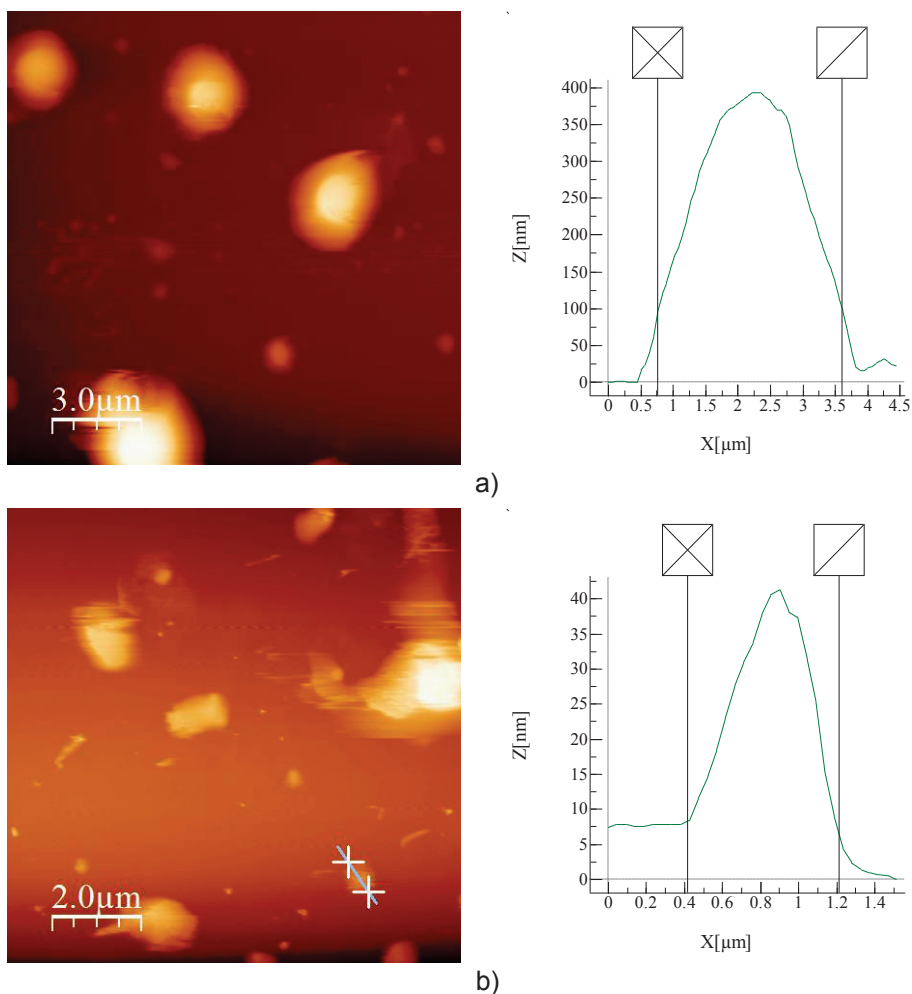
En esta gráfica se puede apreciar que el diámetro efectivo asociado a las POFe de la muestra es 1619,9 nm equivalentemente a 1,62  $\mu\text{m}$  con una polidispersidad de 0,296. Como se puede observar en la gráfica se tiene una dispersión bimodal, en la que se tiene una distribución de tamaños con una menor cantidad de partículas con tamaños entre 50 nm y 500 nm, y otra con una mayor cantidad de partículas

con tamaños entre los 500 nm y 5000 nm. Las dos distribuciones de tamaño tienen una correlación directa con los resultados discutidos en la caracterización por magnetometría de muestra vibrante. Si se tiene una diferencia muy alta entre la temperatura en la que se superponen las dos curvas ZFC y FC y la temperatura de bloqueo, la distribución de tamaños será muy amplia. Se puede inferir que las partículas pequeñas le hayan conferido a la muestra la propiedad de tener una baja temperatura de bloqueo.

Como sugiere la bibliografía el superparamagnetismo es una propiedad exclusiva de partículas que alcanzan un tamaño crítico; sin embargo, las muestras caracterizadas tienen altos tamaños que figuran en la escala de los micrones. Este efecto se debe primero a que la técnica de dispersión de luz mide diámetros hidrodinámicos, puesto que las muestras se encuentran dispersas en un solvente, aumentando así las capas de solvente alrededor de las partículas y por lo tanto se obtienen tamaños más altos a los que realmente se tienen. Y segundo, al no haber usado un estabilizante o un recubrimiento en la síntesis de las POFe es muy probable que éstas hayan formado agregados y aglomerados en la fase de secado, los cuales no son descartados debido a la sensibilidad que tiene el equipo (Lim, Yeap, Che, & Low, 2013, p. 3, 7; Frandsen et al., 2005, p. 214406-5).

### **3.2.3 CARACTERIZACIÓN POR MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA**

Se presenta en la Figura 3.10, la información recolectada con la técnica AFM para la muestra D3.

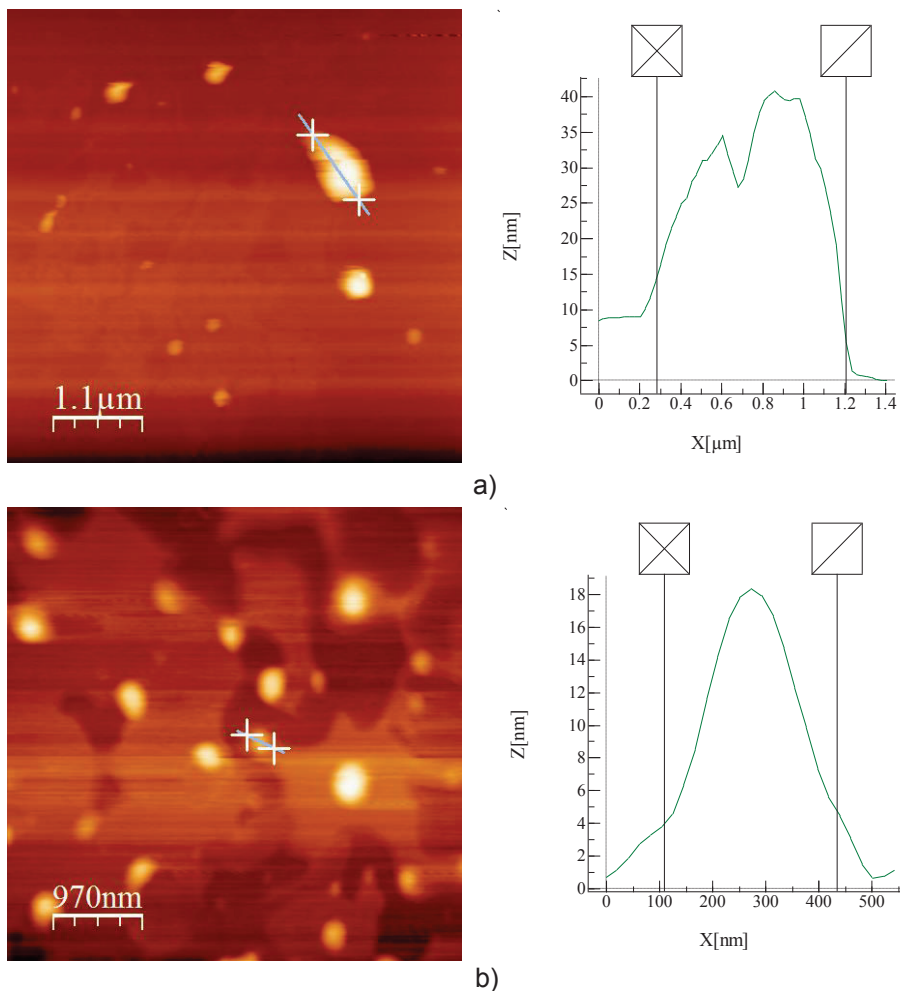


**Figura 3.10.** Imágenes AFM con su respectiva topografía de la muestra D3

Como se puede observar en la Figura 3.10, se tienen partículas de diferentes tamaños con una amplia polidispersidad. Se puede inferir que se tiene una correlación con los resultados obtenidos por la técnica de DLS ya que, así como se tienen partículas de 2,84  $\mu\text{m}$  como se puede observar en la topografía de la Figura 3.10a, también se pueden encontrar en la topografía de la Figura 3.10b partículas de tamaños de aproximadamente 720 nm. Sin embargo, el tamaño medido es menor; lo cual concuerda con lo estipulado por Lim, Yeap, Che, & Low (2013) acerca de los posibles errores que podría tener la técnica de DLS al medir el tamaño de partícula (p. 7), los cuales se han explicado en la página 44.

De igual modo en la Figura 3.11 se ha representado la información recolectada con la técnica AFM para la muestra D6.





**Figura 3.11.** Imágenes AFM con su respectiva topografía de la muestra D6

En la Figura 3.11a se tienen partículas de 925 nm y al revisar su topografía se observan partículas agregadas; por otro lado en la Figura 3.11b, las partículas tienen tamaños uniformes de aproximadamente 325,8 nm. Por lo tanto, se guarda una correlación acertada con respecto a la distribución de tamaños de partícula obtenidos por DLS, sin embargo, los tamaños al igual que en la muestra D3 son menores. Haciendo una correlación con los resultados obtenidos por VSM, se corrobora la amplia distribución de tamaños, pero así mismo los tamaños pequeños hacen referencia a una  $T_B$  baja y un comportamiento netamente superparamagnético de esta muestra.

### 3.2.4 CARACTERIZACIÓN POR ANÁLISIS TÉRMICOS

Se presentan los resultados de termogravimetría (TGA) y calorimetría diferencial de barrido (DSC), debido a que los termogramas de ambas técnicas tienen relación entre sí.

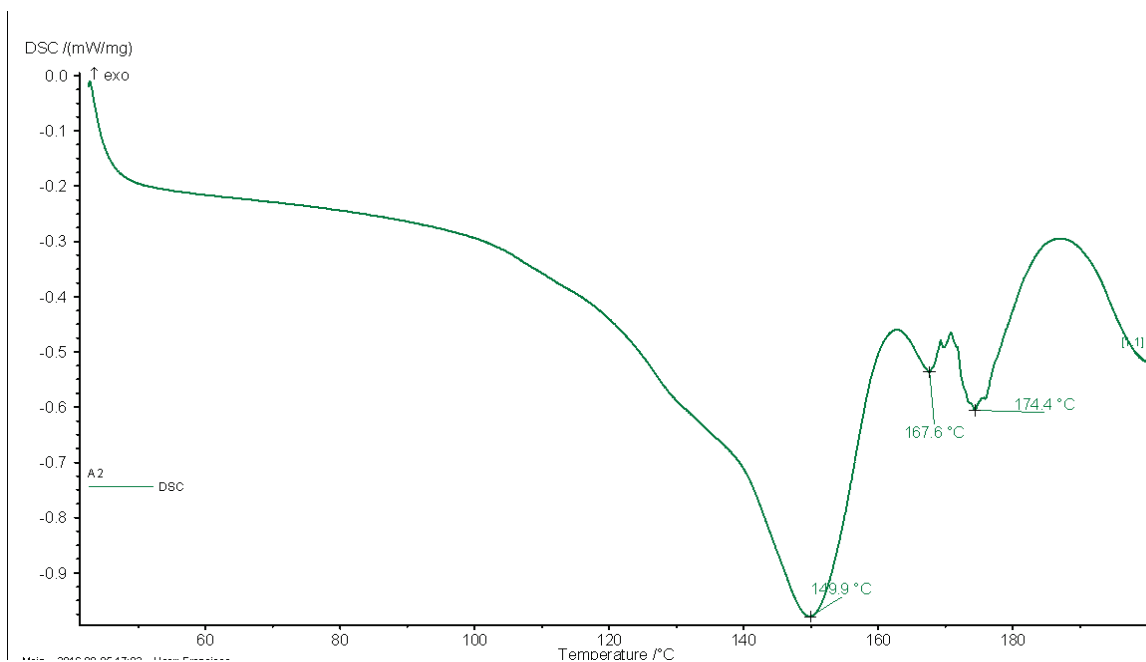
#### 3.2.4.1 Análisis térmico del antibiótico clindamicina

Se presenta la Figura 3.12 que contiene información de los termogramas de ambas técnicas aplicadas al antibiótico clindamicina.

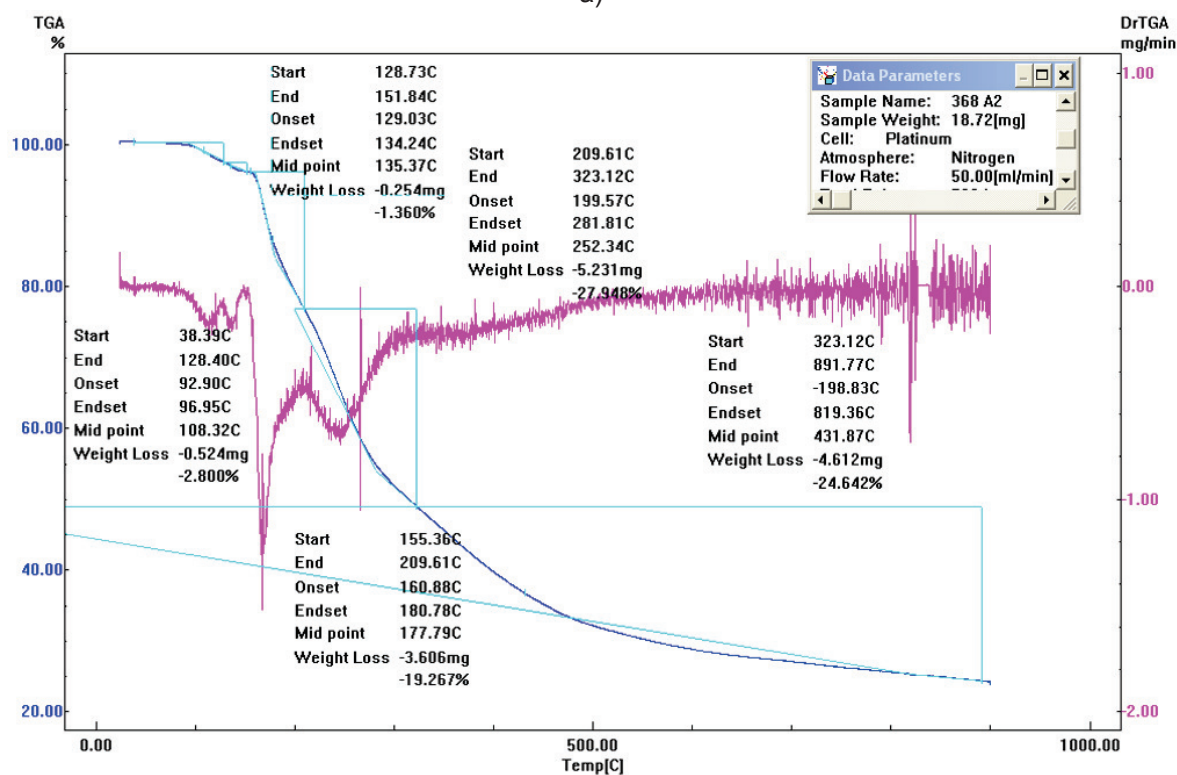
De acuerdo con los datos presentados por Daihom et al. (2016) en el termograma por DSC se tiene una banda endotérmica cerca de los 140 °C, lo que indica una transición de estado sólido a líquido. Seguidamente se tiene una banda exotérmica a 150 °C en la que empieza el proceso de degradación del antibiótico, a 175 °C se ubica una banda exotérmica que representa un incremento del proceso antes descrito, y finalmente el antibiótico experimenta una descomposición completa que se puede evidenciar con una banda endotérmica a 225 °C. Análogamente en el termograma por TGA tienen pérdidas de masa correspondientes a las transiciones antes mencionadas (p. 1606-1607).

Dichos resultados se los ha comparado con los obtenidos en esta investigación por la técnica de DSC, como se puede ver en la Figura 3.12a, y éstos concuerdan dentro de un rango aceptable.

Adicionalmente en el termograma de TGA de la Figura 3.12b se tiene una pérdida de masa inicial desde 38,39 °C hasta 128,40 °C, la cual correspondería a la pérdida agua asociada a la humedad de la muestra, ya que ésta no tuvo ningún tratamiento térmico previo para la eliminación de la misma (Daihom et al., 2016, p. 1606).



a)



b)

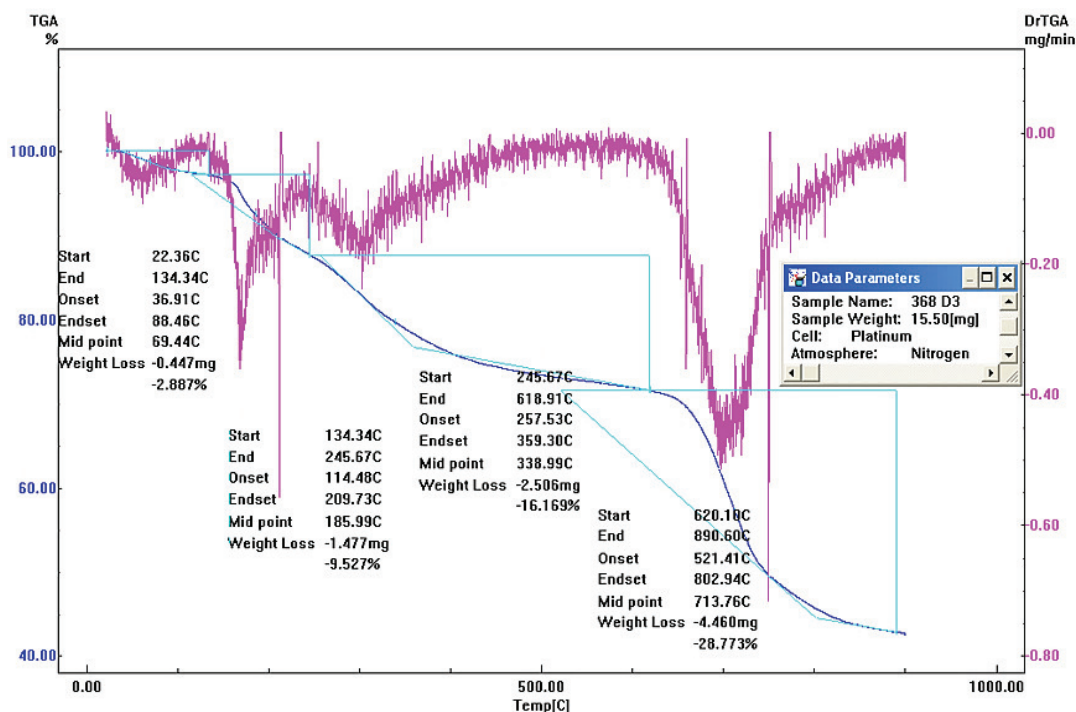
**Figura 3.12.** Termogramas del antibiótico clindamicina aplicado con las técnicas de a) DSC y b) TGA

También se puede constatar que existen ligeras desviaciones entre los resultados experimentales con respecto a los bibliográficos que no son de gran importancia,

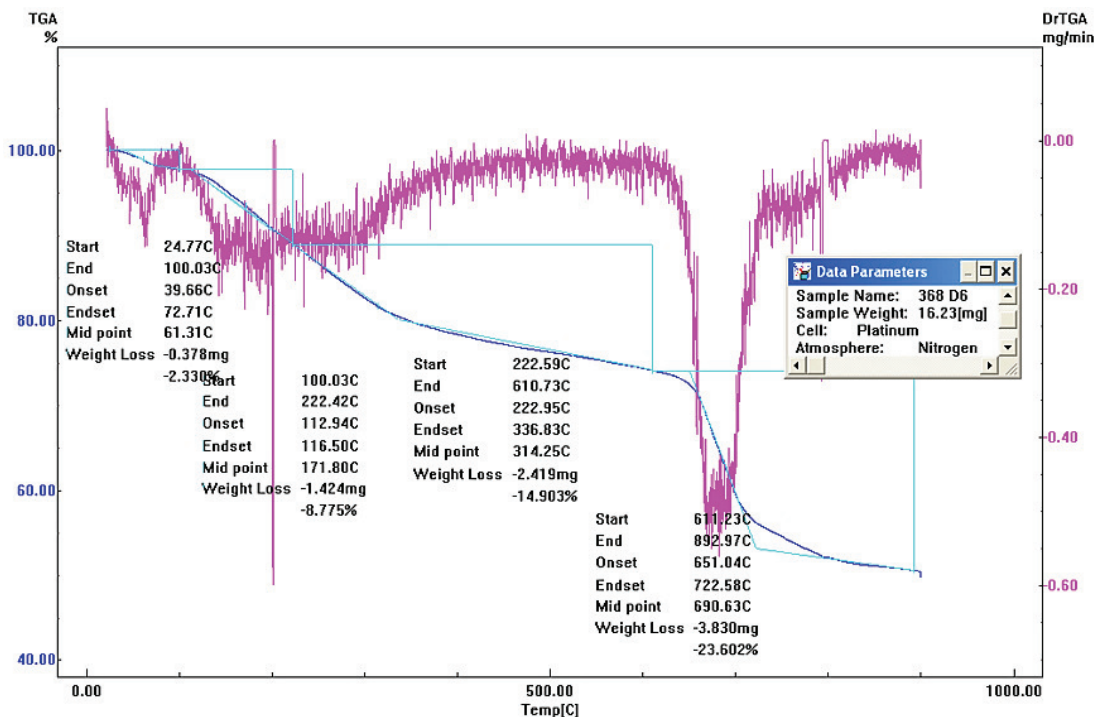
ya que éstas se deben a la acción de los excipientes propios de cada marca de antibiótico. Era necesario el conocimiento de estas temperaturas de degradación del antibiótico, ya que se debía tener la seguridad de que los procesos posteriores no afectarían a la estructura interna del mismo, y simultáneamente, a su propiedad antibacteriana inherente.

### 3.2.4.2 Análisis termogravimétrico

A continuación, se presentan la Figura 3.13 y la Figura 3.14, las cuales corresponden a los termogramas obtenidos por TGA de la muestra D3 y D6 respectivamente.



**Figura 3.13.** Termograma por TGA obtenido para la muestra D3



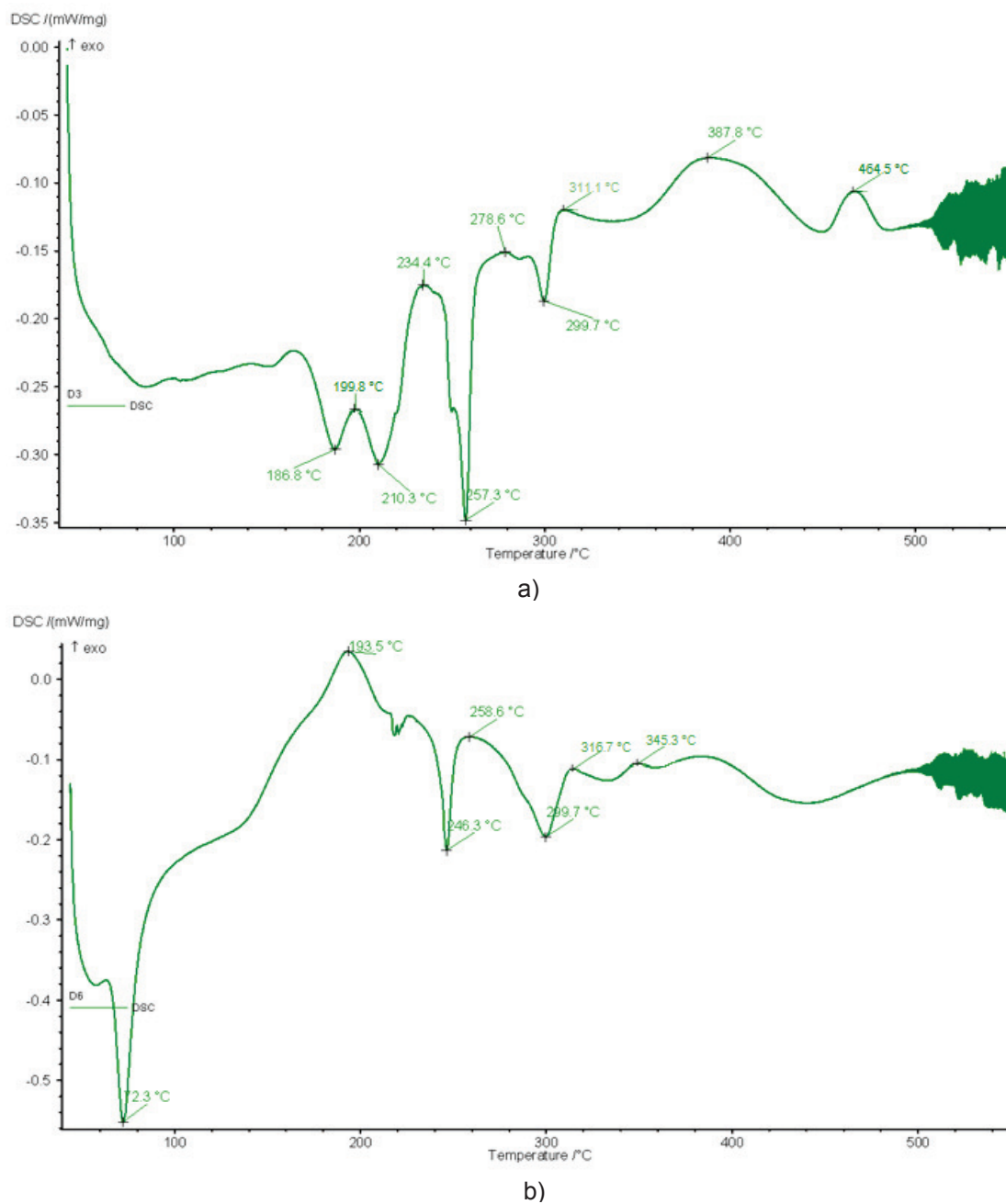
**Figura 3.14.** Termograma por TGA obtenido para la muestra D6

En ambas gráficas se puede observar una pérdida de masa entre los 20 °C y 100 °C aproximadamente, la cual corresponde a la pérdida de agua absorbida por las partículas durante todo el proceso de síntesis. (Lobato, Mansur, & Ferreira, 2017, p. 8). En Földvári (2011) se han reportado gráficas termogravimétricas de diferentes compuestos, cuyas transiciones concuerdan con las obtenidas en los termogramas de esta investigación. Por consiguiente, se analizó las curvas de la 1° derivada (DTG) de la curva de termogravimetría (TG) y se expone lo siguiente: entre una temperatura de 100 °C y 265 °C se encuentran dos bandas correspondientes a procesos de deshidratación, la tercera banda correspondería a la degradación del compuesto ferrihidrita ( $5\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) en su estado *bulk* con una pérdida de masa aproximada del 17%. Adicionalmente se espera la presencia de sulfatos no reaccionados los cuales tienen una banda de descomposición entre los rangos de temperatura de 680 °C a 830 °C (p. 57-59, 123). Estos resultados concuerdan con los tamaños de partícula obtenidos ya que los compuestos en estado *bulk* y sulfatos son moléculas con tamaños en la escala micrométrica.

### 3.2.4.3 Análisis por calorimetría diferencial de barrido

- Análisis en la fase de calentamiento

A continuación, se presenta la Figura 3.15 que contiene a los termogramas por DSC de las muestras D3 y D6.

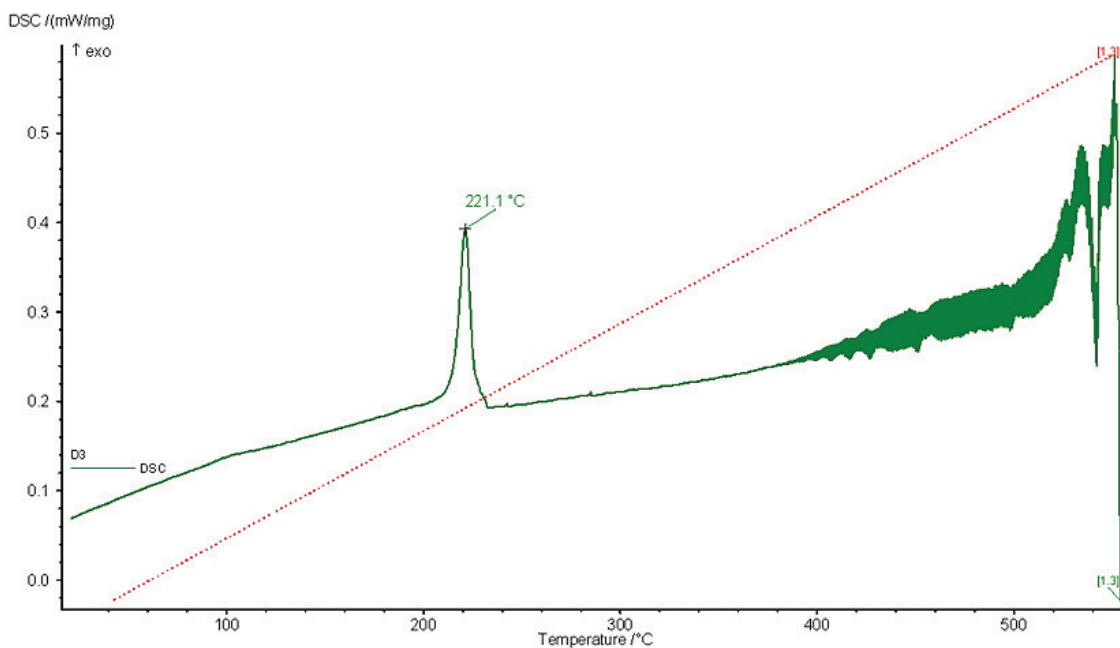


**Figura 3.15.** Termogramas por DSC en la fase de calentamiento de las muestras a) D3 y b) D6

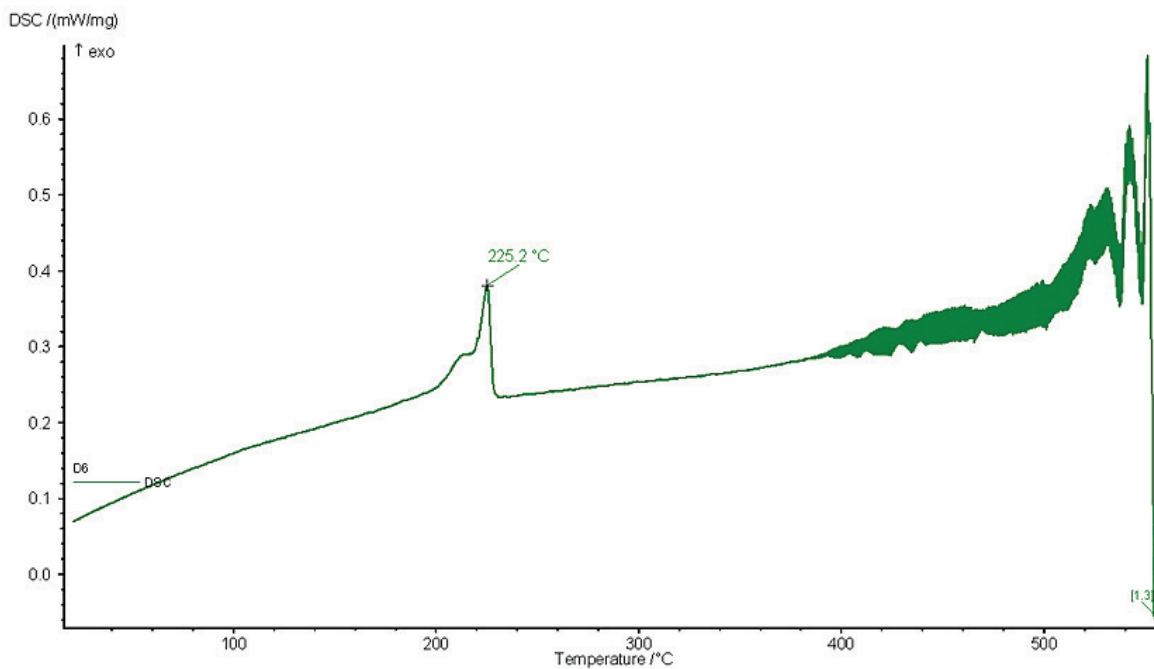
De acuerdo con la investigación realizada por Phu, Ngo, Huy, Luong, & Nguyen (2011) se reporta que las bandas características de los óxidos de hierro son cuatro: una exotérmica en el rango de 100 °C a 160 °C, seguido de tres endotérmicas situadas en las temperaturas de 260 °C, 310 °C y 500 °C. La primera banda se debe a la cristalización de la fase  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, la segunda corresponde a la transición de la fase  $\gamma$  a la fase  $\alpha$ , y por último la tercera revela la temperatura de Curié, el límite de temperatura entre un comportamiento ferromagnético y paramagnético. Como se puede observar en la Figura 3.15, las muestras tienen las bandas expuestas anteriormente, lo que sugiere la presencia de óxidos de hierro en las muestras analizadas. No obstante, la banda que no se puede visualizar es la correspondiente a la temperatura de Cúrie, debido a que se requeriría de un equipo que analice las muestras hasta los 1000 °C (p. 5).

- **Análisis en la fase de enfriamiento**

A continuación, se presentan la Figura 3.16 y la Figura 3.17 en las que se ha graficado la fase de enfriamiento de las muestras D3 y D6 respectivamente.



**Figura 3.16.** Diagrama de la fase de enfriamiento del análisis de calorimetría diferencial de barrido de la muestra D3



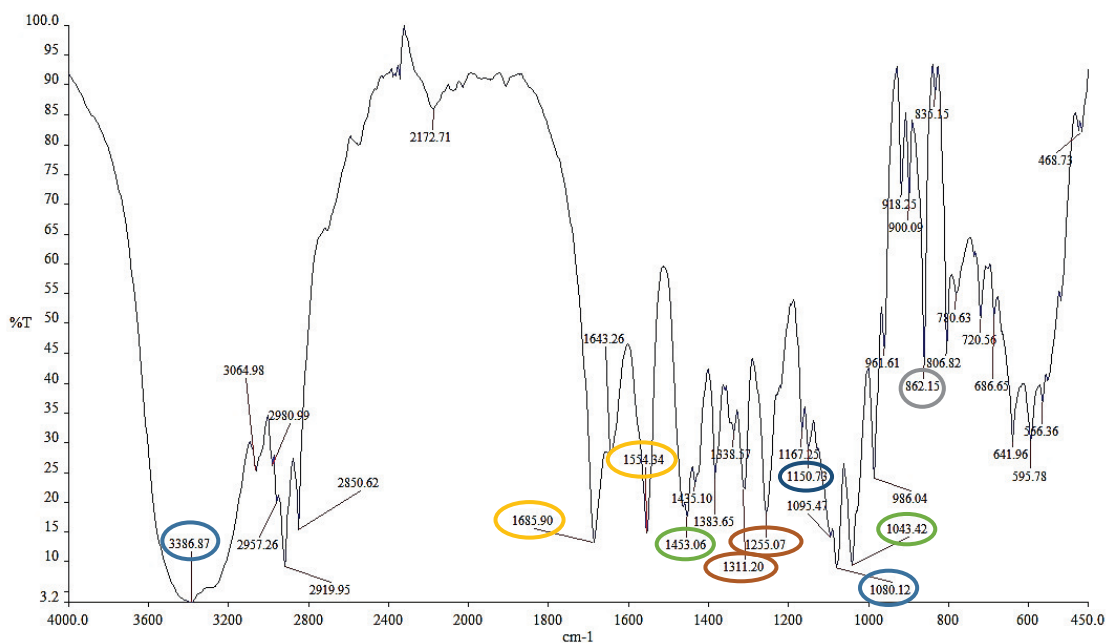
**Figura 3.17.** Diagrama de la fase de enfriamiento del análisis de calorimetría diferencial de barrido de la muestra D6

Phu, Ngo, Huy, Luong, & Nguyen (2011) hace mención a investigaciones que han reportado una banda exotérmica a 220 °C presente en compuestos amorfos de óxido de hierro, correspondiente a la deshidroxilación de las muestras (p. 5). Dichos resultados concuerdan con las bandas exotérmicas de las curvas realizadas en esta investigación.

### 3.2.5 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO FT-IR

Se analizó el espectro del antibiótico en primer lugar, para identificar en qué posición se encuentran los principales grupos funcionales del mismo. El espectro obtenido se puede visualizar en la Figura 3.18.





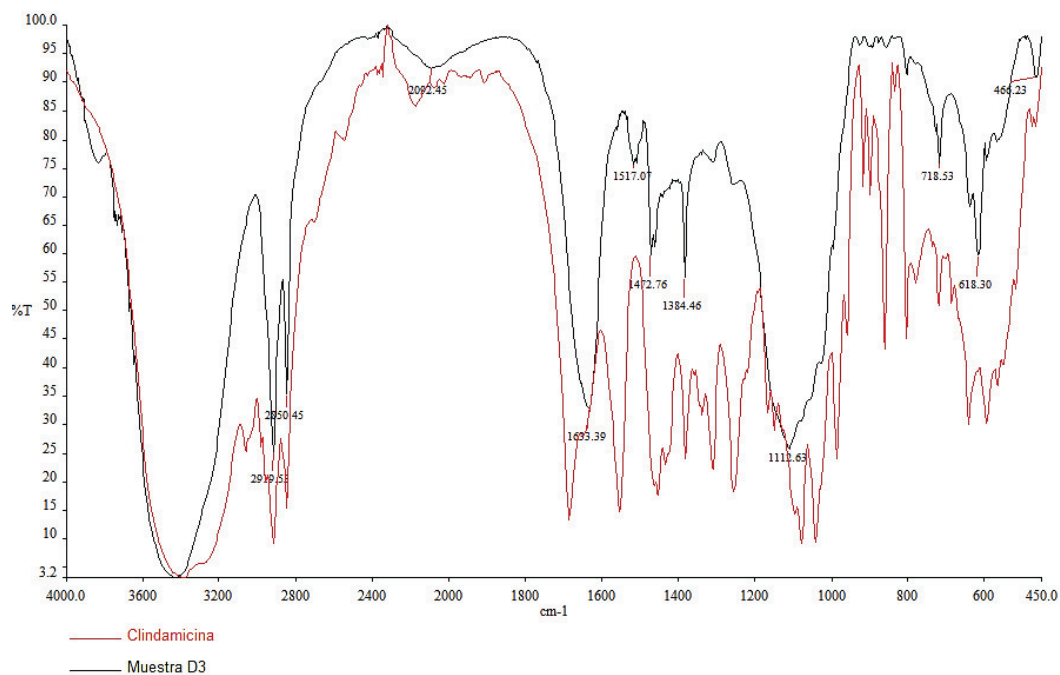
**Figura 3.18.** Espectro de infrarrojo del antibiótico clindamicina

Chen et al. (2010) añaden como bibliografía suplementaria en la que se revela bandas ubicadas en  $1685\text{ cm}^{-1}$  y  $1574\text{ cm}^{-1}$ , las cuales corresponden a movimientos vibracionales del grupo amida I y amida II respectivamente (p. 4489). Por otro lado, Mohamed, Abd-Motagaly, Ahmed, Amin, & Mohamed Ali (2017) reportan las bandas correspondientes para cada uno de los principales grupos del antibiótico clindamicina, las cuales se pueden visualizar en la Tabla 3.2 (p.11)

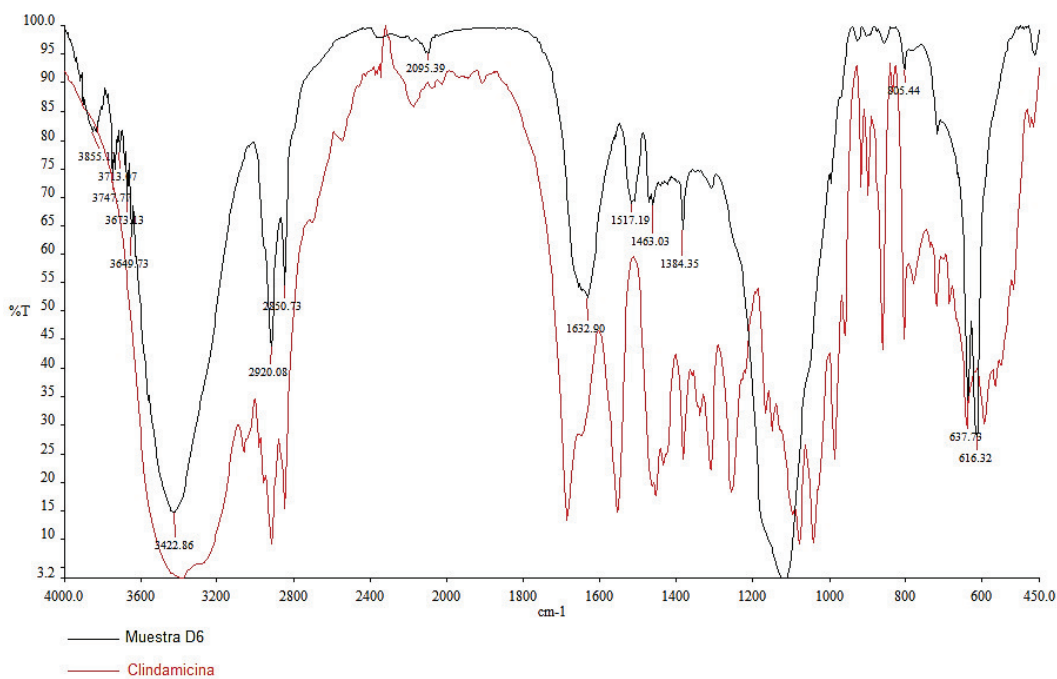
**Tabla 3.2.** Bandas del espectro infrarrojo de los principales grupos funcionales y enlaces que conforman el antibiótico clindamicina

Grupo funcional/ enlace	Bandas infrarrojas [ $\text{cm}^{-1}$ ]	Corresponde a
Piranosas	3277, 3377	Movimiento vibracional de grupos O-H
	1080, 1151	Movimiento vibracional del grupo C-O
Cl-SCH <sub>3</sub>	1253, 1311	-
C <sub>7</sub> -Cl	862	-
N <sub>1</sub> -metil	1452	-
Pirrolidona	1452, 1043	Movimiento vibracional de C-N y C-C

A continuación, se ha comparado los espectros de las muestras D3 y D6 con respecto al de clindamicina, éstos se los ha ejemplificado en la Figura 3.19 y la Figura 3.20 respectivamente.



**Figura 3.19.** Espectro de infrarrojo de la muestra D3



**Figura 3.20.** Espectro de infrarrojo de la muestra D6

De acuerdo con Chen et al. (2010) los enlaces de mayor interés en las muestras D3 y D6 con respecto a los que contiene la clindamicina son los siguientes (p. 4489-4490):

- El enlace Cl-C<sub>7</sub> que corrobora que el antibiótico ligado sea la clindamicina y no la lincomicina ya que ambos antibióticos tienen la misma estructura, pero se diferencian únicamente por el enlace antes mencionado, lo cual se puede evidenciar en la Figura 1.10.
- Y los grupos funcionales que contienen los elementos N, S, O que son los que tienen más afinidad para formar complejos metálicos, es decir el grupo pirrolidona, amida y Cl-SCH<sub>3</sub>.

La permanencia del enlace Cl-C<sub>7</sub> en las partículas sintetizadas depende del pH del medio de reacción, por lo que se debe considerar que el pKa de los antibióticos clindamicina y lincomicina es de 7,7 (Olstein & Hierroirtag, 2005, p. 66). En los resultados obtenidos ambas muestras, D3 y D6, no presentan la banda acorde a 862 cm<sup>-1</sup>, típica banda del enlace Cl-C<sub>7</sub>. Entonces lo más probable es que el antibiótico vinculado al complejo metálico sea el anión del antibiótico lincomicina, éste resultado se explicará más detalladamente en la sección 3.3.2.

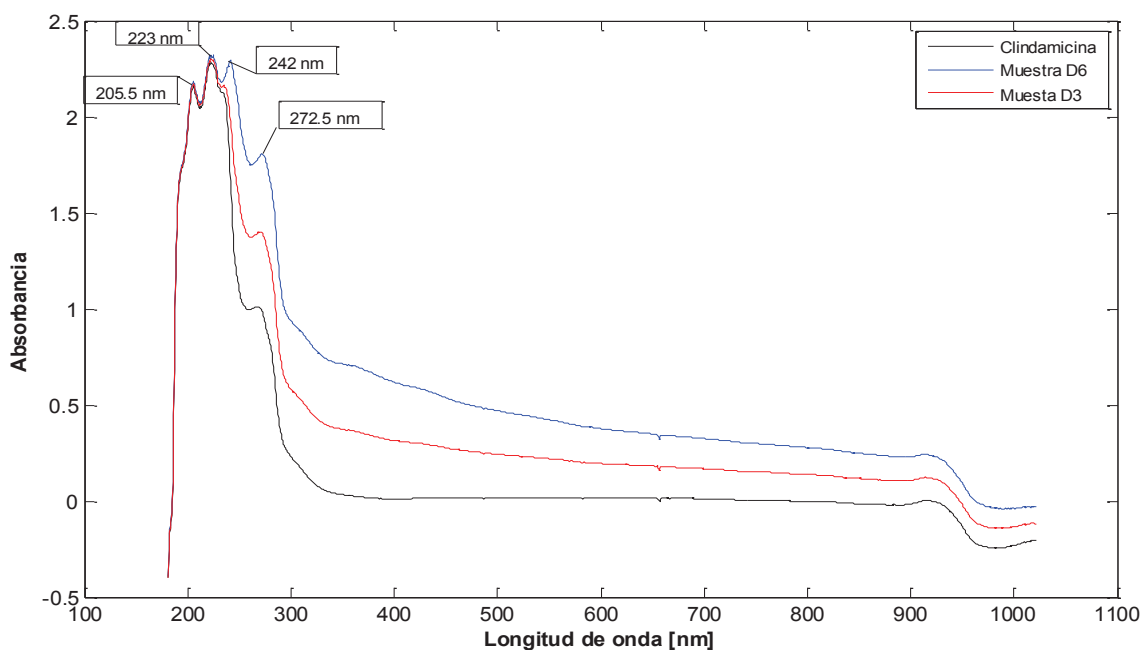
La teoría con respecto a la espectroscopia de infrarrojo descrita por Pavia, Lampman, Kriz, & Vyvyan (2013) declara que las amidas secundarias tienen una alta absorbancia en el rango de 1700 cm<sup>-1</sup> a 1640 cm<sup>-1</sup> y por lo tanto si hay una interacción debería aparecer una banda en este rango correspondiente al enlace C=O (p. 72). En los resultados estudiados se tiene un desplazamiento de la banda C=O debido al rompimiento de este enlace para que se formen enlaces carboxilos, en donde el oxígeno actuará como ligando hacia el hierro. Por lo tanto, se observa un ensanchamiento de la banda del grupo C=O y una disminución en la transmitancia de dicha banda (Chen et al., 2010, p. 4490).

Por otro lado, datos bibliográficos obtenidos de Cornell & Schwertmann (2003) indican que las bandas características de los óxidos de hierro se encuentran en los rangos entre 3800 cm<sup>-1</sup> y 3430 cm<sup>-1</sup> correspondientes a movimientos vibracionales

de grupos hidroxilo y entre  $650\text{ cm}^{-1}$  y  $450\text{ cm}^{-1}$  bandas propias de la deformación de grupos O-H tipo *bulk*. Se debe añadir que el tamaño y forma de partícula juegan un papel importante, ya que de ellos depende si se encuentran o no en los resultados experimentales desviaciones de las bandas antes mencionadas (p. 141-142, 144-145).

### 3.2.6 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROFOTOMETRÍA UV-VIS

En la Figura 3.21 se puede observar los espectros obtenidos por la técnica de espectrofotometría UV-VIS para la clindamicina y las muestras D3 y D6.



**Figura 3.21.** Espectros UV-VIS para el antibiótico clindamicina, y las muestras D3 y D6

Se ha reportado que la clindamicina y lincomicina tienen una alta absorbancia en el rango de 190 nm a 250 nm. Esta región está relacionada directamente con: las transiciones electrónicas de los enlaces  $\pi$  ( $\pi$ ) cuando se da una superposición lateral de las moléculas en los orbitales  $p_y$  y  $p_z$ , los electrones no enlazantes ( $n$ ) presentes en el oxígeno del grupo carbonilo; y los heteroátomos tales como O, S o N, presentes en el grupo piranosa, amida y pirrolidona, tal y como se puede

observar en la Figura 1.10, la cual ejemplifica la estructura química de la clindamicina (Mohamed, Abd-Motagaly, Ahmed, Amin, & Mohamed Ali, 2017, p. 5). En el espectro UV-Vis también es posible determinar bandas que corresponden a transiciones de transferencia de carga entre  $\text{Fe}^{3+}\text{-O}$  y  $\text{Fe}^{3+}\text{-Fe}^{2+}$ , que son enlaces característicos de los complejos metálicos. Para el caso de la hematita se ha reportado una longitud de onda de 270 nm para dicha banda (Cornell & Schwertmann, 2003, p. 148-150). Consiguientemente, como se puede constatar en la Figura 3.21, la mayoría de bandas coinciden con los datos bibliográficos expuestos. Corroborando así, la presencia de un antibiótico y de complejos metálicos en las muestras analizadas.

### 3.2.7 CARACTERIZACIÓN POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X

Se ha resumido los resultados obtenidos por difracción de rayos X, donde se puede visualizar la composición tanto cualitativa como semicuantitativa de las muestras D3 y D6, dicho datos se presentan en la Tabla 3.3.

**Tabla 3.3.** Composición de las muestras D3 y D6 analizadas con la técnica de difracción de rayos X

Mineral	Fórmula	Composición contenido [%]	
		Muestra D3	Muestra D6
Hematita	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	54	50
Sulfato de sodio	$\text{Na}_2\text{SO}_4$	22	18
Thenardita	$\text{Na}_2\text{SO}_4$	20	29
Anhidrita	$\text{CaSO}_4$	4	3

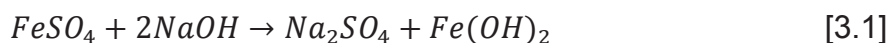
\*El límite de detección del equipo empleado es del 1% para compuestos con cristalización definida.

Los respectivos difractogramas de las muestras D3 y D6, están ubicados en el Anexo IV.

Como se puede observar en la Tabla 3.3 existe un pequeño porcentaje en ambas muestras de Anhidrita. Dado que las muestras sufrieron un proceso de calcinación

previo a su determinación composicional, es posible que adquirieran estas impurezas provenientes de la mufla y el crisol en los que se realizó dicho procedimiento.

Con respecto al sulfato de sodio, se observa que las muestras tienen al menos un 20% aproximadamente de esta impureza. Al contrario de la anhidrita, el sulfato de sodio es una impureza intrínseca generada durante el proceso de síntesis de las POFe, como se puede apreciar en la ecuación 3.1.



Esta reacción también describe los posibles productos a generarse durante la síntesis de las POFe. El motivo para que aparezcan estas impurezas, es que después del proceso de síntesis se deben realizar lavados consecutivos con agua destilada para que las moléculas que contienen sulfatos se disuelvan y sean eliminadas mediante filtración. Estos lavados no fueron llevados a cabo por dos razones: evitar oxidaciones y procurar una cristalización adecuada. Las partículas al no tener grandes medidas de magnetización como se pudo ver en la sección 3.2.1, no era fácil separarlas con un campo magnético aplicado de la solución acuosa en la cual reaccionaron y por tal motivo se debían realizar filtraciones al vacío.

Cómo se explicó en el subcapítulo 2.1.2 las partículas se mantuvieron dentro de una atmósfera de nitrógeno durante todo el proceso de su producción para evitar oxidaciones; así que no era posible realizar los procedimientos de filtración para eliminar las impurezas descritas. Para realizar una correcta caracterización mediante difracción de rayos X, era necesario producir partículas con fases cristalinas. Para que la cristalización se ejecutara correctamente, fue necesario el contacto prolongado de las POFe con su solución madre, hasta que el líquido poco a poco se evaporara. Consecuentemente, al tener la presencia de sulfatos, por ser moléculas con radios más grandes, éstos aumentan el tamaño de partícula del producto obtenido, lo cual ratifica los resultados obtenidos en la sección 3.2.2.

Como se ha visto a lo largo de este trabajo de investigación, entre los reactivos utilizados para la formación de las POFe, ocurren varias reacciones simultáneas, lo que dificulta la predicción de los productos formados y la caracterización correcta de sus fases cristalinas. Por lo tanto, la producción de Thenardita es posible que se haya derivado de la deshidratación de la sal metálica de hierro  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  y de la temperatura de reacción de  $25\text{ }^\circ\text{C}$ , lo cual favorece la estabilidad de esta fase (Rodríguez-Navarro, Dohene, & Sebastian, 2000, p. 1533).

Al haber analizado las muestras calcinadas para tener fases cristalinas y por lo tanto una mejor resolución de los difractogramas; el indicar que alrededor del 50% de la muestra corresponde a hematita no es correcto. Si se observa la Figura 1.3, existen varias fases que pueden transformarse en hematita, así que se ha remitido a los resultados obtenidos por las otras técnicas para predecir las fases cristalinas que componen las muestras. Por VSM, DLS y AFM, el evidente comportamiento superparamagnético vinculado al tamaño de partícula sugiere el compuesto hematita para las partículas más grandes y magnetita para las partículas más pequeñas (Strangway & McMahon, 1967, p. 370); por DSC y TGA, la fase sugerida es ferrihidrita (Földvári, 2011, p. 57-59) y por FT-IR y UV-Vis las fases de hierro determinadas fueron hematita y ferrihidrita.

Al haber finalizado la caracterización de las POFe se ha elegido a la muestra D6, para que las POFe que contiene sean incorporadas en la matriz polimérica de poli(estireno). El criterio de selección se basó en que dicha muestra presentó el valor más alto de magnetización y tamaños de partícula más pequeños, propiedades determinantes, ya que el resto de técnicas de caracterización no mostraron una diferencia sustancial entre ambas muestras con respecto a su composición.

### 3.3 CARACTERIZACIÓN DEL MATERIAL COMPUESTO DE PARTÍCULAS DE HIERRO Y POLI(ESTIRENO)

#### 3.3.1 EVALUACIÓN DEL CARÁCTER MAGNÉTICO Y LAS CARACTERÍSTICAS ÓPTICAS

##### 3.3.1.1 Evaluación preliminar del carácter magnético y las características ópticas

Al igual que en la sección 3.1, se evaluó preliminarmente el carácter magnético del material polimérico compuesto (MPC) mediante el uso de la ecuación 2.1. El ejemplo de cálculo para computar el valor de la susceptibilidad magnética del MPC está detallado en la Anexo V. A continuación, se presenta la Tabla 3.4, que detalla el valor esta propiedad para las muestras de MPC obtenidas.

**Tabla 3.4.** Datos de la susceptibilidad magnética calculada experimentalmente y evaluada cualitativamente de las tres muestras de material polimérico compuesto

Nº Prueba	Monómero [ <sup>w</sup> / <sub>w</sub> %]	Partículas de Hierro [ <sup>w</sup> / <sub>w</sub> %]	Susceptibilidad magnética ( $\chi$ )	Susceptibilidad magnética cualitativa
PS1	12,50	2,0000	-	5
PS2	14,17	0,3317	-	2
PS3	14,00	0,4975	$-1,2103 \times 10^{-1}$	4

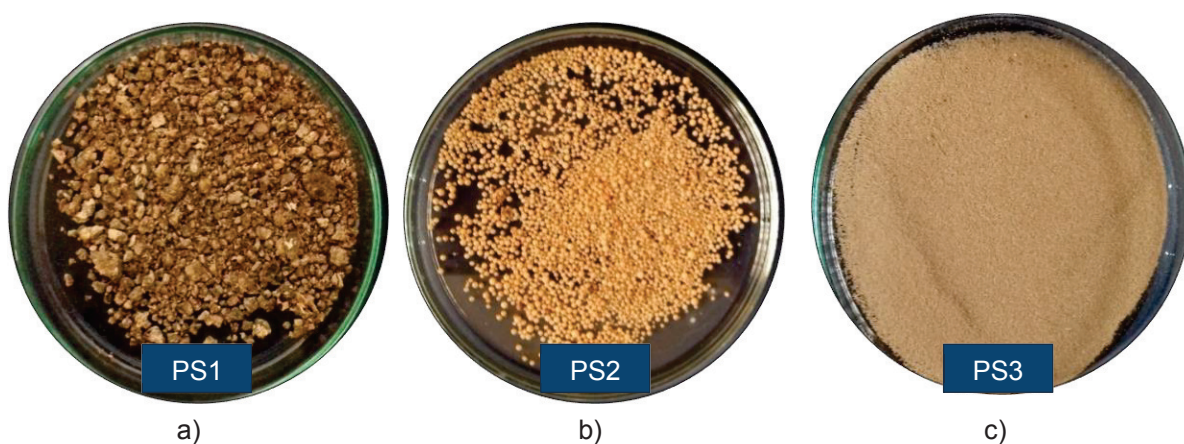
Como se muestra en la Tabla 3.4, no fue posible la obtención de los valores de la susceptibilidad magnética de las muestras PS1 y PS2 debido a que su morfología impedía que formen una fase compacta dentro del tubo Eppendorf, lo cual es vital en el método de Gouy. Por lo tanto, se ha dotado de una escala que mide cualitativamente la susceptibilidad magnética, Para realizar esta valoración se colocó la muestra de MPC sobre una hoja de papel, y debajo de ésta se ubicó un imán de neodimio. Se hizo mover el imán debajo de la hoja, y se observó con que velocidad, fuerza y que porcentaje de las partículas de MPC fueron atraídas hacia el imán. La escala evaluó a los MCP en un rango de 1 a 5. Siendo 1 el valor otorgado a partículas con una fuerza de atracción débil o leve, velocidad de movimiento de partícula lenta y no todas las partículas fueron atraídas por el imán. Por el contrario,



el valor 5, se le fue entregado a la muestra que presentó una fuerza atracción fuerte, velocidad de movimiento inmediata, y todas las partículas fueron atraídas hacia la acción del imán de neodimio.

De la Tabla 3.4 también se puede observar que mientras más alto es el porcentaje de composición de POFe incorporadas a la matriz polimérica, más alto es el valor de la escala de la susceptibilidad magnética de las muestras de MPC.

A continuación, se presenta la Figura 3.22, que contiene imágenes de cada una de las muestras obtenidas.



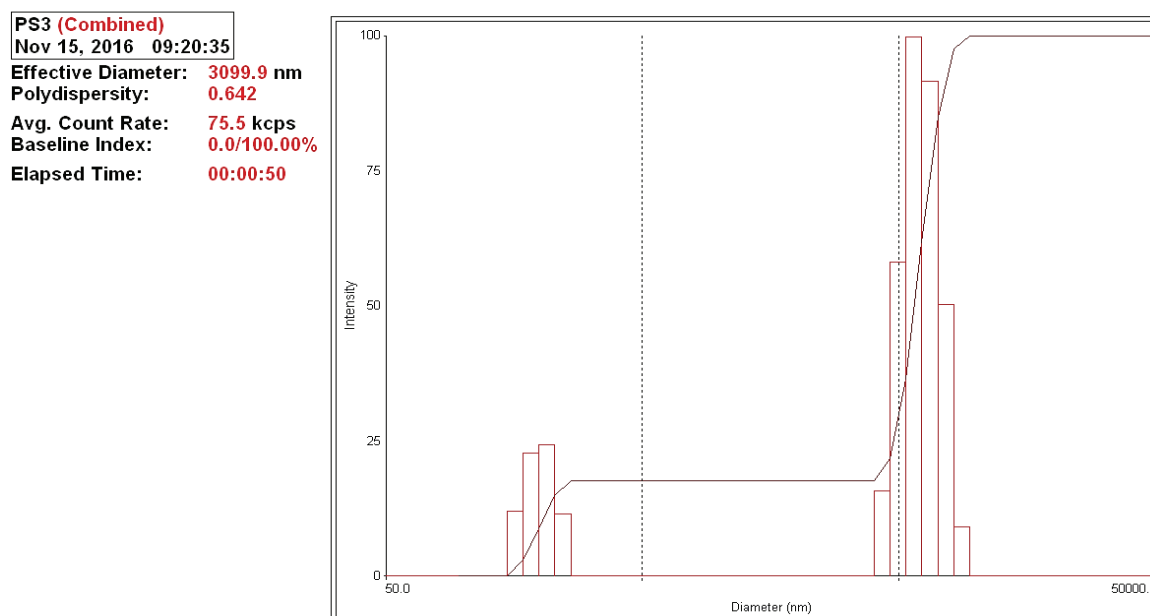
**Figura 3.22.** Productos obtenidos por la incorporación de partículas de hierro en poli(estireno) de las muestras a) PS1, b) PS2 y c) PS3

Como se ha podido constatar en la Figura 3.22, mientras más POFe se ha incorporado en la matriz de poli(estireno), más intenso fue el color del producto obtenido. Por consiguiente, la muestra PS1 presentó una mayor atracción magnética, su contenido no tuvo una forma definida y su tamaño de partícula a simple vista se puede ver que estuvo en la escala milimétrica. En cambio, la muestra PS2 no presentó un valor alto de atracción magnética, lo cual se puede inferir por su color bien tenue, a pesar de que la forma de sus partículas fue esférica, su tamaño se halló dentro de la escala macroscópica. Por último, en la muestra PS3 se observó un valor de susceptibilidad magnética “negativa” de  $-1,2103 \times 10^{-1}$ , lo cual indica que está conformada por materiales diamagnéticos, como lo es el poli(estireno) (Askeland & Phulé, 2004, p. 851). Debido a que sus partículas tienen

una fuerte atracción magnética, se le ha conferido un valor de 4 en la escala cualitativa, y se puede observar que tiene un color intermedio entre los que han presentado las muestras PS1 y PS2. Adicionalmente, su forma es uniforme y su tamaño se encuentra en la escala micrométrica; por lo tanto, esta muestra, con una concentración de 14,00  $W/W\%$  de monómero y 0,50  $W/W\%$  de POFe ha sido seleccionada para continuar con la siguiente etapa de caracterización.

### 3.3.1.2 Caracterización de las características ópticas

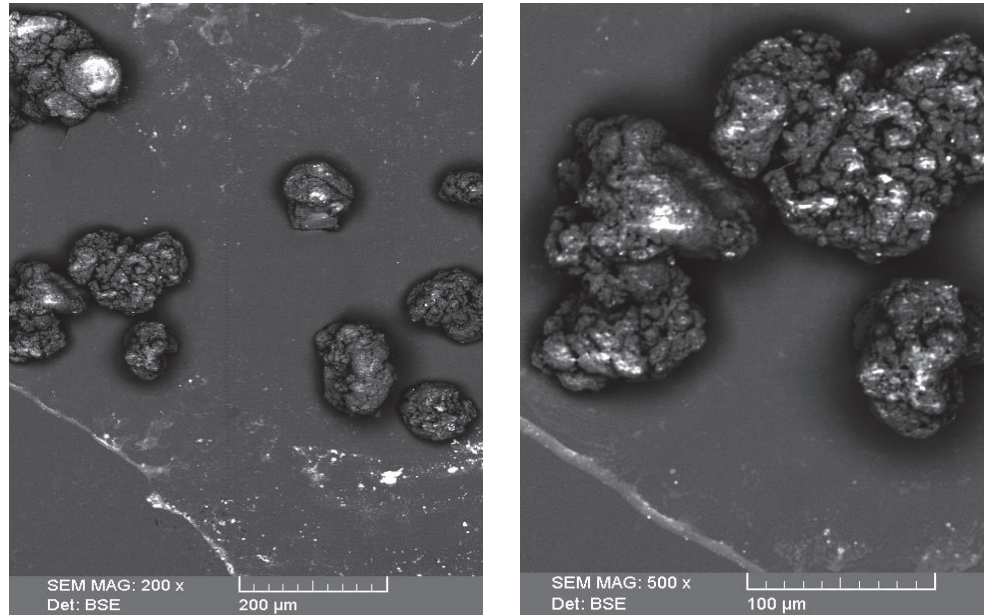
Para conocer la distribución de tamaños de la muestra PS3, se realizó el histograma de DLS ejemplificado en la Figura 3.23.



**Figura 3.23.** Histograma de DLS de la muestra PS3

Como se puede observar en la Figura 3.23, se tiene una distribución de tamaños bimodal lo cual concuerda con los resultados obtenidos para la muestra D6, en los que se especifica que dicha muestra también tiene una distribución bimodal. Además, se reporta un diámetro efectivo de 3099,9 nm con una polidispersidad de 0,642. Los tamaños de partícula reportados por Neves, De Souza, Suarez, Umpierre, & Machado (2011) son de  $2,3 \mu\text{m} \pm 1,3 \mu\text{m}$ , los cuales coinciden con los obtenidos experimentalmente (p. 11515).

Para tener una vista profunda de la morfología de la muestra PS3, se aplicó la técnica SEM, cuyas imágenes se observan en la Figura 3.24.

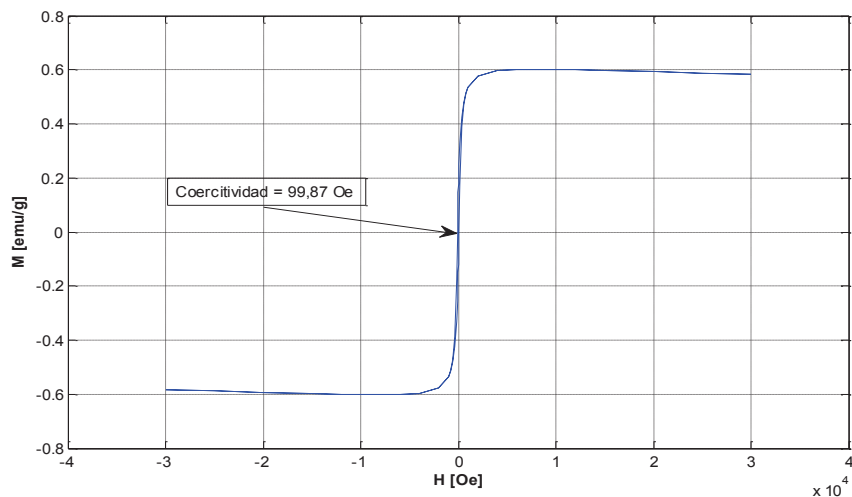


**Figura 3.24.** Imágenes de la muestra PS3 obtenidas con la técnica SEM a diferentes aumentos

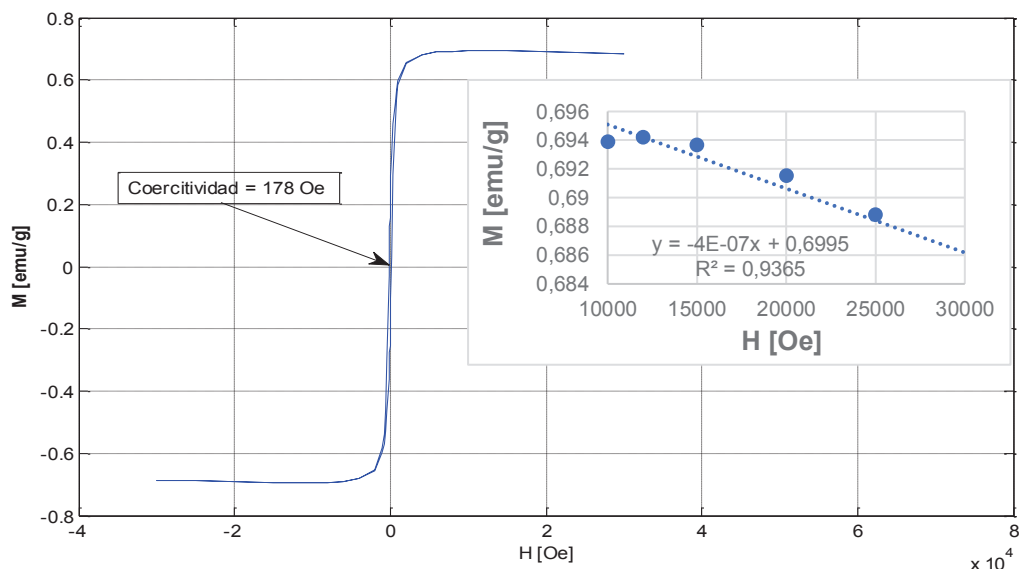
Según Neves, De Souza, Suarez, Umpierre, & Machado (2011) la morfología de las partículas de polímero compuestas con partículas magnéticas, depende de la modificación que se le haya realizado a la superficie de las partículas hidrófóbicas para que tengan una buena dispersión dentro de la matriz polimérica. Consecuentemente, si no se realiza este procedimiento el producto esperado tendrá una morfología no adecuada (p. 1108-1109). Esta declaración enmarca perfectamente a los resultados que se han obtenido por esta técnica, al no haber modificado previamente la superficie de las partículas, éstas influyen en la morfología final del producto polimérico. Como se puede observar en la Figura 3.24 existe un cierto grado de esfericidad en las partículas, pero en sí la morfología es irregular. Así mismo se observan partículas aglomeradas lo cual indica la posibilidad de tener partículas más pequeñas, esto podría deberse a un exceso de la cantidad usada en la formulación del material polimérico compuestos como es la del poli(estireno) o a una falta del coloide protector que en este caso es el PVA.

### 3.3.1.3 Caracterización de la propiedad magnética

A continuación, en la Figura 3.25 y la Figura 3.26 se han graficado los resultados obtenidos con la técnica VSM para la muestra PS3 a una temperatura de 300 K y 55 K respectivamente.



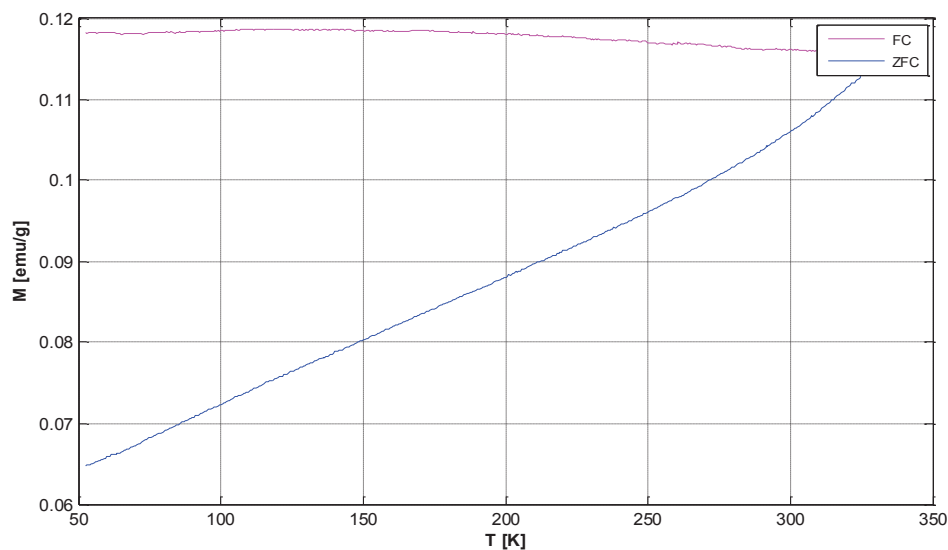
**Figura 3.25.** Gráfica histéresis de la relación de magnetización en función del campo magnético aplicado de la muestra PS3 a T=300 K



**Figura 3.26.** Gráfica de histéresis de la relación de magnetización en función del campo magnético aplicado de la muestra PS3 a T=55 K

De la Figura 3.25 se obtuvo el valor de coercitividad a 300 K que es igual a 99,87 Oe, y de la Figura 3.26 se ha conseguido un valor de coercitividad a 55 K de 178 Oe y una magnetización de saturación de 0,6995 emu/g con una pendiente negativa. Neves, De Souza, Suarez, Umpierre, & Machado (2011), establecen que los materiales poliméricos compuestos con partículas magnéticas mantienen el comportamiento original de las partículas incorporadas. Lo cual concuerda con los resultados obtenidos. Se asegura que el comportamiento del material polimérico también es superparamagnético pero en una menor proporción ya que la matriz tiende a enmascarar la magnitud de las propiedades magnéticas, lo cual se ve reflejado en un valor bajo de la magnetización de saturación. Igualmente, en la gráfica M (H) a 55 K para obtener el valor de la magnetización de saturación, se encuentra una pendiente negativa en la parte final de la gráfica. Este resultado coincide con un comportamiento diamagnético del material, como lo es el poli(estireno) (Watari & Namba, 2001, p. 1234-1235). La razón de este efecto es la siguiente, el equipo capta la señal de las POFe y del poli(estireno), como ambos compuestos tienen distintos comportamientos magnéticos las gráficas se solapan y da como resultado una gráfica que combina ambos comportamientos.

También se ha obtenido la gráfica M (T) expuesta a un campo constante  $H=100$  Oe, la cual se puede observar en la Figura 3.27.



**Figura 3.27.** Gráfica por VSM que relaciona la magnetización en función de la temperatura a un  $H=100$  Oe de la muestra PS3

Para obtener la  $T_B$  se tuviera que extrapolar los datos obtenidos en la Figura 3.27, lo que significa que ésta es mayor a la temperatura ambiente. Como no se ha obtenido un valor máximo de la curva ZFC, se infiere que los tamaños de partícula son altos, corroborándose este resultado con el obtenido por la técnica de DLS (López, Cendoya, Torres, Tejada, & Mijangos, 2001, p. 1847).

### 3.3.2 EVALUACIÓN DE LA ACTIVIDAD ANTIBACTERIANA

Se tabuló el diámetro del halo de inhibición que presentaron muestras de diferente composición cuando fueron expuestas a la cepa de microorganismos *Staphylococcus aureus*, dichos datos se muestran en la Tabla 3.5.

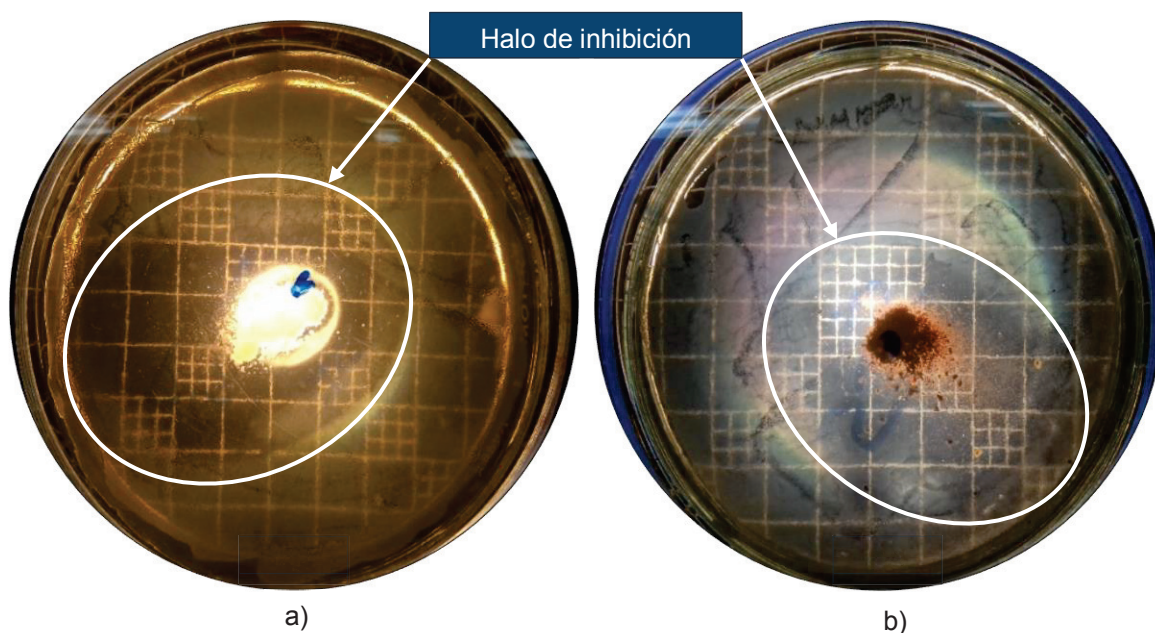
**Tabla 3.5.** Resultados del análisis antibacteriano de la sensibilidad de la cepa *Staphylococcus aureus* ante la acción de diferentes muestras

Muestra	Concentración [mg]	Halo de inhibición [mm]
Gentamicina	$30 \times 10^{-3}$	5,2
A2	50	12
D6	50	12
PS	50	0
PS0	50	0
PS3	50	0

El objetivo de comparar muestras que tienen distinta composición era el evaluar a que compuesto estaba asociada la propiedad antibacteriana. Por lo tanto, como se puede observar en la Tabla 3.5 el antibiótico puro (A2) tiene un halo de inhibición de 12 mm hacia la cepa mencionada. La muestra D6 que es una combinación de partículas metálicas y antibiótico también tiene un halo de inhibición de 12 mm, lo que quiere decir que la propiedad antibacteriana no se ha incrementado con la síntesis en conjunto de estos dos compuestos. Con respecto a los MPC, se evaluó la propiedad antibacteriana del poli(estireno) puro (PS); que de acuerdo con el resultado obtenido no tiene ninguna acción en contra del microorganismo testado. Así también, se ha incorporado las muestras A2 y D6 en una matriz de poli(estireno)

dando como resultado las muestras PS0 y PS3, las cuales no presentaron ninguna acción antibacteriana en contra de la cepa de *Staphilococcus aureus*. Esto se debe a que el poli(estireno) encapsuló por completo a las muestras incorporadas, evitando que éstas tengan contacto directo con la cepa de microorganismos en estudio y por consiguiente anular totalmente la acción antibacteriana que presentaban cuando se hallaban en estado libre (Rodríguez-Hernández, 2017, p. 266). Finalmente, las muestras que si presentaron una acción antibacteriana tienen un halo de inhibición más ancho al que tiene el blanco escogido que fue el antibiótico gentamicina. Este antibiótico tuvo un halo de inhibición de ancho 5,2 mm, y su acción antibacteriana fue bactericida.

Como se describió anteriormente, la cepa de *Staphilococcus aureus* fue sensible únicamente a las muestras A2 y D6, lo que confirma que el antibiótico está ligado a las partículas de hierro sintetizadas. Dicha acción de las muestras A2 y D6 se la puede visualizar los antibiogramas de la Figura 3.28.



**Figura 3.28.** Halos de inhibición hacia la cepa *Staphilococcus aureus* por parte de a) clindamicina y b) Muestra D6

Se puede observar en la Figura 3.28 que a pesar de que ambas muestras tienen el mismo diámetro de halo de inhibición, el de la muestra A2 es más fuerte que el de

la muestra D6. Por lo que hay que hacer hincapié que lo que se visualiza en realidad es una acción de inhibición del crecimiento de los microorganismos más no una acción bactericida. Consiguientemente, no se ha logrado incrementar la acción bacteriostática que tiene el antibiótico por sí solo, esto se debe a que como se mencionó en el ápice 3.2.5 es posible que la clindamicina por reaccionar en medios básicos arriba de su valor de pKa igual a 7,7 se haya disociado perdiendo su enlace con el átomo cloro y a su vez transformándose nuevamente en lincomicina. Cabe recordar que el pKa de la lincomicina también es igual a 7,7, por lo que el compuesto enlazado a las partículas de hierro podría ser el anión del antibiótico en mención. Y de acuerdo con Bennett, Dolin, & Blaser (2015) se señala que la acción antibacteriana de la clindamicina es mayor a la de la lincomicina, por tal razón la acción antibacteriana de las POFe observada no es mayor a la del antibiótico original (p. 371).

En Ismail, Sulaiman, Abdulrahman, & Marzoog (2015) exponen que la actividad antimicrobiana de las partículas de óxido de hierro también está estrechamente ligada al tamaño de partícula. Mientras el tamaño de partícula es más pequeño, el área superficial es mayor y por lo tanto, una mayor cantidad de partículas puede ser absorbida en la pared celular de los microorganismos. Este efecto causa una alteración en la membrana celular y consecuentemente en la estructura interna y las funciones biológicas de las bacterias; provocando así su eliminación o inhibición de multiplicación (p. 293). En los resultados obtenidos, la muestra D6 tiene la mayor cantidad de sus partículas en el rango de los micrones, lo cual podría explicar su baja acción antibacteriana en contra del microorganismo *Staphilococcus aureus*.



## 4 CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

### 4.1 CONCLUSIONES

Las siguientes conclusiones han sido descritas de acuerdo con los resultados satisfactorios de las muestras obtenidas. Así que para las POFe se ha escogido la muestra D6 y para el material polimérico compuestos la muestra PS3.

- El pH fue una variable determinante para que se obtuvieran partículas de hierro con valores altos de las propiedades magnéticas, en especial la magnetización de saturación. Particularmente, el tiempo de reacción, produjo a pH bajos el efecto contrario, la disminución de la susceptibilidad magnética. Por lo tanto, las condiciones establecidas para el proceso de síntesis de partículas de hierro se han fijado en un pH igual a 12 y tiempo de reacción de 24 h y por lo tanto determinante en el tamaño y forma.
- Los resultados obtenidos por VSM determinaron que las partículas de hierro poseen dos comportamientos superparamagnético y ferromagnético. De ahí que se comprobara la presencia de óxidos de hierro, con valores de magnetización de saturación de 3,4202 emu/g y coercitividad de 24,99 Oe.
- La técnica de DLS permitió establecer una distribución de tamaños bimodal, correspondiente con los resultados obtenidos por VSM. Conjuntamente con la técnica AFM se pudo comprobar la presencia de partículas en escalas macro y nano, con la tendencia a formar aglomerados y agregados.
- Las técnicas de UV-VIS y FT-IR establecieron la presencia de antibióticos de la familia de las lincosamidas en las partículas de hierro sintetizadas.
- Los resultados de los difractogramas obtenidos por DRX, dictaminaron la composición de las fases cristalinas de las muestras calcinadas. Se determinó una composición casi del 50% de hematita, la cual se deriva de

óxidos de hierro como magnetita, hematita y ferrihidrita. El 20% de composición corresponde a impurezas procedentes de sulfatos como thenardita y sulfato de sodio ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ), los mismos que influyen directamente en el tamaño de las partículas de óxido de hierro.

- La relación composicional de monómero y partículas de óxido de hierro que permitieron obtener un material polimérico compuesto corresponden a 14,00  $^w/w\%$  y 0,50  $^w/w\%$  respectivamente, lo que permitió que el material polimérico todavía presente actividad magnética.
- Se determinó un diámetro efectivo de 3099,9 nm y una distribución de tamaños bimodal a través de la técnica DLS aplicada al material polimérico compuesto de microesferas de poli(estireno) con partículas de hierro. Los resultados por SEM determinaron una morfología no deseada irregular.
- El material polimérico compuesto mantuvo el comportamiento magnético dual de las partículas de hierro con magnetización de saturación de 0,6995 emu/g y coercitividad de 99,87 Oe. También presentó un comportamiento diamagnético característico de la matriz polimérica de poli(estireno).
- Las partículas de hierro con pH igual a 12 y tiempo de reacción de 24 h, presentaron una acción antibacteriana bacteriostática con un halo de inhibición de 12 mm hacia el crecimiento de la cepa de microorganismos de *Staphilococcus aureus*, mas no lo hizo el material polimérico compuesto de microesferas de poli(estireno) con dichas partículas, lo que indica que el poli(estireno) enmascara por completo el efecto antibacteriano de dichas partículas.

## 4.2 RECOMENDACIONES

- Complementar la investigación analizando el efecto en las POFe el uso de diferentes tipos de antibióticos con distintos grupos funcionales que se acoplen de mejor manera a los metales de transición para obtener POFe a bajos pH, lo cual permitiría tener un incremento en la acción antibacteriana del antibiótico utilizado.
- Usar en la síntesis de las POFe un estabilizante como la poli(vinilpirrolidona) (PVP) para que de esta forma se puedan obtener partículas más pequeñas y con distribuciones de tamaños más estrechas, de esta forma se obtendrían valores mayores de magnetización.
- Hacer uso de soluciones tampón inertes al proceso de síntesis de las POFe para regular y controlar de una forma más eficiente el pH, evitando que se haga un desperdicio innecesario de los reactivos debido a errores realizados por el experimentador.
- Evitar a toda costa la oxidación de las POFe, para lo cual se recomienda tener un flujo continuo de nitrógeno durante todo el proceso de la síntesis hasta obtener el sólido cristalino.
- Realizar las mediciones del carácter magnético de las POFe con una balanza de susceptibilidad magnética. De esta forma se obtienen datos con una mayor precisión y eficacia.
- Completar la caracterización de las POFe con la técnica de espectroscopía de Mössbauer, que dará una cualificación y cuantificación más completa acerca de la composición de los diferentes tipos de óxidos de hierro que pueden existir dentro una misma muestra de partículas de POFe, ya que en la técnica de DRX se pueden superponer algunos picos dificultando una adecuada caracterización de las POFe.

- Probar diferentes velocidades de agitación en la reacción de polimerización en suspensión, y comprobar su efecto en el tamaño de partícula de los compósitos obtenidos.
- Hacer uso de técnicas más avanzadas como microscopía electrónica de transmisión (TEM), espectroscopía de fotoelectrones de rayos X (XPS), para observar a niveles más pequeños la morfología del material polimérico compuesto obtenido.
- Experimentar con diferentes concentraciones de partículas de hierro en el análisis antibacteriano para comprobar la posibilidad de un comportamiento bactericida por parte de las partículas de hierro.
- Desarrollar nuevas investigaciones que estudien la interacción de otras matrices poliméricas con las partículas de hierro y su efecto hacia la inhibición de microorganismos.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Arias, P., & Seilles, M. (2014). Información ambiental en hogares. *Instituto Nacional de Estadísticas y Censos, Inec.*, pp. 1-51. Recuperado de [http://www.ecuadorencifras.gob.ec/documentos/web-inec/Encuestas\\_Ambientales/Hogares\\_2014/Documento\\_tecnico\\_Modulo\\_Ambiental\\_Hogares\\_2014.pdf](http://www.ecuadorencifras.gob.ec/documentos/web-inec/Encuestas_Ambientales/Hogares_2014/Documento_tecnico_Modulo_Ambiental_Hogares_2014.pdf), (septiembre, 2016).
2. Asimbaya, C. G. (2016). *Obtención de materiales compuestos con propiedades magnéticas para la remoción de zic a partir de residuos lignocelulósicos*. (Proyecto previo a la obtención del título de ingeniero químico no publicado). Quito, Ecuador: Escuela Politécnica Nacional.
3. Askeland, D., & Phulé, P. (2004). *Ciencia e ingeniería de los materiales*. México, México: International Thomson Editores.
4. Beale, J., & Block, J. (2011). *Wilson and Gisvold's textbook of organic medicinal and pharmaceutical chemistry* (12va. ed.). Filadelfia, Estados Unidos: Lippincott Williams & Wilkins.
5. Bennett, J., Dolin, R., & Blaser, M. (2015). *Mandell, Douglas, and Bennett's principles and practice of infectious diseases* (8va. ed.). Filadelfia, Estados Unidos: Elsevier Saunders.
6. Booker, R., & Boysen, E. (2005). *Nanotechnology for dummies*. Hoboken, Estados Unidos: Wiley Publishing.
7. Calvopiña, M. (2013). Influencia del ión  $\text{Fe}^{2+}$  y del pH en la obtención de nanopartículas de hematita coloidal y su posterior aplicación en la remoción de cromo (IV) de soluciones sintéticas. (Proyecto previo a la obtención del título de ingeniera química). Quito, Ecuador: Escuela Politécnica Nacional.

8. Chen, W.-R., Ding, Y., Johnston, C., Teppen, B., Boyd, S., & Li, H. (2010). Reaction of Linconsamide antibiotics with manganese oxide in aqueous solution. *Environmental Science & Technology*, 44(12), pp. 4486-4492. doi:10.1021/es1000598
9. Clark, M., Finkel, R., Rey, J., Whalen, K., & Harvey, R. (2012). *Lippincott's illustrated reviews: pharmacology* (5ta. ed.). Filadelfia, Estados Unidos: Lippincott Williams & Wilkins.
10. Cornell, R., & Schwertmann, U. (2003). *The iron oxides: structure, properties, reactions, occurrences and uses* (2da. ed.). Weinheim, Alemania: Wiley-VCH Verlag.
11. Daihom, B., Alayoubi, A., Ma, D., Wang, L., Mishra, S., Helms, R., & Almoazen, H. (2016). Development and physicochemical characterization of clindamycin resinate for taste masking in pediatrias. *Drug development and industrial pharmacy*, 42(10), pp. 1600-1608. doi:10.3109/03639045.2016.1160104
12. Daraio, C., & Jin, S. (2012). Synthesis and patterning methods for nanostructures useful for biological applications. *Nanotechnology for Biology and Medicine*, XVI, pp. 27-44. doi:10.1007/978-0-387-31296-5\_2
13. Dávila, J. L., Galeas, S., Guerrero, V. H., Pontón, P., Rosas, N. M., Sotomayor, V., & Valdivieso, C. (2011). *Nuevos materiales: aplicaciones estructurales e industriales*. Quito, Ecuador: IMREFEPP. Recuperado de <http://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/4532>, (octubre, 2016).
14. Díaz, C. W. (2007). Obtención de nanopartículas mediante el método de precipitación controlada: caracterización e incorporación en matrices termoestables. (Tesis de maestría no publicada). Quito, Ecuador: Escuela Politécnica Nacional.

15. Dunlop, D., & Özdemir, Ö. (1997). *Rock magnetism: fundamentals and frontiers*. Cambridge, Reino Unido: Cambridge University Press.
16. Escobar, M. A., & Alatorre, M. (2005). Medición de susceptibilidad magnética X de materiales. Recuperado de <https://www.cenam.mx/dme/pdf/PRE-Medicion%20de%20susceptibilidad%20magnetica%20de%20materiale s.pdf>, (octubre, 2016).
17. Faivre, D. (2016). *Iron oxides: from nature to applications*. Weinheim, Alemania: Wiley-VCH Verlag.
18. Földvári, M. (2011). *Handbook of the thermogravimetric system of minerals and its use in geological practice*. Budapest, Hungría: Geological institute of Hungary. Recuperado de [https://www.mfgi.hu/sites/default/files/files/K%C3%B6nyvtar/Alkalmi\\_teljes/Fodvari\\_egyben.pdf](https://www.mfgi.hu/sites/default/files/files/K%C3%B6nyvtar/Alkalmi_teljes/Fodvari_egyben.pdf), (mayo, 2017).
19. Frandsen, C., Bahl, C., Lebech, B., Lefmann, K., Kuhn, L., Keller, L., . . . Mørup, S. (2005). Oriented attachment and exchange coupling of  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles. *Physical Review B (Condensed Matter and Materials Physics)*, 72(21), pp. 214406. doi:10.1103/PhysRevB.72.214406
20. Heim, L. E., Vallazza, S., Van der Waals, D., & Prechtl, M. H. (2016). Water decontamination with hydrogen production using microwave-formed minute-made ruthenium catalysts. *Green Chem*, 18(6), pp. 1469-1474. doi:10.1039/C5GC01798J
21. Horikoshi, S., & Serpone, N. (2013). *Microwaves in nanoparticle synthesis*. Weinheim, Alemania: Wiley-VCH Verlag.
22. Huls, N., Phan, M.-H., Kumar, A., Mohapatra, S., Mohapatra, S., Mukherjee, P., & Srikanth, H. (2013). Transverse susceptibility as a biosensor for detection of Au-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticle-embedded human embryonic kidney cells. *Sensors*, 13(7), pp. 8490-8500. doi:10.3390/s130708490

23. Hummel, R. (2005). *Understanding materials science*. New York, Estados Unidos: Springer.
24. Ismail, R., Sulaiman, G., Abdulrahman, S., & Marzoog, T. (2015). Antibacterial activity of magnetic iron oxide nanoparticles synthesized by laser ablation in liquid. *Materials Science and Engineering C*, 53, pp. 286-297. doi:10.1016/j.msec.2015.04.047
25. Issa, B., Obaidat, I., Albiss, B., & Haik, Y. (2013). Magnetic nanoparticles: surface effects and properties related to biomedicine applications. *International Journal of Molecular Sciences*, 14(11), pp. 21266-21305. doi:10.3390/ijms141121266
26. Jensen, A., Neto, W., Ferreira, G., Glenn, A., Gambetta, R., Gonçalves, S., . . . Machado, F. (2017). Synthesis of polymer/inorganic hybrids through heterophase polymerizations. En P. Visakh, G. Markovic, & D. Pasquini, *Recent developments in polymer macro, micro and nano blends: preparation and characterization* (pp. 207-235). Duxford, Reino Unido: Elsevier.
27. Josephson, L., Lewis, J., Jacobs, P., Hahn, P., & Stark, D. (1988). The effects of iron oxides on proton relaxivity. *Magnetic Resonance Imaging*, 6(6), pp. 647-653. doi:10.1016/0730-725X(88)90088-4
28. Khalil, M. (2015). Co-precipitation in aqueous solution synthesis of magnetic nanoparticles using iron(III) salts as precursors. *Arabian Journal of Chemistry*, 8(2), pp. 279-284. doi:10.1016/j.arabjc.2015.02.008
29. Knobel, M., Nunes, W. C., Socolovsky, L. M., De Biasi, E., Vargas, J. M., & Denardin, J. C. (2008). Superparamagnetism and other magnetic features in granular materials: a review on ideal and real systems. *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 8(6), pp. 2836–2857. Recuperado de <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/18681019>, (mayo, 2017).



30. Kōgyō, N. K. (2012). *Antibacterial products - test for antibacterial activity and efficacy (Amendment 1) JIS Z 2801*. Tokio, Japón: Japanese Standards Association. Recuperado de [http://zibajp.com/H.G/HG\\_Downloads/Antimicrobial%20products-Test%20for%20antimicrobial%20activity%20and%20efficacy.pdf](http://zibajp.com/H.G/HG_Downloads/Antimicrobial%20products-Test%20for%20antimicrobial%20activity%20and%20efficacy.pdf), (octubre, 2016).
31. Kolhatkar, A., Jamison, A., Litvinov, D., Wilson, R., & Lee, R. (2013). Tuning the magnetic properties of nanoparticles. *International Journal of Molecular Sciences*, 14(8), pp. 15977-16009. doi:10.3390/ijms140815977
32. Lara, P., Mena, M., Carranza, S., Garza, M., Hinojosa, M., & González, V. (2005). Síntesis y caracterización de nanocompuestos magnéticos. *Ingenierías*, VIII(29), pp. 47-51. Recuperado de [http://eprints.uanl.mx/10239/1/29\\_sintesis.pdf](http://eprints.uanl.mx/10239/1/29_sintesis.pdf), (octubre, 2016).
33. Lee, J. B., Kim, H. J., Lužnik, J., Jelen, A., Pajić, D., Wencka, M., . . . Dolinšek, J. (2014). Synthesis and magnetic properties of hematite particles in a “nanomedusa” morphology. *Journal of Nanomaterials*, 2014, pp. 191-200. doi:10.1155/2014/902968
34. Lemire, J., Harrison, J., & Turner, R. (2013). Antimicrobial activity of metals: mechanisms, molecular targets and applications. *Nature Reviews Microbiology*, 11, pp. 371-384. doi:10.1038/nrmicro3028
35. Lim, J., Yeap, S., Che, H., & Low, S. (2013). Characterization of magnetic nanoparticle by dynamic light scattering. *Nanoscale Research Letters*, 8(381), pp. 1-14. doi:10.1186/1556-276X-8-381
36. Lobato, N., Mansur, M., & Ferreira, Á. (2017). Characterization and chemical stability of hydrophilic and hydrophobic magnetic nanoparticles. *Materials Research*, pp. 1-11. doi:10.1590/1980-5373-mr-2016-0707

37. López, D., Cendoya, I., Torres, F., Tejada, J., & Mijangos, C. (2001). Preparation and caracterización of polystyrene-based magnetic nanocomposites. Thermal, mechanical and magnetic properties. *Polymer Engineering and Science*, 41(11), pp. 1845-1852. doi:10.1002/pen.10881
38. Lüllmann, H., Mohr, K., Hein, L., & Bieger, D. (2005). *Color atlas of pharmacology* (3ra. ed.). New York, Estados Unidos: Thieme Stuttgart.
39. Malato, S., Maldonado, M., Fenández-Ibáñez, P., Oller, I., Polo, I., & Sánchez-Moreno, R. (2016). Decontamination and disinfection of water by solar photocatalysis: The pilot of the Plataforma Solar de Almeria. *Material Science in Semiconductor Processing*, 42(1), pp. 15-23. doi:10.1016/j.mssp.2015.07.017
40. Mamani, J. B., Gamarra, L. F., & Brito, G. E. (2014). Synthesis and characterization of Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanoparticles with perspectives in biomedical applications. *Materials Research*, 17(3), pp. 542-549. doi:10.1590/S1516-14392014005000050
41. Ministerio del Ambiente. (2014). Norma de calidad ambiental y de descarga de efluentes: recurso agua. *Texto Unificado de Legislación Secundaria*, Anexo I del Libro VI. Recuperado de <http://www.industrias.ec/archivos/CIG/file/CARTELERA/Reforma%20Anexo%2028%20feb%202014%20FINAL.pdf>, (octubre, 2016).
42. Mohamed, A., Abd-Motagaly, A., Ahmed, O., Amin, S., & Mohamed Ali, A. (2017). Investigation of drug–polymer compatibility using chemometric-assisted UV-spectrophotometry. *Pharmaceutics*, 9(1), pp. 1-13. doi:10.3390/pharmaceutics9010007

43. Nava, J., & Pezet, F. (2002). Comparación entre CENAM, BIPM y TROEMNER para determinar la susceptibilidad magnética en una pesa de 100 g. Recuperado de <https://www.cenam.mx/publicaciones/gratuitas/descarga/simposio%202002/doctos/te075.pdf>, (octubre, 2016).
44. Neves, J., De Souza, F., Suarez, P., Umpierre, A., & Machado, F. (2011). In situ production of polystyrene magnetic nanocomposites through a batch suspension polymerization process. *Macromolecular Materials and Engineering*, 296(12), pp. 1107-1118. doi:10.1002/mame.201100050
45. Neves, J., De Souza, F., Suarez, P., Umpierre, A., & Machado, F. (2011). Synthesis of micro-sized polystyrene magnetic particles. *11° Congreso Brasileiro de Polimeros* (pp. 298-303). Campos do Jordão, SP, Brazil: Associacao Brasileira de Polimeros.
46. Nicolais, L., & Carotenuto, G. (2005). *Metal-polymer nanocomposites*. Hoboken, Estados Unidos: John Wiley & Sons.
47. Olstein, A., & Feirtag, J. (2005). Estados Unidos Patente nº US 2005/0026813 A1.
48. Pavia , D., Lampman, G., Kriz, G., & Vyvyan, J. (2013). *Introduction to spectroscopy* (5ta. ed.). Stamford, Estados Unidos: Cengage Learning.
49. Pfennig, B. (2015). *Principles of inorganic chemistry*. Hoboken, Estados Unidos: John Wiley & Sons.
50. Phu, N. D., Ngo, D. T., Huy, H. L., Luong, N. H., & Nguyen, H. H. (2011). Crystallization process and magnetic properties of amorphous iron oxide nanoparticles. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44(34), pp. 1-15. doi:10.1088/0022-3727/44/34/345002

51. Puentestar, W. (2015). *La problemáticas ambiental y el deterioro de los recursos naturales en el Ecuador. Una perspectiva desde la geografía*. (Requisito de examen complejo en la carrera de Ingeniería en Ciencias Geográficas y Desarrollo Sustentable no publicado). Quito, Ecuador: Pontificia Universidad Católica del Ecuador.
52. Reese, C. E., Guerrero, C. D., Weissman, J. M., Lee, K., & Asher, S. A. (2000). Synthesis of highly charged, monodisperse polystyrene colloidal particles for the fabrication of photonic crystals. *Colloid and Interface Science*(232), pp. 76-80. doi:10.1006/jcis.2000.7190
53. Rizzotto, M. (2012). Metal complexes as antimicrobial agents. En V. Bobbarala, *A search for antibacterial agents* (págs. pp. 73-88). Rosario, Argentina: InTech. doi:10.5772/45651
54. Rocha, F., Ansorena, E., Estella-Hermoso-de-Mendoza, A., Imbuluzqueta, E., González, D., & Blanco-Prieto, M. (2009). *Nanosistemas a base de poliésteres*. Navarra, España: Real Academia Nacional de Farmacia.
55. Rodríguez-Hernández, J. (2017). Polymers against microorganisms: on the race to efficient antimicrobial materials. doi:10.1007/978-3-319-47961-3
56. Rodríguez-Navarro, C., Dohene, E., & Sebastian, E. (2000). How does sodium sulfate crystallize? Implications for the decay and testing of building materials. *Cement and Concrete Research*, 30(10), pp. 1527-1534. doi:10.1016/S0008-8846(00)00381-1
57. Sacsquispe, R. E., & Velásquez, J. (2002). Manual de procedimiento para la prueba de sensibilidad antimicrobiana por el método de disco difusión. 1607-4904. Lima: Instituto Nacional de Salud. Recuperado de [http://www.ins.gob.pe/repositorioaps/0/4/jer/-1/manua\\_l%20sensibilidad.pdf](http://www.ins.gob.pe/repositorioaps/0/4/jer/-1/manua_l%20sensibilidad.pdf), (octubre, 2016).

58. Salaheldeen, S., Danafar, F., & Hashemipour, H. (2015). *Nanotechnology for chemical engineers*. Vancouver, Canadá: Springer Science+Business Media Singapore.
59. Strangway, D. W., & McMahon, B. E. (1967). Superparamagnetism in hematite. *Earth and Planetary Science Letters*, 2(4), pp. 367-371. doi:10.1016/0012-821X(67)90158-6
60. TeachSpin, Inc. (2015). Foundational magnetic susceptibility. *The Relaxation Times*, IV(9), págs. pp. 1-4. Recuperado de <http://nebula.wsimg.com/da939bf87f4c7673a145df6811c54b6b?AccessKeyId=027C3581808C75E81679&disposition=0&alloworigin=1>, (mayo, 2017)
61. Tempesti, P., Bonini, M., Ridi, F., & Baqlioni, P. (2014). Magnetic polystyrene nanocomposites for the separation of oil and water. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(6), pp. 1980-1984. doi:10.1039/C3TA13998K
62. Vollath, D. (2013). *Nanoparticles-nanocomposites-nanomaterials: an introduction for beginners*. Weinheim, Alemania: Wiley-VCH Verlag.
63. Watari, H., & Namba, M. (2001). Magnetophoretic behavior of single polystyrene particles in aqueous manganese (II) chloride. *Analytical Sciences*, 17(10), pp. 1233-1236. doi:10.2116/analsci.17.1233

## **ANEXOS**

**ANEXO I**

**DATOS EXPERIMENTALES DE LAS PRUEBAS PRELIMINARES  
REALIZADAS DURANTE LA SÍNTESIS DE LAS PARTÍCULAS DE  
HIERRO**

**Tabla AI.1.** Datos experimentales de las pruebas preliminares realizadas durante la síntesis de las partículas de hierro

<b>Nº Prueba</b>	<b>pH</b>	<b>Tiempo de reacción [h]</b>	<b>Atracción magnética</b>
T1-1	7	2	Negativa
T1-2		4	Negativa
T1-3		6	Negativa
T1-4		12	Negativa
T1-5		18	Negativa
T1-6		24	Negativa
T2-1	8	2	Negativa
T2-2		4	Negativa
T2-3		6	Negativa
T2-4		12	Negativa
T2-5		18	Negativa
T2-6		24	Negativa
T3-1	9	2	Negativa
T3-2		4	Negativa
T3-3		6	Negativa
T3-4		12	Parcial
T3-5		18	Parcial
T3-6		24	Parcial

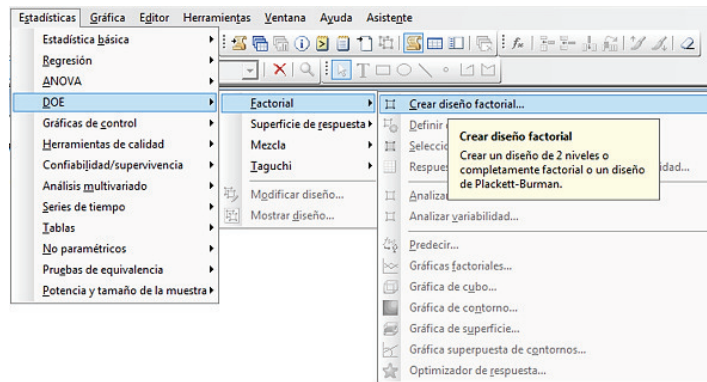
**Tabla AI.1.** Datos experimentales de las pruebas preliminares realizadas durante la síntesis de las partículas de hierro (continuación)

<b>Nº Prueba</b>	<b>pH</b>	<b>Tiempo de reacción [h]</b>	<b>Atracción magnética</b>
T4-1	10	2	Negativa
T4-2		4	Negativa
T4-3		6	Negativa
T4-4		12	Positiva
T4-5		18	Positiva
T4-6		24	Positiva
T5-1	11	2	Negativa
T5-2		4	Negativa
T5-3		6	Negativa
T5-4		12	Positiva
T5-5		18	Positiva
T5-6		24	Positiva
T6-1	12	2	Negativa
T6-2		4	Negativa
T6-3		6	Negativa
T6-4		12	Positiva
T6-5		18	Positiva
T6-6		24	Positiva

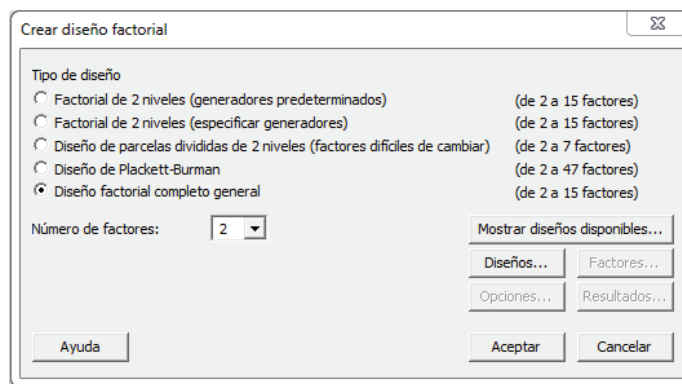


## ANEXO II

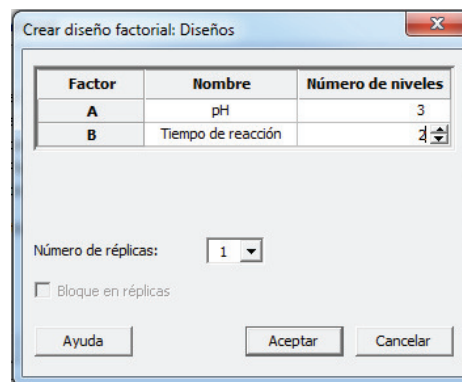
### PROCEDIMIENTO PARA EL INGRESO DE DATOS DEL DISEÑO EXPERIMENTAL EN EL SOFTWARE MINITAB 17



**Figura AII.1.** Pasos para escoger el tipo de diseño experimental a factorial



**Figura AII.2.** Ventana que especifica el tipo de diseño factorial utilizado



**Figura AII.3.** Ventana para seleccionar las variables controladas y el número de niveles de cada una

## ANEXO III

**DATOS EXPERIMENTALES PARA EL CÁLCULO DEL VALOR DE LA SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA DE CADA MUESTRA DEL DISEÑO EXPERIMENTAL DE LA SÍNTESIS DE PARTÍCULAS DE HIERO**

**Tabla AIII.1.** Datos experimentales para el cálculo del valor de la susceptibilidad magnética de cada muestra del diseño experimental de la síntesis de partículas de hierro

Nº Prueba	Masa Tubo vacío [g]	Masa Tubo + muestra [g]	Masa Muestra (m <sub>0</sub> ) [g]	Altura muestra (h) [mm]	L muestra [mm]	Área transversal (A) [m <sup>2</sup> ]	Masa muestra en campo magnético (m <sub>r</sub> ) [g]	Susceptibilidad magnética (χ)
D1	1,0731	1,2114	0,1383	10,9	11,2	1,5810×10 <sup>-4</sup>	0,1440	4,8256×10 <sup>-3</sup>
D2	1,0715	1,2227	0,1512	11,0	11,3	1,5947×10 <sup>-4</sup>	0,1533	1,7625×10 <sup>-3</sup>
D3	1,0776	1,2831	0,2055	11,5	11,8	1,6637×10 <sup>-4</sup>	0,2258	1,6331×10 <sup>-2</sup>
D4	1,0716	1,2553	0,1837	11,3	11,6	1,6361×10 <sup>-4</sup>	0,1964	1,0389×10 <sup>-2</sup>
D5	1,0734	1,2402	0,1668	11,1	11,4	1,6085×10 <sup>-4</sup>	0,1872	1,6974×10 <sup>-2</sup>
D6	1,0768	1,2715	0,1947	11,4	11,7	1,6499×10 <sup>-4</sup>	0,2171	1,8171×10 <sup>-2</sup>

*Ejemplo de cálculo:*

Para calcular la susceptibilidad magnética se ha utilizado la ecuación 2.1.

$$\chi = \frac{2\mu_0 \Delta m g}{10^3 A B^2} \quad [2.1]$$

La densidad de flujo (B) en Teslas del imán de neodimio en forma de anillo se ha calculado con la ecuación AIII.1.

$$B = \frac{B_r}{2} \left[ \frac{D + Z_0}{\sqrt{R_a^2 + (D + Z_0)^2}} - \frac{Z_0}{\sqrt{R_a^2 + Z_0^2}} - \left( \frac{D + Z_0}{\sqrt{R_i^2 + (D + Z_0)^2}} - \frac{Z_0}{\sqrt{R_i^2 + Z_0^2}} \right) \right] \quad [AIII.1]$$

Para un imán de neodimio clase N35 en forma de anillo se tienen los siguientes datos:

$$B_r = 1,17 \text{ T}$$

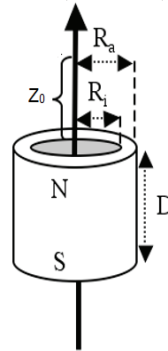
Dimensiones:

$$R_a = 0,03 \text{ m}$$

$$R_i = 0,015 \text{ m}$$

$$D = 0,002 \text{ m}$$

$$Z_0 = 0,005 \text{ m}$$



Por lo tanto, queda:

$$B = \frac{1,17 \text{ T}}{2} \left[ \frac{0,002 \text{ m} + 0,005 \text{ m}}{\sqrt{(0,03 \text{ m})^2 + (0,002 \text{ m} + 0,005 \text{ m})^2}} - \frac{0,005 \text{ m}}{\sqrt{(0,03 \text{ m})^2 + (0,005 \text{ m})^2}} - \left( \frac{0,002 \text{ m} + 0,005 \text{ m}}{\sqrt{(0,015 \text{ m})^2 + (0,002 \text{ m} + 0,005 \text{ m})^2}} - \frac{0,005 \text{ m}}{\sqrt{(0,015 \text{ m})^2 + (0,005 \text{ m})^2}} \right) \right]$$

$$B = -0,026 \text{ T}$$

En este caso se ha usado una sección de imán que representa a 1/6 del imán original, por lo tanto, B queda así:

$$B = \frac{-0,026 \text{ T}}{6} = -0,004 \text{ T}$$

Para calcular el área transversal (A) en  $\text{m}^2$  que ocupa una muestra en un tubo Eppendorf se tiene la ecuación AIII.2.

$$A = \pi \times (R + r) \times L \quad \text{[AIII.2]}$$

Para calcular L en mm se tiene la ecuación AIII.3.

$$L = \sqrt{(R + r)^2 + h^2} \quad \text{[AIII.2]}$$

Para un tubo Eppendorf se tienen las siguientes medidas

$$R = 0,005 \text{ m}$$

$$r = 0,0025 \text{ m}$$



Para la muestra D6 se tiene

$$L = \sqrt{(5 \text{ mm} + 2,5 \text{ mm})^2 + (11,4 \text{ mm})^2}$$

$$L = 11,7 \text{ mm} = 0,0117 \text{ m}$$

$$A = \pi \times (0,005 \text{ m} + 0,0025 \text{ m}) \times 0,0117 \text{ m}$$

$$A = 1,6499 \times 10^{-4} \text{ m}^2$$

$$\chi = \frac{2 \times 4\pi \times 10^{-7} \frac{\text{N}}{\text{A}^2} (0,2171 - 0,1947) \text{ g}}{10^3 \times 1,6499 \times 10^{-4} \text{ m}^2 \times (-0,024 \text{ T})^2}$$

$$\chi = 1,8171 \times 10^{-2}$$

**ANEXO IV**

**DIFRACTOGRAMAS DE LAS MUESTRAS ANALIZADAS CON LA  
TÉCNICA DE DIFRACCIÓN DE RAYOS X**

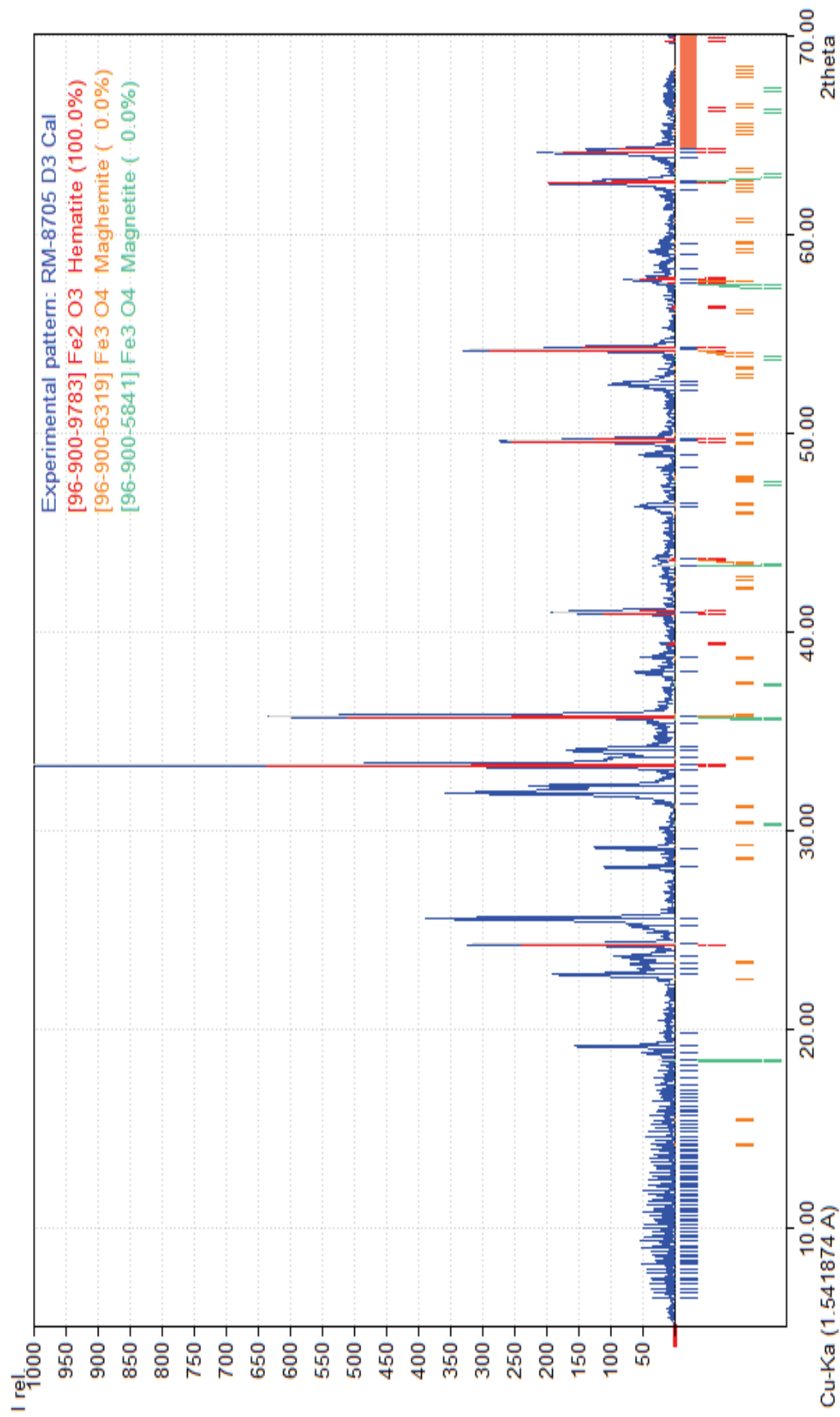


Figura AIV.1. Difractograma realizado por la técnica de DRX de la muestra D3

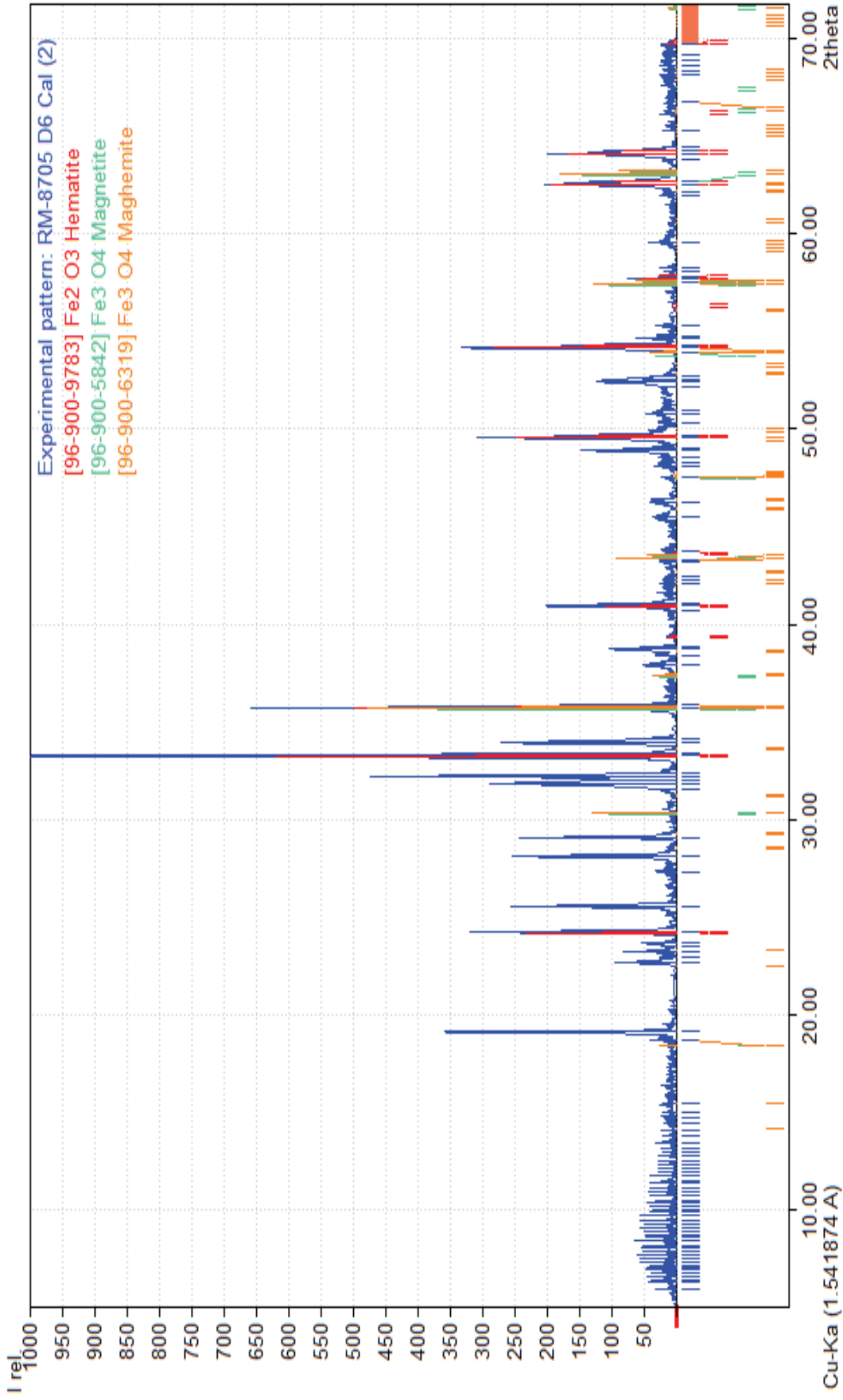


Figura AIV.2. Difractograma realizado por la técnica de DRX de la muestra D6

**ANEXO V**

**DATOS EXPERIMENTALES PARA EL CÁLCULO DEL VALOR DE LA SUSCEPTIBILIDAD MAGNÉTICA DE CADA MUESTRA DE LA INCORPORACIÓN DE PARTÍCULAS DE HIERRO EN UNA MATRIZ POLIMÉRICA DE POLI(ESTIRENO)**

**Tabla AV.1.** Datos experimentales para el cálculo del valor de la susceptibilidad magnética de cada muestra de la incorporación de partículas de hierro en una matriz polimérica de poli(estireno)

Nº Prueba	Masa Tubo vacío [g]	Masa Tubo + muestra [g]	Masa Muestra (m <sub>0</sub> ) [g]	Altura muestra (h) [mm]	L muestra [mm]	Área transversal (A) [m <sup>2</sup> ]	Masa muestra en campo magnético (m <sub>r</sub> ) [g]	Susceptibilidad magnética (χ)
PS1	-	-	-	-	-	-	-	-
PS2	-	-	-	-	-	-	-	-
PS3	1,0715	1,2505	0,1790	14	14,2	2,0105×10 <sup>-4</sup>	0,0288	-1,2103×10 <sup>-1</sup>

*Ejemplo de cálculo:*

Para calcular la susceptibilidad magnética se ha utilizado la ecuación 2.1.

$$\chi = \frac{2\mu_0 \Delta m g}{10^3 A B^2} \quad [2.1]$$

La densidad de flujo (B) del imán de neodimio en forma de anillo se ha calculado de igual forma que en el Anexo II con la ecuación AIII.1. por lo tanto, se tiene B = -0,004 T

El cálculo del área transversal también se ha tomado de referencia la ecuación AIII.2. del Anexo III.



Entonces para la muestra PS3 se tiene:

$$\chi = \frac{2 \times 4\pi \times 10^{-7} \frac{\text{N}}{\text{A}^2} (-0,0028 - 0,1790)\text{g}}{10^3 \times 2,0105 \times 10^{-4} \text{m}^2 \times (-0,024 \text{T})^2}$$

$$\chi = -1,2103 \times 10^{-1}$$