



EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO®

Instituto Tecnológico de Saltillo

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE SALTILLO

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



**“SÍNTESIS Y ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES ESTRUCTURALES Y
MORFOLÓGICAS DE NANOFERRITAS DE $MgFe_2O_4$ ”**

TESIS

QUE PRESENTA:

ING. ISAAC DAVID MEZA LUCIANO

PARA OBTENER EL GRADO DE:

MAESTRO EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES

DIRIGIDA POR:

Dra. Perla Janet Reséndiz Hernández
Directora

SALTILLO, COAHUILA, MÉXICO.

JUNIO 2021



Instituto Tecnológico de Saltillo

Saltillo, Coahuila, **21/Mayo/2021**

DR. JAIME ENRIQUE PÉREZ TERRAZAS
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE
POSGRADO E INVESTIGACIÓN
PRESENTE.

Los que suscribimos, integrantes del Comité Tutorial nombrados para dar seguimiento y examinar el manuscrito de la tesis titulada:

“SÍNTESIS Y ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES ESTRUCTURALES Y MORFOLÓGICAS DE NANOFERRITAS DE $MgFe_2O_4$ ”

Que presenta el candidato al Grado de MAESTRO EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES:

“ISAAC DAVID MEZA LUCIANO”

Reunidos para tal efecto, y después de intercambiar opiniones, manifestamos nuestra aceptación a dicho trabajo en virtud de que satisface los requerimientos técnicos, científicos y de redacción que requiere el nivel del grado a obtener, ya que se han realizado las correcciones que cada uno en particular consideró pertinentes.

Por tal motivo este Comité autoriza la presentación e impresión del manuscrito de tesis en mención.

ATENTAMENTE
“EL COMITÉ TUTORIAL DE TESIS”

PERLA JANET RESÉNDIZ HERNÁNDEZ
DIRECTOR DE TESIS

ROCÍO MARICELA OCHOA PALACIOS
SINODAL

JAIME ENRIQUE PÉREZ TERRAZAS
SINODAL





"2020, Año de Leona Vicario, Benemérita Madre de la Patria"

Saltillo, Coahuila, **21/Mayo/2021**

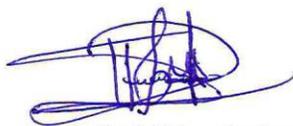
Asunto: Carta de cesión de derechos

DR. JAIME ENRIQUE PÉREZ TERRAZAS
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE
POSGRADO E INVESTIGACIÓN
PRESENTE.

Por medio de la presente, quienes suscriben, Ing. Isaac David Meza Luciano y Dra. Perla Janet Reséndiz Hernández, nos permitimos informarle que declaramos nuestra conformidad para ceder los derechos del documento de tesis, titulado "Síntesis y estudio de las propiedades estructurales y morfológicas de nanoferritas de MgFe₂O₄", el cual certificamos es trabajo original, al Instituto Tecnológico de Saltillo.

Lo anterior con el fin de que sea dispuesto de manera pública por el Instituto Tecnológico de Saltillo, para su libre consulta y, de ser el caso, su contenido sea citado y referenciado por terceros.

Estando de acuerdo y conformes en lo establecido en la cesión de derechos, firmamos el documento para constancia y efectos legales necesarios.

Cedentes	
 <u>Isaac David Meza Luciano</u> Estudiante	 <u>Perla Janet Reséndiz Hernández</u> Directora de tesis





EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de
Saltillo

Saltillo, Coahuila, 02/junio/2021

OFICIO No. DEPI/033/2021

ISAAC DAVID MEZA LUCIANO
CANDIDATO AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES
PRESENTE

Por este conducto tengo el agrado de comunicarle que el Comité Tutorial nombrado para dar seguimiento a su trabajo de tesis, titulado "SÍNTESIS Y ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES ESTRUCTURALES Y MORFOLÓGICAS DE NANOFERRITAS DE MGFE2O4", ha informado a esta División de Estudios de Posgrado e Investigación que su trabajo satisface los elementos técnicos y científicos necesarios para su presentación. Así mismo, se cuenta en esta División con las evidencias de que Usted cumple con los requisitos académicos necesarios para la presentación de este trabajo. Por lo anterior, se le autoriza a que proceda con la Impresión Definitiva de su trabajo de tesis.

Deseándole el éxito en el logro de sus metas y sus aspiraciones profesionales, reciba un cordial saludo.

A T E N T A M E N T E
Excelencia en Educación Tecnológica.

DR. JAIME ENRIQUE PÉREZ TERRAZAS
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

ccp. Archivo
ccp. Departamento de Servicios Escolares

JEPT/jept



Blvd. Venustiano Carranza No. 2400, Col. Tecnológico,
C.P. 25280, Saltillo, Coahuila, Tel/Fax: 844 438-95-00
Rev. 15 Rev. 14
www.its.mx



Agradecimientos

Mis agradecimientos al Instituto Tecnológico de Saltillo por darme la oportunidad de ingresar al programa de estudios de Maestría en Ciencias de los Materiales y por permitirme el acceso a sus instalaciones para llevar a cabo el desarrollo experimental del presente proyecto de investigación de igual manera agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por el apoyo económico aportado para la realización de este posgrado.

Agradezco infinitamente a la Dra. Perla Janet Reséndiz Hernández por aceptarme en este proyecto de tesis y darme la oportunidad de aprender cosas nuevas y también por tener la disposición de instruirme en todo momento. Gracias por sus consejos y enseñanzas en el ámbito personal y profesional, han sido de mucha ayuda en la toma de decisiones para mi crecimiento personal y académico. ¡Muchas gracias!

Agradezco a mis revisores el Dr. Jaime Enrique Pérez Terrazas y a la Dra. Rocío Maricela Ochoa Palacios por el tiempo brindado en cada revisión de seminarios y por su valiosa aportación para este proyecto de investigación.

Quiero agradecer a mis compañeros de posgrado por todo el apoyo y consejos brindados durante esta etapa de mi vida, gracias porque sin ellos no hubiese sido igual el llegar hasta aquí.

De manera muy personal, con todo mi amor y cariño agradezco infinitamente a Dios por dirigirme y poner en mi vida a personas valiosas que me ayudan a crecer y seguir adelante. También agradezco a mi familia, mis papás, hermanos, tías y tíos que siempre me brindaron su apoyo incondicional, en especial a mi tío Antonio que está en el cielo; sus sabias palabras me impulsan a seguir adelante y siempre estarán en mi corazón. ¡Los amo, gracias por todo!

ÍNDICE

RESUMEN	iii
ABSTRACT	v
OBJETIVOS	vii
Objetivo General.....	vii
Objetivos Específicos.....	vii
JUSTIFICACIÓN	viii
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	ix
HIPÓTESIS	x
I. INTRODUCCIÓN	1
II. ANTECEDENTES	2
III. MARCO TEÓRICO	5
3.1 Nanotecnología	5
3.2 Nanomateriales	5
3.3 Nanopartículas magnéticas	6
3.4 Magnesio	7
3.5 Ferritas	7
3.5.1 Ferritas de magnesio	8
3.6 Métodos de síntesis para la obtención de ferritas de magnesio	9
3.6.1 Coprecipitación química	9
3.6.2 Microemulsión	12
3.6.3 Sol-gel	13
3.7 Técnicas de caracterización	16
3.7.1 Análisis termogravimétrico y térmico diferencial (ATG-ATD)	16
3.7.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	17
3.7.3 Difracción de Rayos X	19
3.7.4 Microscopía electrónica de Barrido (MEB-EDS)	20
IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL	22
4.1 Síntesis por coprecipitación química de nanoferritas de magnesio	22
4.2 Matriz experimental de evaluación	25
4.3 Técnicas de caracterización usadas para la ferrita de magnesio	27
4.3.1 Análisis termogravimétrico (ATG) y análisis térmico diferencial (ATD)	27

4.3.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	27
4.3.3 Difracción de Rayos X (DRX).	28
4.3.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB) y Espectroscopía por Dispersión de Energía (EDS).	29
V. RESULTADOS	30
5.1 Análisis térmicos ATG-ATD.....	30
5.2 Análisis de Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).	33
5.3 Análisis de difracción de rayos X (DRX).	36
5.4 Análisis por Microscopia electrónica de barrido MEB-EDS.....	45
VI. CONCLUSIONES.....	53
VII. TRABAJO A FUTURO	55
VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	56
IX. ANEXOS	60

RESUMEN

Los óxidos cerámicos magnéticos son algunos de los materiales más prometedores para aplicaciones biomédicas en el tratamiento seguro y eficaz de una gran variedad de enfermedades, entre ellas el cáncer. La síntesis y caracterización de ferritas de magnesio (MgFe_2O_4) se reportan en este trabajo con la finalidad de establecer su posible utilización en el tratamiento de esta enfermedad.

Las ferritas se obtuvieron mediante un método de síntesis de vía húmeda llamado coprecipitación química que se llevó a cabo con los siguientes parámetros determinados: se empleó una relación estequiométrica de Fe:Mg de 2:1 respectivamente; sintetizándolas a una velocidad de agitación mecánica de 550, 750 y 900 RPM. Posteriormente las muestras sintetizadas se llevaron a tratamientos térmicos de 500 °C a 900°C.

El estudio de las características estructurales y morfológicas se llevaron a cabo a través de análisis termogravimétricos y térmicos diferenciales (ATG-ATD), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR), difracción de rayos X (DRX) y microscopía electrónica de barrido - espectroscopía por dispersión de energía (MEB-EDS).

De acuerdo a los resultados obtenidos mediante los análisis térmicos (ATG-ATD) fue posible determinar las transiciones de fase y las temperaturas idóneas de tratamiento térmico para favorecer a la formación de la fase deseada.

A través de FTIR se pudo determinar la huella dactilar de la ferrita de magnesio plasmando sus bandas características.

Mediante DRX fue posible analizar las fases presentes en los materiales y el porcentaje de las mismas corroborando la presencia de MgFe_2O_4 y fases secundarias como la hematita y la magnetita, asimismo se determinó el tamaño de partícula empleando la ecuación de Scherrer a partir de los patrones de difracción obtenidos, en donde se encontró un rango de tamaño de partícula entre 7 y 20 nm;

con una estructura cristalina tipo espinela inversa. Ideales para su uso en aplicaciones biomédicas.

Los resultados de MEB presentan aglomeraciones de forma esféricas cuyos tamaños fueron de 60 a 1000 nm de las nanopartículas obtenidas, mientras los EDS muestran el análisis cualitativo y cuantitativo de los elementos que conforman la ferrita de magnesio, lo cual corrobora la estequiometría 2:1 planteada en el presente proyecto de investigación.

ABSTRACT

Magnetic ceramic oxides are some of the most promising materials for biomedical applications in the safe and effective treatment of a wide variety of diseases, including cancer. The synthesis and characterization of magnesium ferrites (MgFe_2O_4) are reported in this work in order to establish their possible use in the treatment of this disease.

Ferrites were obtained by means of a wet synthesis method called chemical coprecipitation that was carried out with the following determined parameters: a stoichiometric ratio of Fe:Mg of 2:1 respectively; they were synthesized at a mechanical stirring speed of 550, 750 and 900 rpm and from 500 °C to 900 °C of thermal treatment.

The study of structural and morphological characteristics was carried out through Differential Thermal and Thermogravimetric Analysis (TGA-DTA), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), X-ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersion Spectroscopy (SEM-EDS).

According to the results obtained through the thermal analyzes (ATG-ATD) it was possible to determine the phase transitions and the ideal temperatures for thermal treatment to favor the formation of the desired phase. While with FTIR determined the characteristic bands of the magnesium ferrite

XRD was possible to analyze the phases present in the material and the percentage of the same corroborating the presence of MgFe_2O_4 and phase secondary as hematite and magnetite; particle size was also determined using the Scherrer equation from the diffraction patterns obtained, where a particle size range between 7 and 20 nm was found; with an inverse spinel-like crystalline structure. Ideal for use in biomedical applications.

The SEM results present spherical agglomerations whose sizes were from 60 to 1000 nm of the nanoparticles obtained, while the EDS show the qualitative and

quantitative analysis of the elements that make up the magnesium ferrite, which corroborates the 2: 1 stoichiometry proposed in this research project.

OBJETIVOS

Objetivo General

Sintetizar partículas nanoestructuradas de ferrita de magnesio (MgFe_2O_4) empleando el método de síntesis húmeda por coprecipitación química determinando sus propiedades estructurales y morfológicas.

Objetivos Específicos

- Sintetizar ferritas nanoestructuradas de fórmula MgFe_2O_4 mediante coprecipitación química (CQ).
- Determinar las condiciones de reacción necesarias durante los procesos de síntesis para la obtención de la ferrita de MgFe_2O_4 por el método de CQ.
- Evaluar las características microestructurales y morfológicas de las ferritas MgFe_2O_4 mediante difracción de rayos X (DRX), microscopía electrónica de barrido-espectroscopía por dispersión de energía (MEB-EDS), análisis térmico (ATG-ATD) y espectroscopía infrarroja transformada de Fourier (FTIR).
- Analizar el efecto que tiene la temperatura de tratamiento térmico en las características estructurales de las ferritas MgFe_2O_4 .
- Analizar las fases obtenidas en la síntesis de las ferritas y sus porcentajes.
- Analizar el tamaño de cristalita de las partículas obtenidas mediante el método de síntesis empleado.

JUSTIFICACIÓN

En la actualidad la investigación del uso de nanoferritas para el tratamiento de tumores malignos, ha cobrado vital importancia en la ciencia de los materiales, aun cuando es una de las terapias que se ha estudiado desde hace ya muchos años. Esta terapia consiste en inducir mediante absorción de radiofrecuencia, un campo magnético sobre una región específica del cuerpo que posea una tumoración, con la finalidad de reducirla o eliminarla. Uno de las aplicaciones biomédicas del desarrollo de materiales nanoestructurados tales como las ferritas se centra en enfermedades como el cáncer, el cual es un proceso patológico de una gran importancia social. La OMS calcula que en 2005 fallecieron 7,6 millones de personas por cáncer, lo cual representa el 13% de las defunciones a nivel internacional. El cáncer no es un problema para las naciones ricas, pues está en todo el mundo. Alrededor del 70% de las defunciones por cáncer suceden en países de clase media-baja. El concepto de esta enfermedad es genérico y designa a un extenso conjunto de patologías que tienen la posibilidad de perjudicar cualquier parte del cuerpo; además se habla de tumores malignos o neoplasias. El cáncer también es conocido por su rápida multiplicación de células anormales que se extienden más allá de los límites normales y tienen la posibilidad de llegar a partes adyacentes del cuerpo y propagarse a otros órganos. A este proceso se le conoce como metástasis la cual es la causa principal de muerte por cáncer [1].

El presente trabajo de tesis pretende resolver experimentalmente la necesidad de generación de conocimiento actual científico y tecnológico relacionado con el estudio de la síntesis y propiedades estructurales y morfológicas de nanoferritas de $MgFe_2O_4$ con potenciales aplicaciones biomédicas.

PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La utilización de la nanotecnología en distintas áreas del ámbito científico ha permitido el desarrollo de diferentes materiales para su aplicación, permitiendo la solución de distintos problemas sociales dentro de los cuales podemos nombrar los ambientales y de salud. Particularmente la aplicación de la nanotecnología en el sector médico ha sido el fundamento de muchos de los estudios relacionados a la obtención de nanocompuestos con aplicaciones en el desarrollo de liberación controlada de fármacos, terapia genética, ingeniería de tejidos, agentes de contraste para resonancia magnética, e inductores de hipertermia; esto con el fin de que el tratamiento contra el cáncer desarrolle procedimientos alternos y menos agresivos para el organismo.

Debido a que en la actualidad el índice de cáncer en diferentes partes del organismo del ser humano ha ido en aumento se pretende investigar el método de síntesis de coprecipitación química y evaluar el proceso para la obtención de nanoferritas de $MgFe_2O_4$ que cumplan con propiedades estructurales y morfológicas para su potencial aplicación en el campo biomédico, y de esta manera, se pretende resolver experimentalmente la necesidad de generación de conocimiento actual, científico y tecnológico relacionado con ferritas nanoestructuradas para dichas aplicaciones.

HIPÓTESIS

Empleando una ruta de síntesis denominada coprecipitación química, es viable la síntesis de partículas nanoestructuradas de ferrita de magnesio de fórmula $MgFe_2O_4$, a temperaturas más bajas que las utilizadas en métodos convencionales y con las propiedades estructurales y morfológicas idóneas para su aplicación en el área biomédica.

I. INTRODUCCIÓN

La nanotecnología y su amplio campo de aplicación hoy en día han sido de interés para diferentes disciplinas de la ciencia de los materiales. Una de las ramas de la nanotecnología es el estudio de propiedades de nanomateriales para aplicaciones biomédicas, entre estos nanomateriales destacan las ferritas nanométricas (nanoferritas). El uso de estos materiales en aplicaciones biomédicas es de gran importancia ya que se busca que el material sea del tamaño similar a biomoléculas, tales como receptores, anticuerpos y ácidos nucleicos, y su morfología esférica que permita la interacción con un medio biológico. Estas estructuras nanométricas constantemente tienen la posibilidad de resolver los inconvenientes de solubilidad y estabilidad que muestran formulaciones clásicas fundamentadas en biomoléculas por medio de procesos de modificación superficial; algunas estructuras nanométricas muestran novedosas propiedades físicas, como por ejemplo las ferritas poseen propiedades de superparamagnetismo, donde una vez que se retira el campo magnético no existe magnetización remanente. Por consiguiente, únicamente se convierten en magnéticas en presencia de inducción magnética aplicada por un campo externo y al momento de retirar el campo magnético vuelven a su estado no magnético. En tal sentido, las nanoferritas pueden ser empleadas para la eliminación de tumores por medio del calentamiento (uso de la hipertermia), ofreciendo atractivas soluciones para aplicaciones en el área biomédica [2].

El principio del amplio funcionamiento magnético de las nanoferritas consiste en que sus propiedades estructurales y morfológicas tienen una gran dependencia de su composición química así como de la forma de distribución de los cationes en la estructura tipo espinela [3].

En el presente trabajo se analizan las propiedades estructurales y morfológicas de nanoferritas de $MgFe_2O_4$ obtenidas mediante una ruta de síntesis por vía húmeda conocida como coprecipitación química para su potencial aplicación en el área biomédica.

II. ANTECEDENTES

A través del tiempo, la búsqueda de nanomateriales para aplicaciones en diferentes ramas de la ciencia ha captado la atención de científicos y está teniendo auge en la ciencia de la nanotecnología; particularmente en el estudio de diferentes métodos de síntesis con nanoferritas.

El uso de partículas nanométricas de óxido de hierro (Fe_3O_4) y óxidos de hierro sustituidos (MFe_2O_4 donde $\text{M}=\text{Co}$, Mn , Zn , Mg , etc.) para aplicaciones biomédicas se ha estudiado ampliamente [4].

La aplicabilidad efectiva de estas nanopartículas se debe a sus características físicas y químicas, que son muy sensibles a su forma esférica y tamaño nanométrico. La forma y el tamaño de estas nanopartículas pueden controlarse eficazmente mediante la ruta de síntesis empleada [5].

Las ferritas de metales de transición son óxidos de hierro comunes con una estructura de espinela inversa cúbica [6]. La fórmula general de estos compuestos es MFe_2O_4 , donde M es un ion metálico divalente o una mezcla de ellos [7]. Estas ferritas se pueden sintetizar mediante diferentes técnicas, incluidos los métodos de precipitación y coprecipitación [8-9], el método sol-gel [10], el procesamiento mecanoquímico [11], la deposición en fase gaseosa y la técnica de microemulsión [6].

Las nanopartículas de MgFe_2O_4 han sido estudiadas para varias aplicaciones en diferentes ramas de la ciencia por ejemplo; sin recubrimiento tienen una biocompatibilidad más alta que ZnFe_2O_4 y NiFe_2O_4 , porque el magnesio es un cofactor en las reacciones enzimáticas y se requiere para la síntesis de proteínas y ácidos nucleicos en el proceso del ciclo celular, y una parte de la integridad del citoesqueleto y mitocondrial [12-13]. Además, estas nanopartículas recubiertas con quitosano exhiben la mayor viabilidad celular, debido a la baja toxicidad y la naturaleza antibacteriana del quitosano. Khoti y colaboradores informaron que existe más del 86% de viabilidad celular de las nanopartículas de MgFe_2O_4 recubiertas con dextrano para concentraciones de hasta 1.8 mg/mL [14].

Se ha investigado el comportamiento de nanopartículas MgFe_2O_4 para combatir células cancerosas a través de la hipertermia. Estas nanopartículas pueden ser agentes de calentamiento más interesantes para la hipertermia en comparación con las otras ferritas porque el magnesio es un elemento biocompatible (oligoelemento esencial) [15]. Además, las características magnéticas tales como la magnetización de saturación, la susceptibilidad magnética y la tasa de generación de calor de las nanopartículas magnéticas se pueden mejorar fácilmente mediante el ajuste preciso de la composición, la distribución de cationes, el tamaño de partículas y la distribución de tamaños mediante el método de síntesis.

S. Akbari, y colaboradores [16] sintetizaron nanopartículas de ferrita de magnesio monofásicas mediante el método de coprecipitación en presencia de agente de alcohol de polivinílico (PVA, por sus siglas en inglés) como un polímero soluble en agua, lineal y flexible para reducir la distribución del tamaño; se prepararon mediante el método de coprecipitación seguido de tratamientos térmicos a $700\text{ }^\circ\text{C}$ durante 1 hora. Se investigaron los efectos del agente de alcohol polivinílico (PVA) sobre las propiedades estructurales, microestructurales, magnéticas y de calentamiento por inducción magnética de las nanopartículas de MgFe_2O_4 . La estructura y las distribuciones de cationes investigadas por el método de difracción de rayos X mostraron que los polvos de MgFe_2O_4 monofásicos tenían una estructura de espinela parcialmente inversa en la cual el coeficiente de inversión aumentaba al agregar más PVA. El tamaño de partícula pequeño y la distribución de tamaño estrecho de los polvos de MgFe_2O_4 coprecipitados caracterizados por microscopía electrónica de barrido se lograron usando un agente de PVA. Las propiedades magnéticas de estas nanopartículas estudiadas por magnetometría de muestra vibrante mostraron características ferrimagnéticas con la mayor saturación de magnetización y coercitividad de 24.6 emu/g y 17 Oe , respectivamente; también fueron coprecipitadas recubiertas con PVA donde exhibieron una temperatura de calentamiento por inducción magnética más baja de $5.6\text{ }^\circ\text{C}$ y una potencia de pérdida específica de 2.4 W/g en comparación con $6.1\text{ }^\circ\text{C}$ y 2.7 W/g para los polvos coprecipitados sin usar PVA.

La magnetización de saturación aumentó de 13.4 a 24.6 emu/g con la adición de PVA, que se correlacionaron con la distribución de cationes entre los sitios tetraédrico y octaédrico. La generación de calor se atribuyó a la pérdida de histéresis debido al mayor tamaño de partícula en la que por consecuencia se obtuvo un menor comportamiento superparamagnético. Los procesos de magnetización irreversibles en un campo magnético de corriente alterna (CA) condujeron a la pérdida de histéresis.

Aunque el método de coprecipitación química es adecuado para la producción en masa de nanoferritas magnéticas, requiere un ajuste cuidadoso de las condiciones de reacción para la formación de partículas [17].

Las nanopartículas magnéticas en el régimen superparamagnético tienen una alta eficiencia de calentamiento incluso si su coercitividad es igual o cercana a cero. El uso de nanopartículas superparamagnéticas también resuelve varios problemas asociados con los agentes de calentamiento ferromagnéticos, es decir, no queda magnetización residual después de la terapia y se requiere un campo magnético más bajo para un calentamiento efectivo y significativo del tejido. Además, estudios proporcionan un excelente sistema de nanopartículas superparamagnéticas, que puede usarse como agente de calentamiento para la aplicación de hipertermia magnética [18].

Tomando en consideración el análisis de los antecedentes hasta ahora expuestos, se requiere seguir analizando la nanoferrita de $MgFe_2O_4$ para generar nuevo conocimiento científico y tecnológico que permita retroalimentar información acerca de sus propiedades estructurales y morfológicas, con potenciales aplicaciones en aplicaciones biomédicas mediante el análisis de resultados obtenidos a partir de la ruta de síntesis de coprecipitación química.

III. MARCO TEÓRICO

3.1 Nanotecnología

La nanotecnología es la ciencia que participa en diseñar, producir y emplear estructuras y objetos cuyas dimensiones son en escala de 0.1 milésimas de milímetro (es decir 100 nanómetros) o menos.

La nanotecnología es una revolución potencial en el desarrollo de diversas y novedosas modalidades diagnósticas y terapéuticas en varios campos de la medicina y funciona a través de 4 principios principales:

- 1) la nanotecnología investiga y clasifica información de nanomateriales a partir de sus nanopartículas
- 2) las nanopartículas pueden unirse a otros materiales de implicaciones diagnósticas y terapéuticas, ayudando así a atacar específicamente los tejidos necesarios
- 3) sirven como herramientas de entrega específicas para materiales a través de diversas barreras selectivas
- 4) sus propiedades asociadas de conductancia eléctrica y carga permiten la estimulación de las células locales para inducir la regeneración y el crecimiento del tejido.

La mayor parte de la utilidad clínica de esta tecnología se basa en estos principios, que son virtudes de las propiedades físicas, químicas y biológicas innatas (tamaño, forma, propiedades de la superficie y carga) de las nanopartículas. Estos se pueden usar para crear nanorobots, que realizan funciones a nivel celular. Actualmente, la nanotecnología todavía está en sus primeras etapas; sin embargo, tiene el potencial de convertirse en una modalidad de tratamiento de vanguardia en el futuro [19].

3.2 Nanomateriales

La Iniciativa Nacional de Nanotecnología de los Estados Unidos (NNI) y la Comisión Europea (CE) definen los materiales a nanoescala para tener una o más dimensiones dentro del rango de 1 a 100 nm, aunque la CE va más allá al incluir una proporción de partículas que necesitan estar en ese rango (es decir, > 50%).

Los materiales a nanoescala pueden existir naturalmente o ser el resultado de procesos de fabricación [20].

Las respuestas biológicas a la exposición a nanomateriales están influenciadas por las propiedades fisicoquímicas de los nanomateriales, incluidos el tamaño, la forma, las propiedades de la superficie, la biocompatibilidad y la química. La biocompatibilidad de los nanomateriales en los sistemas biológicos es un aspecto esencial de la toxicidad de partículas y fibras, ya que la baja biocompatibilidad de los nanomateriales puede aumentar el riesgo de un resultado adverso [21].

3.3 Nanopartículas magnéticas

Las nanopartículas magnéticas tienen respuesta magnética a través de un campo magnético en donde se infiere una propiedad específica. En los últimos años, las nanopartículas magnéticas han cumplido un papel cada vez más importante en las aplicaciones biomédicas y han sido objeto de extensas investigaciones. Las propiedades físicas, incluido el tamaño de las nanopartículas, la composición y la química de la superficie, varían ampliamente e influyen en sus propiedades biológicas y farmacológicas y, en última instancia, en sus aplicaciones clínicas.

En la mayoría de las aplicaciones previstas, las partículas funcionan mejor cuando el tamaño de las nanopartículas está por debajo de un valor crítico, que depende del material, pero generalmente es de alrededor de 10-20 nm. Luego, cada nanopartícula se convierte en un dominio magnético único y muestra un comportamiento superparamagnético cuando la temperatura está por encima de la llamada temperatura de bloqueo. Dichas nanopartículas individuales tienen un gran momento magnético constante y se comportan como un átomo paramagnético gigante que consta de tener una respuesta rápida a los campos magnéticos aplicados con baja remanencia (magnetismo residual) y coercitividad (el campo requerido para llevar la magnetización a cero). Estas características hacen que las nanopartículas superparamagnéticas sean muy atractivas para una amplia gama de aplicaciones biomédicas porque el riesgo de formar aglomerados es insignificante a temperatura ambiente [22].

3.4 Magnesio

El magnesio es conocido como el cuarto catión más abundante del cuerpo y el segundo catión con mayor prevalencia del líquido intracelular. El total de magnesio en el cuerpo es de 25 g, del cual el 60% está en complejo con el calcio en hueso. Un tercio del magnesio es intercambiable con el suero. Los requerimientos son 400 mg/día para hombres y 300 mg/día para mujeres; una dosis arriba de 600 mg puede causar diarrea y durante la lactancia se incrementan los requerimientos. El magnesio es un elemento primordial para llevar a cabo alrededor de 300 reacciones bioquímicas en el cuerpo humano las cuales ayudan a conservar el funcionamiento normal de nervios y músculos, ofrece soporte para mantener sano el sistema inmunológico, sustenta los latidos del corazón y contribuye a que los huesos se mantengan sanos y fuertes.

El rango normal del nivel de magnesio sérico en la sangre es de 1.8 a 2.2 mg/dL. En los glóbulos rojos el contenido de magnesio es de 5 mEq/L, en el tejido muscular es de 20 mEq/L. Alrededor del 70% del magnesio existe en estado libre, el 30% restante está unido a proteínas plasmáticas (25% con la albumina y 5% con globulina).

El magnesio es el activador de enzimas que se encuentran en el organismo, estas son: la ATP (trifosfato de adenosina), fosfatasa alcalina, hexocinasa, fructocinasa, entre otras; las cuales sin este elemento no podrían realizar su función correspondiente. Por otro lado, la irritabilidad neuromuscular es disminuida por el magnesio. También la captación de glucosa insulino-dependiente es disminuida en la deficiencia de magnesio y los suplementos de magnesio mejoran la tolerancia a la glucosa [23].

3.5 Ferritas

Las ferritas han atraído una inmensa atención de la sociedad científica gracias a sus nuevas características y aplicaciones tecnológicas, en especial cuando el tamaño de partículas se acerca a la escala nanométrica [2].

Las ferritas suelen ser compuestos cerámicos ferro o ferromagnéticos no conductores derivados de óxidos de hierro como la hematita (Fe_2O_3) o la magnetita (Fe_3O_4), así como los óxidos de otros metales.

Los materiales ferrimagnéticos exhiben magnetización permanente, así como buenas propiedades dieléctricas. Algunas ferritas exhiben propiedades magneto-dieléctricas útiles a bajas frecuencias y otras a altas frecuencias. Tienen una baja coercitividad y se denominan ferritas blandas [24].

Entre las ferritas, las ferritas de espinela tienen notables propiedades magnéticas y eléctricas. Las ferritas nanométricas con un tamaño de partícula uniforme y una distribución de tamaño estrecha son deseables para una variedad de aplicaciones, como la administración dirigida de medicamentos, imágenes médicas, almacenamiento de datos magnéticos y otras aplicaciones biomédicas. [3].

3.5.1 Ferritas de magnesio

Las ferritas de magnesio son materiales potenciales para diversas aplicaciones debido a su alta resistividad eléctrica, bajas pérdidas magnéticas y dieléctricas [3]. Tiene una estructura cristalina tipo espinela, es un material semiconductor magnético blando y tiene una resistividad eléctrica muy alta (10^8 – $10^{10} \Omega \cdot \text{cm}$) junto con una baja pérdida dieléctrica en la región de alta frecuencia [25-26].

La ferrita de magnesio es un sistema de material magnético particularmente importante. Sus nanopartículas pueden poseer nuevas propiedades magnéticas, particularmente un comportamiento superparamagnético. Hay un orden magnético bien definido dentro de cada nanopartícula. Además, las nanopartículas de ferrita de estructura cristalina tipo espinela proporcionan excelentes sistemas experimentales en los que se puede estudiar la correlación entre la química de la estructura cristalina y las propiedades superparamagnéticas de las nanopartículas magnéticas. Cuando M en la fórmula química de la ferrita de espinela es un metal que no tiene momento magnético como el Mg^{2+} , los acoplamientos magnéticos se originan puramente del momento magnético de los cationes Fe y puede ser relativamente más débil [27].

3.6 Métodos de síntesis para la obtención de ferritas de magnesio

Hay diferentes formas de sintetizar o de obtener un material, pueden ser por métodos tradicionales o métodos avanzados. Los métodos avanzados involucran reacciones químicas específicas y rutas de síntesis específicas como es el caso de las vías húmedas que pueden ser por coprecipitación química, microemulsión, sol-gel entre otros.

3.6.1 Coprecipitación química

La coprecipitación química es un método de síntesis con un procedimiento convencional de partículas de óxidos metálicos de escala nanométrica, este método se realiza desde disoluciones de sales precursoras en medios acuosos o ácidos. De manera general, la coprecipitación de los iones metálicos es lograda desde la adición de disoluciones acuosas de álcalis como, por ejemplo, el hidróxido de amonio (NH_4OH) o hidróxido de sodio (NaOH). Luego, el precipitado obtenido es lavado y filtrado para remover restos de sales e hidróxidos involucrados en el proceso de precipitación. Finalmente, dependiendo el análisis del método, el precipitado es llevado a tratamiento térmicos determinados para la obtención del óxido de interés [28].

A lo largo del proceso de coprecipitación se realizan varias reacciones a la vez, las cuales son: la nucleación, crecimiento, engrosamiento o ensanchamiento y procesos de aglomeración. Generalmente, las reacciones de coprecipitación tienden a exponer las siguientes propiedades:

- Los resultados de las reacciones de precipitación son normalmente una clase de productos sutilmente solubles que requieren condiciones para ser formadas como la alta supersaturación.
- Al efectuar esta condición; la nucleación se convierte en un paso importante en el procedimiento de precipitación en donde iniciará la formación de un gran número de pequeñas partículas
- Los procesos colaterales como la maduración de Ostwald, afectan radicalmente la morfología, el tamaño y propiedades de la muestra

- Las condiciones de supersaturación elementales que inducen en la precipitación son generalmente el producto de la reacción química de interés. Por ejemplo, las condiciones que se utilicen en la reacción, que se relacione con el procedimiento de agitación (la velocidad de adición de los reactivos y la velocidad de agitación en el precipitado) éstas deben ser altamente consideradas para la morfología, control de tamaño y distribución de partículas [29].

La obtención de nanopartículas de óxidos metálicos por el método de síntesis de coprecipitación química pueden clasificarse en dos categorías: las que desarrollan un óxido de manera directa y las que precipitan y obtienen muestras conocidas como precursor, las cuales, posteriormente deben ser llevadas a un proceso llámese secado, tratamiento térmico, etc. Diversas nanoferritas se pueden obtener mediante la coprecipitación por tratamientos térmicos de productos de hidróxidos. A continuación, en la figura 3.1 se presenta un esquema del proceso de síntesis por coprecipitación química para la obtención de un óxido de interés.

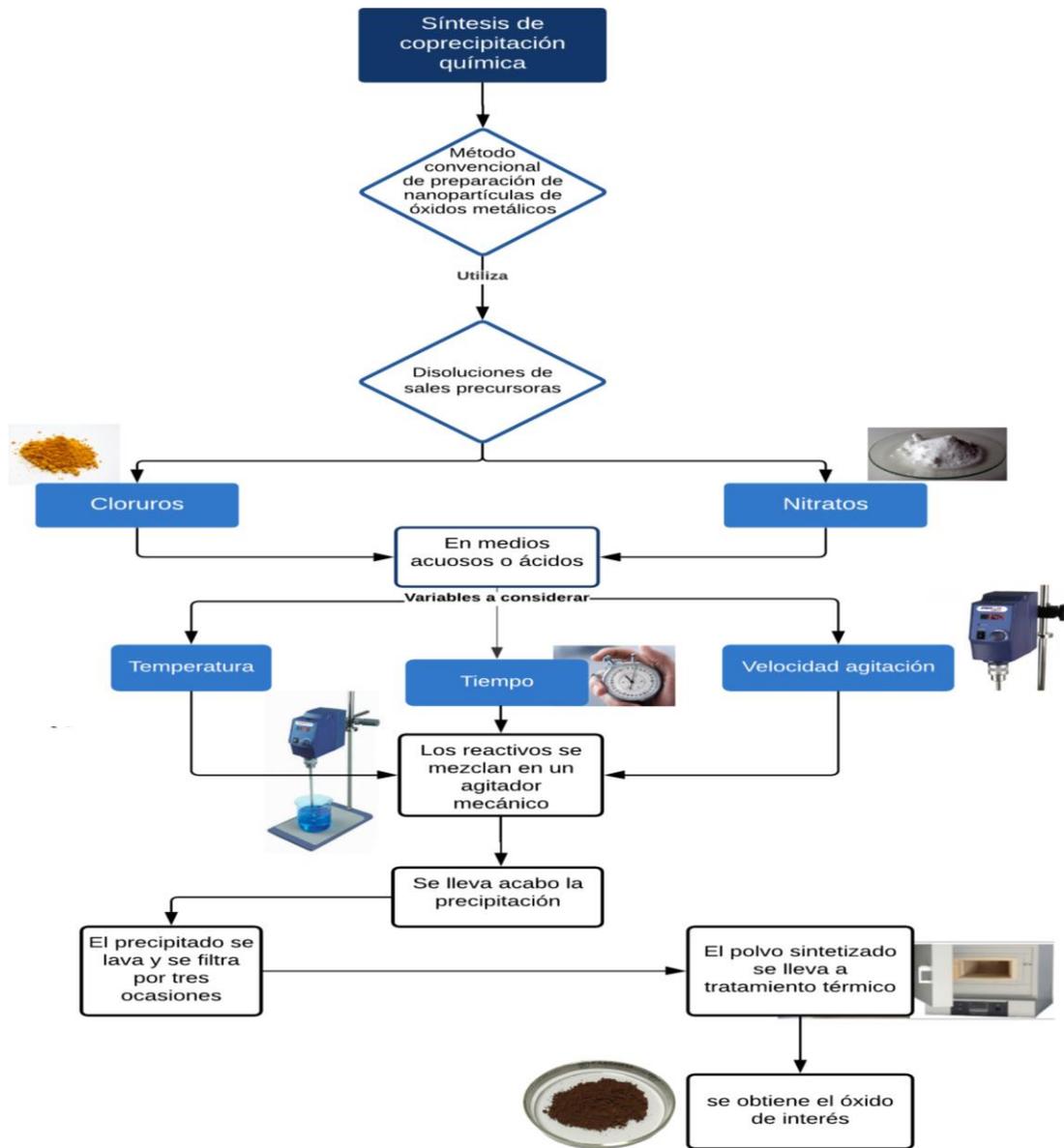


Figura 3.1. Esquema del proceso de elaboración de síntesis por coprecipitación química.

3.6.2 Microemulsión

El método de microemulsión es una síntesis de vía húmeda que está basado en determinar la nucleación y crecimiento de estructuras nanométricas, limitando la reacción al interior de entidades denominadas micelas. Dentro de estas micelas es posible encerrar volúmenes pequeños de una fase orgánica que simultáneamente se encuentran suspendidos en una disolución acuosa [28]. Lo mencionado anteriormente, es viable debido al uso de reactivos denominados surfactantes, los cuales tienen moléculas que permanecen proporcionadas en secciones hidrofílicas e hidrofóbicas, las cuales pueden llegar a compatibilizar o emulsificar disoluciones orgánicas y acuosas. La emulsificación se lleva a cabo una vez que la concentración de surfactante supera el límite el cual se le conoce como concentración crítica de micela (CCM), y por lo tanto la formación de las micelas es favorable [30]. Una vez que las gotas emulsificadas llegan a ser fase orgánica en un medio acuoso constante, la parte hidrofóbica de las moléculas del surfactante son conducidas hacia el núcleo de la micela, por otra parte la sección hidrofílica es la que interactúa con el medio acuoso; esta clase de micelas son denominadas micelas inversas. Sin embargo, si las gotas compatibilizadas son de agua en un medio orgánico, las micelas formadas por la acción del surfactante se les conoce como micelas normales.

En términos generales, para la obtención de partículas nanométricas por la síntesis de vía húmeda de microemulsión en micelas inversas puede obtenerse en dos maneras diferentes. La primera (Microemulsión I) se muestra en la figura 3.2 la cual se basa mezclando dos microemulsiones, la primera mezcla utiliza las sales precursoras y la segunda el agente de reacción (de precipitación), de tal forma que la reacción de síntesis se forma por la unión de los núcleos de las micelas, a causa del encuentro entre los átomos de los reactivos dentro de las gotas de agua. Después que la partícula que se encuentra dentro de la micela, se ha desarrollado lo suficiente, las moléculas del surfactante se fijan a su superficie, estabilizándola y evitando la adición de otras partículas de micelas cercanas. Por otra parte, la segunda forma se basa en añadir una microemulsión de micelas inversas de las sales precursoras a una disolución acuosa del agente de reacción

(Microemulsión II) tal como se muestra en la figura 3.2. En tal caso la reacción de síntesis ocurrirá por la unión o cambio entre las fases acuosas de la micela inversa y el medio acuoso de la disolución [31].

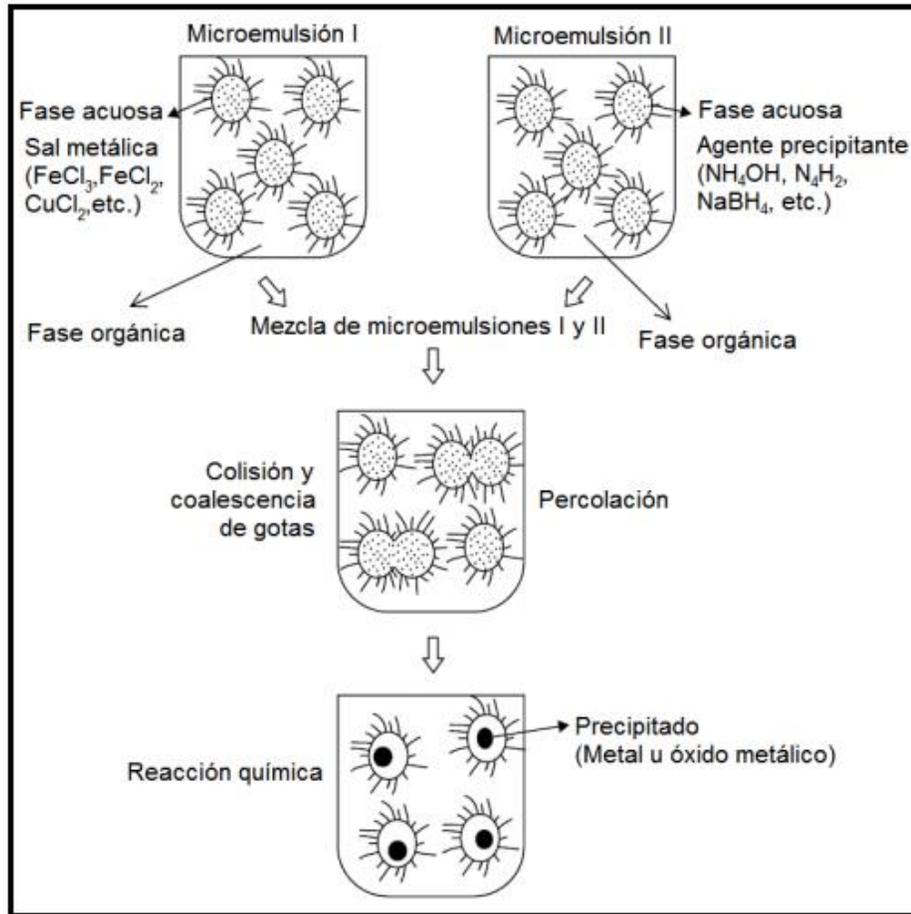


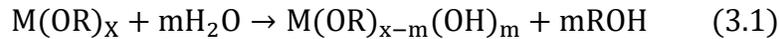
Figura 3.2. Mecanismo de formación de nanopartículas metálicas y de óxidos metálicos por síntesis en microemulsión utilizando micelas inversas [31].

3.6.3 Sol-gel

Sol-gel es un método de síntesis de vía húmeda para la obtención de nanopartículas de óxidos metálicos el cual consiste en la reacción de polimerización de productos inorgánicos, esta reacción se fundamenta en cuatro pasos:

1) Hidrólisis

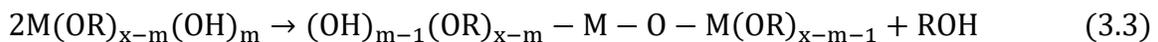
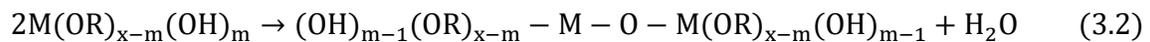
El método sol-gel utiliza precursores metálicos, generalmente alcóxidos metálicos en disoluciones alcohólicas, donde se obtiene el hidróxido correspondiente de acuerdo a la siguiente reacción [32]:



donde M es un catión metálico y R simboliza un grupo alquilo. La función de esta reacción implica la suma de un grupo OH⁻ al centro positivo del alcóxido (M⁺). Este paso es después de la protonación de una adición del alcóxido, ocasionando la formación de alcohol (ROH).

2) Policondensación

La condensación sucede una vez que las moléculas del hidróxido se integran y como consecuencia hay liberación de agua o alcohol [32], de acuerdo a las siguientes reacciones:



El enlace de las moléculas del hidróxido y la continua condensación de agua o alcohol lleva consigo a la creación de una red de hidróxido metálico por medio de la polimerización por condensación del grupo inorgánico, en donde finalmente se obtiene un gel denso y poroso.

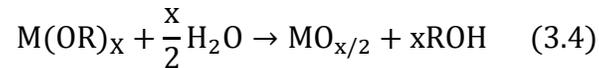
3) Secado

El secado consiste en remover los solventes y en determinar una temperatura adecuada para un adecuado secado del gel, es importante recalcar que debido a este proceso resulta la obtención de un polvo fino de hidróxido metálico.

4) Tratamiento Térmico

Finalmente, el tratamiento térmico del polvo sintetizado conforma el último paso de esta ruta sintética, proceso en donde se obtiene un polvo fino de óxido metálico.

La reacción de síntesis de nanoferritas a través del método de sol-gel puede formularse de la siguiente manera [32]:



Es fundamental recalcar que tanto la velocidad de la condensación como la velocidad de la hidrólisis afectan de manera considerable las características del producto final. Una hidrólisis lenta y bajo control, usualmente da como resultados tamaños de partícula pequeños; la velocidad de la condensación y la velocidad de la hidrólisis dependen de la electronegatividad del catión metálico, el grupo alcóxido, el solvente usado y la composición molecular del alcóxido. En los metales con alta electronegatividad la hidrólisis sucede más lentamente que en aquellos con baja electronegatividad. Asimismo, la velocidad de la hidrólisis desciende cuando se incrementa el número de coordinación del centro metálico del alcóxido. De manera que, alcóxidos que pueden llegar a crear oligómeros presentan una baja velocidad de hidrólisis y por lo tanto un eficiente control de la reacción [28].

En algunos casos en donde la velocidad de hidrólisis del alcóxido metálico es demasiado lenta es viable el uso de catalizadores ácidos o alcalinos. Los alcóxidos metálicos negativos son protonados por los catalizadores ácidos, ocasionando de esta forma, la liberación del grupo alcóxido para la formación de alcohol. Asimismo, los catalizadores alcalinos proveen grupos álcali (OH-) facilitando la hidrólisis del alcóxido, no obstante, la desprotonación del hidróxido metálico incrementa la velocidad de la condensación.

3.7 Técnicas de caracterización

3.7.1 Análisis termogravimétrico y térmico diferencial (ATG-ATD)

Los análisis térmicos se definen como un grupo de técnicas en la cual una propiedad de una muestra es estudiada en relación al tiempo o temperatura, en una atmósfera específica, a un régimen programado de temperatura [33]. En los análisis termogravimétricos se determinan condiciones de acuerdo al material a analizar como, por ejemplo, la velocidad de calentamiento y diferentes atmósferas de reacción. En el proceso del análisis se observa la pérdida de peso de la muestra a medida que la temperatura aumenta (las temperaturas de estos análisis llegan hasta 1,200 °C), finalmente se obtienen las gráficas denominadas TG o termogramas y las gráficas de análisis termogravimétrico diferencial (ATD).

La técnica de análisis térmico diferencial (ATD) mide la diferencia de temperatura entre el material de interés y un material de referencia, los cuales son expuestos al mismo proceso de calentamiento.

En la figura 3.3 se presenta un modelo del procedimiento de ATD junto con una gráfica la cual se interpreta de la siguiente manera: si la muestra presenta un proceso endotérmico (ΔH positivo), la temperatura de la muestra (T_s) tendrá un aplazamiento respecto a la muestra de referencia (T_r) mientras continua el programa de calentamiento. Y en caso de un proceso exotérmico en la muestra (ΔH negativo), la respuesta será de manera contraria.

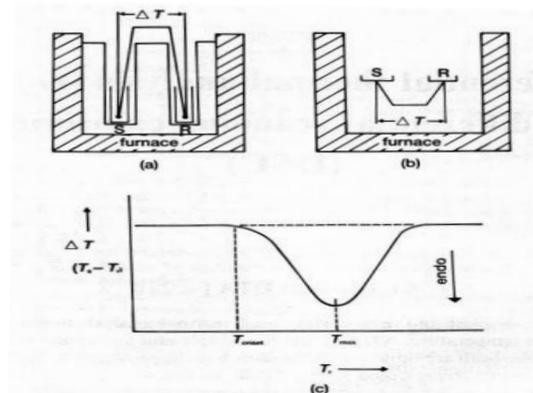


Figura 3.3. Análisis Térmico Diferencial (ATD). (a) aparato clásico (S=muestra, R = referencia); (b) flujo de calor; (c) curva típica de ATD [34].

Las características con las que debe contar el material de referencia son las siguientes:

- No debe mostrar algún fenómeno térmico en el rango de temperatura determinado.
- Debe de permanecer controlado ante el material a estudiar.
- Debe mostrar una capacidad calorífica y conductividad térmica semejante a los de la muestra a estudiar.

3.7.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier es un método de caracterización en donde se analiza la emisión o absorción de energía radiante provocada por la relación entre la radiación electromagnética y la muestra en análisis. La espectroscopía infrarroja consiste en que las moléculas poseen la función de girar y oscilar a diferentes frecuencias. Es decir, una molécula logra atraer la energía de fotones en un rango energético de espectroscopía infrarroja cuando existe una diferencia en el momento bipolar de la molécula a medida que sucede un desplazamiento vibracional rotacional y cuando la frecuencia asociada con la radiación interactúa con el movimiento vibracional. Los grupos de los enlaces químicos poseen movimientos oscilatorios con frecuencias naturales que se encuentran en el rango de frecuencias del infrarrojo (Tabla 3.1)

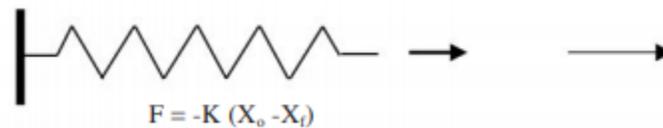
Tabla 3.1. Longitud de onda para distintos rangos en el infrarrojo.

Infrarrojo	cm ⁻¹
Lejano	10-650
Medio (IR)	650-4000
Próximo	4000-12500

En la técnica FTIR se encuentran modos vibracionales que inducen oscilaciones que logran introducirse en resonancia con un haz de IR (espectroscopía infrarroja).

Esto crea un cambio de energía entre las moléculas y el haz de IR. Existe una conducta característica para un enlace tipo atómico, un entorno químico y una concentración de enlaces determinadas. Por lo cual, un espectro infrarrojo logra determinar bandas asociadas para fundamentalmente todos los compuestos moleculares. Todas estas bandas pertenecerían a un movimiento de vibración de uno de los enlaces dentro de la molécula. A esto se le conoce como el grupo que conforma la huella dactilar de un material o compuesto. Cada muestra de un material poseerá una conducta particular frente a un haz de infrarrojos, en esto se basa la efectividad del IR.

Una vez que se realiza un estudio de FTIR se calcula la magnitud del haz antes (X_0) y después (X_i) de que interacciona con el material. Los resultados se expresan en relación de la frecuencia de la luz incidente. Para analizar las frecuencias se utiliza el modelo del Oscilador Armónico Simple (OAS) con base en la Ley de Hooke. La molécula se considera como ambas masas (m_1 y m_2) que permanecen unidas por un resorte de constante K [35].



Si se estiman las moléculas como dos masas unidas por un resorte:



Figura 3.5. Esquema de oscilador armónico aplicado al análisis de frecuencias de las moléculas [35].

3.7.3 Difracción de Rayos X

La técnica de DRX se basa en interferencias ópticas que están formados una vez que una radiación monocromática atraviesa una abertura de espesor comparable a la longitud de onda de la radiación. Los Rayos X poseen longitudes de onda medidas en Angstroms, al igual que el desplazamiento interatómico de los componentes de las redes cristalinas.

El cristal se compone por redes de átomos regulares que trabajan como redes de difracción ultra finas, es por eso que los rayos X logran difractarse atravesando un cristal, o siendo dispersados por este mismo. Los diagramas de interferencia obtenidos pueden fotografiarse para ser analizados, y de esa manera, determinar la longitud de onda de los rayos X incidentes o la distancia entre los átomos del cristal, esto es de acuerdo a la información que se esté buscando.

De acuerdo al físico Bragg (Figura 3.6) los cristales formados se representan por familias de planos que se comportan como espejos semitransparentes donde al incidir un haz monocromático de rayos X, sucede el proceso de difracción, el cual se representa por una reflexión. Este comportamiento es semejante a la reflexión de la luz en un espejo, aunque con numerosas diferencias, entre otras: los rayos X los cuales se introducen bajo el área del cristal y los rayos reflejados de la familia de planos atómicos sucesivos, que pueden o no estar en fase. La condición para obtener una máxima intensidad reflejada es que la contribución de los planos sucesivos debe estar en fase [36].

Si el esparcimiento interplanar se denomina “ d ” esta condición se expresa por:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.5)$$

en donde: n = orden de la reflexión

λ = longitud de onda de la reflexión incidente (Å)

d = distancia de separación entre los planos atómicos paralelos

θ = ángulo de reflexión de Bragg.

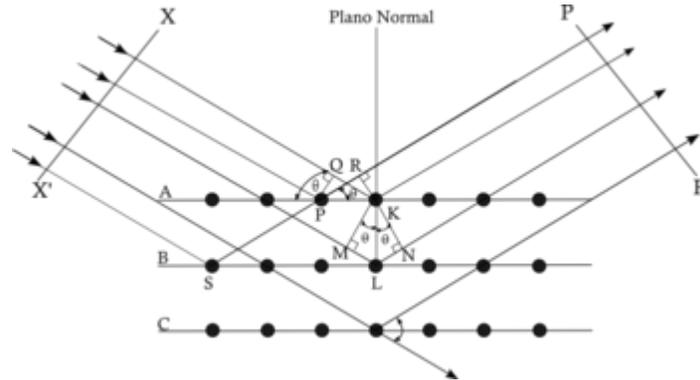


Figura 3.6. Representación de la Ley de Bragg [36].

3.7.4 Microscopia electrónica de Barrido (MEB-EDS)

La microscopia electrónica de barrido es una técnica en donde se obtienen micrografías mediante el procesamiento, la detección y visualización de las señales resultantes de las relaciones entre un haz de electrones de alta energía con la materia. Estas imágenes tienen la posibilidad de proveer información acerca de topografía, estructura y composición cristalográfica.

Los microscopios electrónicos de barrido están compuestos de un cañón electrónico en una columna de alto vacío, del orden de 10^{-5} mm de Hg, en la que se origina un haz de electrones de alta energía (5 - 30 kV). Este haz es colimado por una secuencia de lentes electrónicas y centrado sobre el material analizado. Los sensores detectan las señales generadas por la relación entre el haz de electrones y la muestra, que son procesadas y observadas en el sistema visual final (pantalla de PC o monitor). El cañón electrónico es el primer elemento y también el que genera el haz de electrones de la columna del microscopio. Cuenta con un filamento que emite electrones los cuales son acelerados por un ánodo polarizado positivamente a una tensión variable entre unos 5 y 30 kV. Un sistema de controles externos permite seleccionar y/o mover las muestras de acuerdo a los tres ejes x, y, z; al igual que varían su orientación según dos ejes de rotación. En

esta cámara se sitúan los sensores para registrar las diferentes señales emitidas por el material analizado.

El microscopio electrónico de barrido no forma una imagen real de material analizado, sin embargo, diseña una imagen virtual a partir de las señales emitidas por el material de análisis. Esta representación se refleja en un tubo de rayos catódicos donde las bobinas de deflexión del haz se adaptan con el barrido del haz de electrones en el microscopio. Ajustando la intensidad del haz del tubo de rayos catódicos, finalmente se logra un registro de punto a punto en el monitor de la computadora, que es justamente la imagen electrónica resultante del material que proporciona el microscopio. Actualmente las imágenes obtenidas de los materiales analizados se observan en la pantalla de una computadora

En el microanálisis dispersivo en energía (Energy Dispersive Spectroscopy EDS) los rayos X difundidos por el material analizado son localizados por un sistema que genera altas pulsaciones proporcionales a la energía de cada fotón incidente. Estas pulsaciones electrónicas son posteriormente procesadas por un analizador multicanal, y observadas en un espectro que grafica la cantidad de pulsaciones en funcionalidad de la energía característica de cada pulso. Por lo tanto, a través del sistema dispersivo en energía, se pueden detectar eficazmente los elementos presentes en el material analizado si su concentración es superior a $\approx 1\%$. El sistema EDS posee una eficiencia en colección de fotones X, en este sistema se puede acceder a identificar todos los elementos presentes y posee una manera simple de enlazar a un microscopio electrónico de barrido. También, gracias a la medición adicional de la intensidad de los rayos X característicos y a los procesos de cálculo adecuados también es posible analizar en forma cuantitativa la composición de un área específica de la muestra analizada [37].

IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1 Síntesis por coprecipitación química de nanoferritas de magnesio.

Para la síntesis del material mediante el método de coprecipitación química se utilizaron sales metálicas de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ como precursores metálicos y como agente precipitante NH_4OH 1.5 M, todo grado reactivo. El procedimiento experimental consistió en mezclar cantidades estequiométricas de las sales precursoras en una relación molar de 2:1 de (Fe:Mg) en un vaso de precipitado de 1L que contenía 300 mL de H_2O destilada, el cual se colocó en una parrilla de agitación y calentamiento, para alcanzar una temperatura de 50 °C con agitación mecánica constante de 400 rpm; una vez que alcanzó la temperatura mencionada, se procedió a agregar los precursores metálicos en la relación molar determinada y se mantuvo en agitación constante a 50 °C por 1 h. Posteriormente se procedió a aumentar la temperatura y la velocidad de agitación a 80°C y a velocidades de 550, 750 y 900 rpm, respectivamente. Una vez alcanzada la temperatura se llevó a cabo la precipitación agregando 100 mL de agente precipitante (NH_4OH 1.5 M), se mantuvo la agitación por 15 minutos para finalizar el proceso de precipitación.

Una vez precipitado el polvo precursor, se esperó un lapso de 1 hora para la separación de fases del material precursor, el agua destilada y el NH_4OH en exceso que pudo no reaccionar. Después de la separación se procedió a extraer el solvente (agua destilada con NH_4OH) mediante una pipeta graduada de 10 mL. Posteriormente se repitió el proceso de separación de fases, realizando tres lavados, en donde cada uno consistió en agregar 100 mL de agua destilada a la muestra precursora con agitación manual de 30 segundos aproximadamente, con un tiempo de espera de separación de fases de 1 hora para después proceder a la extracción del solvente. Esto se realizó con la finalidad de eliminar los remanentes de hidróxido de amonio en la reacción. La muestra obtenida se colocó en una estufa de secado a 90°C durante 24 horas para eliminar la humedad de la reacción. Posteriormente el material precursor fue homogenizado en tamaño manualmente mediante un mortero

de ágata hasta convertirlo en un polvo fino, el cual fue depositado en un crisol para ser llevado a tratamiento térmico, donde fue tratado térmicamente en atmósfera de aire a diferentes temperaturas, desde 600 a 900 °C durante 2 horas por cada tratamiento térmico. Posteriormente se realizaron tratamientos térmicos de 4 horas a temperatura constante (500°C) para las tres velocidades de agitación con la finalidad de observar en el efecto de las variables en cuanto a propiedades estructurales y morfológicas que pudieran presentar los materiales. Al finalizar los tratamientos térmicos, las muestras se homogenizaron en un mortero de ágata hasta obtener un polvo ultra fino para su caracterización posterior. En la tabla 4.1 se muestran los cálculos estequiométricos utilizados para obtener $MgFe_2O_4$ a partir de la ecuación (4.1). Asimismo, la figura 4.1 muestra de manera general el desarrollo experimental de la síntesis por coprecipitación química aplicado para la obtención de $MgFe_2O_4$.

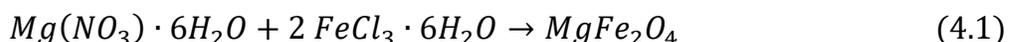


Tabla 4.1. Cálculos estequiométricos para obtener $MgFe_2O_4$.

Reactivo	Equivalentes (mol)	Peso Molecular (g/mol)	Total
$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$	2	256.39	1.280 g
$FeCl_3 \cdot 6H_2O$	1	270.336	2.70 g
NH_4OH	5	35.045	100 mL
H_2O destilada	1	18.0153	300 mL

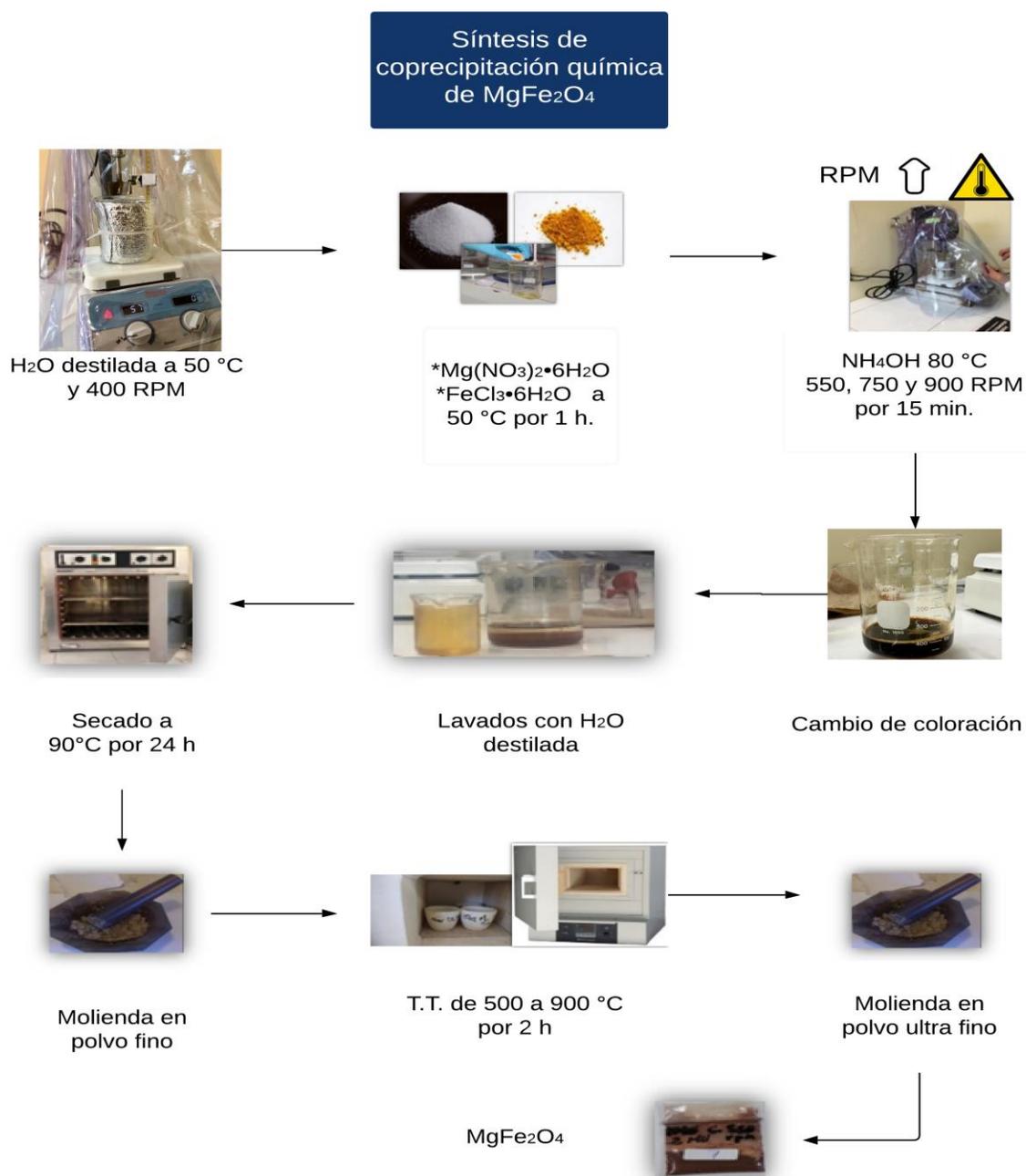


Figura 4.1. Esquema del desarrollo experimental de la síntesis por coprecipitación química de $MgFe_2O_4$.

4.2 Matriz experimental de evaluación

Para una información a detalle de las muestras realizadas a través del método de síntesis de coprecipitación química se diseñaron dos matrices experimentales de evaluación. En la tabla 4.2 se observan las muestras precursoras de ferrita de magnesio las cuales se sintetizaron con diferentes velocidades de agitación en el momento de la precipitación de las partículas de interés; 550, 750 y 900 rpm. Para dichas muestras se realizaron ATG-ATD para estudiar y observar los fenómenos térmicos relacionados con pérdidas en peso y reacciones endotérmicas y exotérmicas atribuidas a la naturaleza del material precursor. Asimismo, a través de FTIR se identificaron las especies químicas mismas que se consideran la huella dactilar de una ferrita a través de un espectro con bandas características del material.

En la tabla 4.3 se especifican los polvos sintetizados a 550, 750 y 900 rpm; los cuales fueron tratadas térmicamente a temperaturas de 500 °C a 900 °C. Dichas muestras fueron caracterizadas a través de DRX donde se identificaron los porcentajes de fases presentes en los materiales obtenidos y, a partir de sus patrones de difracción fue posible determinar el tamaño de cristalita de los polvos sintetizados. Finalmente se analizó la morfología de los materiales y se determinó la composición química cualitativa y cuantitativamente mediante MEB-EDS.

Tabla 4.2. Matriz experimental de evaluación de muestras precursoras sintetizadas por el método de coprecipitación química.

Ensayo/ Velocidad (rpm)	Propiedades a evaluar	
	Análisis térmicos (ATG-ATD)	FTIR
MP 550	●	●
MP 750	●	●
MP 900	●	●

Tabla 4.3. Matriz experimental de evaluación de muestras tratadas térmicamente, sintetizadas por el método de coprecipitación química.

Ensayo	Propiedades a evaluar			
	Velocidad de agitación (rpm)	Tratamiento térmico (°C)/Tiempo (h)	Estructural	Morfológica
M1	550	500/2	●	●
M2	550	600/2	●	●
M3	550	700/2	●	●
M4	550	800/2	●	●
M5	550	900/2	●	●
M6	750	500/2	●	●
M7	750	600/2	●	●
M8	750	700/2	●	●
M9	750	800/2	●	●
M10	750	900/2	●	●
M11	900	500/2	●	●
M12	900	600/2	●	●
M13	900	700/2	●	●
M14	900	800/2	●	●
M15	900	900/2	●	●
M16	550	500/4	●	●
M17	750	500/4	●	●
M18	900	500/4	●	●

4.3 Técnicas de caracterización usadas para la ferrita de magnesio.

4.3.1 Análisis termogravimétrico (ATG) y análisis térmico diferencial (ATD).

Los análisis térmicos se llevaron a cabo en un instrumento TGA-DTA (SDT Q600) utilizando 10 mg aproximadamente de cada muestra, con una velocidad de calentamiento de $5\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ y un rango de temperatura de $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Los análisis (ATG) se utilizaron para observar el comportamiento del peso de la muestra con respecto a la temperatura, junto con la derivada de pérdida en peso (ATD) la cual permite observar los fenómenos endotérmicos y exotérmicos que la muestra presenta por efecto de la temperatura.

4.3.2 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Se llevó a cabo el análisis de FTIR en las muestras precipitadas a 550, 750 y 900 RPM. Los espectros resultantes para determinar los enlaces presentes en las muestras fueron obtenidos a través de un espectrómetro FT-IR Nicolet iS50 de Thermo Scientific. La medición para los resultados se hace a través del número de ondas (el eje "x") el cual oscila entre 400 y 4000 cm^{-1} y la transmitancia (eje de "y") la cual es el cociente entre la intensidad de la luz transmitida a través de la muestra (IM), y la intensidad de la luz del haz de referencia (IR) multiplicado por 100. Los espectros fueron obtenidos mediante condiciones de temperatura ambiente usando 2 mg aproximadamente de cada muestra.

4.3.3 Difracción de Rayos X (DRX).

La caracterización cristalográfica de los polvos obtenidos fue realizada empleando la técnica de DRX; utilizando un difractómetro marca Philips 3040, con las siguientes condiciones: radiación $K\alpha$ de Cobre ($\lambda=1.541 \text{ \AA}$), a una velocidad de barrido de $0.2 \text{ }^\circ/\text{s}$. Además, mediante los patrones de difracción obtenidos fue posible identificar y cuantificar el porcentaje de las fases cristalinas encontradas en los polvos sintetizados, esto, a través del software X Powder donde sus principales aplicaciones son la identificación, cuantificación y caracterización de los componentes cristalinos de muestras sólidas. De igual manera, mediante el empleo de la ecuación de Scherrer (ecuación 4.1) [38] se pudo calcular el diámetro promedio de la cristalita y determinar la estructura cristalina del material sintetizado.

$$D = \frac{B\lambda}{\beta \cos \theta} \quad (4.1)$$

Donde:

B = a la constante de Scherrer (0,890)

λ = a la longitud de onda de la radiación utilizada en el proceso de medida de la difracción de rayos X

β (FWHM)= al ancho de la mitad del pico máximo de difracción

θ = al ángulo de Bragg (θ)

4.3.4 Microscopía electrónica de barrido (MEB) y Espectroscopía por Dispersión de Energía (EDS).

Para el análisis de MEB-EDS se requirió iniciar preparando una suspensión diluida de la ferrita a través de un baño de ultrasonido; la suspensión diluida se preparó usando un tubo de ensayo en cual se le agregó 20 mg de muestra aproximadamente y 1 mL de etanol como solvente. La muestra fue llevada a un baño de ultrasonido para el proceso de dispersión de las partículas el cual tiene una duración de diez minutos. Al final de este proceso se agrega 1 gota al porta muestras de aluminio para ser ingresado al equipo de Microanálisis MEB. Para el estudio de la morfología y el análisis cualitativo y cuantitativo de los polvos sintetizados se utilizaron dos equipos de microanálisis los cuales cuentan con las siguientes características:

- En el equipo de MEB JEOL, se analizaron las muestras a 30 Kv empleando electrones secundarios a un diámetro típico de $1\mu\text{m}$, a 10,000 X y a través del software de microanálisis INCA se realizaron los análisis cualitativos y cuantitativos para la identificación de los elementos utilizados en la síntesis de nanopartículas de MgFe_2O_4 .
- En el equipo TESCAN MIRA 3, se analizaron muestras a 15kv empleando electrones secundarios a un diámetro típico de 60 nm y a través del software de microanálisis BRUKER se realizaron los análisis cualitativos y cuantitativos para la identificación de los elementos utilizados en la síntesis de nanopartículas de MgFe_2O_4 .

V. RESULTADOS

En esta sección se muestran los resultados obtenidos a partir de las diferentes técnicas de caracterización mencionadas en el apartado 4.2.

5.1 Análisis térmicos ATG-ATD.

Se realizaron análisis termogravimétricos y térmicos diferenciales (ATG y ATD) a las muestras precursoras sintetizadas empleando una relación estequiométrica 2:1 del Fe con respecto al Mg a través del método de síntesis de coprecipitación química.

Las gráficas de ATG-ATD nos indican las pérdidas en peso y los cambios de fase que se pueden encontrar con respecto a la temperatura (ATG), utilizando la derivada de pérdida en peso (ATD) la cual nos sirve para observar justo el punto máximo de la temperatura en la que está ocurriendo una transformación o una pérdida en peso.

Estos análisis se realizaron a muestras precursoras (muestras no tratadas térmicamente), con el propósito de determinar las temperaturas a las que se requiere llevar a tratamiento térmico para así obtener la formación de la fase de MgFe_2O_4 .

En las figuras 5.1, 5.2 y 5.3 se muestran los resultados de ATG-ATD de las muestras precursoras a 550, 750 y 900 RPM respectivamente, donde muestran resultados muy similares; en las tres muestras analizadas a través de ATG-ATD, se observa que a medida que incrementa la temperatura, la muestra va perdiendo peso debido a que inicia su proceso de descomposición, en donde, durante este proceso se observan dos puntos principales de pérdidas de masa; la primer pérdida señalada ocurre a temperaturas entre 80 °C y 150 °C, la cual de acuerdo a la literatura, esto se debe al inicio de un proceso de deshidratación debido a que las muestras precursoras fueron realizadas en un medio acuoso por lo que se tiene liberación de agua enlazada físicamente (a 80 °C) y químicamente (a 120 °C); esta pérdida de masa corresponde a un 10% en promedio de las muestras. El segundo fenómeno térmico de pérdida en peso que se observa en las gráficas sucede a partir de 500 °C aproximadamente, la cual tiene una pérdida de masa del 15% en promedio y corresponde a un cambio

microestructural que hace referencia al inicio de la cristalización de la fase de MgFe_2O_4 ; lo que nos permite determinar las temperaturas de tratamiento térmico adecuadas para la posible obtención de la fase cristalina deseada.

Los fenómenos térmicos de evaporación mencionados anteriormente se confirman a partir de las gráficas de ATD en donde es posible observar picos exotérmicos a dichas temperaturas de pérdidas de peso en los polvos sintetizados.

Estos resultados similares para las muestras realizadas a 550, 750, 900 RPM permiten concluir que a partir de 500 °C el inicio del proceso de cristalización de la ferrita ocurre.

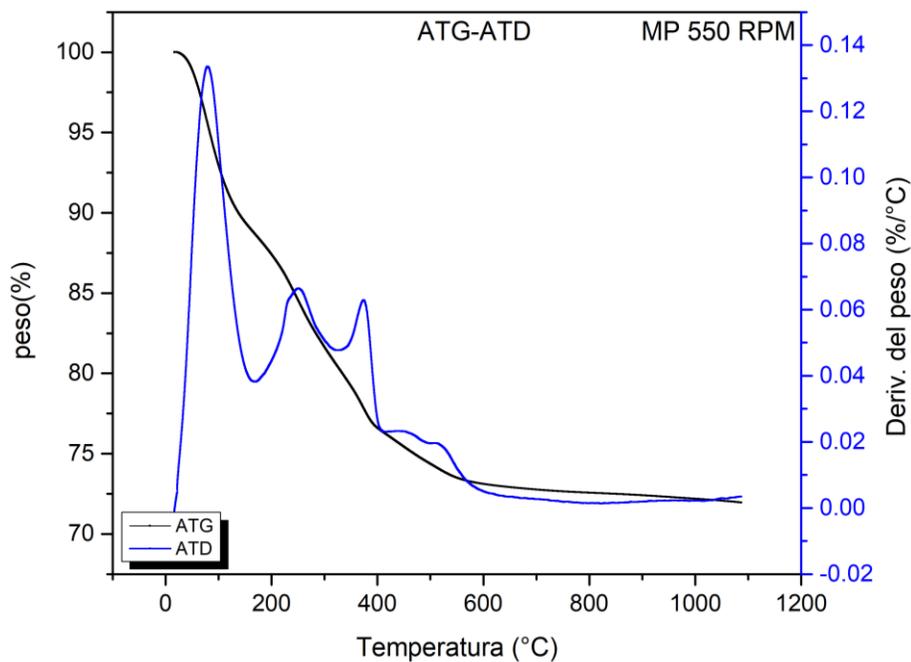


Figura 5.1. Análisis ATG-ATD de MP a 550 RPM.

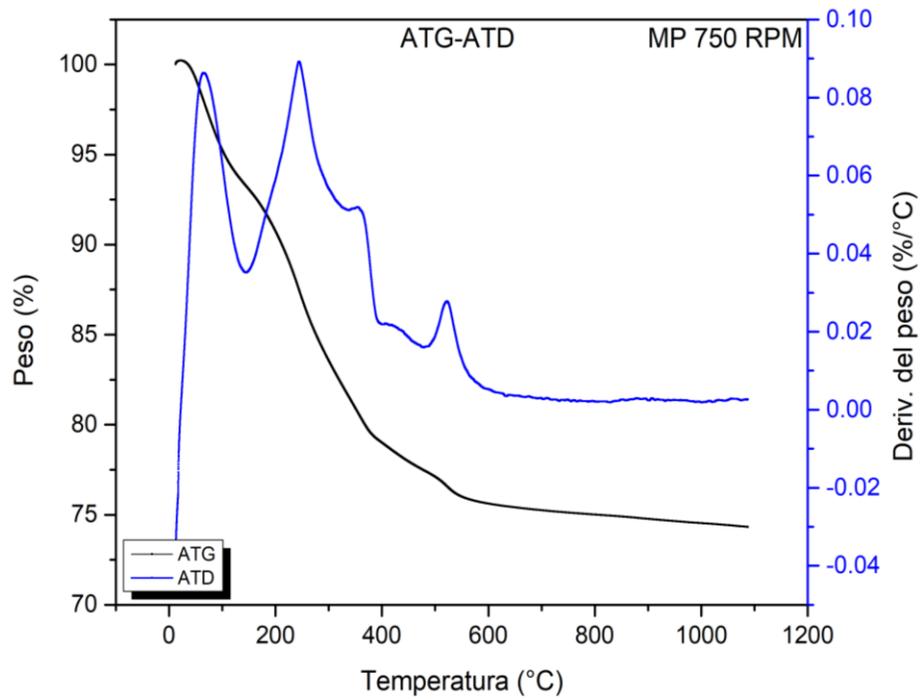


Figura 5.2. Análisis ATG-ATD de MP a 750 RPM.

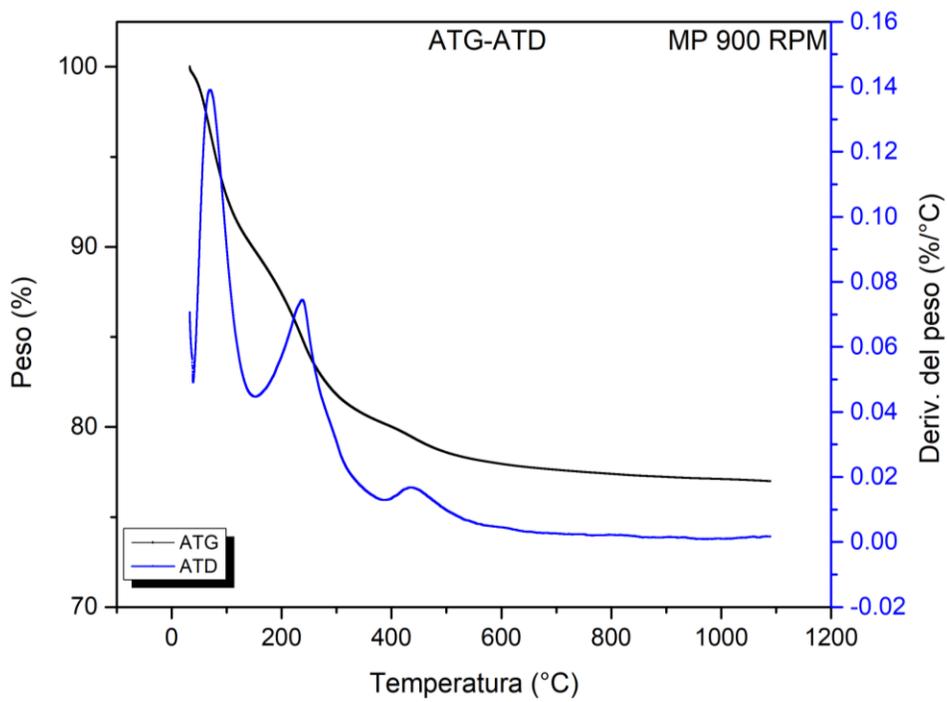


Figura 5.3. Análisis ATG-ATD de MP a 900 RPM.

5.2 Análisis de Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Los resultados obtenidos a partir de las muestras precipitadas a 550, 750 y 900 RPM fueron analizadas mediante espectroscopía infrarroja. En la figura 5.4 se observan los espectros FTIR de los polvos precursores de ferrita MgFe_2O_4 precipitados a 550, 750 y 900 RPM. Es posible observar las bandas de absorción características de un óxido cerámico de la familia de las ferritas. Las bandas ubicadas en 3650 cm^{-1} (muestra M1 y M2) a 2905 cm^{-1} (muestra M2) se asocian a modos de vibración de los grupos O-H, y las bandas de absorción ubicadas en 1500 cm^{-1} (muestra M3) a 1400 cm^{-1} (muestra M1) se derivan de flexión N-H debido al uso de NH_4OH como agente precipitante. Las bandas ubicadas en 1050 cm^{-1} (muestras M1 y M2) y 1060 cm^{-1} (muestra M3) se debe a la presencia de los nitratos derivados del reactivo $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ utilizado en el proceso de síntesis de coprecipitación química. Por último, se observan bandas características en 520 cm^{-1} a 420 cm^{-1} en todas las muestras, las cuales corresponden a vibraciones M-O (M= Mg, Fe), entre los cationes metálicos y los aniones de oxígeno de la red cristalina. En la tabla 5.1 se pueden observar a detalle los grupos de cada banda característica de acuerdo al número de onda seleccionado. Los resultados obtenidos mediante esta técnica de caracterización permiten corroborar la presencia de las especies químicas características de una ferrita de magnesio.

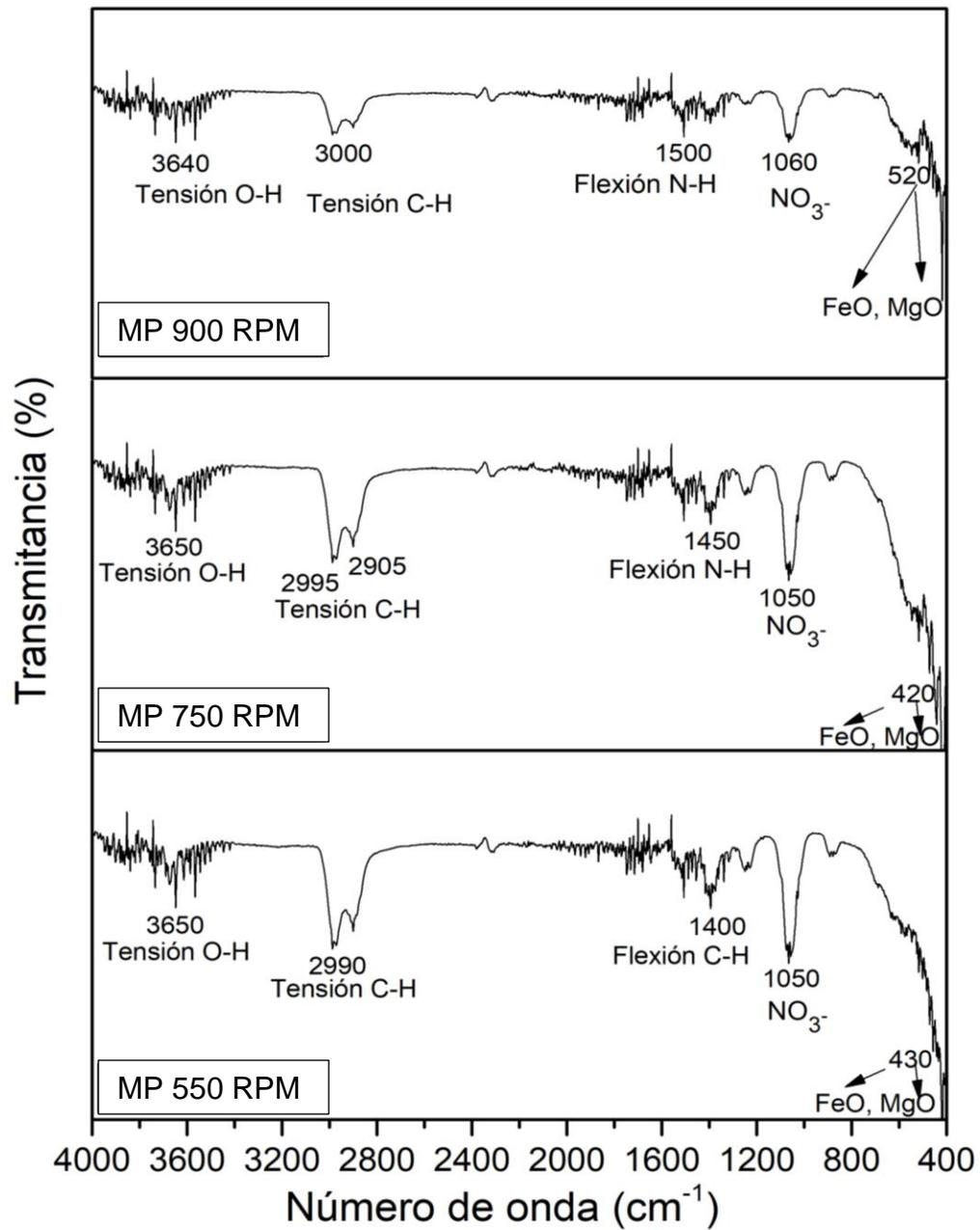


Figura 5.4. Análisis FTIR de muestras precipitadas a 550, 750 y 900 RPM.

Tabla 5.1. Asignación de las bandas características en los espectros FT-IR de los polvos precursores.

Numero de onda cm^{-1}	Asignación
3698–3687 <i>f, a.</i>	(O-H), grupos OH aislados en Mg (OH) ₂
3402–3469 <i>an.</i>	(HO-H), asimétrico. Vibración de estiramiento en H-unido
3200–3270 <i>d, a.</i>	capa intermedia o agua adsorbida
2428	Grupos NO ₃ ⁻
1492–1508 <i>m, a</i>	(CO ₃ ²⁻), asíncrono, dividido (coordinado a Fe ³⁺ o Mg ²⁺)
1418–1434 <i>m.</i>	(CO ₃ ²⁻), Sincrónico dividido (coordinado a Mg ²⁺), (NO ₃ ⁻) dividido (coordinado a Mg ²⁺)
1384 <i>a.</i>	(NO ₃ ⁻)
1106–1111, 1118–1123 <i>md.</i>	(CO ₃ ²⁻) HCO ₃ ⁻ (coordinación de puente dividida, bidentada)
1068–1085 <i>md, a.</i>	(CO ₃ ²⁻) (estiramiento sim.) (IR activo debido a la reducción de la simetría en la coordinación del anión al ion metálico)
1058–1068 <i>md.</i>	(HCO ₃ ⁻), (IR activo debido a la reducción de la simetría en la coordinación del anión al ion metálico)
1050–1052, 1056–1059 <i>d, a.</i>	(NO ₃ ⁻), división, (IR activo debido a la reducción de la simetría en la coordinación del anión al ion metálico) coordinado para Fe ³⁺ o Mg ²⁺
564–580 <i>an.</i>	(Fe-O) (en el sitio tetraédrico) (modo de vibración Fe-O en $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ o en MgFe ₂ O ₄), (Mg-OH) (libración, flexión en brucita)
477–420 <i>f, an.</i>	(Fe-O), modo de vibración en $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ (Mg-O) en el sitio octaédrico

f: fuerte **m:** medio **d:** débil **md:** muy débil **a:** agudo **an:** ancho

5.3 Análisis de difracción de rayos X (DRX).

Mediante la técnica de Difracción de Rayos X (DRX) se analizó la estructura de las muestras, a través del análisis de fases cristalinas como también del cálculo de tamaño partícula. Cada difractograma se comparó con tres cartas cristalográficas: Fe_2O_3 (00-089-0598), MgFe_2O_4 (00-088-1943), Fe_3O_4 (00-089-0691); con el objetivo de identificar las fases cristalinas presentes en cada uno de ellos.

En el presente proyecto de investigación se analizaron mediante DRX muestras con los siguientes parámetros: polvos sintetizados a 550, 750 y 900 RPM. Por cada velocidad RPM se sintetizaron 5 muestras para ser tratadas térmicamente a temperaturas de 500 a 900°C por 2 horas, además muestras obtenidas a 550, 750, y 900 RPM y tratadas térmicamente a 500 °C por 4 h.

En la figura 5.5 se observan cinco patrones de difracción de rayos X con sus respectivas cartas cristalográficas para la identificación de los picos de difracción. Los patrones de difracción que se muestran corresponden a las muestras sintetizadas a 550 RPM y tratadas térmicamente de 500 °C a 900 °C por 2 horas. Cada una de ellas fueron analizadas con las cartas cristalográficas de MgFe_2O_4 , Fe_3O_4 y Fe_2O_3 . En dicha imagen se puede analizar que a partir de la muestra M1 se presentan picos de las tres fases cristalinas, en donde se observa que a medida que aumenta la temperatura de tratamiento térmico de 500-900°C los picos se definen y la intensidad incrementa, lo que permite concluir que la formación de la fase deseada se lleva a cabo de forma adecuada, sin embargo, se identifica la fase de hematita (Fe_2O_3), se atribuye su presencia a un proceso de oxidación por efecto del incremento de la temperatura, dicha fase, según consta en la literatura, presenta propiedades antiferromagnéticas, por lo que su aparición en la síntesis de ferritas no es deseable. [39].

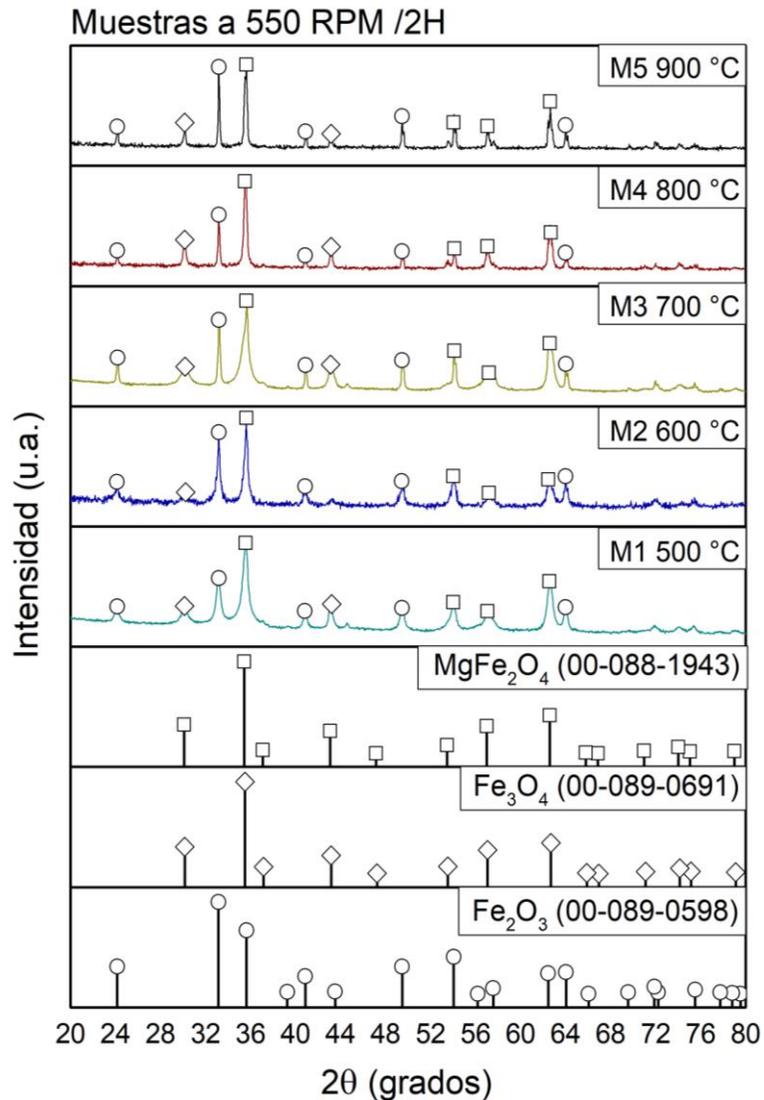


Figura 5.5. Análisis DRX de las muestras sintetizadas a 550 RPM y tratadas de 500 °C a 900 °C.

En la figura 5.6 se observan cinco patrones de difracción de rayos X los cuales pertenecen a las muestras sintetizadas a 750 RPM y tratadas térmicamente de 500 °C a 900 °C por 2 horas. Es posible observar en la muestra tratada a 500°C (M6) que los picos que caracterizan a las fases presentes en los polvos corresponden a la MgFe₂O₄ y Fe₃O₄, fases altamente magnéticas, según se reporta en la literatura. Se observa a partir de la M7 que por efecto de la temperatura se presenta el mismo

fenómeno de oxidación de la Fe_3O_4 a Fe_2O_3 mostrado para los materiales precursores obtenidos a 550 RPM.

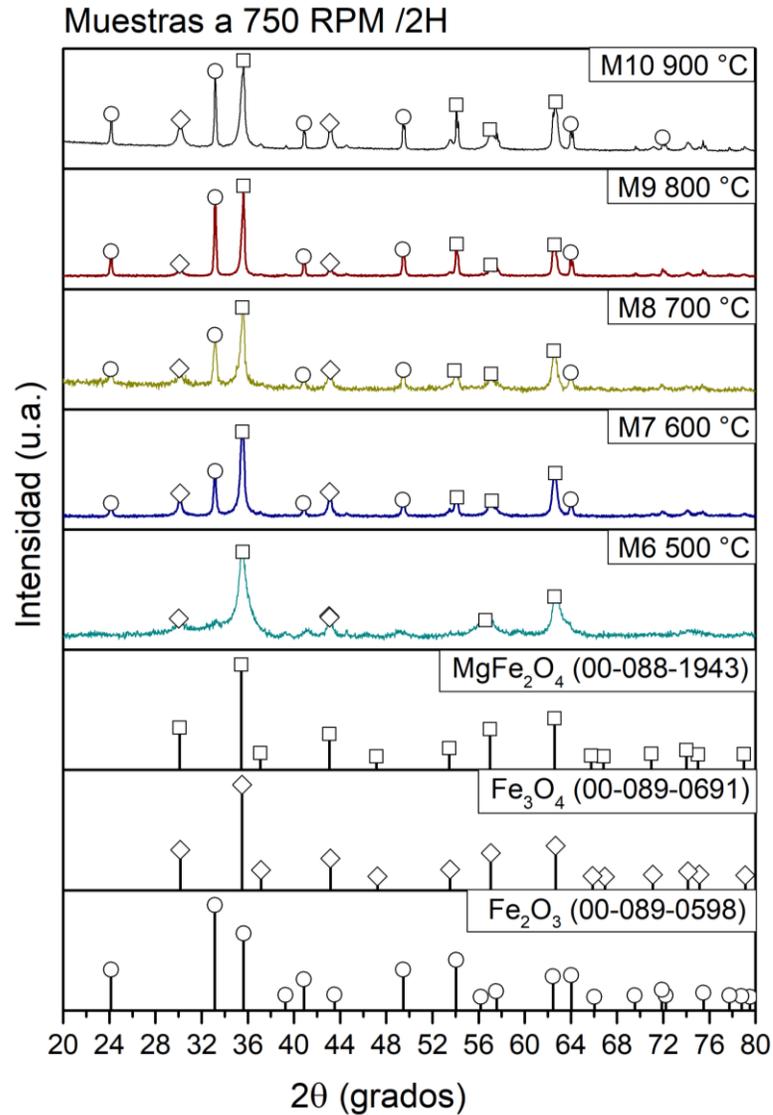


Figura 5.6. Análisis DRX de las muestras sintetizadas a 750 RPM y tratadas de 500 °C a 900 °C.

En la figura 5.7 se observan los patrones de difracción obtenidos a partir de las muestras tratadas térmicamente desde 500-900°C sintetizadas a 900 RPM. Los picos de los patrones de difracción fueron indexados a partir de las cartas cristalográficas de la hematita, ferrita de magnesio y magnetita, según correspondió a

cada patrón de difracción, siendo a partir de ellos que se puede determinar la presencia de las tres fases coexistentes con picos bien definidos, estrechos e intensos, lo que permite concluir el alto grado de cristalinidad del material. Es posible observar que empleando mayores velocidades de precipitación de las nanopartículas se promueve el fenómeno de oxidación de las mismas que se representa con la aparición de la fase de hematita desde temperaturas bajas de tratamiento térmico, 500°C.

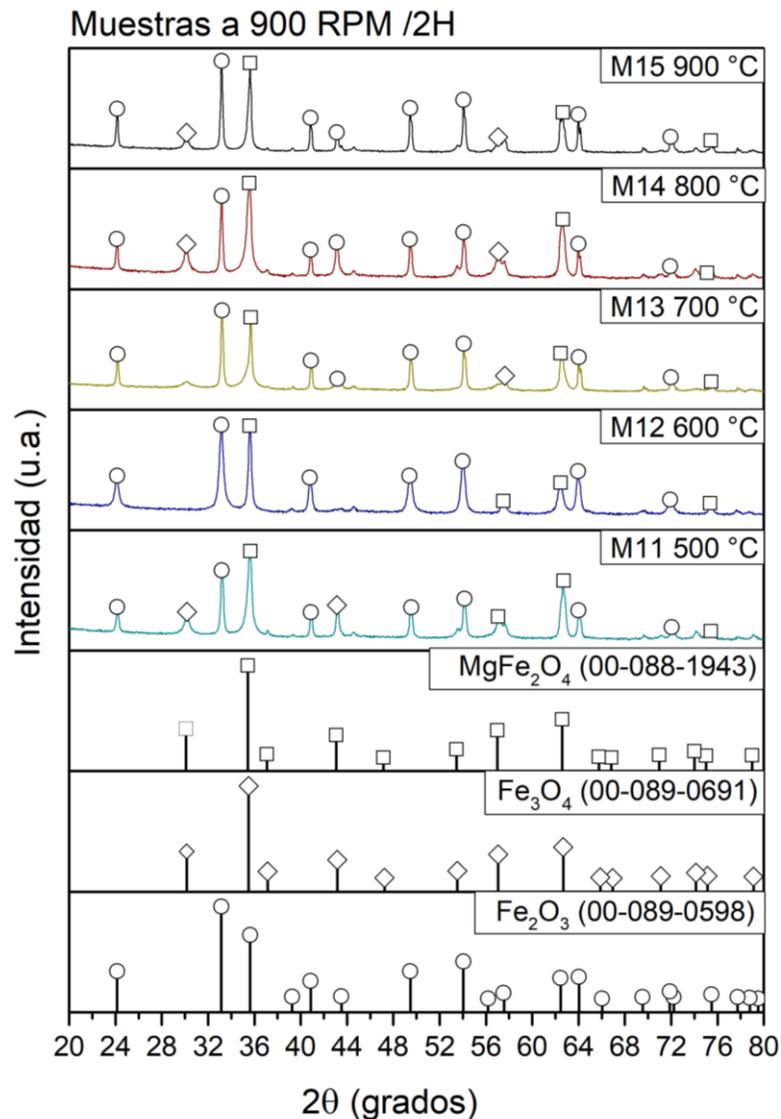


Figura 5.7. Análisis DRX de las muestras sintetizadas a 900 RPM y tratadas de 500 °C a 900 °C.

El fenómeno anteriormente descrito es posible observarlo en la figura 5.8, donde se muestran 3 patrones de DRX correspondientes a muestras tratadas a una temperatura y tiempo constante de 500°C y 4 horas, respectivamente, con una velocidad de agitación y precipitación variable, de 550, 750 y 900 RPM. Claramente se observa la aparición e incremento en la intensidad del pico más alto característico de la fase de hematita. Este fenómeno se atribuye a la promoción de la formación de la fase por efecto de la velocidad de agitación y de precipitación cuando los cationes metálicos están expuestos a una elevada velocidad de coalescencia entre ellos, esto permite la formación de la fase antiferromagnética.

Asimismo, se muestran difractogramas con picos anchos y de baja intensidad, fenómeno que se atribuye a la baja densificación del material por efecto del tratamiento térmico a baja temperatura, dicho fenómeno impacta directamente en la morfología de los polvos sintetizados.

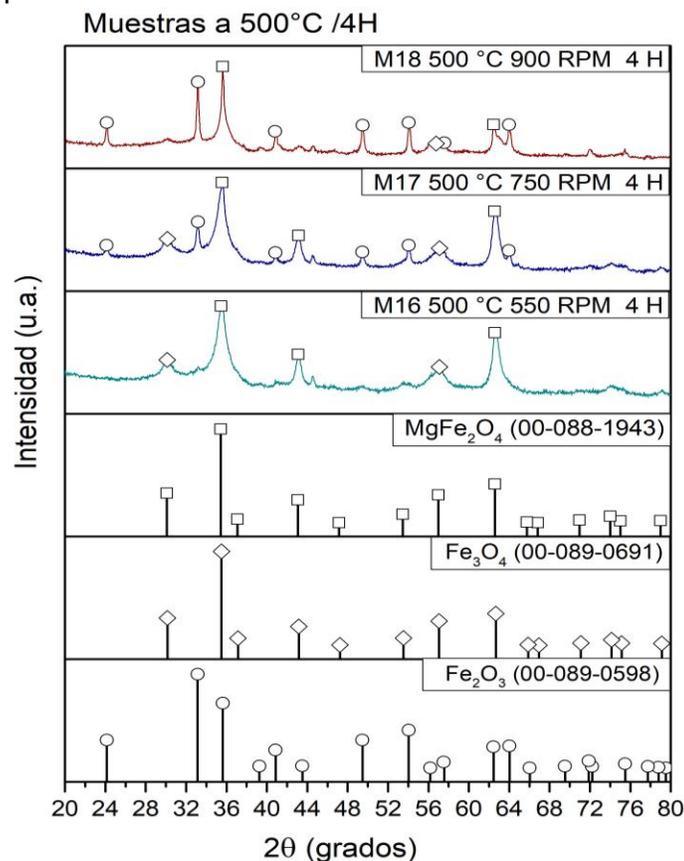


Figura 5.8. Análisis DRX de las muestras sintetizadas a 550, 750 y 900 RPM y tratadas a 500 °C.

De acuerdo a los resultados obtenidos de los patrones de DRX y procesando los datos con ayuda del software X PowderX, se llevó a cabo el cálculo del porcentaje en peso de cada una de las fases presentes en los polvos analizados, mismas que se presentan en la tabla 5.2. Se observa que los polvos analizados presentaron fases secundarias, como la hematita (Fe_2O_3) reportada en la literatura como fase antiferromagnética y no deseada su aparición en la síntesis de ferritas [40], proveniente de una reacción de oxidación intermedia dentro del proceso de síntesis de la ferrita; sin embargo, las fases mayoritarias presentes en los polvos son representadas por fases altamente magnéticas: MgFe_2O_4 y Fe_3O_4 . Los porcentajes más favorables para este proyecto de investigación se encuentran en la muestra M6 conteniendo en su composición un 72.21% de MgFe_2O_4 y un 27.79% de Fe_3O_4 . Asimismo, la muestra M7 obtuvo en su composición un 80.47% de MgFe_2O_4 y un 10.4% de Fe_3O_4 y tan solo el 9.53% de hematita (Fe_2O_3). Las muestras precipitadas a 550, 750 y 900 RPM tratadas térmicamente por 4 horas presentan de igual manera los porcentajes más bajos de Fe_2O_3 , entre el 19 y el 24 %; y porcentajes altos de MgFe_2O_4 y Fe_3O_4 entre el 54 y 55%; siendo estas muestras las más idóneas para el estudio de sus propiedades magnéticas y el uso en aplicaciones biomédicas.

Tabla 5.2 Porcentaje de fases presentes en los difractogramas de los polvos sintetizados.

Velocidad de agitación (RPM) / Tiempo	Nombre de la muestra/ T. T.	(% de las fases presentes identificadas)		
		Hematita (Fe ₂ O ₃)	Magnetita (Fe ₃ O ₄)	Ferrita de magnesio (MgFe ₂ O ₄)
550/2H	M1 500 °C	30.03	31.13	38.84
	M2 600 °C	27.58	20.49	51.93
	M3 700 °C	20.16	22.38	57.46
	M4 800 °C	34.48	22.28	43.24
	M5 900 °C	22.14	22.11	55.75
750/2H	M6 500 °C	0	27.79	72.21
	M7 600 °C	9.53	10.40	80.07
	M8 700 °C	29.97	31.07	38.96
	M9 800 °C	49.91	22.25	27.84
	M10 900 °C	19.93	21.47	58.60
900/2H	M11 500 °C	22.99	21.59	55.42
	M12 600 °C	49.97	21.89	28.14
	M13 700 °C	61.96	27.81	10.23
	M14 800 °C	31.33	30.46	38.21
	M15 900 °C	28.45	19.18	52.37
550/4H	M16 500 °C	0	44.55	55.45
750/4H	M17 500 °C	9.77	35.61	54.62
900/4H	M18 500 °C	14.57	20.95	64.48

De igual manera con ayuda de los patrones de difracción obtenidos fue posible determinar el tamaño de cristalita de los polvos analizados; esto con el fin de encontrar tamaños de partículas en escala nanométrica < a 100 nm. Debido a que entre más pequeño sea el tamaño de partículas mejores serán sus propiedades

magnéticas, específicamente su comportamiento superparamagnético es de especial interés, característica idónea para el uso en aplicaciones biomédicas [22].

Los valores se obtuvieron empleando la fórmula de Scherrer (ecuación 4.1) dada por la expresión $D = B \lambda / \beta \cos \theta$; donde B corresponde a la constante de Scherrer (0,890), λ conocida como la radiación $\text{CuK}\alpha = 0.154 \text{ nm}$; y corresponde a la longitud de onda de la radiación utilizada en el proceso de medida de la difracción de rayos X, β (FWHM) corresponde al ancho de la mitad del pico máximo de difracción y θ corresponde al ángulo de Bragg [38].

En la tabla 5.3 se muestra el análisis de los cálculos realizados para la determinación del tamaño de partícula promedio a partir de los patrones de DRX; en la cual se observa que el tamaño de cristalita va aumentando a medida que la temperatura del tratamiento térmico incrementa en todas las muestras. Este suceso se debe al fenómeno de sinterización que de acuerdo a la literatura, a medida que incrementa la temperatura de tratamiento térmico, incrementa la densificación de la partícula, es decir siempre existirán espacios vacíos remanentes entre partícula y partícula, mientras que con una distribución de tamaño de partícula más amplia, los espacios vacíos podrían ser ocupados por las partículas más finas, y las partículas más gruesas se convertirían en el esqueleto del material, logrando así un mayor empaquetamiento [39].

En las muestras M1, M6, y M11 tratadas térmicamente a 500 °C y en la M7 tratada térmicamente a 600 °C se observan los tamaños más pequeños de las muestras tratadas térmicamente por 2 horas. Asimismo, en la muestra M16 a la M18 tratadas térmicamente a 500 °C por 4 horas se muestran tamaños de partícula pequeños en un rango de 7 a 9 nm. Esto corrobora el fenómeno de sinterización de las muestras, es decir, a menor temperatura de tratamiento térmico se encontrarán tamaños de partícula menores debido a su baja densificación y factor de empaquetamiento.

Tabla 5.3. Promedio del tamaño de partículas de las muestras analizadas en DRX.

Velocidad de agitación (RPM) / Duración de T.T.	Muestra/T.T.	2 θ	FWHM (β)	Tamaño Promedio de cristalita (nm)
550/2H	M1 500 °C	35.52765	0.74699	11.61214
	M2 600 °C	35.59114	0.4398	22.67531
	M3 700 °C	35.5468	0.47001	28.25991
	M4 800 °C	35.54066	0.33607	33.59019
	M5 900 °C	35.57161	0.29922	39.53207
750/2H	M6 500 °C	35.54776	1.19603	7.925112
	M7 600 °C	35.5249	0.45145	20.0174
	M8 700 °C	35.5567	0.8016	22.23836
	M9 800 °C	35.58992	0.32147	32.36234
	M10 900 °C	35.55672	0.47756	39.32744
900/2H	M11 500 °C	35.58961	0.50487	18.95055
	M12 600 °C	35.60952	0.34107	22.93340
	M13 700 °C	35.53405	0.50624	24.15375
	M14 800 °C	35.65579	0.38035	27.36315
	M15 900 °C	35.5905	0.35504	29.04490
550/4H 750/4H 900/4H	M16 500 °C	35.4661	1.68052	7.16186
	M17 500 °C	35.4784	1.81541	7.75503
	M18 500 °C	35.64714	0.63395	8.56035

De acuerdo a los resultados observados en los difractogramas, en las tablas de conteo de fases y en la de tamaño de partículas es posible concluir que las muestras M6 y M7 sintetizada a 750 RPM y tratada térmicamente a 500 °C y 600 °C por 2 h y las muestras M16, M17 y M18 sintetizadas a 550, 750 y 900 RPM y tratadas térmicamente a 500 °C por 4 h; son ideales para el uso en aplicaciones biomédicas debido a que en estas muestras se encontró mayoritariamente la fase correspondiente a la $MgFe_2O_4$, este análisis se puede corroborar en la tabla 5.2 donde la muestra M6 presenta valor nulo de Fe_2O_3 y mayor presencia de $MgFe_2O_4$ y Fe_3O_4 y en las muestras M7, M16, M17 y M18 se observan valores muy bajos de Fe_2O_3 y mayor presencia de $MgFe_2O_4$ y Fe_3O_4 . También en la tabla 5.3 se corrobora que los mejores resultados de tamaño de cristalita se encontraron en dichas muestras por la que las hace idóneas para el uso en aplicaciones biomédicas.

5.4 Análisis por Microscopia electrónica de barrido MEB-EDS.

Mediante la caracterización de MEB-EDS fue posible determinar la morfología y composición cualitativa y cuantitativa de los polvos sintetizados con una relación estequiométrica de 2:1 del Fe con respecto al Mg.

En las figuras 5.9 se muestran las micrografías y el microanálisis por EDS de las muestras sintetizadas a 550 RPM tratadas térmicamente por 2 horas de 500 °C a 900°C. Las muestras fueron analizadas en el equipo de microanálisis INCA, a un diámetro típico de 1µm, a 10,000 X. En las micrografías es posible observar partículas aglomeradas de tamaño nanométrico, y en las imágenes de EDS se observa una composición elemental a base de Fe, Mg, O.

En la figura 5.10 se muestran micrografías y análisis cualitativo y cuantitativo por EDS de muestras sintetizadas a 750 RPM, tratadas térmicamente por 2 horas de 500 °C a 900 °C. Las muestras M6, M7 y M8 fueron analizadas en el microscopio electrónico JEOL, a un diámetro de 1µm, a 10,000 aumentos. Las muestras M9 y M10 fueron analizadas en el microscopio electrónico TESCAN MIRA 3, a un diámetro típico de 100 nm corroborando el tamaño nanométrico de los polvos sintetizados. En las imágenes de EDS de cada una de las muestras se observa una composición elemental a base de Fe, Mg, O.

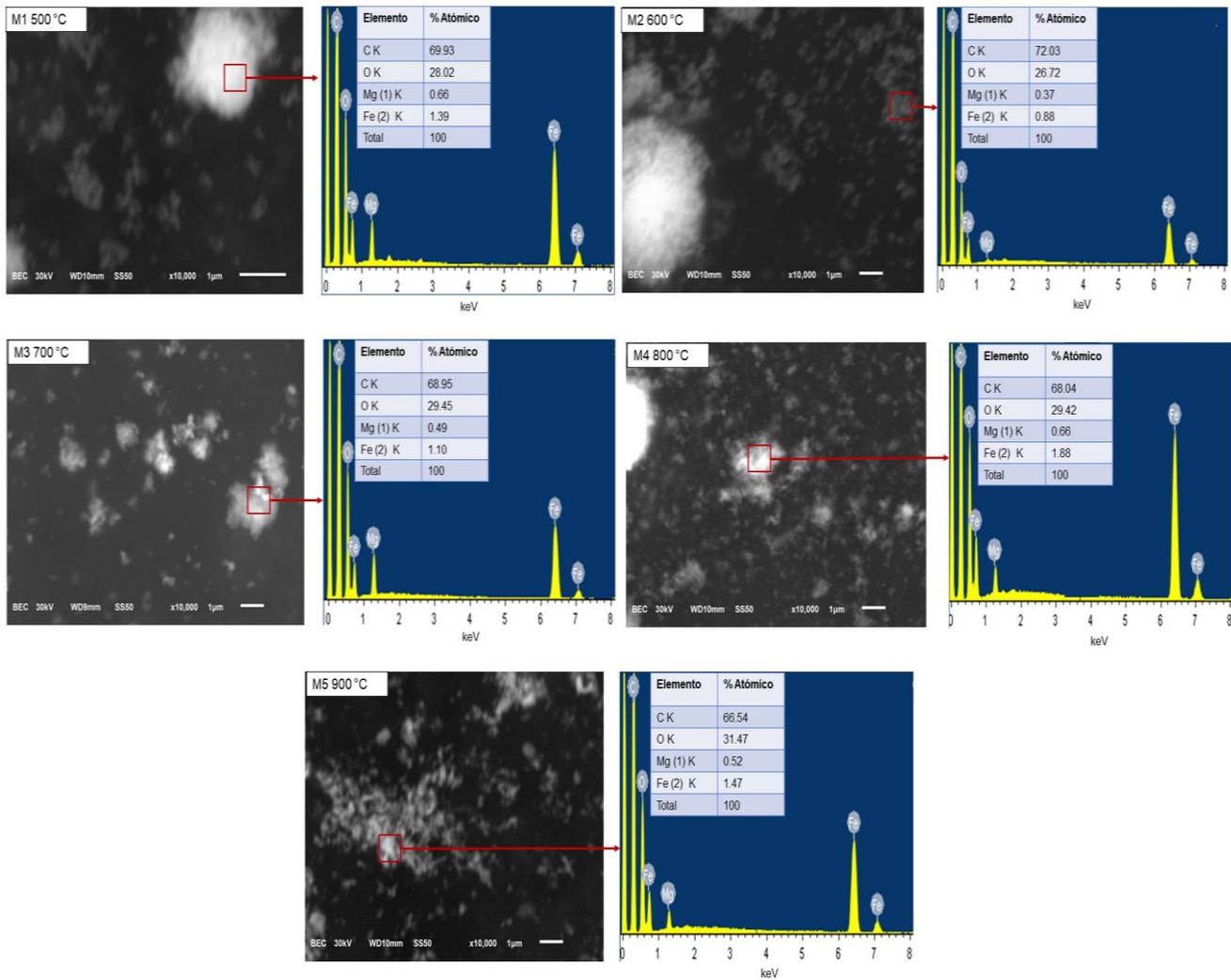


Figura 5.9. Micrografías de muestras sintetizadas a 550 RPM y tratadas térmicamente de 500 °C a 900 °C.

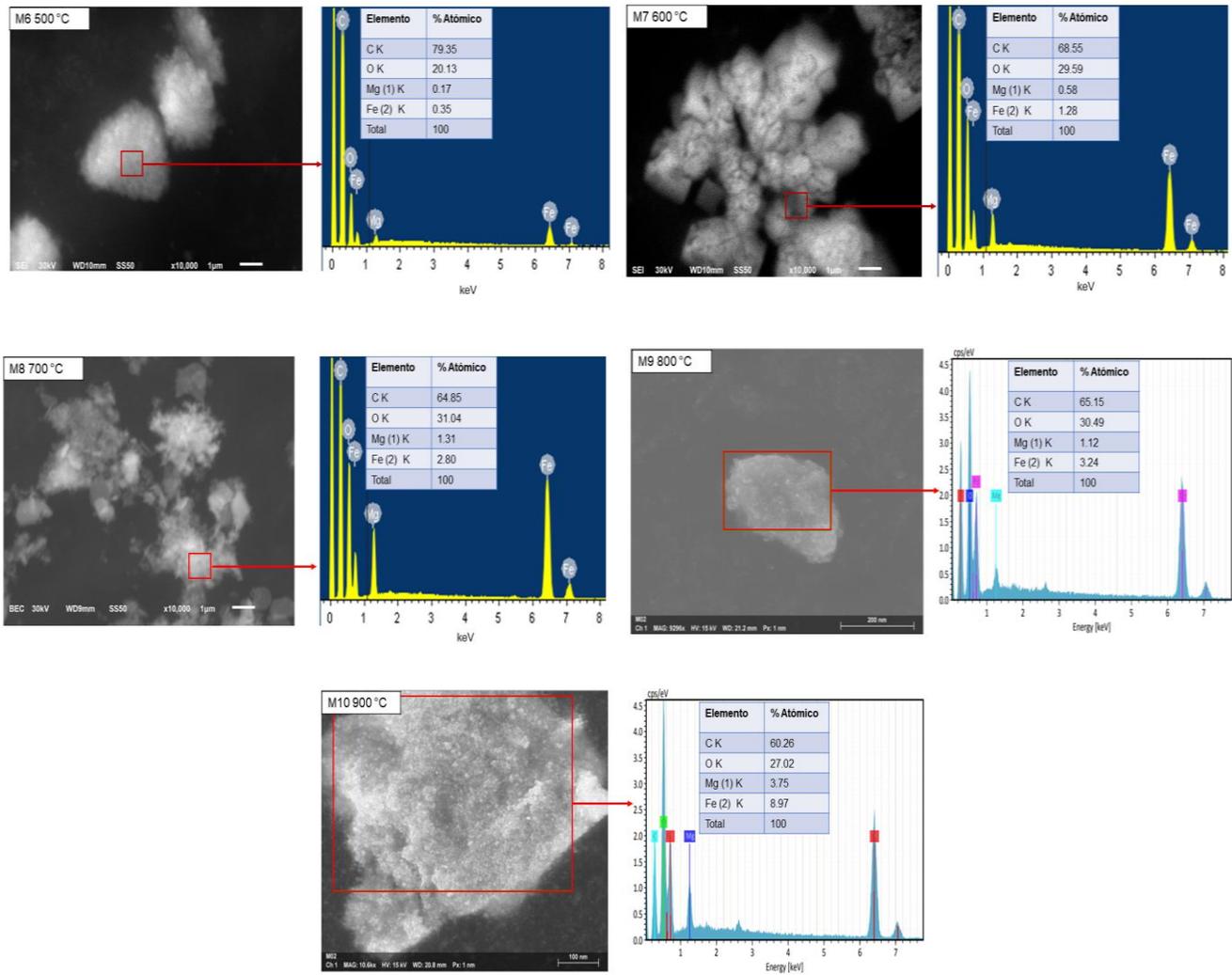


Figura 5.10. Micrografías de muestras sintetizadas a 750 RPM y tratadas térmicamente de 500 °C a 900 °C.

En la figura 5.11 se muestran las micrografías MEB y el microanálisis por EDS de las muestras sintetizadas a 900 RPM con tratamientos térmicos por 2 horas de 500 °C a 900°C. Las muestras fueron analizadas en el microscopio electrónico JEOL, en un diámetro típico de 1µm a 10,000 X. En las micrografías, en especial la M12, es posible observar partículas aglomeradas de tamaño nanométrico, con una morfología esférica característica de una $MgFe_2O_4$, y en las imágenes de EDS de cada una de las muestras se observa una composición elemental a base de Fe, Mg, O.

En la figura 5.12 se muestran tres muestras sintetizadas a 550, 750 y 900 RPM, las cuales se trataron térmicamente a 500 °C por 4 horas. Las muestras fueron analizadas en el equipo de microanálisis TESCAN MIRA 3, a un diámetro típico de 100 nm, encontrando muestras nanométricas aglomeradas. Asimismo, a través del EDS se encontraron los elementos Mg, Fe, O; característicos de una $MgFe_2O_4$.

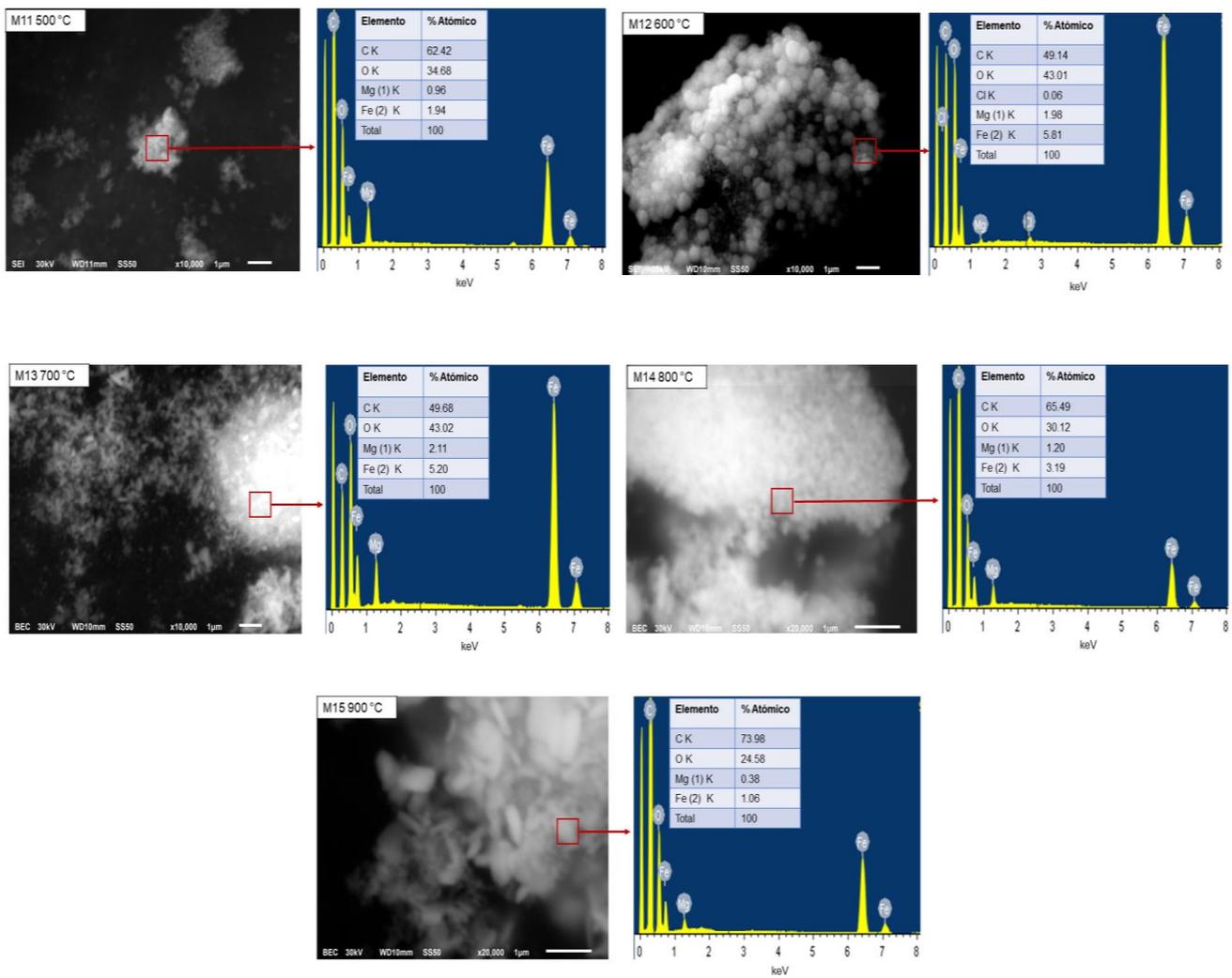


Figura 5.11. Micrográficas de muestras sintetizadas a 900 RPM y tratadas térmicamente de 500 °C a 900 °C.

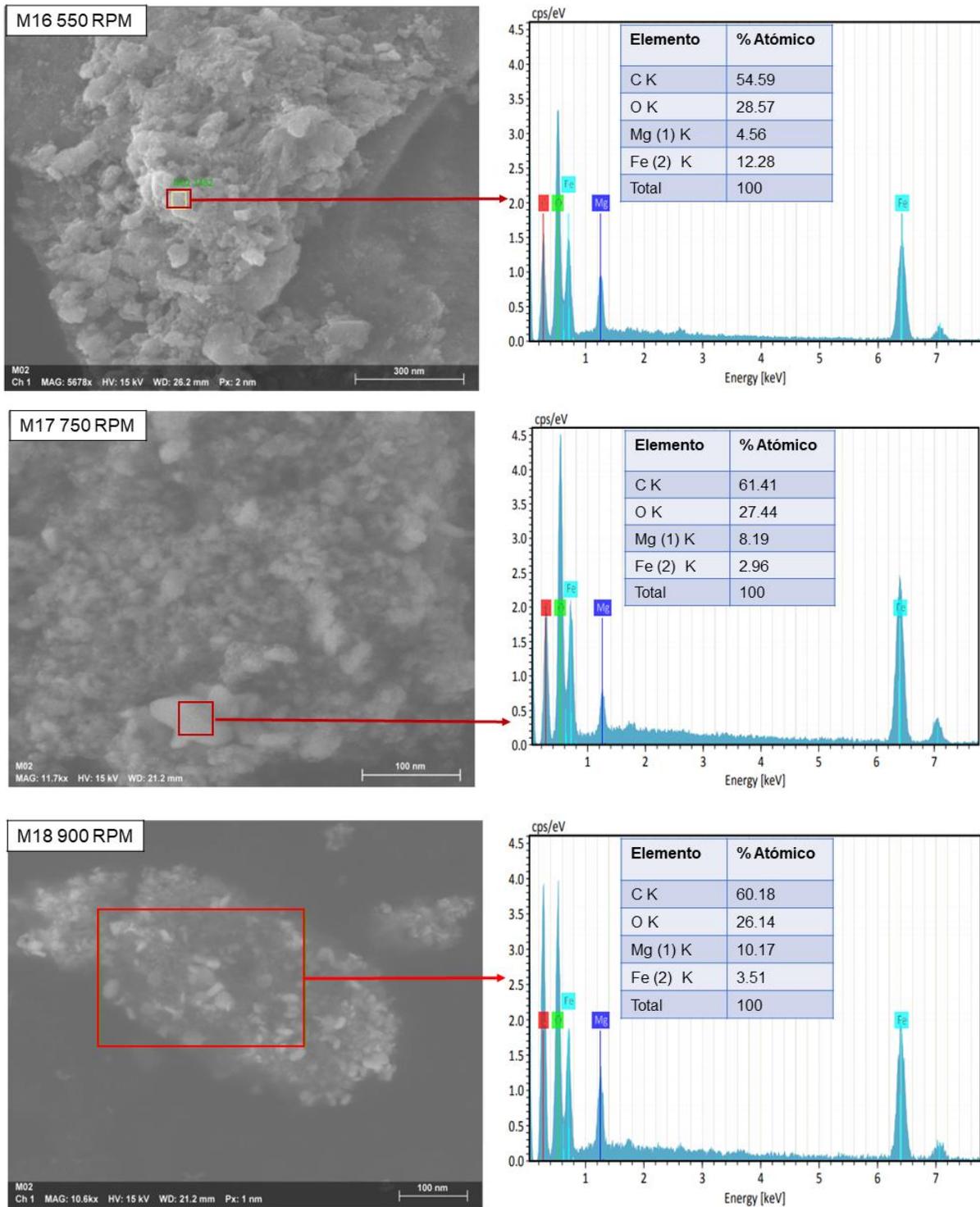


Figura 5.12. Micrografías de las muestras sintetizadas a 550, 750 y 900 RPM, tratadas térmicamente a 500 °C

En las micrográficas de todas las muestras analizadas se puede confirmar el tamaño nanométrico calculado teóricamente a través de DRX, observando partículas en diámetros de hasta 60 nm con morfologías esféricas, lo que indica la alta probabilidad de encontrar el fenómeno magnético de superparamagnetismo, lo que hace de estas nanoferritas potencialmente ideales para aplicaciones biomédicas.

Mediante el análisis de EDS que representa un análisis cualitativo y cuantitativo se pudo corroborar la presencia de los elementos que conforman a una ferrita $MgFe_2O_4$. A través de éste análisis se pudieron calcular los porcentajes atómicos del Fe con respecto al Mg en cada una de las muestras, donde se corrobora la estequiometría planteada para la síntesis de la ferrita.

La figura 5.12 muestra las imágenes correspondientes a un mapeo elemental de la muestra M6 sintetizada a 750 RPM y tratada térmicamente a 500 °C, que de acuerdo al análisis de fases mediante DRX, presentó un alto porcentaje de $MgFe_2O_4$ y Fe_3O_4 . El microanálisis obtenido a través del analizador cualitativo y cuantitativo elemental BUNKER, las cuales fueron medidos en un diámetro típico de 60 nm; mostraron la presencia de O, Mg y Fe y C; el cual este último elemento detectado en el análisis proviene de la cinta de grafito utilizada para la preparación y observación de la muestra. En las imágenes es posible observar una distribución homogénea de los elementos que componen a la estructura de la ferrita de magnesio, en donde no existe concentración de un solo elemento en zonas localizadas, por lo tanto, se comprueba que los dos elementos, Mg y Fe, tienen una distribución uniforme en toda la muestra analizada.

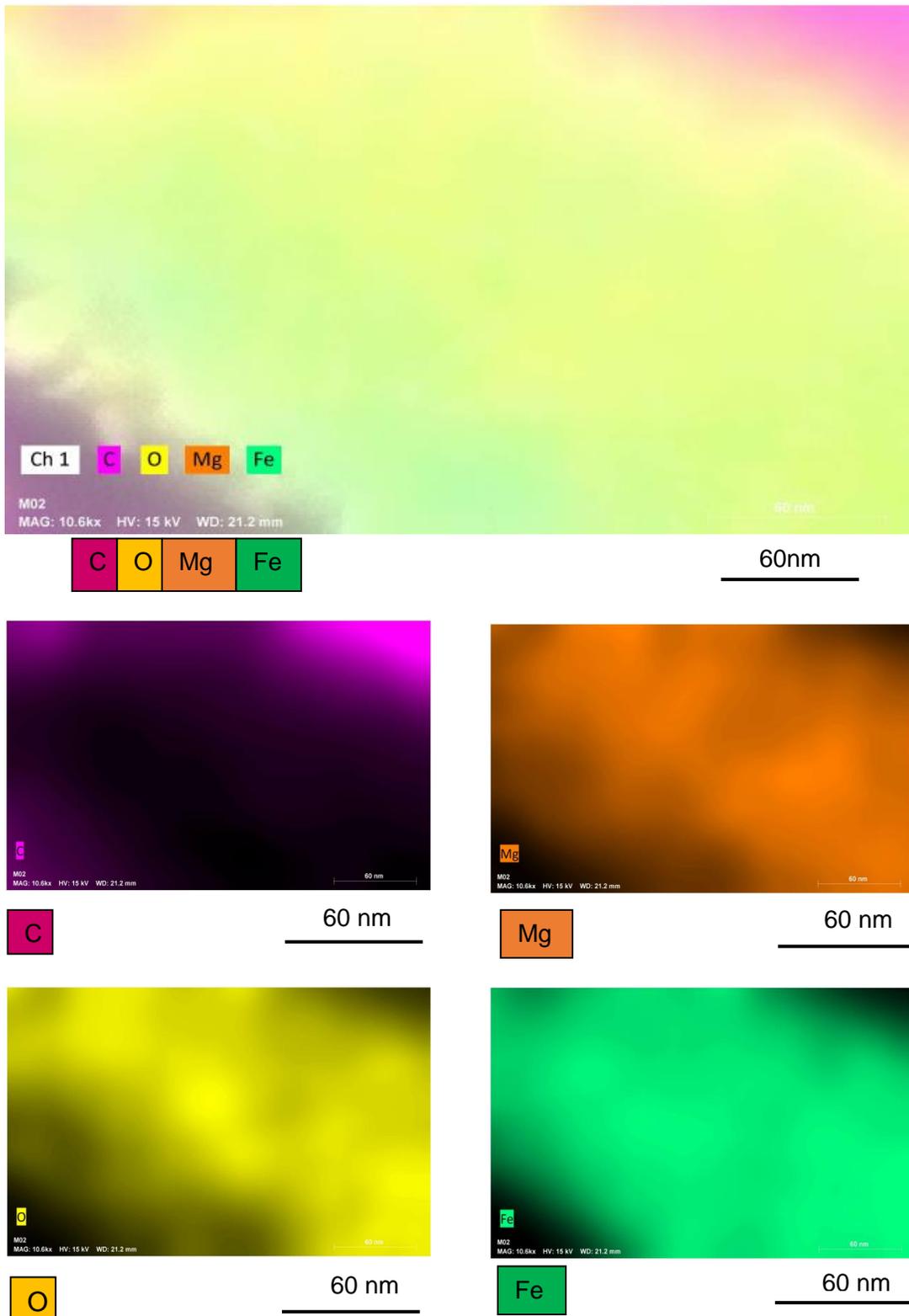


Figura 5.12. Imágenes MEB-Mapeo Elemental de MgFe₂O₄.

VI. CONCLUSIONES

Se llevó a cabo la síntesis de coprecipitación química de acuerdo a las condiciones de reacción determinadas para la obtención de nanopartículas de MgFe_2O_4 en las que se evaluaron sus propiedades térmicas, estructurales y morfológicas con las siguientes técnicas de caracterización:

- Los resultados de ATG-ATD mostraron pérdidas en peso correspondientes a fenómenos térmicos los cuales son presentados por una ferrita con estructura tipo espinela inversa, también a través de este análisis se observó que a partir de 500°C se puede obtener un reacomodo cristalográfico para el crecimiento de las fases de la MgFe_2O_4 .
- En la técnica de caracterización FTIR se encontraron las bandas de vibración características que representan a la huella dactilar de una ferrita de magnesio.
- En DRX a través de un conteo de fases se encontró la fase deseada en las muestras M6, M7, M16, M17 Y M18; con porcentajes altos de MgFe_2O_4 en rangos de 55 a 80%. Asimismo, se encontraron porcentajes mínimos de 0 a 15% de fases secundarias de hematita y magnetita.

También a través de esta técnica de caracterización se concluye que las muestras M6 y M7 sintetizada a 750 RPM y tratada térmicamente a 500 y 600 $^\circ\text{C}$ por 2 h y las muestras M16, M17 y M18 sintetizadas a 550, 750 y 900 RPM y tratadas térmicamente a 500 $^\circ\text{C}$ por 4 h; son ideales para el uso en aplicaciones biomédicas debido a que presentan los tamaños de partícula más pequeños en rangos de 7-20 nm y altos valores correspondientes a la MgFe_2O_4 .

- En las micrografías presentadas por MEB se observó la morfología esférica de las muestras tratadas térmicamente de 500 a 900 $^\circ\text{C}$ y mediante el análisis cualitativo y cuantitativo de EDS se lograron observar los elementos que representan la conformación de una ferrita de magnesio. También a través de

este análisis se pudo encontrar la estequiometría 2:1 planteada en la ferrita MgFe_2O_4 .

De acuerdo a los resultados de las técnicas de caracterización hasta ahora obtenidos se puede determinar que las muestras M6 y M7 sintetizada a 750 RPM y tratada térmicamente a 500 °C y 600 °C por 2 h y las muestras M16, M17 y M18 sintetizadas a 550, 750 y 900 RPM y tratadas térmicamente a 500 °C por 4 h; son óptimas para la obtención de ferrita MgFe_2O_4 mediante la síntesis de coprecipitación química; las cuales pueden ser potencialmente consideradas para aplicaciones biomédicas debido a su tamaño nanométrico, composición elemental y estructura adecuadas para aplicaciones biomédicas.

VII. TRABAJO A FUTURO

- 1) Estudio de las propiedades magnéticas de la ferrita $MgFe_2O_4$ por la vía de síntesis húmeda de coprecipitación química
- 2) Evaluación de las propiedades bioactivas de la ferrita $MgFe_2O_4$ mediante su inmersión en un fluido fisiológico simulado considerando la Norma ISO 23317.
- 3) Evaluación de las propiedades biocompatibles de la ferrita $MgFe_2O_4$ mediante estudios de hemocompatibilidad considerando la Norma ASTM F 756- ISO 10993-parte 4.
- 4) Evaluación de la capacidad de calentamiento de la ferrita $MgFe_2O_4$ mediante pruebas de inducción magnética para aplicaciones en hipertermia magnética

VII. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] Ferlay J, Ervik M, Lam F, Colombet M, Mery L, Piñeros M, “Global Cancer Observatory: Cancer Today,” *Lyon: Centro Internacional de Investigaciones sobre el Cáncer*, 2020.
- [2] R. Goyena, “Magnetic behaviour of nano-particles of $\text{Fe}_2\text{9Zn}_0\text{10O}_4$,” *J. Chem. Inf. Model.*, vol. 53, no. 9, pp. 1689–1699, 2019, doi: 10.1017/CBO9781107415324.004.
- [3] K. P. Su, C. Y. Zhao, H. O. Wang, S. Huang, Z. W. Liu, and D. X. Huo, “Synthesis, structure and magnetic properties of CoFe_2O_4 ferrite nanoparticles,” *Mater. Res. Express*, vol. 5, no. 5, 2018, doi: 10.1088/2053-1591/aabf7b.
- [4] V. M. Khot, A. B. Salunkhe, J. M. Ruso, and S. H. Pawar, “Improved magnetic induction heating of nanoferrites for hyperthermia applications: Correlation with colloidal stability and magneto-structural properties,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 384, pp. 335–343, 2015, doi: 10.1016/j.jmmm.2015.03.039.
- [5] S. Ayyappan, J. Philip, and B. Raj, “A facile method to control the size and magnetic properties of CoFe_2O_4 nanoparticles,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 115, no. 2–3, pp. 712–717, 2009, doi: 10.1016/j.matchemphys.2009.02.005.
- [6] A. K. Gupta and M. Gupta, “Synthesis and surface engineering of iron oxide nanoparticles for biomedical applications,” *Biomaterials*, vol. 26, no. 18, pp. 3995–4021, 2005, doi: 10.1016/j.biomaterials.2004.10.012.
- [7] M. M. Hessian, M. M. Rashad, K. El-Barawy, and I. A. Ibrahim, “Influence of manganese substitution and annealing temperature on the formation, microstructure and magnetic properties of Mn-Zn ferrites,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 320, no. 9, pp. 1615–1621, 2008, doi: 10.1016/j.jmmm.2008.01.025.
- [8] H. Hirazawa *et al.*, “Preparation of fine $\text{Mg}_{1-x}\text{Ca}_x\text{Fe}_2\text{O}_4$ powder using reverse coprecipitation method for thermal coagulation therapy in an ac magnetic field,” *J. Alloys Compd.*, vol. 461, no. 1–2, pp. 467–473, 2008, doi: 10.1016/j.jallcom.2007.07.024.
- [9] K. Petcharoen and A. Sirivat, “Synthesis and characterization of magnetite nanoparticles via the chemical co-precipitation method,” *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.*, vol. 177, no. 5, pp. 421–427, 2012, doi: 10.1016/j.mseb.2012.01.003.
- [10] R. H. Kadam, A. P. Birajdar, S. T. Alone, and S. E. Shirsath, “Fabrication of $\text{Co}_{0.5}\text{Ni}_{0.5}\text{Cr}_x\text{Fe}_{2-x}\text{O}_4$ materials via sol-gel method and their characterizations,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 327, pp. 167–171, 2013, doi: 10.1016/j.jmmm.2012.09.059.
- [11] C. R. Lin, Y. M. Chu, and S. C. Wang, “Magnetic properties of magnetite

- nanoparticles prepared by mechanochemical reaction,” *Mater. Lett.*, vol. 60, no. 4, pp. 447–450, 2006, doi: 10.1016/j.matlet.2005.09.009.
- [12] S. Bae, S. W. Lee, A. Hirukawa, Y. Takemura, Y. H. Jo, and S. G. Lee, “AC magnetic-field-induced heating and physical properties of ferrite nanoparticles for a hyperthermia agent in medicine,” *IEEE Trans. Nanotechnol.*, vol. 8, no. 1, pp. 86–94, 2009, doi: 10.1109/TNANO.2008.2007214.
- [13] N. E. L. Saris, E. Mervaala, H. Karppanen, J. A. Khawaja, and A. Lewenstam, “Magnesium: An update on physiological, clinical and analytical aspects,” *Clin. Chim. Acta*, vol. 294, no. 1–2, pp. 1–26, 2000, doi: 10.1016/S0009-8981(99)00258-2.
- [14] V. M. Khot, A. B. Salunkhe, N. D. Thorat, M. R. Phadatore, and S. H. Pawar, “Induction heating studies of combustion synthesized MgFe_2O_4 nanoparticles for hyperthermia applications,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 332, no. 7407, pp. 48–51, 2013, doi: 10.1016/j.jmmm.2012.12.010.
- [15] S. Lee and M. Jeun, “Modified MgFe_2O_4 ferrimagnetic nanoparticles to improve magnetic and AC magnetically-induced heating characteristics for hyperthermia,” *J. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 15, no. 12, pp. 9597–9602, 2015, doi: 10.1166/jnn.2015.10665.
- [16] S. Akbari, S. M. Masoudpanah, S. M. Mirkazemi, and N. Aliyan, “PVA assisted coprecipitation synthesis and characterization of MgFe_2O_4 nanoparticles,” *Ceram. Int.*, vol. 43, no. 8, pp. 6263–6267, 2017, doi: 10.1016/j.ceramint.2017.02.030.
- [17] V. M. Khot, A. B. Salunkhe, M. R. Phadatore, and S. H. Pawar, “Formation, microstructure and magnetic properties of nanocrystalline MgFe_2O_4 ,” *Mater. Chem. Phys.*, vol. 132, no. 2–3, pp. 782–787, 2012, doi: 10.1016/j.matchemphys.2011.12.012.
- [18] J. Chandradass, A. H. Jadhav, K. H. Kim, and H. Kim, “Influence of processing methodology on the structural and magnetic behavior of MgFe_2O_4 nanopowders,” *J. Alloys Compd.*, vol. 517, pp. 164–169, 2012, doi: 10.1016/j.jallcom.2011.12.071.
- [19] V. K. Viswanathan, S. R. Rajaram Manoharan, S. Subramanian, and A. Moon, “Nanotechnology in Spine Surgery: A Current Update and Critical Review of the Literature,” *World Neurosurg.*, vol. 123, pp. 142–155, 2019, doi: 10.1016/j.wneu.2018.11.035.
- [20] N. P. Mortensen, L. M. Johnson, K. D. Grieger, J. L. Ambroso, and T. R. Fennell, “Biological Interactions between Nanomaterials and Placental Development and Function Following Oral Exposure,” *Reprod. Toxicol.*, no. August, 2019, doi: 10.1016/j.reprotox.2019.08.016.
- [21] W. Utembe, K. Potgieter, A. B. Stefaniak, and M. Gulumian, “Dissolution and biodurability: Important parameters needed for risk assessment of

- nanomaterials,” *Part. Fibre Toxicol.*, vol. 12, no. 1, pp. 1–12, 2015, doi: 10.1186/s12989-015-0088-2.
- [22] A. H. Lu, E. L. Salabas, and F. Schüth, “Magnetic nanoparticles: Synthesis, protection, functionalization, and application,” *Angew. Chemie - Int. Ed.*, vol. 46, no. 8, pp. 1222–1244, 2007, doi: 10.1002/anie.200602866.
- [23] D. Vasudevan, S. S, and K. Vaidyanathan, *Texto de BIOQUÍMICA. Sexta Edición*. 2011.
- [24] Z. Hu *et al.*, “Characterization of ferrite magnetic nanoparticle modified polymeric composites by modeling,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 493, no. August 2019, p. 165735, 2020, doi: 10.1016/j.jmmm.2019.165735.
- [25] C. Y. Tsay, Y. C. Chiu, and C. M. Lei, “Hydrothermally synthesized Mg-based spinel nanoferrites: Phase formation and study on magnetic features and microwave characteristics,” *Materials (Basel)*, vol. 11, no. 11, 2018, doi: 10.3390/ma11112274.
- [26] O. M. Hemed, N. Y. Mostafa, O. H. Abd Elkader, and M. A. Ahmed, “Solubility limits in Mn-Mg ferrites system under hydrothermal conditions,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 364, pp. 39–46, 2014, doi: 10.1016/j.jmmm.2014.03.061.
- [27] Q. Chen, A. J. Rondinone, B. C. Chakoumakos, and Z. John Zhang, “Synthesis of superparamagnetic $MgFe_2O_4$ nanoparticles by coprecipitation,” *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 194, no. 1, pp. 1–7, 1999, doi: 10.1016/S0304-8853(98)00585-X.
- [28] M. A. Garza-Navarro, “Desarrollo de compósitos quitosán/MFe₂O₄ y descripción de su viscoelasticidad magnética,” *Tesis Dr. UANL FIME*, 2009.
- [29] B. L. Cushing, V. L. Kolesnichenko, and C. J. O’Connor, “Recent advances in the liquid-phase syntheses of inorganic nanoparticles,” *Chem. Rev.*, vol. 104, no. 9, pp. 3893–3946, 2004, doi: 10.1021/cr030027b.
- [30] A. Tavakoli, M. Sohrabi, and A. Kargari, “A review of methods for synthesis of nanostructured metals with emphasis on iron compounds,” *Chem. Pap.*, vol. 61, no. 3, pp. 151–170, 2007, doi: 10.2478/s11696-007-0014-7.
- [31] N. E. T. Martínez, “Materiales Híbridos Nanoestructurados Basados En Nanoparticulas De Magnetita Estabilizadas En Matriz De Polielectrolito,” p. 101, 2011.
- [32] C. Burda, X. Chen, R. Narayanan, and M. A. El-sayed, *Chemistry and Properties of Nanocrystals of Different Shapes*. 2005.
- [33] E. Manals, M. Penedo, and G. Giralt, “Análisis y térmico diferencial de diferentes biomasa vegetales,” *Tecnol. Química*, vol. XXXI, no. 2, pp. 36–43, 2011.
- [34] UCO, “Tema 6. Análisis térmico: TG y DTA,” *Univ. Católica Oriente*, vol. 2, p.

- 23, 2015, [Online]. Available: <http://www.uco.es/~iq2sagrl/TranspATG.pdf>.
- [35] T. M. Piqué and A. Vázquez, "Concreto y cemento: Investigación y desarrollo," *Concreto y Cem. Investig. y Desarro.*, vol. 3, no. 2, pp. 62–71, 2012.
- [36] P. J. R. Hernandez, "Síntesis de nanocompuestos magnéticos de matriz polimérica," 2004.
- [37] M. Ipohorski and P. B. Bozzano, "Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales," *Cienc. Invest.*, vol. 63, no. 3, pp. 43–53, 2013.
- [38] L. Martínez Goyeneche, "Facultad de DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE RAYOS X (Determination of particle size by X-Ray diffraction)," 2018.
- [39] M. Castrillón, "Evaluación de la influencia del tamaño de partícula y el tiempo de tratamiento térmico sobre las características físico-mecánicas de un compuesto de alúmina sinterizada infiltrada con un vidrio de lantano," *Dyna*, vol. 74, no. 152, pp. 159–165, 2007.
- [40] J. Munayco, P. Munayco, and N. Ale, "Propiedades Magnéticas De Hematita Nano Estructurada," *Rev. Peru. Química e Ing. Química*, vol. 13, no. 1, pp. 67–70, 2010.

ANEXOS

Nota Importante

La página actual ha sido eliminada intencionalmente debido a que presentaba facsímil de contenido derivado de artículos de investigación publicados en revistas cuyos derechos de uso no pertenecen a esta institución ni al autor de esta tesis.

Esta eliminación se realiza para cumplir con las normativas de derechos de autor de las revistas en cuestión y asegurar que la tesis pueda ser publicada en un repositorio público sin infringir ninguna restricción de uso.

La integridad y el valor académico de la presente tesis no se ven afectados por esta eliminación, ya que los elementos suprimidos corresponden únicamente a los artículos mencionados y no al trabajo de investigación original del estudiante.

Para acceder al contenido del artículo suprimido en esta página, se exhorta al lector buscarlo en el repositorio oficial de dicho artículo mediante esta información:

Bibliografía del artículo eliminado

- Ayyappan, S., John Philip, and Baldev Raj. 2009. "A Facile Method to Control the Size and Magnetic Properties of CoFe₂O₄ Nanoparticles." *Materials Chemistry and Physics* 115(2-3):712-17.
- Gupta, Ajay Kumar, and Mona Gupta. 2005. "Synthesis and Surface Engineering of Iron Oxide Nanoparticles for Biomedical Applications." *Biomaterials* 26(18):3995-4021.
- Hessien, M. M., M. M. Rashad, K. El-Barawy, and I. A. Ibrahim. 2008. "Influence of Manganese Substitution and Annealing Temperature on the Formation, Microstructure and Magnetic Properties of Mn-Zn Ferrites." *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 320(9):1615-21.
- Kadam, R. H., A. P. Birajdar, Suresh T. Alone, and Sagar E. Shirasath. 2013. "Fabrication of Co_{0.5}Ni_{0.5}CrxFe_{2-x}O₄ Materials via Sol-Gel Method and Their Characterizations." *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 327:167-71.
- Khot, V. M., A. B. Salunkhe, M. R. Phadatare, and S. H. Pawar. 2012. "Formation, Microstructure and Magnetic Properties of Nanocrystalline MgFe₂O₄." *Materials Chemistry and Physics* 132(2-3):782-87.
- Khot, V. M., A. B. Salunkhe, J. M. Ruso, and S. H. Pawar. 2015. "Improved Magnetic Induction Heating of Nanoferrites for Hyperthermia Applications: Correlation with Colloidal Stability and Magneto-Structural Properties." *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 384:335-43.
- Lee, Sanghoon, and Minhong Jeun. 2015. "Modified MgFe₂O₄ Ferrimagnetic Nanoparticles to Improve Magnetic and AC Magnetically-Induced Heating Characteristics for Hyperthermia." *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 15(12):9597-9602.
- Lin, Chun Rong, Yuan Ming Chu, and Sheng Chang Wang. 2006. "Magnetic Properties of Magnetite Nanoparticles Prepared by Mechanochemical Reaction." *Materials Letters* 60(4):447-50.
- Lu, An Hui, E. L. Salabas, and Ferdi Schüth. 2007. "Magnetic Nanoparticles: Synthesis, Protection, Functionalization, and Application." *Angewandte Chemie - International Edition* 46(8):1222-44.
- Macías-Martínez, B. I., D. A. Cortés-Hernández, A. Zugasti-Cruz, B. R. Cruz-Ortiz, and E. M. Múzquiz-Ramos. 2016. "Heating Ability and Hemolysis Test of Magnetite Nanoparticles Obtained by a Simple Co-Precipitation Method." *Journal of Applied Research and Technology* 14(4):239-44.
- Martínez Goyeneche, Lucía. 2018. "Facultad de DETERMINACIÓN DEL TAMAÑO DE RAYOS X (Determination of Particle Size by X-Ray Diffraction)."