



BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA

COLEGIO DE INGENIERÍA QUÍMICA

**“Recuperación magnética de microplásticos
en medio acuoso aplicando nanopartículas de
Fe₃O₄”**

TESIS

**PARA OBTENER EL GRADO DE
LICENCIATURA EN INGENIERÍA QUÍMICA**

PRESENTA

MARIANA LÓPEZ SANTANA

**DIRECTORA DE TESIS
DRA MARÍA DE LOURDES RUIZ PERALTA
CODIRECTORA DE TESIS
M.I. CAROLINA OSNAYA GAMBOA**

Agosto 2025



Oficio No. FIQ/AC/165/2024
Asunto: Registro de Tema de Tesis.

C. MARIANA LÓPEZ SANTANA
PASANTE DE LA LICENCIATURA EN
INGENIERÍA QUÍMICA
P R E S E N T E:

Por medio del presente me permito informarle, de la aprobación del Registro de Tema de Tesis de la Licenciatura en Ingeniería Química cuyo título es el siguiente:

“Recuperación magnética de microplásticos en medio acuoso aplicando nanopartículas de Fe_3O_4 ”

Con el siguiente contenido:

INTRODUCCIÓN

CAPÍTULO 1	ANTECEDENTES
CAPÍTULO 2	METODOLOGÍA
CAPÍTULO 3	RESULTADOS Y DISCUSIÓN

CONCLUSIONES
BIBLIOGRAFÍA

Directora de Tesis: Dra. Ma. de Lourdes Ruiz Peralta.
Co-Directora de Tesis: M.I.Q. Carolina Osnaya Gamboa.

Lo cual me permito comunicarle para su conocimiento y fines consiguientes aclarando que la vigencia de este tema será **UNICAMENTE POR UN AÑO**.

Atentamente
"Pensar Bien, Para Vivir Mejor"
H. Puebla de Zaragoza a 21 de Agosto de 2024


Dra. Valeria Jordana González Coronel
Secretaria Académica

C.c.p. Directora de Tesis: Dra. Ma. de Lourdes Ruiz Peralta.
C.c.p. Co-Directora de Tesis: M.I.Q. Carolina Osnaya Gamboa.
C.c.p. Archivo.



Autorización de Impresión de Tesis

Ingeniería Química (x)
Ingeniería Ambiental () Matricula: 201642097
Ingeniería en Alimentos ()
Ingeniería en Materiales ()

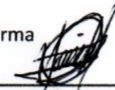
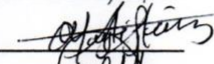
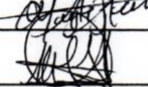
Al C. Sustentante Mariana López Santana

De acuerdo a la **presentación y revisión** de la tesis:

Recuperación magnética de microplásticos en medio acuoso
aplicando nanopartículas de Fe₃O₄

se aprueba la impresión y empastado de la misma.

Jurado de examen profesional:

Presidente: Dr. Heriberto Hernández Cocoleter Firma 
Secretario: Mtra. Mayté Juárez Meneses 
Vocal: Dra. Na. De Lourdes Ruiz P. 

Fecha de examen: 15 de agosto del 2025

H. Puebla de Zaragoza a 13 de junio de 2025.

Dedicatoria

*A Dios, a mis padres y mi hermana.
Los amo y es por ustedes que llegué hasta aquí.*

Agradecimientos

A mis directoras de tesis, Dra. Lourdes por su paciencia infinita y su apoyo en cada etapa del desarrollo del trabajo experimental. Por recordarme mi valor y mi capacidad.

A la maestra Carolina Osnaya por guiarme y enseñarme a utilizar equipos del laboratorio de materiales, por sus anécdotas y buenos momentos después de cada prueba de remoción y su apoyo en todo momento.

Al Dr. Humberto Camacho por apoyarme con el material necesario para el trabajo experimental y siempre motivarme.

Al maestro José Núñez Flores que al igual a todos los técnicos laboratoristas y maestros parte de mi formación académica, sembró en mí una gran ambición por indagar en la ciencia y “desaprender para aprender”.

A la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, mi alma máter, que alberga grandes recuerdos de mi formación profesional y fue mi refugio durante cinco años.

Al laboratorio central del IFUAP BUAP por las facilidades para la caracterización del material sintetizado.

A mis amigos Ariadna, Miguel, Adrián, Lalo y Daniel, que siempre me dieron un motivo más para asistir a la universidad y recordar que no estoy sola. Por apoyarme y procurarme.

A mis mejores amigos, Poncho, Yariela, Marion, Carlos y Axel, sin los cuales no le sonreiría tan seguido a la vida. Los quiero.

A mi madre que siempre me recordó que es importante perseverar y sin importar el resultado siempre ha estado orgullosa de mí.

A mi padre que me inspiró con su historia universitaria y no deja de sorprenderme en su desempeño laboral, gracias por no dejar que me rinda.

A mi hermana que me acompaña en cada buen y mal momento de mi vida y siempre me impulsa a seguir, gracias por darme un motivo para ser mejor para ti.

A mis familiares, mis primas Bárbara, Gely y Landy, mis primos Coco, Dino, Luis Alberto y Lolito, mis tíos Yogui, Dorita, Cuchi, Jorgito, Roly y Baby, por siempre creer en mí.

A mis abuelos que sé que me cuidan y están orgullosos de mí. Gracias Chonita, Mama, Pipo y Panchito, los llevo conmigo.

A mi perrita Mika, que pasó madrugadas en vela acompañándome mientras redactaba este trabajo. A mis gatos Ruperto, Chobi y Yeti que también me hacían compañía.

A todos los que me han apoyado a lo largo del camino, mis directivos, compañeros a mi Jack y a las personas valiosas que me han enseñado grandes cosas en la vida. A los que han estado y ya no están. A mis colegas, y compañeros que han querido rendirse y se han levantado. Y a todo aquel que me ha regalado su tiempo leyendo este trabajo.

A Dios, que le debo todo lo que tengo y nunca me ha dejado sola.

Índice general



CAPÍTULO I. ANTECEDENTES	15
1.2 Contaminación por microplásticos	16
1.3 Microplásticos y su clasificación.....	18
1.3.1 Microplásticos Primarios:	19
1.3.2 Microplásticos Secundarios:	19
1.4 Plásticos comerciales más utilizados en el mundo	20
1.4.1 La industria del plástico en México	22
1.4.2 Contaminación por microplásticos en México	22
1.5 Tecnologías aplicadas a la remoción de microplásticos.....	23
1.6 Materiales nanoestructurados aplicados en la remediación ambiental	25
1.6.1 Materiales nanoestructurados	25
1.6.2 Clasificación de materiales nanoestructurados	26
1.6.3 Aplicación de materiales nanoestructurados	26
1.7 Magnetita	27
1.7.1 Estructura cristalina de magnetita	28
1.7.2 Propiedades ópticas y magnéticas	29
1.8 Remoción de microplásticos por el método magnético	31
1.9 Métodos químicos para la síntesis de materiales nanoestructurados	31
1.10 Método solvotermal	32
1.11 Modificación superficial de las nanopartículas de Fe₃O₄.....	33
CAPÍTULO II. METODOLOGÍA	34
2.1 Síntesis de Magnetita por la ruta solvotermal.....	35
2.2 Modificación superficial de las nanopartículas de Fe₃O₄.....	37

2.3 Pruebas de remoción de microplásticos	39
2.4 Procesamiento de pellets de polipropileno	41
2.5 Caracterización de las partículas de Fe₃O₄	42
2.6 Caracterización morfológica y estructural.	42
2.6.1 Difracción de rayos-X (DRX)	42
2.6.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés)	43
2.6.3 Espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas den inglés)	43
2.6.4 Microscopía micro-Raman	43
CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	44
3.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés).....	45
3.2 Difracción de rayos X (DRX)	48
3.3 Espectroscopia Micro-Raman	50
3.4 Espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR).....	52
3.4.1 Caracterización por FTIR de las muestras de Fe ₃ O ₄ funcionalizadas con TEOS.	53
3.5 Cálculo de la tasa de remoción de MPs del agua	55
3.6 Mecanismo de funcionalización y recuperación de los microplásticos....	56
Conclusiones	58
Trabajo a futuro	59
ANEXO 1	60
Difracción de rayos-X	60
Microscopia electrónica de barrido	61
Espectroscopía de Infrarrojo	62
Espectroscopía Micro Raman.....	63
Reflectancia Difusa	65

Índice de figuras

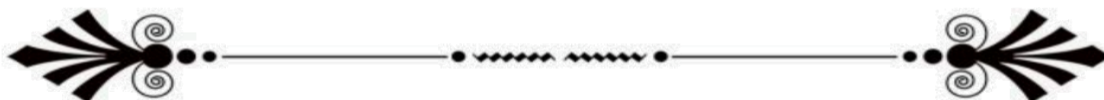


Figura 1. Ejemplo de un ciclo de contaminación por micropásticos. [6].....	17
Figura 2. Clasificación de microplásticos, fuentes y destinos en el medio ambiente [7].....	18
Figura 3. Producción a nivel mundial del plástico según su tipo, 2011 (porcentajes) [13].	20
Figura 4. Clasificación de tipos de plástico según su uso comercial. Fuente: Greenpeace [16]	22
Figura 5. Porcentajes de residuos encontrados en 126 cuadrantes/1m ² para 42 sitios en 10 ciudades costeras de México. [19]	23
Figura 6. Ejemplos de tipos de separación física utilizados para la remoción	25
Figura 7. Diagrama representativo de la clasificación de nanomateriales manufacturados según ISO. [26].....	26
Figura 8. Estructura de espinela inversa de Fe ₃ O ₄ . [31]	28
Figura 9. Caras tetraédricas donde se localizan los cationes Fe ³⁺ y caras octaédricas donde se alojan los cationes Fe ³⁺ y Fe ²⁺ dentro de la celda unitaria de la magnetita [32].....	29
Figura 10. Estructura de espinela inversa donde se observa en azul la forma octaédrica y en gris la forma tetraédrica conformada por los cationes Fe ²⁺ y Fe ³⁺ . [34].....	30
Figura 11. Estructura superficial de la magnetita, sitios activos expuestos en plano (111). [36].....	31

Figura 12. Representación de una síntesis solvotermal paso a paso para producción de nanopartículas de magnetita [42].	32
Figura 13. Ejemplo de nanopartículas magnéticas recubiertas por grupos funcionales [44].	33
Figura 14. Diagrama de la metodología para la síntesis de Fe_3O_4 . [elaboración propia]	36
Figura 15. Diagrama de obtención de polvos de Fe_3O_4 , lavados y secado. [Imágenes propias]	37
Figura 16. Agitación magnética a $18^\circ \sim 20^\circ C$ y $239^\circ \sim 250^\circ C$ por 24hrs.	38
Figura 17. Agitación digital a 250rpm por 24 hrs., (IKA Eurostar 60 digital).	38
Figura 18. Partículas funcionalizadas en reposo por 30min después de agitación antes de lavados [imágenes propias]	39
Figura 19. Muestras después de secado sin imán con microplásticos dentro de la superficie establecida por el área del imán (5x5cm). [imagen propia]	40
Figura 20. Muestras después de secado ($Fe_3O_4+PPc(4mm)$) recuperadas en portaobjetos para su análisis incluyendo m1, m2, m2.1, m3 y m4. [imagen propia]	40
Figura 21. Muestra m2 sin funcionalizar a prueba con imán en base después de 30min, los microplásticos son atraídos a la superficie del imán, sin embargo, no interactúan completamente con la magnetita. [imagen propia]	41
Figura 22. Polvo de 4mm de pellets procesados de polipropileno. [imagen propia]	42
Figura 23. Imágenes típicas SEM de magnetita (Fe_3O_4) sintetizadas por ruta solvotermal, con dos precursores diferentes y tiempos de tratamiento térmico de 3 y 6 horas. a) Muestra 1, (b) Muestra 2, (c) Muestra 3 y (d) Muestra 4.	45
Figura 24. Morfología cúbica (30-40nm) de la muestra M4 a tiempo de tratamiento de 6 horas.	47
Figura 25. Patrón de difracción de rayos X de las muestras sintetizadas de Fe_3O_4 a diferentes tiempos de tratamiento térmico. a) Muestra 1 (3h), b) muestra 2 (6h), c) muestra 3 (3h) y d) muestra 4 (6h).	48

Figura 26. Espectros micro-Raman de las muestras a) M1, b) M2, c) M3 y d) M4. Sintetizadas a), b) utilizando cloruro de hierro y c), d) utilizando nitrato de hierro como precursores de Fe.....	52
Figura 27. Espectro de infrarrojo del polipropileno utilizado en las pruebas de remoción de microplásticos.....	53
Figura 28. Espectros FTIR del Fe ₃ O ₄ a) sin funcionalizar y b) funcionalizada con TEOS por un tiempo de 24 horas.	55
Figura 29. Superficie funcionalizada de una molécula magnética recubierta por un compuesto orgánico.	57
Figura 30. Representación gráfica de la recuperación de microplásticos en un medio acuoso contaminado con nanopartículas de óxido de hierro funcionalizadas.	57
Figura 31. Fenómeno de difracción de rayos X al hacer incidir un haz sobre materia cristalina. [68].....	60
Figura 32. Equipo de microscopía electrónica de barrido y su funcionamiento desglosado. [70].....	61
Figura 33. Electrones retrodispersados y electrones secundarios del fenómeno de microscopía de barrido. [72].....	62
Figura 34. Fenómeno de absorción IR, absorción y transmisión. [74].....	63
Figura 35. Imagen descriptiva del efecto Raman sobre una molécula para su identificación mediante la vibración molecular. [77].....	64
Figura 36. Diagrama demostrativo de la dispersión Raman. Se aprecian las líneas Stokes y anti-Stokes durante el cambio vibracional. [78].....	65
Figura 37. Fraccionamiento de la energía incidente sobre una superficie. [80].....	65

Índice de tablas

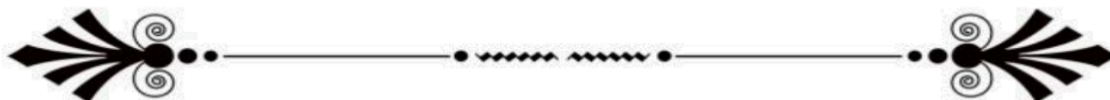


Tabla 1. Fuentes de microplásticos en ecosistemas acuáticos y contaminantes más comúnmente encontrados.	19
Tabla 2. Características generales de la magnetita natural [33].....	29
Tabla 3. Tiempos de síntesis por precursor de hierro (Fe).....	36
Tabla 4. Tamaño de cristalito del Fe_3O_4 sintetizado a diferentes tiempos de reacción.	49
Tabla 5. Comparación de frecuencias de los modos Raman entre las cuatro muestras sintetizadas (M1-M4).	50
Tabla 6. Resultados del cálculo de la tasa de remoción de MP's del agua para cada muestra	56

Introducción

La contaminación por microplásticos (MP) se ha convertido en un problema ambiental relevante desde la Revolución Industrial, a raíz del uso creciente del plástico como sustituto de materiales como el vidrio, cartón, metal y madera. La disposición inadecuada de estos residuos ha provocado afectaciones en cuerpos de agua, suelos e incluso en el aire, lo cual impacta directamente a los seres vivos que habitan o dependen de estos ecosistemas. Además, genera contaminación visual que puede desincentivar actividades económicas locales vinculadas al entorno natural.

Las nanopartículas de magnetita (Fe_3O_4) tienen múltiples aplicaciones, tanto en ingeniería de materiales como en la industria alimentaria y médica. Su uso en procesos de remoción de metales pesados ha sido ampliamente estudiado, gracias a propiedades como su bajo costo, estabilidad a temperatura ambiente, facilidad de síntesis y compatibilidad ambiental. En años recientes, se ha explorado su aplicación en la recuperación de microplásticos en medio acuoso como una alternativa más accesible frente a métodos convencionales, los cuales suelen implicar altos costos y consumo energético.

En esta investigación, se sintetizaron nanopartículas de Fe_3O_4 mediante la ruta solvotermal, utilizando dos precursores distintos de hierro. Se buscó controlar el tamaño y la morfología de las partículas, las cuales fueron caracterizadas para evaluar su cristalinidad, estructura y propiedades ópticas. Las muestras M2 y M4 mostraron picos más definidos en los análisis, indicando una mejor calidad cristalina y mayor homogeneidad.

Posteriormente, se realizaron pruebas de remoción de microplásticos bajo condiciones ambientales en Puebla, México. Se preparó una simulación de aguas contaminadas con partículas de polipropileno (4 μm), a partir de una concentración controlada en agua corriente. Las muestras fueron agitadas mediante distintos métodos para simular condiciones similares a las de cuerpos de agua naturales, y posteriormente se utilizaron imanes de neodimio (50 Gauss, 4×4×1 cm) para recuperar los contaminantes, tras la adición de las nanopartículas de óxido de hierro.

Entre los resultados más destacados, la muestra M4 (sintetizada con $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$ durante 6 horas y sometida a 24 horas de impregnación en agitador de torno) logró una recuperación de microplásticos del 98.28% con un tamaño de partícula de 30-40nm y morfología cúbica.

Estos resultados sugieren que las nanopartículas de Fe_3O_4 pueden ser diseñadas para interactuar eficientemente con los microplásticos, facilitando su separación del agua. Esta alternativa representa una solución más sustentable y económica en comparación con los métodos tradicionales.

La tesis se estructura en tres capítulos: el Capítulo 1 enmarca el problema de los microplásticos a nivel mundial, su impacto ambiental y en la salud, así como un breve panorama de las tecnologías actuales de remoción. El Capítulo 2 describe la síntesis y caracterización de las nanopartículas de magnetita; en el Capítulo 3 se presentan y discuten los resultados obtenidos. Finalmente, se presentan las conclusiones generales y algunas recomendaciones para futuras investigaciones.

Objetivo general

- ✓ Sintetizar y utilizar nanopartículas de Fe_3O_4 en la remoción de micropartículas de polipropileno en soluciones acuosas mediante separación magnética para contribuir significativamente al desarrollo de soluciones efectivas y sostenibles para la gestión de microplásticos y beneficio al medio ambiente.

Objetivos particulares

- ✓ Sintetizar nanopartículas de Fe_3O_4 mediante el método de reacción solvotermal.
- ✓ Caracterizar las nanopartículas obtenidas y las procesadas de polipropileno utilizando las técnicas de espectroscopía micro-Raman, infrarrojo, reflectancia difusa y microscopía SEM para conocer su cristalinidad, y morfología.
- ✓ Funcionalizar las nanopartículas de Fe_3O_4 para lograr afinidad con el microplástico modelo.
- ✓ Formación de microplásticos mediante fundición y trituración de pellets de polipropileno empleados como partícula modelo de remoción
- ✓ Realizar pruebas de remoción de microplásticos en una muestra de agua con contaminante.
- ✓ Evaluar la efectividad de las nanopartículas de magnetita mediante el cálculo de la tasa de eliminación de microplásticos a partir de los resultados experimentales obtenidos.

Hipótesis

Es posible remover microplásticos de polipropileno concentrados en agua mediante magnetismo con la interacción de nanopartículas de Fe_3O_4 sintetizadas con superficie funcionalizada.

CAPÍTULO I. ANTECEDENTES

*“Aunque tu comienzo haya sido insignificante,
tu porvenir se engrandecerá en gran manera”.*
Job 8:7.

1.1 Contaminación Ambiental

La contaminación ambiental se define como la presencia de uno o más agentes químicos, físicos o biológicos, dentro del medio ambiente en concentraciones diferentes que ocasionan un daño biológico. Causan alteraciones en la atmósfera, en cuerpos de agua, suelo, aire y afectan a la vida silvestre a su paso. Estos agentes pueden ser productos terminados o residuos que fueron dispuestos de manera incorrecta, es decir, no se desecharon adecuadamente. Su concentración en el medio es un factor importante para determinar su peligro a la salud. Dado el impacto de la contaminación ambiental en la calidad de vida humana y el deterioro de los recursos naturales es fundamental crear conciencia, educar y encontrar alternativas que pongan un fin a estos problemas. Con el propósito de mejorar la calidad de vida de las personas y conservar el planeta. [1]

En el caso de los desechos plásticos, el paso del tiempo, la exposición al sol, el agua, o el contacto con el suelo y la atmósfera, propicia el desgaste de estos, reduciendo su tamaño inicial o descomponiéndolos en pequeñas partículas menores a 5 mm, conocidas como *microplásticos*. [2]

1.2 Contaminación por microplásticos

Richard Thompson investigador en la revista “Environmental Science and Technology” (2008), reporta que la mayor parte de la contaminación marina es ocasionada por grandes concentraciones de partículas de residuos. Estos gránulos son encontrados en diversas áreas del ambiente marino, como las costas de áreas industriales y residenciales, suspendidas en la superficie de los cuerpos de agua, en el fondo, y en columnas marinas. Uno de los principales motivos por los cuales estos contaminantes son nocivos para el medio ambiente y difíciles de remover, es debido a su reducido tamaño y alta concentración en el agua. Hay más de 430 millones de toneladas de plástico producidas anualmente y dos tercios son productos de plástico de corta vida útil que se convierten en basura que a menudo terminan en océanos afectando la vida marina y el ecosistema acuático. [3]

Estas partículas contaminantes no solo quedan concentradas en el agua, sino que afectan a plantas y organismos acuáticos e incluso las ingieren peces, aves, moluscos y mamíferos acuáticos. Todas las especies marinas enfrentan riesgo de

intoxicación, asfixia y alteración en su comportamiento natural. Los residuos plásticos también bloquean el paso del oxígeno y la luz a los corales y flora marina. Esto además de poner en peligro la biodiversidad del ecosistema, también interfiere con la calidad del agua, por la acumulación de contaminantes propiciando la formación de virus, bacterias y elementos nocivos para la salud. [4]

Un ejemplo de cómo afectan estos contaminantes de manera directa a los seres vivos es en el momento en que un pez ingiere su alimento en el mar y este lleva una concentración cualquiera de microplásticos a su organismo, y más tarde es pescado para consumo humano (Figura 1), la persona que se alimenta de este pescado también consumirá este contaminante lo que puede ocasionarle problemas de salud a largo plazo si ingiere este alimento contaminado en grandes cantidades. Lo mismo sucede con mamíferos y aves depredadoras que se alimentan de animales en contacto con agua contaminada. Estas partículas microcontaminantes son conocidas como microplásticos (MPs). [5]

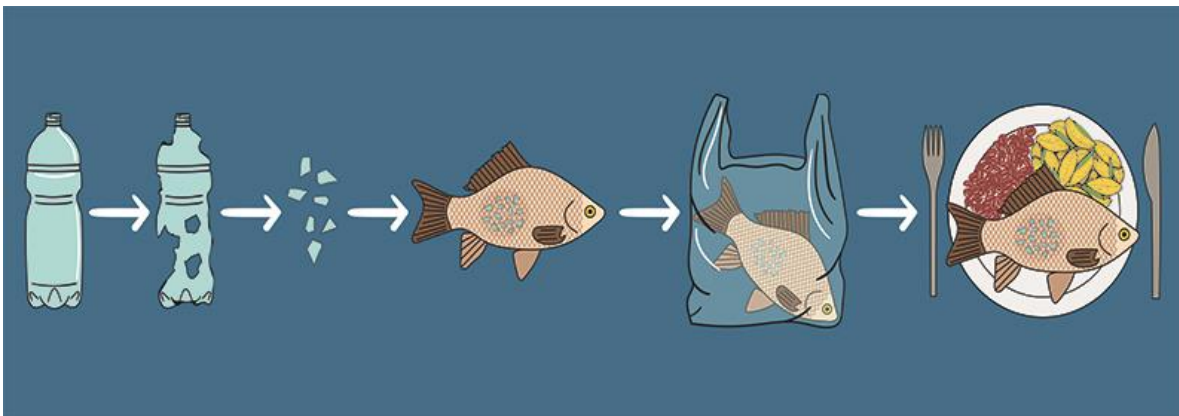


Figura 1. Ejemplo de un ciclo de contaminación por micropásticos. [6]

1.3 Microplásticos y su clasificación

Los microplásticos son encontrados en altas concentraciones en el ambiente y son clasificados como primarios y secundarios (Figura 2).

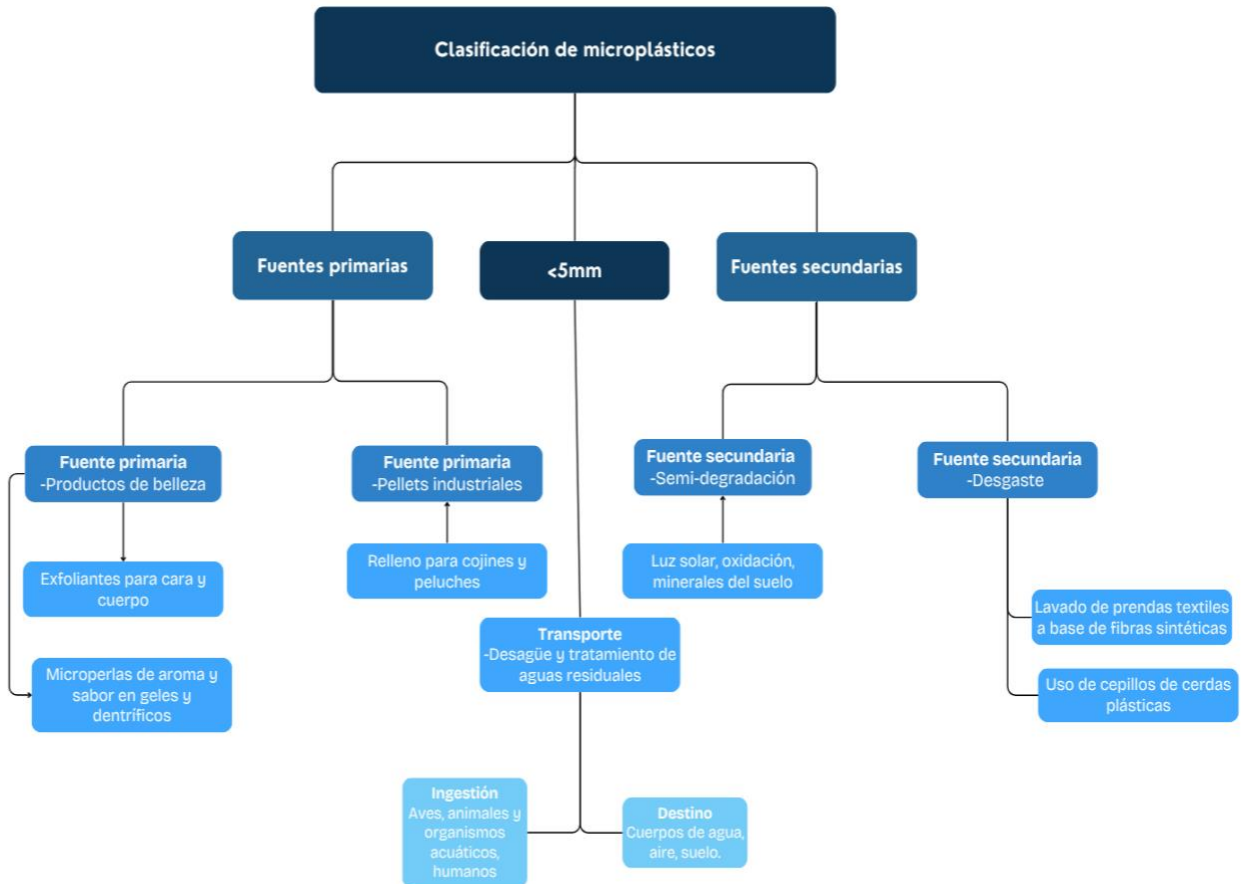


Figura 2. Clasificación de microplásticos, fuentes y destinos en el medio ambiente [7].

Los primarios son fabricados de manera intencional para usarse en productos destinados al cuidado personal, como exfoliantes faciales y cremas dentales con microperlas de sabor a menta, detergentes con microcápsulas de aroma, bloqueadores solares, o incluso para algunos procesos industriales que requieren plásticos con estas dimensiones. Estas pequeñas partículas pueden llegar al medio ambiente por la disposición inadecuada o sistemas deficientes de tratamiento de residuos domésticos e industriales (Tabla 1). Los microplásticos secundarios se forman por la descomposición o degradación parcial de artículos plásticos más grandes; como botellas, bolsas y envases expuestos a la intemperie, a la acción

corrosiva del tiempo o fuerzas mecánicas; reduciendo gradualmente su tamaño hasta ser microscópicos y muy difíciles de remover en medio acuoso. [8]

Por consiguiente, la fuente de los microplásticos (MPs) secundarios depende de la degradación de los plásticos primarios.

Tabla 1. Fuentes de microplásticos en ecosistemas acuáticos y contaminantes más comúnmente encontrados.

Clasificación de MPs	Fuente	Destino	MPs encontrados	Referencia
Primarios	Drenaje residencial	Cuerpos de agua dulce	Microperlas cosméticas (60-70 μ m)	[9]
Secundarios	Drenaje residencial	Cuerpos de agua dulce	Microplásticos varios (53-105 μ m)	[10]

1.3.1 Microplásticos Primarios:

- Pellets de resina plástica: Utilizados como materia prima en la fabricación de productos plásticos.
- Microesferas en productos cosméticos y de higiene: Presentes en exfoliantes, pastas de dientes, etc.
- Fibras sintéticas: Liberadas durante el lavado de ropa hecha de materiales como poliéster y nylon.

1.3.2 Microplásticos Secundarios:

- Fragmentación de plásticos grandes: La degradación de bolsas, botellas y otros objetos plásticos debido a la exposición a la luz solar, el viento y la acción de las olas.

La contaminación por microplásticos es un desafío complejo que requiere una combinación de estrategias reguladoras, tecnológicas y educativas para mitigar sus efectos y proteger tanto el medio ambiente como la salud humana. [11]

1.4 Plásticos comerciales más utilizados en el mundo

Los plásticos se encuentran en la mayoría de los objetos de uso cotidiano, desde las botellas que se utilizan para beber agua hasta el auto y medios de transporte o el teléfono móvil como medio de comunicación. También se encuentran en productos de higiene, medicamentos y alimentos o prendas de vestir. Dado el uso y la necesidad de estos productos, es importante conocer sus propiedades como la dureza, densidad, coloración, forma, cantidad, calidad y otros factores que determinarán el tipo de plástico que se producirá. Existen de grado alimenticio y médico, los cuales requieren materias primas de calidad y una larga serie de pruebas que indiquen que son aprobados para consumo humano y su disposición puede ser altamente contaminante.

La producción de plásticos al rededor del mundo depende de las condiciones de infraestructura, recursos, demanda del mercado, producción para consumo local y exportación y gobierno del país (Figura 3) [12].

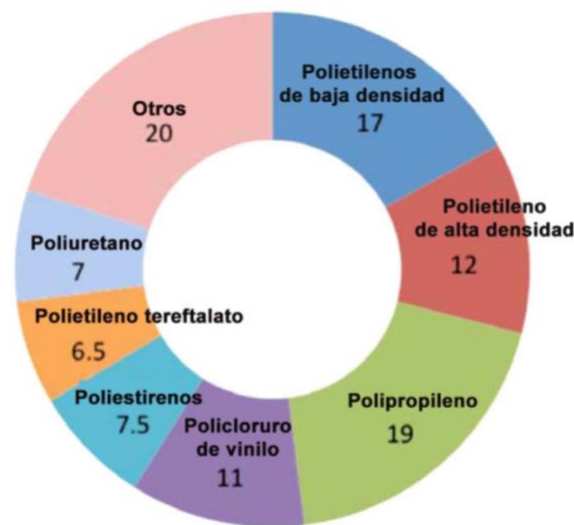


Figura 3. Producción a nivel mundial del plástico según su tipo, 2011 (porcentajes) [13].

Algunos de los plásticos más producidos y utilizados comúnmente son:

-Tereftalato de polietileno (PET o PETE) $[(C_{10}H_8O_4)_n]$: Es liviano, sin color y es uno de los más utilizados en empaques de alimentos y telas. Un ejemplo claro es la botella desechable de agua o bebidas gasificadas que se oferta en tiendas de conveniencia.

- Cloruro de polivinilo (PVC o vinilo) $[(C_2H_3Cl)_n]$: Es duro, rígido, y resistente a condiciones extremas de temperatura por lo que lo convierte en un plástico ideal para uso a la intemperie. Es utilizado normalmente en tuberías y para aislar cables de electricidad. Otro uso común es en el campo médico, ya que consigue reducir infecciones por ser impermeable a los gérmenes y de fácil desinfección, sin embargo, es considerado el plástico más peligroso para salud humana ya que filtra toxinas como el plomo durante su desgaste en su ciclo de vida.

- Polietileno de baja densidad (LDPE) $[(CH_2-CH_2)_n]$: esta clasificación del polietileno es más suave y flexible. Es una de las capas de revestimiento dentro de los envases de cartón tipo Tetrapak, bolsas de supermercado y revestimientos o plásticos de embalaje.

- Poliestireno (PS) $[(C_8H_8)_n]$: por su alta capacidad aislante, el poliestireno es utilizado en la industria de los alimentos y construcción. Un ejemplo de su producto son los envases desechables, cartones de huevo, cubiertos y paredes aislantes para edificios. Cabe destacar que también posee la capacidad de adsorber toxinas como el estireno, que es una neurotoxina, y estas podrían ser absorbidas en los alimentos y, por lo tanto, consumidas por los humanos. [14]

- Polipropileno (PP) $[CH_2-CH(CH_3)_n]$: es un polímero termo plástico, semi cristalino, semi opaco, blanco. Es un material rígido y moldeable además de ser resistente al impacto. Su flexibilidad y tenacidad es gracias a su forma de copolímero con el etileno.

Se utiliza principalmente en la industria química para el equipamiento de laboratorios, piezas y material de laboratorio que implican una necesidad de resistencia química. Otras aplicaciones son la industria textil y alimenticia, con empaquetados y fibras de ropa. (Ver figura 4).

El procesamiento del polipropileno es mediante la extrusión y su moldeo, similar a otros plásticos, mediante la inyección. Se pueden conseguir piezas como, tazas, llantas, contenedores, utensilios, piezas automotrices, entre otros. [15]



Figura 4. Clasificación de tipos de plástico según su uso comercial. Fuente: Greenpeace [16]

1.4.1 La industria del plástico en México

En México la industria del plástico abarca aproximadamente un 80% de los procesos productivos del país, de acuerdo con lo reportado por la Asociación Nacional de la Industria del Plástico (ANIPAC). Se fabrican constantemente piezas automotrices para exportación y también piezas para equipos industriales. La industria textil y embotelladora son otros ejemplos de los principales productores de piezas y embalajes plásticos en México. [17]

1.4.2 Contaminación por microplásticos en México

Existen una diversidad de fuentes que contribuyen a la contaminación por desechos plásticos derivadas de actividades humanas. Algunos ejemplos son las zonas más pobladas y turísticas de México (por lo general zonas playeras, ver figura 5), que reciben turistas de todo el mundo a lo largo del año, zonas industriales, vertederos y aguas residuales de plantas de tratamiento que aportan grandes concentraciones

de microfibras, microesferas y resinas provenientes del lavado de ropa, cuidado personal y empaques de alimentos y bebidas. Entre otras fuentes de contaminación se enlistan las provenientes de actividades económicas en México relacionadas con los mares y lagos. Un ejemplo son las redes de pesca atrapadas en los arrecifes y suelos marinos, fragmentos de redes, hilos y cañas de pesca, materiales de embarcaderos y residuos de pinturas, artículos utilizados en las prácticas de acuicultura, derrames de petróleo, etc., son contribuyentes a la contaminación por microplásticos en las playas y cuerpos de agua de México. [18]

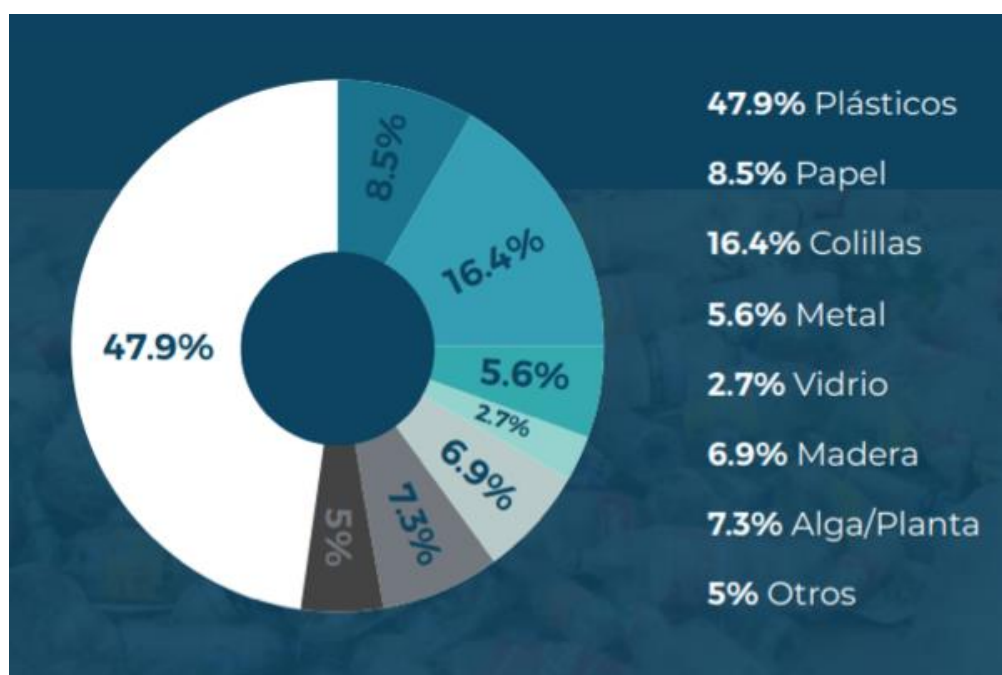


Figura 5. Porcentajes de residuos encontrados en 126 cuadrantes/1m² para 42 sitios en 10 ciudades costeras de México. [19]

1.5 Tecnologías aplicadas a la remoción de microplásticos

Las separaciones mecánicas y físicas son procesos que se emplean para separar mezclas sólidas o líquidas basándose en las propiedades físicas y las características propias de las sustancias a separar como tamaño, forma, densidad o solubilidad. Estas son empleadas en la remoción de contaminantes, ya que se cuenta con una amplia gama de métodos dependiendo el tipo de contaminante que se desee aislar, son eficientes y eficaces, además de ofrecer versatilidad y adaptabilidad a las necesidades de remoción. Existen diversos métodos de

separaciones mecánicas, como son: el tamizado, la filtración, centrifugación, sedimentación, flotación, separación magnética, etc.

Tamizado: consiste en separar las partículas de menor tamaño que pasan a través del tamiz mientras que las de mayor tamaño se quedan retenidas en este. Este método es fácil de llevar a cabo, pero las zarandas no logran separar material muy fino o partículas menores a los 5mm del agua contaminada. [20]

Filtración: se hace pasar la mezcla por un papel filtro en el cual quedaran contenidas las partículas sólidas mientras que el componente líquido de la mezcla pasará a través de este. Es un método sencillo de utilizar y económico pero el tiempo de recuperación de los microplásticos es muy tardado ya que algunas partículas más finas se tienen que filtrar más de una vez. [21]

Zeolitas naturales y sintéticas: “La zeolita es un aluminosilicato hidratado cristalino (arcilla)” (Revista Lasallista de investigación, 2006), y posee la capacidad de retener agua sin modificar su conformación atómica gracias a su estructura tridimensional rígida y porosa similar a la de un panal de abejas donde los poros se conectan mediante una red de túneles proporcionándole una amplia área superficial para favorecer el intercambio catiónico. Las zeolitas son utilizadas como filtros para retener partículas contaminantes y absorber la humedad sin variar la estructura de la arcilla, sin embargo, para el caso del tratamiento de aguas residuales en lechos fijos, este material granulado ocasiona una caída de presión alta al mantenerse mucho tiempo en suspensión. [22]

Electrocoagulación: para la separación por este método se requiere una fuente de energía eléctrica que dé lugar a las reacciones electroquímicas mediante el flujo de electrones suministrado a los electrodos metálicos y los compuestos presentes en el medio, generando reacciones de oxidación y reducción. Una vez que esto ocurre, los contaminantes forman compuestos hidrofóbicos que se precipitan, facilitando su remoción. Es un método puntual para el tratamiento de algunos contaminantes, tiene ventajas ambientales y es fácil de automatizar, sin embargo, en escalas industriales representa un gran costo energético. [23]

Los métodos previamente enunciados (Figura 5) se presentan como soluciones a la problemática de los microplásticos como contaminantes en el agua, sin embargo,

presentan altos tiempos de tratamiento químico, una baja deficiencia en la remoción, alto costo, incapacidad de escala, entre otras.

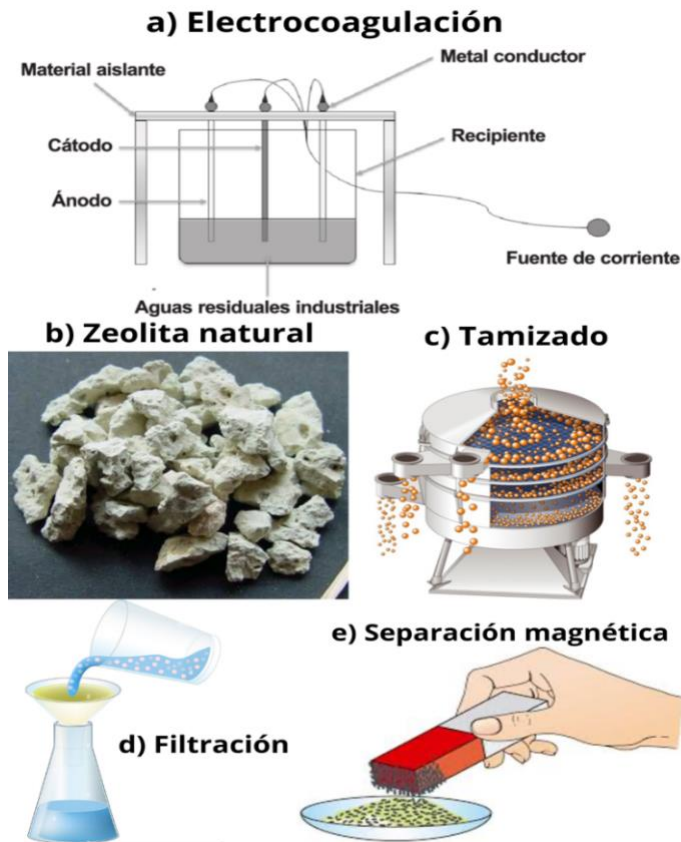


Figura 6. Ejemplos de tipos de separación física utilizados para la remoción de microplásticos [24].

1.6 Materiales nanoestructurados aplicados en la remediación ambiental

1.6.1 Materiales nanoestructurados

Son materiales diseñados y manipulados a escala nanométrica (a nivel atómico y molecular) donde las dimensiones son del orden de nanómetros (1×10^{-9} metros). Son partículas constituidas por cristales de tamaño 100nm a menos que a diferencia de las de mayor tamaño, se pueden variar sus propiedades y mejorar su superficie para más aplicaciones. En el proceso de síntesis las nanopartículas tienden a aglomerarse y también pueden presentar una distribución de tamaño de grano en el cual una parte del material puede tener espacios porosos en la nanoescala. [25]

1.6.2 Clasificación de materiales nanoestructurados

De acuerdo con la Organización Internacional de Normalización (ISO), se presenta la siguiente clasificación de nanomateriales manufacturados (Figura 6).

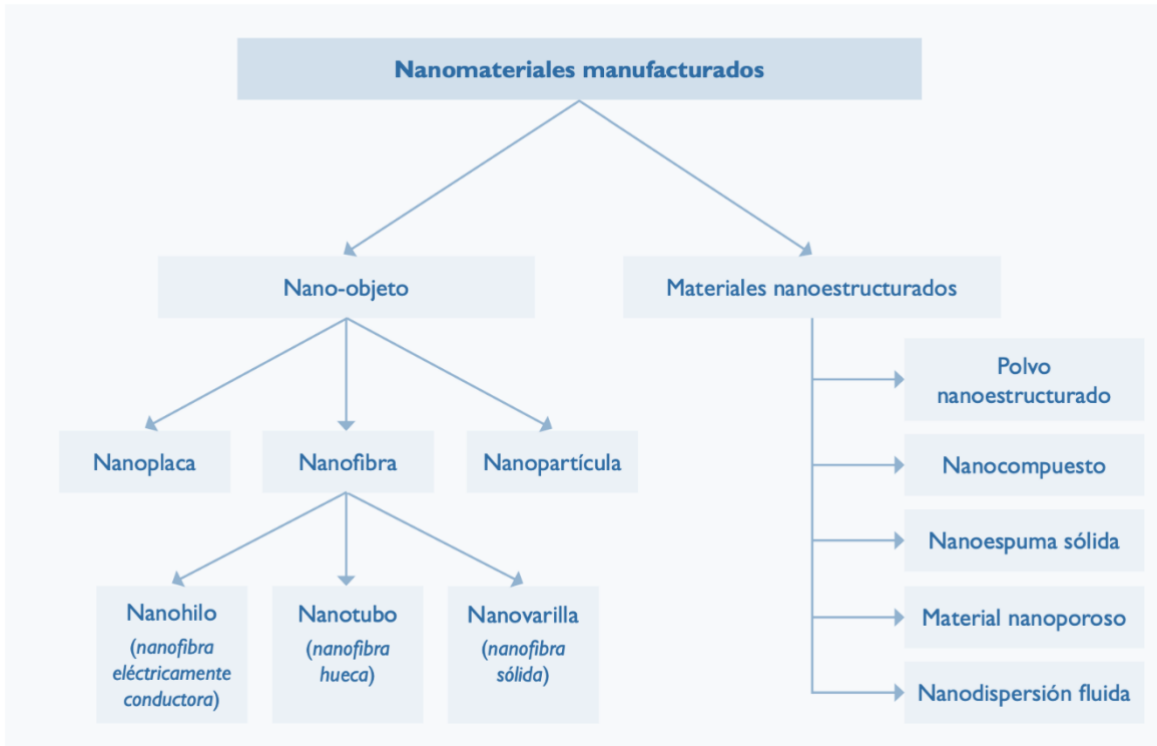


Figura 7. Diagrama representativo de la clasificación de nanomateriales manufacturados según ISO. [26]

1.6.3 Aplicación de materiales nanoestructurados

El uso de los nanomateriales en nuestros días parte de un desarrollo tecnológico que busca cubrir la necesidad de reducir los costos de producción, la cantidad de materia prima, el impacto ambiental y resolver un problema de manera más eficiente. [27]

Nanoabsorbentes

Las nanoarcillas, materiales porosos nano estructurados, nanopartículas de óxido de metales y compuestos nanoestructurados de silicio como zeolitas tienen la capacidad de remover cationes, aniones y compuestos orgánicos del agua

contaminada. La remoción por oxidación ocurre en espectro de luz visible, lo que representa una oportunidad de ahorro energético.

Compositos

Algunos compuestos, como el dióxido de titanio (TiO_2), pueden activarse mediante procesos de fotocatalisis, lo que les permite oxidar sustancias presentes en su entorno y reducir así su toxicidad. De manera similar, el hierro, al presentar una carga superficial negativa, tiene la capacidad de ceder electrones, favoreciendo procesos redox que contribuyen a la oxidación y eliminación de metales pesados, así como de compuestos aromáticos presentes en medios acuosos contaminados.

Nanocatálisis y nanopartículas redox activas

La catálisis ocurre cuando se acelera un proceso y se ahorra energía utilizando un catalizador en la reacción o reacciones. En la escala nano, se puede utilizar para acelerar la oxidación en los compuestos estables del cloro que son considerados tóxicos reduciendo el riesgo a la salud. Estas nanopartículas redox activas convierten solutos orgánicos tóxicos en inocuos.

Nanopartículas de Hierro (Fe)

El hierro y los compuestos de hierro pueden ceder electrones por su estado de valencia y esto facilita la oxidación de los contaminantes. Algunos ejemplos son los compuestos como el hierro/plata (Fe-Ag), hierro/platino (Fe-Pt), hierro/níquel (Fe-Ni), entre otros compuestos bimetálicos, que tienen la capacidad de oxidar y remover compuestos orgánicos nocivos para el medio ambiente como el cloroformo y diclorobenceno. Las nanopartículas de hierro son de fácil obtención por lo que es una ventaja que reduce costos de producción y la cantidad de materia prima. [28]

1.7 Magnetita

La magnetita Fe_3O_4 es un óxido de hierro que cristaliza en espinela inversa (Figura 8) compuesto por 27.6% de oxígeno y 72.4% de hierro (ver Tabla 2). Su estructura es cristalina con un sistema cúbico centrado en sus caras (*fcc por sus siglas en inglés*) y estructura de espinela inversa, donde los cationes de Fe^{2+} se representan

en su forma estequiométrica (Fe^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+}) O_4 . Es un mineral natural de los más comunes del hierro con propiedad magnética distintiva, se encuentra en entornos geológicos, depósitos sedimentarios y venas hidrotermales. [29]

La magnetita tiene una variedad de aplicaciones en diferentes áreas, algunos ejemplos son: en medicina para tratamientos terapéuticos y quimioterapias, en síntesis, de liposomas magnéticos para equipo de resonancia magnética, en catálisis ambiental para el mejoramiento en la producción de biogás y en procesos químicos como catalizador para distintas reacciones.

1.7.1 Estructura cristalina de magnetita

La estructura de la magnetita se describe como una celda cúbica centrada en las caras y los cationes de hierro alojados en los espacios intersticiales. Para cada celda unitaria se encuentran distribuidos 56 átomos, donde 32 son de oxígeno y 24 son cationes de hierro. Dentro de estos, 16 están en la forma férrica (Fe^{3+}) y 8 en la forma ferrosa (Fe^{2+}). En las caras tetraédricas se localizan los cationes Fe^{3+} y en las octaédricas los cationes Fe^{3+} y Fe^{2+} (Figura 9). Dichas capas tetraédricas y octaédricas en conjunto generan una superposición de planos en la dirección 111. En las estructuras *fcc* esta superposición genera más estabilidad al tener menor energía de superficie. Los cristales de magnetita presentan estructuras energéticamente favorables cuando se encuentran en la forma octaédrica regular, sin embargo, mediante la síntesis se puede tener control sobre las direcciones de crecimiento de los cristales y su morfología. [30]

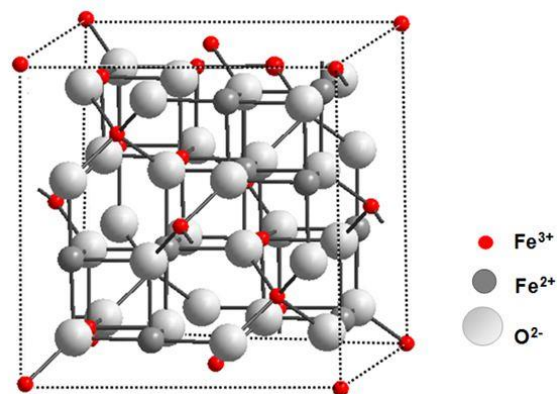


Figura 8. Estructura de espinela inversa de Fe_3O_4 . [31]

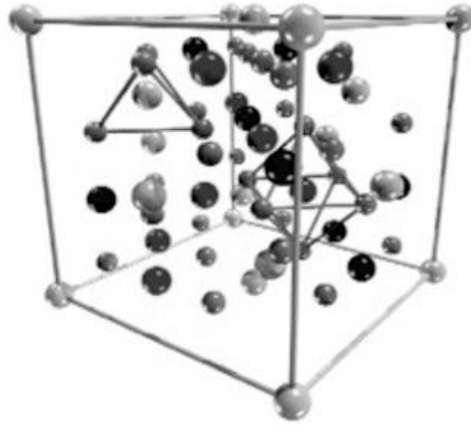


Figura 9. Caras tetraédricas donde se localizan los cationes Fe^{3+} y caras octaédricas donde se alojan los cationes Fe^{3+} y Fe^{2+} dentro de la celda unitaria de la magnetita [32].

Tabla 2. Características generales de la magnetita natural [33].

Fórmula química	FeFe_2O_4 ($\text{Fe}^{2+}\text{Fe}^{3+}_2\text{O}_4$), Fe_3O_4
Clase	Óxido
Grupo	Espínela
Etimología	El nombre probablemente se deriva de la localidad de Magnesia, en Macedonia
Sistema y clase	Isométrico 4/m32/m
Tipo de celda unitaria	Cúbica (espinela inversa)
Grupo espacial	$\text{Fd}3\text{m}$ $a=8.40 \text{ \AA}$; $Z=8$
Posiciones en difracción de rayos X (DRX)	Valores de espaciado interplanar d (Å): 2.96-2.53-1.61-1.48-1.09
Color	Negro
Brillo	Metálico
Densidad	5.2 g/cm^3
Óptica	Opaco, de color e isótropo
Magnetismo	Ferrimagnética
Forma de presentarse en la naturaleza	Frecuentemente en cristales octaédricos, raramente en dodecaédricos. Masivo o diseminado en agregados, gránulos compactos, también en arenas sueltas magnéticas.

1.7.2 Propiedades ópticas y magnéticas

En la estructura de Fe_3O_4 , las posiciones cristalinas tetraédricas y octaédricas (Figura 10) crean dos subredes cúbicas intercaladas con momentos magnéticos desiguales y antiparalelos, resultando en comportamiento ferromagnético por debajo de 585 °C (Tabla 2). A esta temperatura, los momentos magnéticos de los

cationes Fe^{3+} se cancelan, mientras que los cationes Fe^{2+} contribuyen a la magnetización del material. Por arriba de esta temperatura, el óxido se comporta de manera paramagnética.

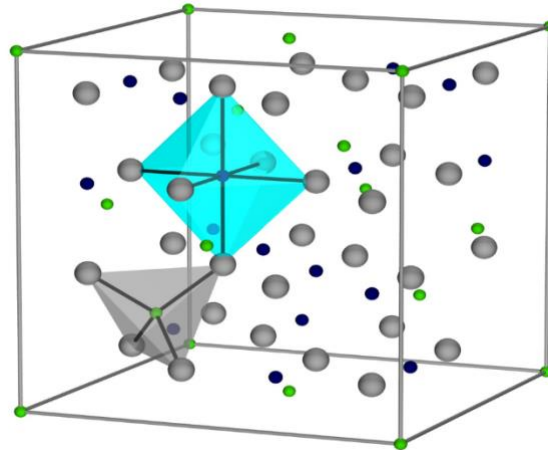


Figura 10. Estructura de espinela inversa donde se observa en azul la forma octaédrica y en gris la forma tetraédrica conformada por los cationes Fe^{2+} y Fe^{3+} . [34]

A temperaturas superiores a 120 K (temperatura de Verwey), los electrones en los sitios octaédricos de la magnetita se deslocalizan térmicamente entre los cationes Fe^{3+} y Fe^{2+} , aumentando la conductividad eléctrica y térmica. Este fenómeno hace que la magnetita sea la única ferrita con comportamiento semimetálico.

Las propiedades magnéticas de la magnetita dependen del tamaño de las partículas. En la escala nanométrica, disminuyen la magnetización de saturación (M_s), la remanencia magnética (B_r) y la fuerza coercitiva (H_c), llevando a un comportamiento superparamagnético. En este estado, las partículas pierden su magnetización en ausencia de un campo magnético externo debido a la energía térmica.

En la superficie, los sitios activos de la magnetita son los cationes Fe^{3+} y Fe^{2+} y los aniones O^{2-} (Figura 11), cuya exposición varía según los planos cristalinicos predominantes. En los planos 111, los cationes Fe^{3+} actúan como ácidos de Lewis y los átomos de oxígeno como bases de Brönsted. Estos sitios activos hacen que la magnetita sea potencialmente útil como catalizador y soporte catalítico magnético. [35]

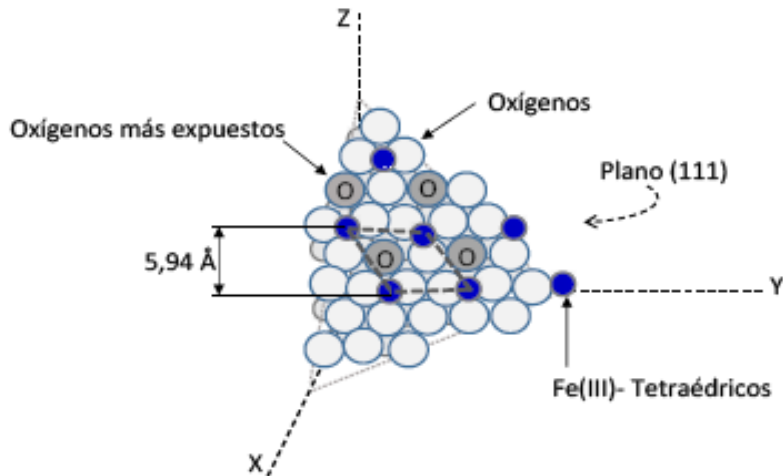


Figura 11. Estructura superficial de la magnetita, sitios activos expuestos en plano (111). [36]

1.8 Remoción de microplásticos por el método magnético

La recuperación por campo magnético es una excelente herramienta por la fuerte interacción que existe entre los electrones del compuesto susceptible y el campo magnético inducido que provoca esta unión. El uso de magnetita ha impulsado los estudios actuales sobre tratamientos de remediación ambiental. [37]

El aprovechamiento de la propiedad ferromagnética del óxido de hierro puede ser utilizada en conjunto con una superficie funcional que ayude a adherir a los microplásticos a este y posteriormente se someta a un campo magnético con ayuda de un imán de alta potencia, es decir, mayor o igual a N70 Gauss, que facilite la recuperación de ambas partículas unidas previamente.

1.9 Métodos químicos para la síntesis de materiales nanoestructurados

Existen varios métodos químicos para la síntesis de materiales nanoestructurados, algunos de los cuales incluyen:

1. Síntesis sol-gel: este método implica la formación de un gel a partir de precursores químicos como alcóxidos metálicos o sales inorgánicas, que se condensan para formar un sólido. Se obtiene un óxido metálico a partir de una reacción secundaria de hidrólisis y condensación a baja temperatura. Tiene la ventaja de controlar el tamaño del coloide manipulando los

precursores, lo que ofrece la posibilidad de sintetizar nuevos materiales órgano-inorgánicos. [38]

2. Método de precipitación: mediante esta síntesis es posible obtener polvos de óxido con morfología y dimensión definida. Consiste en la precipitación de los precursores, lavado y calcinación que desencadena en reacciones secundarias, las cuales pueden ocasionar cambios estructurales y composicionales de la fase sólida de los reactivos.[39]
3. Método electroquímico: es un método de electrólisis que consiste en sumergir dos electrodos en una solución electrolítica con un voltaje suministrado por un tiempo definido, hasta conseguir partículas de óxido del metal en los electrodos. La temperatura de la síntesis afecta el tamaño de estas partículas y su aglomeración. [40]

1.10 Método solvotermal

Una reacción solvotermal contempla la síntesis de un producto a través de una o varias reacciones químicas en una solución no acuosa a temperaturas considerablemente altas por encima del punto de ebullición de los reactivos solventes. Se utiliza un reactor (autoclave) de teflón con un revestimiento de acero inoxidable cerrado en torno con un límite de presión a contener y un volumen que permite la despresurización segura del contenedor (Figura 11). Para la obtención de óxido de hierro por esta vía, dentro de los reactivos debe existir un surfactante que provoque la aglomeración de las partículas de hierro y permita la formación de la magnetita sin que pierda sus propiedades magnéticas o siga reaccionando y pierda la fase. Esto será determinante para su correcto funcionamiento y pureza [41].

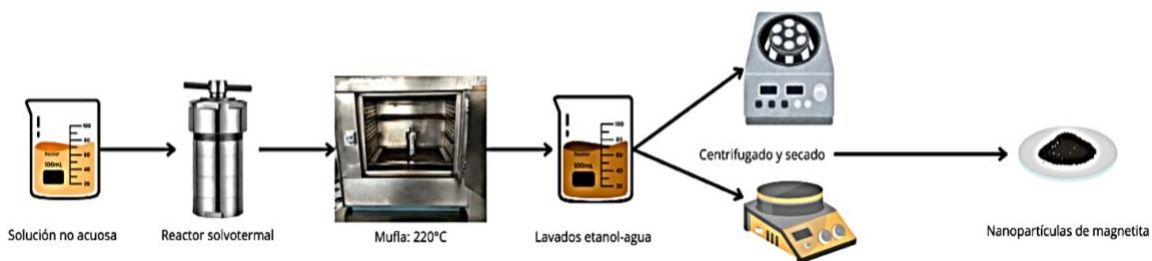


Figura 12. Representación de una síntesis solvotermal paso a paso para producción de nanopartículas de magnetita [42].

1.11 Modificación superficial de las nanopartículas de Fe_3O_4

“La funcionalización es un proceso químico que consiste en modificar mediante grupos funcionales la superficie de las partículas, las cuales pueden ser empleadas para diversas aplicaciones. Requiere de la activación previa de los nanomateriales mediante un proceso ácido oxidativo”. [43] La oxidación puede ocurrir mediante el tratamiento de fase gaseosa o líquida de los grupos hidroxilos o carbonilos en diferentes concentraciones. El compuesto para la funcionalización lo podemos encontrar en compuestos de grupo hidroxilo, y otros grupos funcionales afines a la magnetita y los polímeros que faciliten la interacción y adherencia de ambas (figura 12).

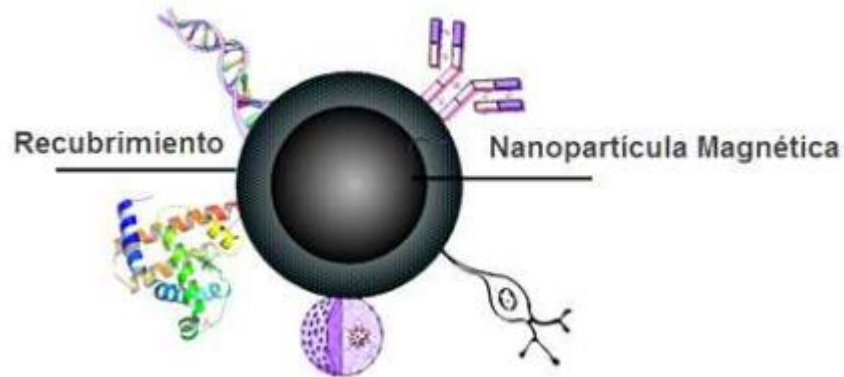


Figura 13. Ejemplo de nanopartículas magnéticas recubiertas por grupos funcionales [44].

CAPÍTULO II. METODOLOGÍA

*“No estudio para saber más,
sino para ignorar menos”.
Sor Juana Inés de la Cruz*

La magnetita se sintetizó por la ruta solvotermal, en este capítulo se describe la metodología utilizada para su fabricación, las condiciones de adquisición para la caracterización morfológica y estructural. Además de describen las condiciones de modificación superficial de la magnetita para aplicarla en la remoción de polipropileno.

2.1 Síntesis de Magnetita por la ruta solvotermal

La síntesis de nanopartículas de óxido de hierro se realizó a partir de dos tipos diferentes de precursores de hierro, cloruro de hierro hexahidratado, ($FeCl_3 \cdot 6H_2O$, Merck, 99%) (**A**) y nitrato de hierro ($Fe(NO_3)_3$, Meyer, 98%) (**B**), mediante una reacción solvotermal, y dos tiempos de reacción (3 horas para ambos precursores y la segunda síntesis de 6 horas). La reacción se realizó en un reactor solvotermal y la temperatura de síntesis fue de 200-215°C. Una vez terminado el tiempo de reacción se apagó la mufla y el reactor se dejó enfriar a temperatura ambiente. Para la síntesis se preparó una solución (1) de precursor A ó B (1.37g) en 15 mL de etilenglicol ($HOCH_2CH_2OH$, J.T. Baker, 99.90%). Simultáneamente, se disuelven 8.25 g de acetato de sodio (CH_3COONa), Meyer, 99.0% en 40mL de etilenglicol (2). Ambas soluciones se mezclan mediante agitación magnética por una hora o hasta alcanzar la homogeneidad. Posteriormente se adiciona la solución (1) a la solución (2) y se dejan en agitación nuevamente hasta incorporarse por completo. A esta nueva solución (3), se le agregan 28mL de etilendiamina ($C_2H_8N_2$, Sigma-Aldrich, 99%) a temperatura ambiente (~25°C) y nuevamente se somete a agitación magnética por 1 hora. Después, la solución (3), se transfiere a un reactor de teflón de 150mL de acero inoxidable con autoclave en el que se llevara a cabo la reacción a 200-215°C dentro de una mufla a razón de 2°C/min para los tiempos deseados de reacción. Se apaga el autoclave hasta que alcanza la temperatura ambiente. Esta metodología se repitió para las cuatro síntesis (Figura 12), solo varió el tipo de precursor y el tiempo de reacción. (Tabla 3). [45]

Tabla 3. Tiempos de síntesis por precursor de hierro (Fe).

Síntesis	Precursor	Tiempo
1	$FeCl_3 \cdot H_2O$	3 horas
2	$FeCl_3 \cdot H_2O$	6 horas
3	$Fe(NO_3)_3$	3 horas
4	$Fe(NO_3)_3$	6 horas

Una vez obtenido el producto de la reacción, la muestra es lavada con etanol y agua tres veces alternando los lavados, etanol-agua-etanol-agua, y centrifugada a 10,000 rpm. Se dejó secar a 70°C por un tiempo de 1 hora hasta conseguir que se evaporen los residuos líquidos del lavado y se obtenga el polvo de Fe_3O_4 que se recuperó con ayuda de un imán de neodimio con núcleo de níquel-cobre-níquel. Se resguardó en un vial de plástico para aislar de la humedad y proceder a su caracterización (Figura 13).

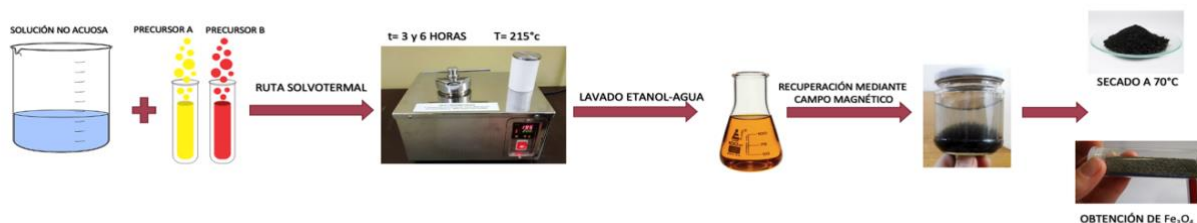


Figura 14. Diagrama de la metodología para la síntesis de Fe_3O_4 . [elaboración propia]

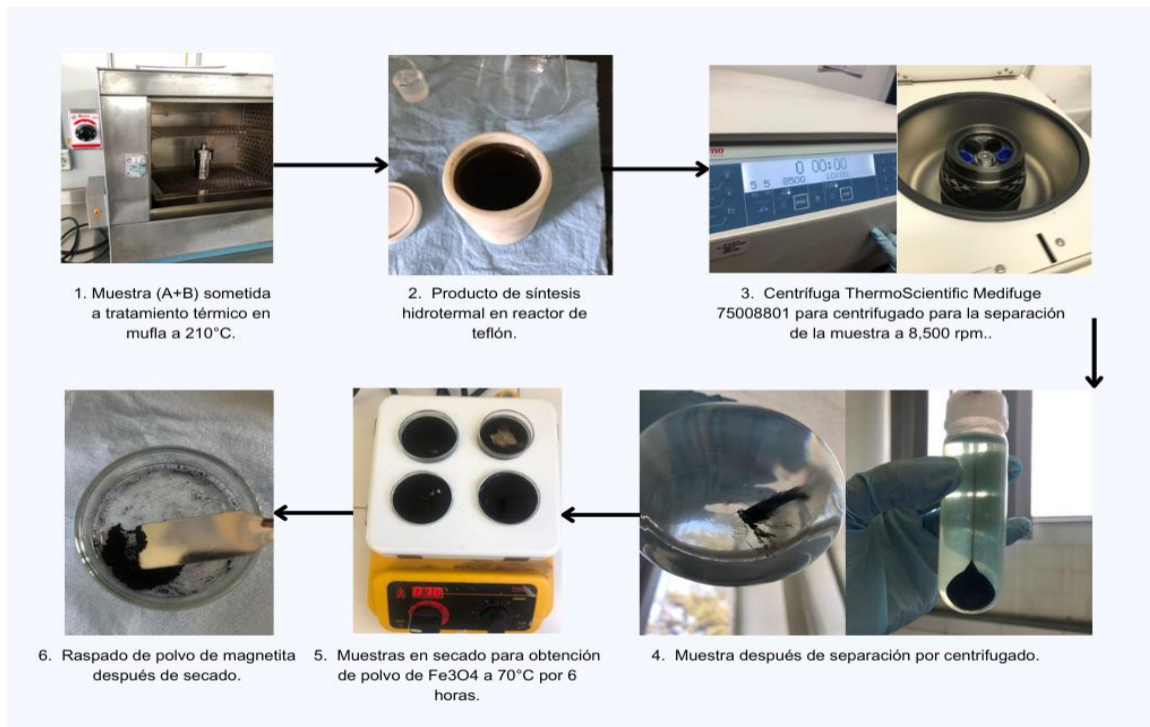


Figura 15. Diagrama de obtención de polvos de Fe_3O_4 , lavados y secado. [Imágenes propias]

2.2 Modificación superficial de las nanopartículas de Fe_3O_4

La funcionalización de las nanopartículas de óxido de hierro facilita la interacción con los microplásticos, ya que, al añadir un grupo funcional afín a estos, la recuperación bajo un campo magnético es más eficaz que sin funcionalizar. [46]

Este tratamiento se aplicó a cada muestra obtenida de la síntesis, bajo el siguiente procedimiento:

Se funcionalizaron cuatro muestras con una masa de 2.8 mg de nanopartículas de óxido de hierro en 9.9ml de metanol (CH_3OH , J.T. Baker, 99.99%) y 0.1ml de tetraetil ortosilicato (TEOS)($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$, Sigma-Aldrich, 99.99%).

Dichas muestras se sometieron a un proceso de agitación empleando 3 métodos de diferentes a temperatura ambiente:

- a. Agitación magnética: con ayuda de un agitador magnético recubierto de parafilm se facilitó la recuperación de las nanopartículas magnéticas sin ser adheridas directamente al imán para evitar la pérdida de muestra (Figura 15).
- b. Agitación por ondas vibracionales: ya que este equipo es semi-automático y funciona a presión, no fue posible alcanzar las 24hrs de agitación debido a que la muestra transcurrida este tiempo, comenzaba a calentarse lo que posiblemente podría afectar el proceso el proceso de funcionalización.
- c. Agitación mecánica: con ayuda de un agitador IKA Eurostar 60 digital a 250rpm por 24hrs y temperatura ambiente con aspas de teflón para evitar la adherencia a las aspas de las partículas metálicas (Figura 16).

Al término del procedimiento se recuperaron las muestras funcionalizadas posterior a dos lavados con agua destilada, esto con el propósito de eliminar la solución restante del proceso, empleando una pipeta Beral de plástico y un imán en el fondo

del vaso para evitar la remoción de las nanopartículas tratadas (Figura 17). Posteriormente se utilizaron estas nanopartículas para las pruebas de remoción. Las nuevas moléculas con superficie modificada son ahora compatibles con los compuestos de la misma naturaleza orgánica, por lo tanto, se pueden utilizar para fines como el de este trabajo experimental para la remoción de microplásticos.

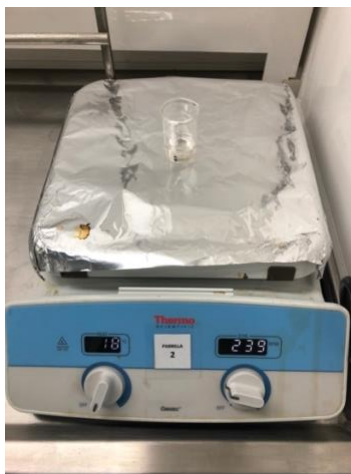


Figura 16. Agitación magnética a 18°~ 20°C y 239°~ 250°C por 24hrs.



Figura 17. Agitación digital a 250rpm por 24 hrs., (IKA Eurostar 60 digital).



Figura 18. Partículas funcionalizadas en reposo por 30min después de agitación antes de lavados [imágenes propias]

2.3 Pruebas de remoción de microplásticos

La metodología empleada para las pruebas de remoción fue basada en optimización experimental. Se empleó una serie de pasos basados en la naturaleza de los compuestos a tratar.

Nota: dada la composición de los compuestos utilizados todas las pruebas se realizaron bajo condiciones normales de presión y temperatura para la ciudad de Puebla; 22-26°C. [47]

1. Prueba uno: se añadieron 10mL de agua corriente a una caja Petri de vidrio y se agregaron 5.8 mg del PP previamente molido y tamizado con una malla del #40 resultando partículas de tamaño aproximado a 0.4 mm. Se incorporaron las nanopartículas previamente funcionalizadas y se dejaron reposar por 30min. Finalmente se indujo un campo magnético con un imán de neodimio y se estableció un área de recuperación de 5 cm de radio debajo de la caja petri para concentrar las partículas de magnetita y los microplásticos dentro de esta área y proceder a su secado a intemperie por 24hrs (Figura 18) a condiciones normales de temperatura y presión del estado de Puebla. Se replicó el mismo procedimiento con las mismas condiciones variando únicamente las partículas sintéticas a utilizar (m1, m2, m3,m4) (Figura 19).

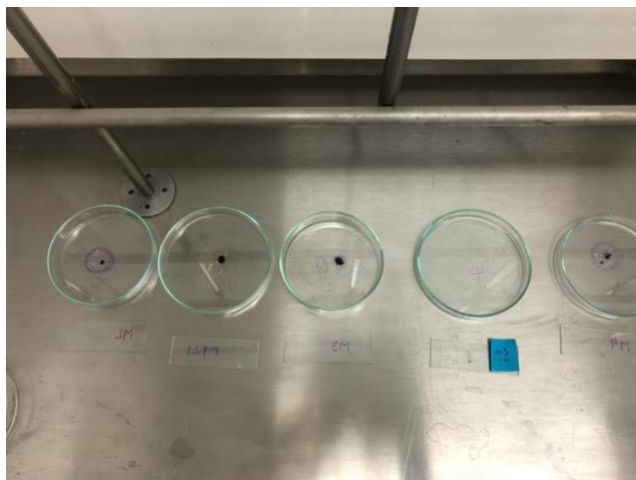


Figura 19. Muestras después de secado sin imán con microplásticos dentro de la superficie establecida por el área del imán (5x5cm). [imagen propia]

2. Prueba dos: para esta prueba se repitieron los mismos pasos, únicamente variando el tipo de muestra según su agitación (m2.1).

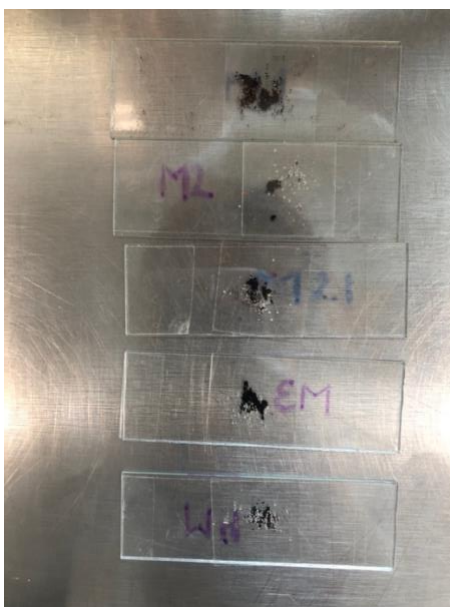


Figura 20. Muestras después de secado (Fe_3O_4 +PPc(4mm)) recuperadas en portaobjetos para su análisis incluyendo m1, m2, m2.1, m3 y m4. [imagen propia]

3. Prueba tres: se utilizaron las mismas condiciones y se siguió el mismo procedimiento, variando la muestra a utilizar, en este caso se utilizó la muestra de la cual se obtuvo más producto en la síntesis (Figura 20), sin funcionalizar, para comparar su eficiencia (m2 sin funcionalizar).

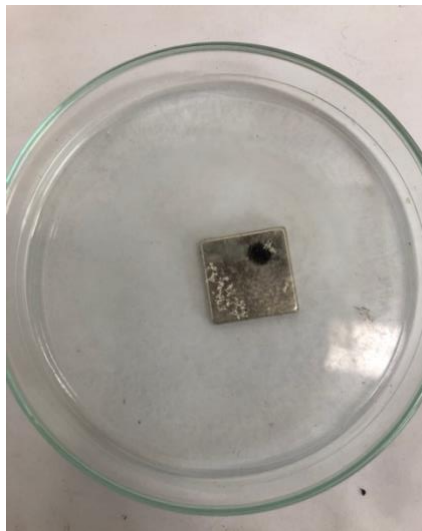


Figura 21. Muestra m2 sin funcionalizar a prueba con imán en base después de 30min, los microplásticos son atraídos a la superficie del imán, sin embargo, no interactúan completamente con la magnetita. [imagen propia]

2.4 Procesamiento de pellets de polipropileno

Como contaminante modelo se eligió el polipropileno debido a que es uno de los principales contaminantes encontrados en residuos sólidos urbanos (RSU).

Se adquirieron pellets comerciales de polipropileno marca Poly-fil, posteriormente se fundieron con el propósito de obtener materia prima procesada para la reducción de tamaño mediante la trituración empleando una licuadora, obteniéndose así partículas de diversos tamaños. Las partículas obtenidas se sometieron a un proceso de tamizado en mayas de abertura 420 y 841 micrones, para la separación de ellas en diferentes tamaños de partícula, obteniéndose partículas de tamaños de 10 mm, 8 mm y 4 mm. (Figura 21)

Para las pruebas se utilizó la medida más acercada a la de los microplásticos (5mm) ya que cualquier partícula de medida por encima de este número es considerada macroplástico.



Figura 22. Polvo de 4mm de pellets procesados de polipropileno. [imagen propia]

2.5 Caracterización de las partículas de Fe_3O_4

La caracterización de las partículas magnéticas requiere el análisis de diversos parámetros como la morfología, la estructura, el tamaño, las características químicas de la superficie y la presencia de impurezas. Entre las técnicas utilizadas para esta caracterización se incluyen la microscopía electrónica de barrido (SEM, *por sus siglas en inglés*) para determinar la morfología y el tamaño; la difracción de rayos X (XRD, *por sus siglas en inglés*) para identificar estructuras cristalinas y la técnica de espectroscopia de micro Raman para estudiar los niveles de energía vibracional de los enlaces químicos de la composición del material.

2.6 Caracterización morfológica y estructural.

Las caracterizaciones de las partículas de Fe_3O_4 se llevaron a cabo en el Instituto de Física (IFUAP) Luis Rivera Terrazas y en la Facultad de Ingeniería Química de la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. El fundamento teórico de cada una de las técnicas utilizadas se desarrolla en el anexo 1.

2.6.1 Difracción de rayos-X (DRX)

El estudio de la estructura cristalina del Fe_3O_4 se realizó utilizando un difractómetro PANALYTICAL – EMPYREAN, con una longitud de onda característica de $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ ($\text{Cu-K}\alpha$). El patrón de difracción fue adquirido haciendo un barrido de 20° a 90° en 2θ , con un tamaño de paso de 0.016° y un tiempo de paso de 45 s.

2.6.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés)

El tamaño y morfología de las cuatro muestras fabricadas fueron obtenidas por microscopía electrónica de barrido (SEM) en el laboratorio de caracterización de superficies en el Instituto de Física de la BUAP (IFUAP) y se utilizó el microscopio de barrido modelo JSM 5400LV JEOL que permite ver detalles estructurales de hasta decenas de nanómetros.

2.6.3 Espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas den inglés)

La identificación de la composición molecular de las nanopartículas funcionalizadas y sin funcionalizar, así como del polipropileno (polímero empleado en las muestras de remoción) fueron obtenidas en un espectrofotómetro FTIR marca PerkinElmer modelo Specturm One ubicado en la Facultad de Ingeniería Química de la BUAP dentro del laboratorio de Análisis Instrumental.

2.6.4 Microscopía micro-Raman

Los espectros de las cuatro muestras de Fe_3O_4 fueron adquiridos con un sistema Horiba-LabRAM, empleando un láser He-Ne de 632.8 nm, con una resolución espacial de 6 μm y espectral de 0.5 cm^{-1} . Se utilizó un detector CCD enfriado termoeléctricamente y un microscopio óptico con aumentos de 10X, 50X y 100X y una videocámara para enfoque.

CAPÍTULO III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

*“Todo esfuerzo tiene su recompensa,
pero quedarse solo en palabras lleva a la pobreza”.*
Proverbios 14:23.

3.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés)

En la figura 23 se presentan las imágenes típicas SEM del Fe_3O_4 sintetizado con diferente tiempo de reacción (3 y 6 horas). En todos los casos, se observa una morfología cuasi-esférica, con un tamaño promedio de partícula de 12.5 nm, 16 nm, 15 nm y 30 nm para las muestras M1, M2, M3 y M4 respectivamente. Además, de la morfología observada la muestra M4 muestra partículas tipo cubos (ver inserto).

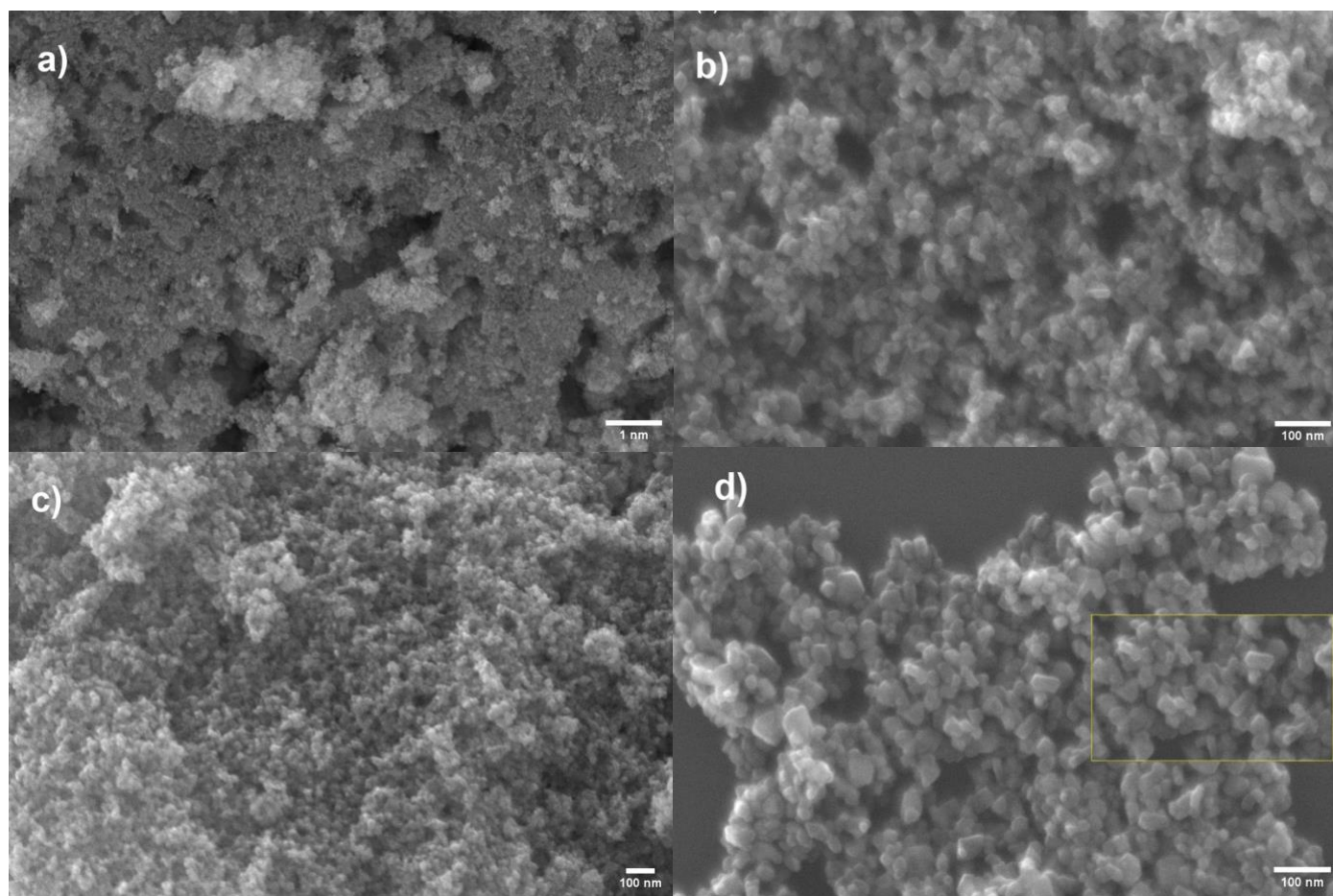


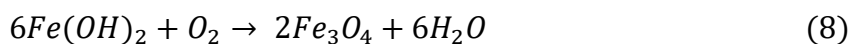
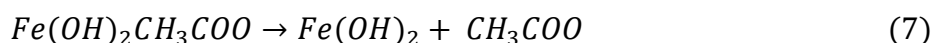
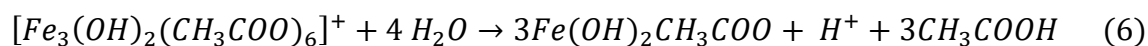
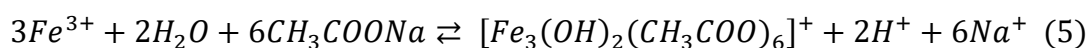
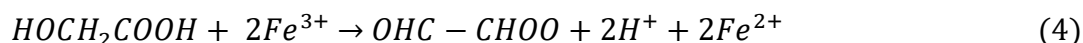
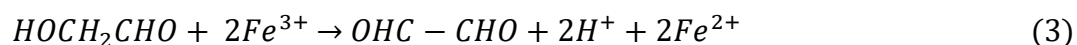
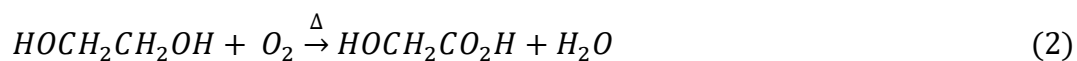
Figura 23. Imágenes típicas SEM de magnetita (Fe_3O_4) sintetizadas por ruta solvotermal, con dos precursores diferentes y tiempos de tratamiento térmico de 3 y 6 horas. a) Muestra 1, (b) Muestra 2, (c) Muestra 3 y (d) Muestra 4.

Las reacciones químicas principales que se llevan a cabo en la formación de las nanopartículas de magnetita se explican a continuación. El etilenglicol (EG) al ser calentado se oxida para producir glicolaldehído (GA) Skrabalak [48] reportó la formación de GA a 150°C en aire. En este sentido el GA actúa como un agente

reductor de muchos iones metálicos, la formación de Fe_3O_4 comienza con la descomposición del EG para producir ácido glicólico. (Eq 1 y Eq.2).

El glyoxal y el ácido glicólico son productos debido a la reducción de los iones de hierro (Fe) (ec.3 y ec.4). Conforme la temperatura se incrementa el acetato de sodio forma complejos con los iones de Fe^{3+} y Fe^{2+} (ec.5). Se ha reportado la capacidad de los iones de acetato de coordinarse con los iones metálicos y actuar como un agente quelante capaz de modificar la morfología. Qayoom y colaboradores reportaron la formación de nanoesferas de óxidos de hierro con buen control de tamaño, al modificar la relación molar de las sales de acetato anhidro y se obtuvieron diferentes morfologías. [49]

El complejo hierro-acetato formado se difunde en la solución y se llevan a cabo reacciones de hidrólisis (ec.6) y descomposición (ec.7). Finalmente, la magnetita (Fe_3O_4) se forma debido a la oxidación del hidróxido de hierro a $180^\circ C$ (ec.8) [50]



El mecanismo de crecimiento sigue el modelo de Oswald que explica el fenómeno que ocurre cuando en un sistema de partículas en suspensión las partículas de menor tamaño se disuelven y depositan en las de mayor tamaño. Esto es porque las partículas o cristales de menor tamaño tienen una mayor energía superficial y son menos estables; sus átomos disueltos se mueven por el medio buscando estabilidad y comienzan a incorporarse en las de mayor tamaño, lo que resulta en un sistema con menos partículas, pero de mayor tamaño. Esto es lo que se puede observar para suspensiones coloides o cristales en solución. En el ejemplo

particular de este trabajo experimental, entre más tiempo estuvieron suspendidas las partículas después y durante el tratamiento térmico, se lograron partículas de mayor tamaño y forma más definida a causa de este fenómeno.

Al inicio de la reacción las partículas que comienzan a formarse de Fe_3O_4 son de distintos tamaños directamente relacionado al tiempo de tratamiento y la temperatura, ya que a mayor tiempo hay mayor formación de partículas (Figura 24) que sometidas a altas temperaturas se moverán por mayor excitación energética por el medio. En la fase de disolución los iones y partículas menos estables (el material liberado (Fe^{2+} y Fe^{3+})) se disuelven buscando depositarse en una superficie de menor energía superficial para conseguir su estabilidad, se desplazan por el medio hasta encontrar partículas de mayor tamaño ocasionando su crecimiento. Finalmente se obtienen partículas más grandes, definidas y estables, lo que es de gran ayuda para síntesis de control de tamaño o nucleación. [51]

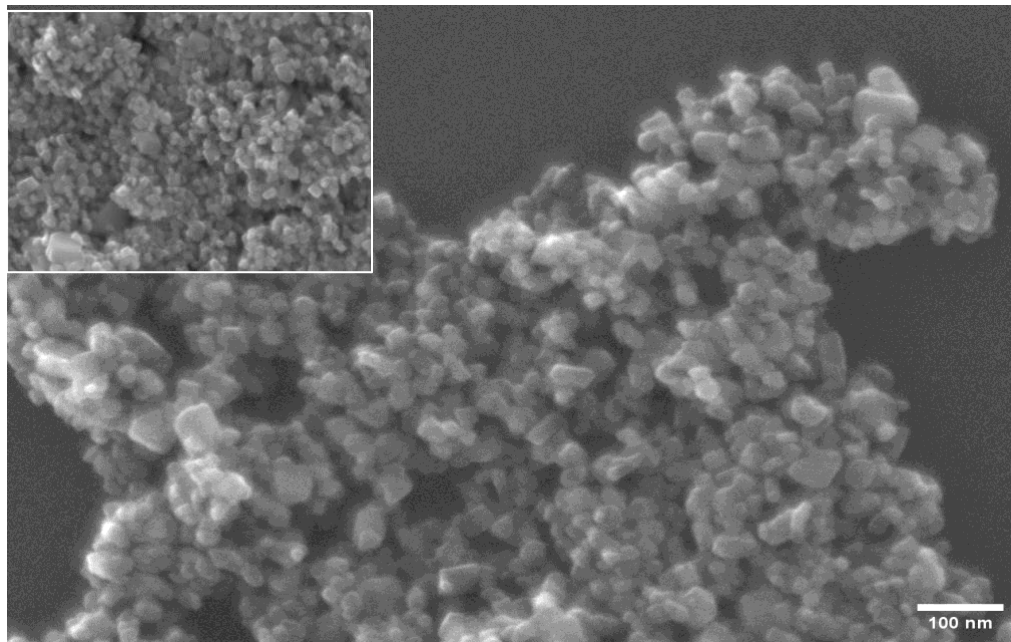


Figura 24. Morfología cúbica (30-40nm) de la muestra M4 a tiempo de tratamiento de 6 horas.

3.2 Difracción de rayos X (DRX)

Las muestras sintetizadas fueron caracterizadas mediante difracción de rayos X para conocer la influencia del tiempo de tratamiento térmico en las propiedades estructurales del Fe_3O_4 . En la figura 25 se presenta el patrón de difracción de rayos X de las muestras obtenidas. Los patrones de difracción presentan señales en 30° , 35.4° , 43.4° , 53.7° , 57.4° , 62.8° y 74.7° . Los cuales fueron indexados a los planos (220), (311), (222), (400), (422), (511), (440), (620) y (622) que corresponden a la estructura cúbica centrada en las caras de la magnetita Fe_3O_4 de acuerdo con la ficha JCPDS 89-0691. No se observan picos de difracción adicionales que puedan atribuirse a la formación de un compuesto secundario, por lo que, se confirma que las muestras sintetizadas corresponden solamente al Fe_3O_4 .

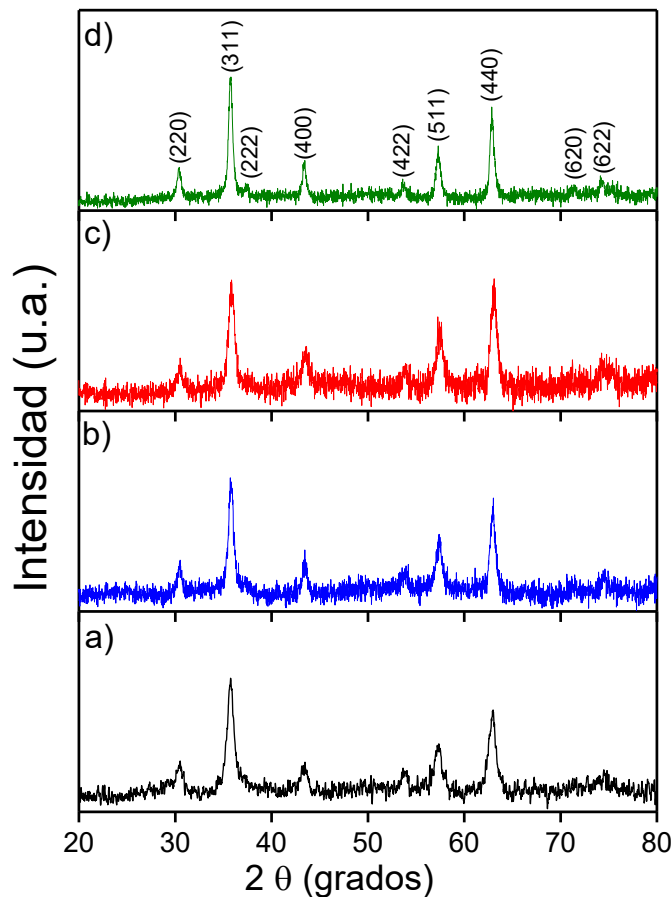


Figura 25. Patrón de difracción de rayos X de las muestras sintetizadas de Fe_3O_4 a diferentes tiempos de tratamiento térmico. a) Muestra 1 (3h), b) muestra 2 (6h), c) muestra 3 (3h) y d) muestra 4 (6h).

A partir de los difractogramas se calculó el tamaño de cristalito (D) aplicando la ecuación de Scherrer:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

Donde λ , es la longitud de onda de los rayos X (1.5406) Å, K es la constante de Scherrer que es un factor de forma (0.94 para partículas esféricas). La anchura a media altura por sus siglas en inglés (FWHM, Full Width at Half Maximum) se connota como β y el coseno de θ corresponde al ángulo de Bragg, que es la posición angular de picos DRX, mitad de 2θ . En la tabla 4 se presentan los resultados obtenidos. Para la estimación del tamaño de cristalito se consideraron dos picos de difracción localizados $\sim 35^\circ$ y 62° (los más intensos).

Tabla 4. Tamaño de cristalito del Fe_3O_4 sintetizado a diferentes tiempos de reacción.

Muestra	Pico	Posición de picos 2θ ($^\circ$)	FWHM β ($^\circ$)	D (nm)	D_{promedio} (nm) K=0.94
M1	1	35.7282	0.7441	12.03	12.38
	2	62.9156	0.7998	12.73	
M2	1	35.7982	0.6064	14.74	15.01
	2	62.9628	0.6533	15.30	
M3	1	35.8537	0.7659	11.65	13.89
	2	63.0808	0.6250	16.14	
M4	1	35.7467	0.4857	18.19	18.68
	2	62.8923	0.5195	19.17	

Los resultados obtenidos muestran un aumento en el tamaño de cristalito conforme aumenta el tiempo de tratamiento térmico, independientemente del precursor utilizado en la fabricación de magnetita. Antarnusa y colaboradores [52] reportaron que el tamaño de cristalito se puede incrementar debido a dos variables: tiempo y temperatura de reacción. Se puede observar que para las muestras con mayor tiempo de tratamiento (M1 y M3) el tamaño de cristalito aumenta.

De acuerdo con lo reportado por V.C. Karade y colaboradores [53], al incrementar el tiempo de reacción se facilita la reorganización de los átomos en la red cristalina, promoviendo el crecimiento de dominios ordenados. Esto se traduce en un aumento de la cristalinidad, observable a través de picos más intensos y angostos en los patrones de difracción de rayos X (DRX). Asimismo, la temperatura de reacción juega un papel determinante en este proceso. A temperaturas elevadas, los iones o átomos poseen mayor movilidad, lo que favorece los procesos de nucleación y crecimiento cristalino. Una mayor temperatura permite superar barreras energéticas que limitan la difusión, acelerando así la formación y expansión de los cristalititos. Por lo tanto, el aumento tanto del tiempo como de la temperatura de reacción promueve una mayor cristalinidad del material, evidenciada por una mejora en la definición de las fases cristalinas y un crecimiento más uniforme de los dominios estructurados.

3.3 Espectroscopia Micro-Raman

Los espectros de micro-Raman de las muestras, obtenidas a diferente tiempo de síntesis se muestran en la figura 26. El espectro Raman de la muestra M4 presenta bandas alrededor de 223, 234, 290, 408 y 610 cm^{-1} . Se observan corrimientos significativos en la posición de las bandas para las demás muestras M1-M3 (ver tabla 5) respecto a la muestra M4.

Tabla 5. Comparación de frecuencias de los modos Raman entre las cuatro muestras sintetizadas (M1-M4).

Muestra	Corrimiento Raman (cm^{-1})					
M1	216		276	391		598
M2	219	235	283	396		596
M3	211	240	273	385	503	590
M4	223	243	290	408	496	610

Las primeras dos bandas se reportan en el intervalo de 216 -223 cm^{-1} y 273-276 cm^{-1} pueden atribuirse a la oxidación parcial de la muestra debido al laser utilizado en la caracterización [54]. Se observa además una banda en el rango de 235-243 para

las muestras M2, M3 y M4. La cual se ha reportado como los modos de vibración A_{1g} de la Hematita [55].

Las bandas en 385 cm^{-1} y 496 cm^{-1} se atribuyen a otras fases de las ferritas. Chernova y colaboradores reportan que estas bandas se atribuyen a la goethita ($\alpha\text{-FeOOH}$) [56].

Las bandas observadas en 408 cm^{-1} , 503 cm^{-1} y 610 cm^{-1} se atribuyen a bandas de óxidos de hierro como la Hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$) [57].

Las bandas en 410 cm^{-1} , y 610 pertenecen al modo E_g de la hematita [58].

No se observan bandas que puedan ser atribuidas a la magnetita, esto es debido a un cambio de fase del Fe_3O_4 , en este caso, inducido por el láser utilizado en la caracterización Raman, esto ha sido reportado por diversos autores. Uno de los estudios más citados para explicar este fenómeno es el de Shebanova y Lazor (2003), quienes demostraron que el calentamiento localizado causado por el láser puede oxidar la magnetita a hematita ($\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$), pasando por una fase intermedia de maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Este proceso se evidenció por la aparición de bandas características de hematita en los espectros Raman, especialmente en muestras en polvo más susceptibles a la oxidación [59] [60].

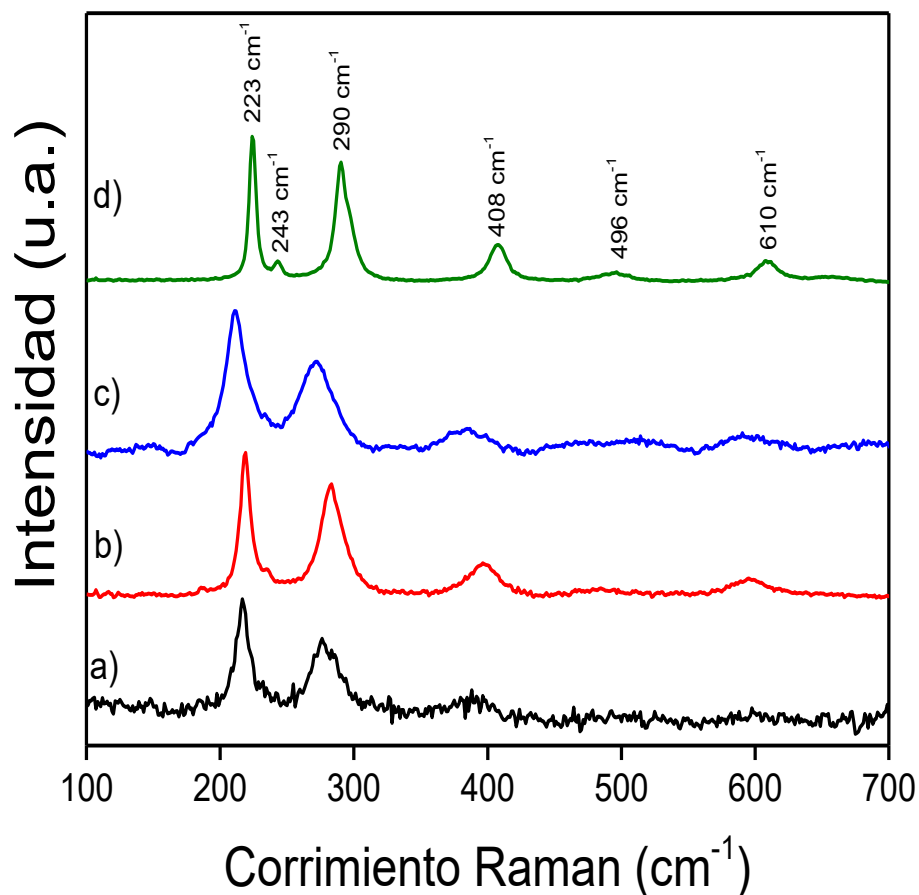


Figura 26. Espectros micro-Raman de las muestras a) M1, b) M2, c) M3 y d) M4. Sintetizadas a), b) utilizando cloruro de hierro y c), d) utilizando nitrato de hierro como precursores de Fe.

3.4 Espectroscopía de infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

Las pruebas de remoción de microplásticos se realizaron utilizando polipropileno (PP) como modelo de plástico contaminante ya que es un polímero que se encuentra en productos de uso cotidiano, como botellas de plástico, juguetes, electrodomésticos entre otros. Dicha técnica de caracterización fue empleada para la identificación de las muestras de estudio, corroborando de esta manera la naturaleza del polímero. En la figura 27 se presenta el espectro obtenido del PP comercial.

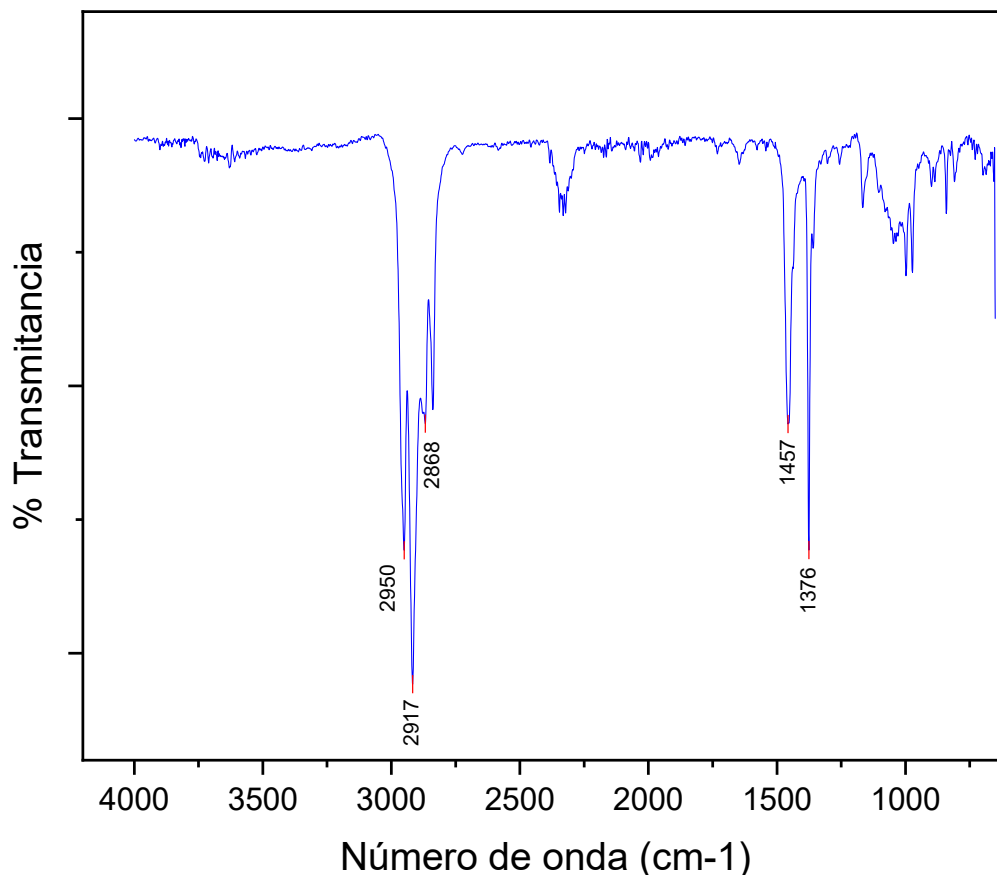


Figura 27. Espectro de infrarrojo del polipropileno utilizado en las pruebas de remoción de microplásticos.

El espectro de FTIR presenta bandas características en 2950cm^{-1} correspondientes a las vibraciones asimétricas de los grupos CH_3 , 2917 cm^{-1} a las vibraciones asimétricas de los grupos CH_2 , 2868 cm^{-1} identifica las extensiones para el grupo CH_3 , mientras que para 1457 cm^{-1} y 1376 cm^{-1} se muestran las vibraciones simétricas de los grupos CH_3 , así mismo se observan vibraciones a 1058 correspondientes al grupo CO , las cuales son representativas del PP. Confirmando que la muestra de estudio corresponde a polipropileno de alta pureza. [61]

3.4.1 Caracterización por FTIR de las muestras de Fe_3O_4 funcionalizadas con TEOS.

Se realizó la caracterización por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) de las nanopartículas de Fe_3O_4 con el objetivo de identificar los grupos

correspondientes al Tetraetilortosilicato (TEOS) ocupado para la funcionalización de las nanopartículas. El espectro mostrado en la Figura 28, corresponde a la muestra M4 la cual mostro un porcentaje de remoción de microplásticos mayor en comparación de las muestras M1-M3.

El espectro de la magnetita muestra cuatro bandas características a bajas frecuencias, debido a la estructura de espinela inversa en donde se pueden observar las vibraciones de valencia de los enlaces Fe-O. La frecuencia a la cual aparecen las bandas dependerá de la posición del catión en la estructura (sitio tetraédrico Mt u octaédrico Mo). Las frecuencias pueden encontrarse en los rangos de Mt-o-Mo ($\sim 600-550 \text{ cm}^{-1}$), Mo-O ($\sim 470 \text{ cm}^{-1}$), Mt-Mo ($\sim 350-400 \text{ cm}^{-1}$) y Ot-M-Oo $\sim 178 \text{ cm}^{-1}$, [62] en este caso podemos encontrar vibraciones de valencia en un rango superior a 450 cm^{-1} .

Para la muestra a) y b) se observa a una frecuencia de 625 cm^{-1} y 559 cm^{-1} respectivamente las bandas correspondientes a los enlaces Fe-O y 1651 cm^{-1} y 1572 cm^{-1} correspondientes a las vibraciones O-H. Así mismo se logra observar (b) las bandas correspondientes a las vibraciones simétricas y asimétricas de los enlaces Si-O-Si a 1048 cm^{-1} , $\sim 950 \text{ cm}^{-1}$ correspondientes a los enlaces Si-O-CH y 2922 cm^{-1} para Si-OH características del Tetraetilortosilicato. [63]

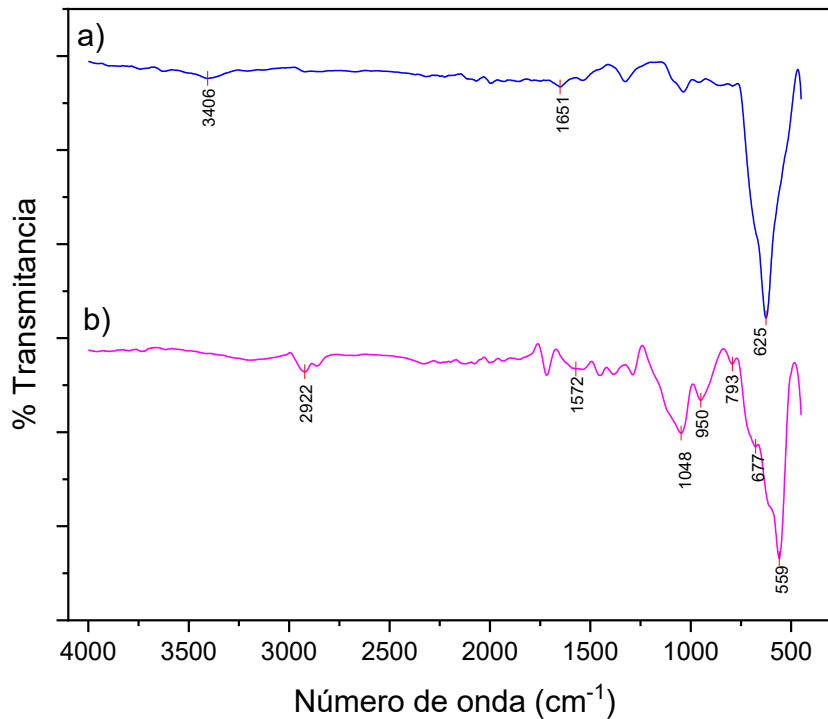


Figura 28. Espectros FTIR del Fe₃O₄ a) sin funcionalizar y b) funcionalizada con TEOS por un tiempo de 24 horas.

3.5 Cálculo de la tasa de remoción de MPs del agua

Para la simulación experimental de la recuperación de microplásticos del agua, la tasa de remoción se calcula de acuerdo a la masa de éstos mediante la **Ecuación 1**, donde n es la tasa de remoción de MPs (%), m es la masa de MPs removidos del agua, es decir, absorbidas en el imán (g), M es la masa inicial de MPs agregada a la solución experimental y k_0 que representa el parámetro de enmienda que toma en cuenta que la masa real también contiene magnetita una vez que se adsorbió a la superficie de los MPs. El parámetro k_0 es esencial para ajustar la tasa de remoción calculada y asegurar que solo se considere la masa real de los MPs removidos, excluyendo la contribución de la magnetita. (Ver tabla 6).

$$\eta = \frac{m}{M} \cdot 100\% - k_0 \quad (1)$$

Tabla 6. Resultados del cálculo de la tasa de remoción de MP's del agua para cada muestra

<i>Muestra</i>	<i>m(mg)</i>	<i>M(mg)</i>	<i>k₀</i>	<i>η(%)</i>
M1	5.17	5.8	1	88.14
M2	5	5.8	1	85.21
M3	3.9	5.8	1	66.24
M2.1	4.5	5.8	1	76.59
M4	5.7	5.8	1	97.28
M4.1	4.58	5.8	1	77.97

Se determinó que la muestra 4 (M4) presenta una tasa de remoción de 97.28% de acuerdo con lo calculado y los datos obtenidos de las pruebas de remoción. Por esto, se concluye que es la muestra más eficiente por utilizar para remover microplásticos del agua.

3.6 Mecanismo de funcionalización y recuperación de los microplásticos

Las nanopartículas magnéticas se sintetizan y posteriormente se modifica su superficie para agregar funciones específicas. También son susceptibles al ambiente y tienden a aglomerarse entre ellas para reducir su energía superficial. Por lo cual, su funcionalización superficial también mejora su estabilidad, dispersión y protege sus propiedades magnéticas.

Posterior a la síntesis, las nanopartículas magnéticas fabricadas a partir de reactivos orgánicos las convierte en biocompatibles con otros reactivos orgánicos, grupos funcionales como carboxilos, aldehídos, grupos aminoácidos, proteínas, entre otros. La estructura de las nanopartículas funcionalizadas por compuestos orgánicos sigue un mismo patrón según lo reportado por [64], se dividen en dos partes, la partícula magnética que será conocida como el núcleo (core en inglés) y la carcasa o el recubrimiento (shell en inglés) que será el compuesto orgánico con funciones específicas. Esto da el nombre a estas nuevas partículas revestidas o funcionalizadas de core-shell (núcleo-carcasa) como se ilustra en la Figura 32.



Figura 29. Superficie funcionalizada de una molécula magnética recubierta por un compuesto orgánico.

Después de realizar las pruebas pertinentes, el porcentaje de remoción de microplásticos en comparación con las moléculas no funcionalizadas fue mayor, es por esto por lo que se optó por funcionalizar todas las muestras.

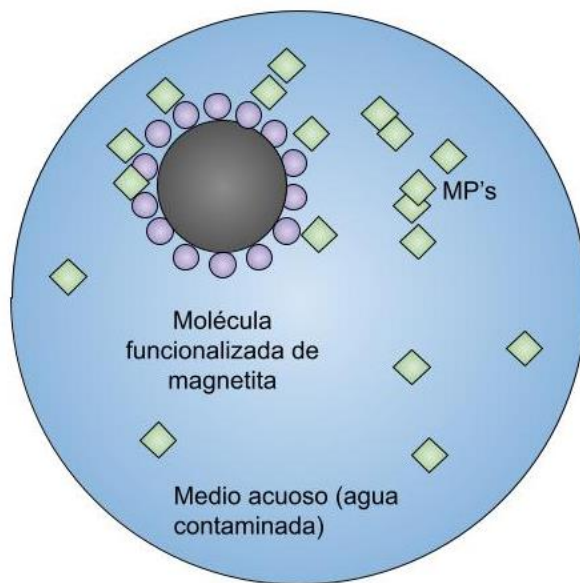


Figura 30. Representación gráfica de la recuperación de microplásticos en un medio acuoso contaminado con nanopartículas de óxido de hierro funcionalizadas.

Al caracterizar las muestras de las pruebas de remoción de microplásticos se encuentran ahora las nanopartículas de óxido de hierro, el grupo funcional del revestimiento y la estructura de los microplásticos recuperados.

Conclusiones

- Es posible sintetizar nanopartículas de óxido de hierro Fe_3O_4 mediante síntesis la ruta de síntesis solvotermal con control de tamaño y morfología.
- Los análisis por DRX confirmaron que las cuatro muestras de magnetita (Fe_3O_4) fabricadas presentan una estructura cúbica centrada en las caras con iones organizados de manera octaédrica y tetraédrica.
- El tiempo de tratamiento térmico determina el tamaño de partícula y la formación de partículas cuasi-esféricas a través de la ruta solvotermal.
- Los resultados de microRaman confirman que las nanopartículas tienden a oxidarse hasta hematita debido a la irradiación del láser.
- El análisis por FTIR confirmó la presencia de grupos $-\text{OH}$ y óxidos superficiales que favorecen la interacción con contaminantes orgánicos.
- La muestra M4 (muestra derivada de la síntesis de tratamiento por 6 horas y precursor $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$) presentan un tamaño aproximado de 40nm. Las cuales presentan un porcentaje de recuperación de PP en medio acuoso del 97.28% (M4). Por lo tanto, entre mayor sea el tamaño del nanomaterial magnético (magnetita), mayor será el porcentaje de recuperación del contaminante plástico.
- Las nanopartículas de óxido de hierro alcanzaron eficiencias de remoción superiores al 90 % en condiciones ideales (pH neutro, 25 °C).
- La presencia de grupos hidroxilo y los puentes $\text{Fe}-\text{O}$ favorecen la atracción electrostática y las interacciones de Van der Waals con los fragmentos de polímero.

Trabajo a futuro

Una de las bondades de este trabajo es la facilidad de recuperación de microplásticos, siendo el polipropileno un ejemplo del potencial de este modelo de remediación ambiental con nanopartículas de magnetita. Una vez que se recuperan los contaminantes lo esperado es disponer de estos de manera correcta o buscar una solución para reutilizar o reciclar con responsabilidad ambiental y viabilidad. Estudios previos han reportado alternativas para el tratamiento de microplásticos, la metodología depende del polímero a tratar, en algunos casos la cadena se puede sintetizar nuevamente lo que permite crear nuevos filamentos para productos elaborados del mismo material. Por otro lado, algunas cadenas de hidrocarburos presentes en ciertos tipos de plásticos no permiten una segunda síntesis ya que se han debilitado o su estructura no reversible. En este ejemplo, se requiere una metodología de disposición adecuada de residuos, semi degradación o disolución del polímero antes de procesarlo. A continuación, se presenta una lista de opciones para el seguimiento a la solución íntegra del problema de contaminación del agua por microplásticos basada en estudios previos y con alta compatibilidad con este proyecto.

Reciclado químico: consiste en la descomposición química para la obtención del monómero y volver a formar cadenas de estos y obtener nuevamente un polímero, por ejemplo:

Degradación de polietilentereftalato (P.E.T.) para la obtención de poliuretano

Despolimerización térmica: sin la necesidad de reactivos o reacciones químicas, se utiliza un cambio de temperatura para la ruptura de las cadenas del polímero, por ejemplo:

Pirólisis

Craqueo térmico

Biodegradación de polímeros: existen alternativas de degradación de polímeros que son más amigables con el medio ambiente ya que se utilizan bacterias y microorganismos vivos que asimilan la composición de los polímeros mediante la generación de enzimas que los descomponen.

ANEXO 1

Difracción de rayos-X

Al igual que otros métodos difractómetros de caracterización, este método se basa en la difracción de la radiación que produce la materia cristalina. Dicha radiación se lee en el espectro electromagnético comprendido entre la región de radiación ultravioleta y los rayos gamma. Los rayos-X son capaces de atravesar cuerpos opacos y por lo que son utilizados para caracterizar diferentes muestras, sobre todo materia cristalina.

La técnica de difracción consiste en incidir un haz de rayos-x sobre un cristal, su estructura permite que los rayos se reflejen en cada plano de la red cristalina, esto se conoce como fenómeno de dispersión (Figura 22) . Los rayos difundidos causan interferencia, dispersando rayos de frecuencia destructiva y constructiva (esta última es igual a un número entero de longitud de onda). El desfase en una longitud de onda de las frecuencias se interpreta como fenómeno de difracción, y cuando corresponde a media longitud de onda se interpreta como interferencia destructiva. La difracción de rayos x es de las más utilizadas ya que permite identificar muestras de partículas pequeñas como polvos cristalinos y recuperarlos totalmente. [67]

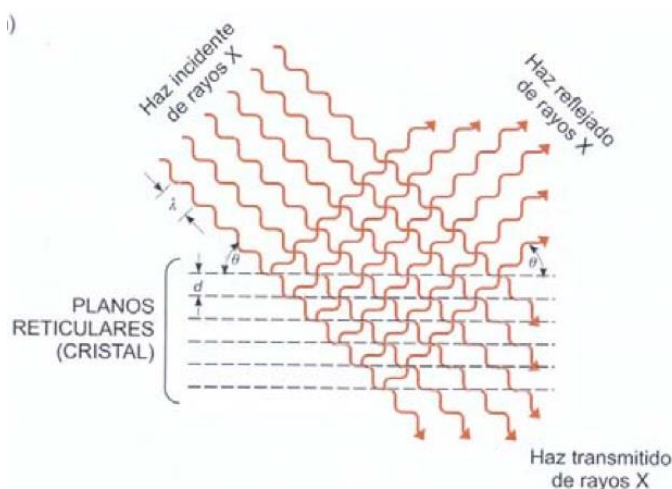


Figura 31. Fenómeno de difracción de rayos equis al hacer incidir un haz sobre materia cristalina. [68]

Microscopía electrónica de barrido

La microscopía electrónica de barrido (SEM) utiliza un haz de electrones enfocado para escanear una superficie punto por punto, permitiendo examinar muestras con alta resolución. Es una técnica de microscopía utilizada para conocer la estructura y morfología de una muestra a estudiar. Es ampliamente utilizada en investigación de materiales. [69] Al interactuar con el haz electrónico se producen electrones secundarios en la superficie que son captados por un detector que traduce estos electrones a fotones. Estos fotones atraviesan el cañón de luz del espectrofotómetro y se convierten en fotoelectrones que finalmente causan una amplificación de la corriente que se lee en el video amplificador como una imagen de la muestra (Figura 32).

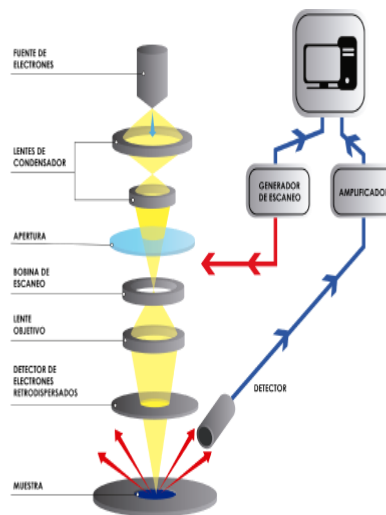


Figura 32. Equipo de microscopía electrónica de barrido y su funcionamiento desglosado. [70]

Fenómeno de generación de electrones secundarios

La interacción entre el haz de electrones y la superficie de la muestra produce dos tipos de electrones: los electrones retrodispersados y los electrones secundarios. Los electrones retrodispersados son de alta energía y provienen del haz incidente de SEM, sufriendo dispersión elástica con los núcleos atómicos de la muestra (Figura 33). Por otro lado, los electrones secundarios son de baja energía y se emiten desde la superficie de la muestra cuando es irradiada por el haz de electrones. Estos electrones secundarios, con energías típicamente de decenas a

cientos de electronvoltios (eV), tienen una penetración limitada y se emiten principalmente desde los primeros nanómetros de la superficie de la muestra.[71]

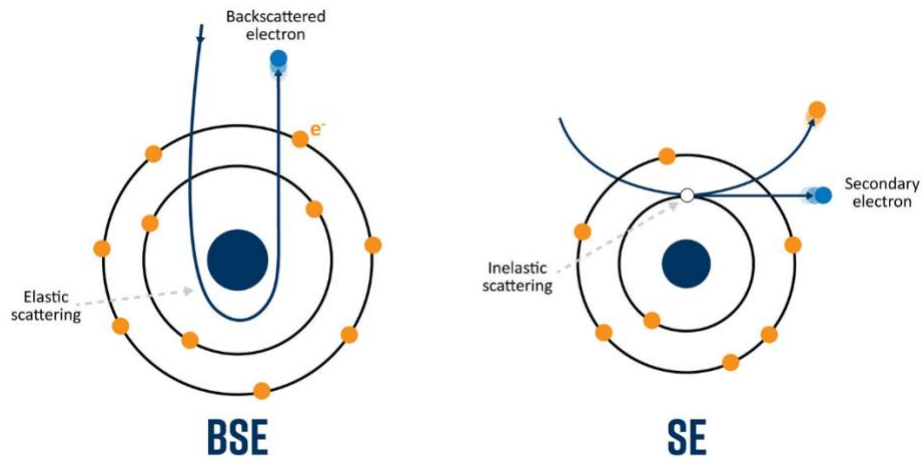


Figura 33. Electrones retrodispersados y electrones secundarios del fenómeno de microscopía de barrido. [72]

Espectroscopía de Infrarrojo

La espectroscopía de infrarrojo (IR) (FTIR, *por sus siglas en inglés*), estudia la interacción entre la radiación infrarroja incidente y la materia. La energía de radiación, que es absorbida por la molécula de estudio en su estado basal, corresponde a una longitud determinada de onda del infrarrojo. Esta molécula se encuentra vibrando en la misma longitud de onda que la energía incidente, por lo que, al absorber esta energía, se produce un cambio en la intensidad de la vibración de la molécula. [73]

El fenómeno de absorción IR ocurre cuando la molécula alcanza una vibración más alta y se puede leer por absorbancia o transmitancia. (Figura 34)

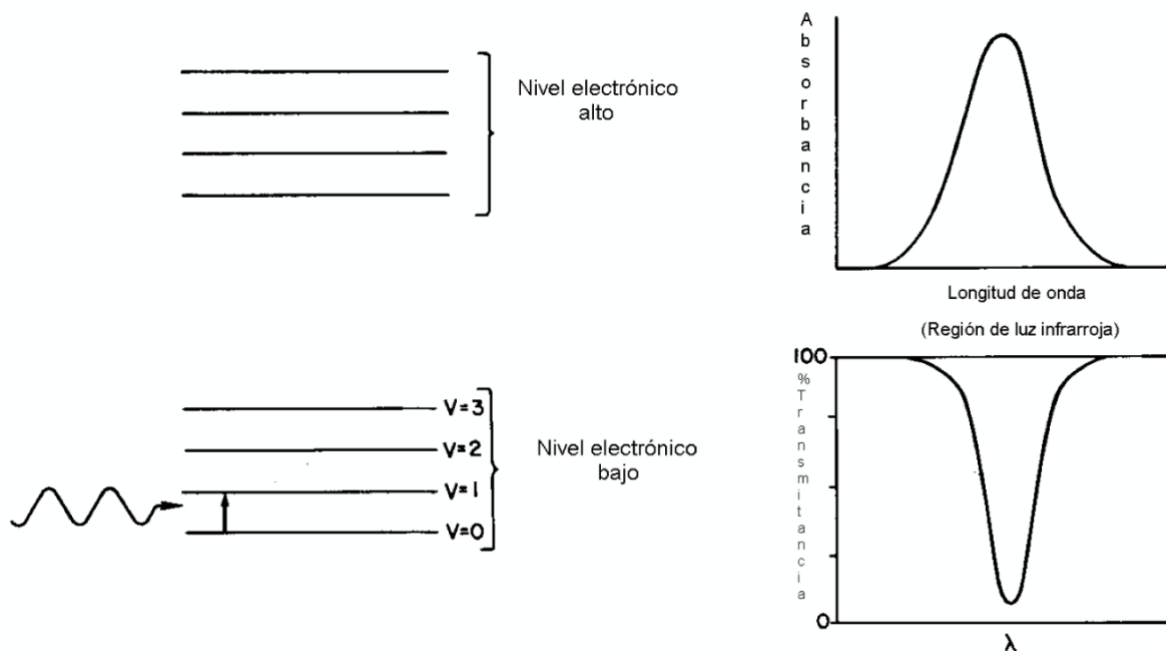


Figura 34. Fenómeno de absorción IR, absorción y transmisión. [74]

Espectroscopía Micro Raman

La espectroscopía Raman brinda información molecular sobre la materia a caracterizar y es una técnica altamente confiable ya que no es destructiva. Esta técnica de caracterización es una de las más relevantes que interpreta las vibraciones moleculares de frecuencia estudiando la radiación electromagnética dispersada inelásticamente a números de onda menores que la radiación incidente. Nos proporciona información sobre transiciones con energía en el espectro infrarrojo a través de la zona visible en la que se excitan. Cada espectro vibracional es equivalente a una huella dactilar humana, es decir, es lo que vuelve única a una especie molecular y la distingue de otras. La espectroscopía Raman brinda información molecular sobre la materia a caracterizar y es una técnica altamente confiable ya que no es destructiva. [75]

Fenómeno de dispersión Raman, líneas stokes y antistokes

El efecto de dispersión Raman ocurre a partir de la interacción de la luz incidente con los electrones de una molécula incidida, pero la energía de la luz incidente no es suficiente para excitar la molécula a un nivel mayor de energía. Por lo tanto, el resultado de la dispersión Raman es cambiar el estado vibracional de la molécula.

Para lograr el efecto Raman en una molécula, la luz incidente debe alcanzar un momento dipolar (Figura 35). La dispersión Raman incluye tanto las líneas Stokes como las anti-Stokes. Las frecuencias de estas líneas corresponden a la suma y diferencia de las frecuencias de la luz incidente y las frecuencias vibracionales de las moléculas. Cuando los fotones interactúan con una molécula, parte de su energía se puede transferir a diversos modos de vibración de la molécula. En el caso del efecto Raman Stokes, la luz dispersada pierde energía equivalente a la transferida a las vibraciones moleculares. Si la molécula estaba en un estado excitado inicialmente, la luz dispersada puede tener más energía que la luz incidente, lo que se denomina efecto Raman anti-Stokes, siempre que el sistema vuelva a un estado de menor energía (Figura 36). Dado que normalmente hay menos moléculas en estados excitados que en el estado básico, la dispersión Raman Stokes es más intensa que la anti-Stokes. [76]

Efecto Raman

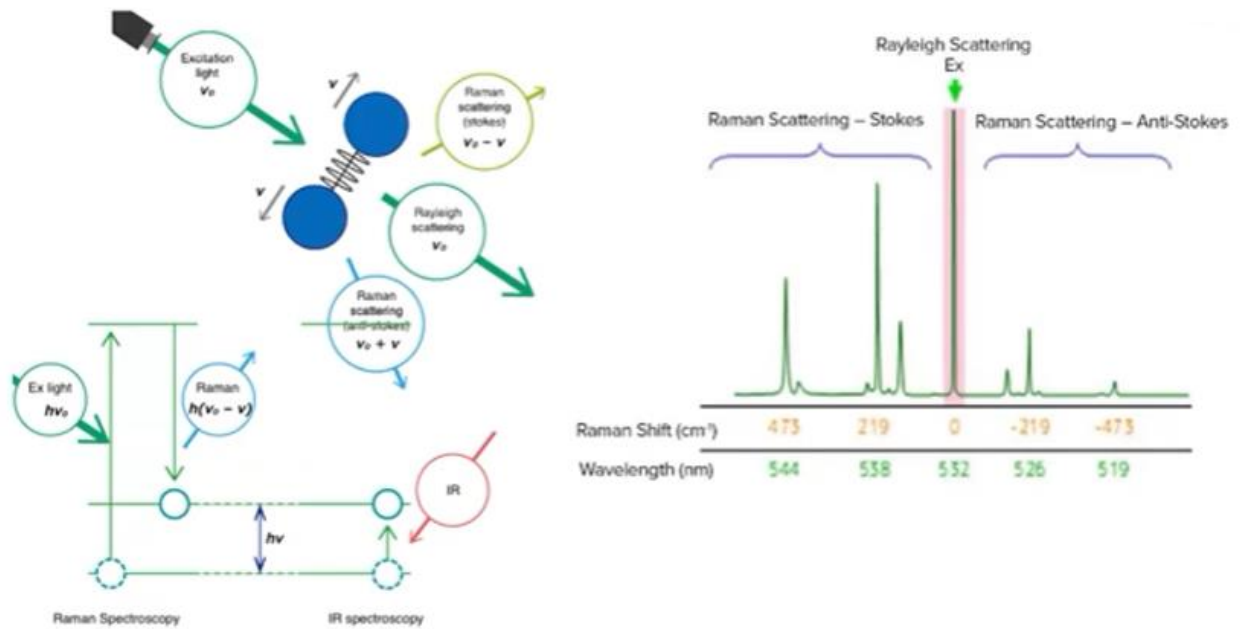


Figura 35. Imagen descriptiva del efecto Raman sobre una molécula para su identificación mediante la vibración molecular. [77]

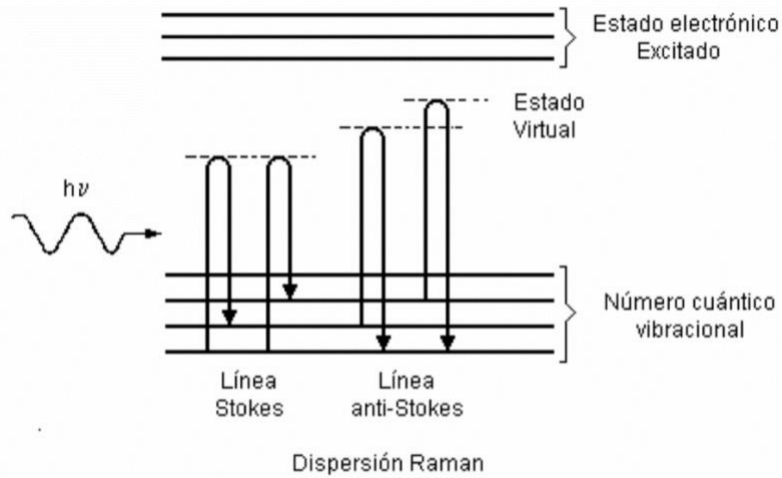


Figura 36. Diagrama demostrativo de la dispersión Raman. Se aprecian las líneas Stokes y anti-Stokes durante el cambio vibracional. [78]

Reflectancia Difusa

La espectroscopía de reflectancia difusa, por sus siglas (ERD), es una técnica óptica de caracterización mínimamente o no invasiva, fácil de manejar y puede ser utilizada para interpretar y analizar los espectros de reflectancia. Es decir, nos ayudará a caracterizar un material mediante la radiación magnética reflejada por una superficie como consecuencia de la luz incidente sobre un medio después de propagarse a través de este (Figura 37). [79]

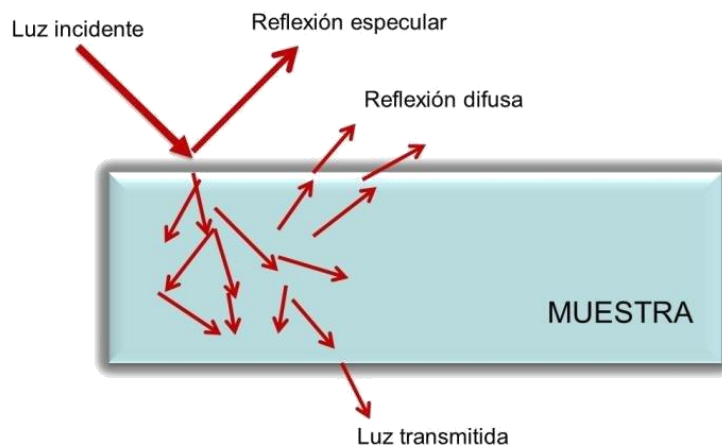


Figura 37. Fraccionamiento de la energía incidente sobre una superficie. [80]

Formalismo Kubelka Munk

El modelo de *Kubelka-Munk* se utiliza para describir la reflexión difusa de materiales que dispersan y absorben energía electromagnética. La derivación original del modelo, que se basa en intensidades de radiación difusa, se resume considerando la presencia de recubrimientos laminados gruesos sobre sustratos transparentes o semitransparentes, hasta llegar a obtener la llamada reflexión de Kubelka-Munk (RKM).

El formalismo de Kubelka-Munk utiliza una relación para describir la absorción y la dispersión de la luz en materiales opacos. La ecuación de Kubelka-Munk se expresa como:

$$K/S = \frac{(1 - R_{\infty})^2}{2R_{\infty}}$$

donde:

K es el coeficiente de absorción.

S es el coeficiente de dispersión.

R_{∞} es la reflectancia difusa de un espesor infinito del material.

Esta fórmula permite relacionar la reflectancia de un material con sus propiedades de absorción y dispersión, facilitando así la determinación de la energía de absorción a partir de los espectros de reflectancia difusa.

Referencias

- [1] Palacios Anzules, Ítalo del C., & Moreno Castro, D. W. (2022). Contaminación ambiental. *RECIMUNDO*, 6(2), 93-103.
[https://doi.org/10.26820/recimundo/6.\(2\).abr.2022.93-103](https://doi.org/10.26820/recimundo/6.(2).abr.2022.93-103)
- [2] Hernández, Hdz. Estephani, Damián Pérez Fernanda (2018). Evaluación de microplásticos en sedimentos del río Tecate. Repositorio Institucional de la Universidad Autónoma de Baja California. Recuperado de <https://repositorioinstitucional.uabc.mx/server/api/core/bitstreams/20deb30a-6a75-49ad-ac38-5231d76b8b7a/content>, pp. 18-21
- [3] Thompson R., Browne B., Dissanayake A., Galloway T., Lowe D., “Ingested Microscopic Plastic Translocates to the Circulatory System of the Mussel, *Mytilus edulis* (L.)”, *Environmental Science and Technology*, 42 (13), pp. 5026–5031, 2008.
- [4] Naciones Unidas. (2021, octubre 22). Cambio Climático y medioambiente, <https://news.un.org/es/story/2021/10/1498752>
- [5] Estahbanati, M.K.; Kiendrebeogo, M.; Mostafazadeh, A.K.; Drogui, P.; Tyagi, R.D. Treatment processes for microplastics and nanoplastics in waters: State-of-the-art review. *Mar. Pollut. Bull.* 2021, 168, 112374
- [6] Gobierno Vasco. (2021). Microplásticos [Fotografía]. Recuperado de https://www.euskadi.eus/contenidos/blog_post/20210313_microplasticos/es_def/images/microplasticos.jpg
- [7] [8] Xiahong Shi, Xiaoting Zhang, Wei Gao, Yalin Zhang, Defu He, Removal of microplastics from water by magnetic nano-Fe₃O₄, *Science of The Total Environment*, Volume 802, 2022, 149838, ISSN 0048-9697, (<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0048969721049135>)
- [9] G. Kalčíková, B. Alič, T. Skalar, M. Bundschuh, A. Žgajnar Gotvajn, Wastewater treatment plant effluents as source of cosmetic polyethylene microbeads to freshwater, *Chemosphere*, Volume 188, 2017, pp. 25-31, ISSN 0045 6535, Recuperado de <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.08.131>.
- [10] Urbina Poma, S. A., & Romero Echevarría, L. M. (2022). Determinación del nivel de contaminación por microplásticos en la playa Conchán–Villa el Salvador, Perú.
- [11] Xiahong Shi, Xiaoting Zhang, Wei Gao, Yalin Zhang, Defu He, Removal of microplastics from water by magnetic nano-Fe₃O₄, *Science of The Total*

Environment, Volume 802, 2022, 149838, ISSN 0048-9697, (<https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0048969721049135>)

[12] [13] [14] Thermo Fisher Scientific. (2021, abril 23). Perfiles de polímeros: Una guía de los plásticos más utilizados en el mundo. Thermo Fisher Scientific. <https://www.thermofisher.com/blog/cienciaacelerada/materiales/perfiles-de-polimeros-una-guia-de-los-plasticos-mas-utilizados-en-el-mundo/>

[15] Amaya, Eduardo Matías; Molina, Facundo Ezequiel; Sánchez, Mauricio Emmanuel. (2018). *Producción de polipropileno*: (Trabajo final de grado). Mendoza, Universidad Nacional de Cuyo. Facultad de Ciencias Aplicadas a la Industria. Dirección URL del informe: <https://bdigital.uncu.edu.ar/11477>., pp. 8-9

[16] MasterLogística. (s.f.). Tipos de plásticos: clasificación, envases y peligros [Infografía]. MasterLogística. <https://www.masterlogistica.es/tipos-de-plasticos-clasificacion-envases-y-peligros/>

[17] Góngora Pérez, JP. 2014. La industria del plástico en México y el mundo. Comercio Exterior. 64(5) Pp. 6-9

[18] Morales, B. R., Moreno, I. C. E., & Montoya, D. A. (2014). Segmentación comercial de la industria del plástico reciclado en México. In XXI Congreso Internacional de Contaduría Administración e Informática (Vol. 1, pp. 04-20).

[19] Instituto Mexicano de Tecnología del Agua (IMTA). (2023, marzo 15). Contaminación por microplásticos. Gobierno de México. <https://www.gob.mx/imta/articulos/contaminacion-por-microplasticos>

[20] CISA. (s.f.). Principios del tamizado. Sitio web del Centro de Información de Seguridad Alimentaria. Recuperado de <https://www.cisa.net/principios-tamizado/>

[21] Universidad Nacional Autónoma de México. (s.f.). Método de separación de mezclas. Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ciencias. Recuperado de http://uapas2.bunam.unam.mx/ciencias/metodo_separacion_mezclas/

[22] Chica Toro, F. D., Londoño Benítez, L. M., & Álvarez Herrera, M. I. (2006). La zeolita en la mitigación ambiental. Revista Lasallista de Investigación, 3(1), 30-34., p. 31-32.

- [23] Morales Posada, Nelly Bibiana and Acosta Nino, Gema Eunice. Sistema de electrocoagulación como tratamiento de aguas residuales galvánicas. *Cienc. Ing. Neogranad.* [online]. 2010, vol.20, n.1, pp.33-44. ISSN 0124-8170.
- [24] Carrillo-González, R. (2018). David contra Goliat: La nanotecnología en la limpieza del ambiente. *Agro Productividad*, 6(4). Recuperado a partir de <https://www.revista-agroproductividad.org/index.php/agroproductividad/article/view/467> pp. 11-13
- [25] Moran, P. Z., Suastegui, W. A. G., Martínez, J. P. P., Raya, C. M., & Pavón, L. D. C. G. (2020). La biofotónica y los materiales nanoestructurados. *RD-ICUAP*, 154-162.
- [26] ISO/TS 12901-1:2012. Nanotechnologies. Occupational risk management applied to engineered nanoma- terials. Part 1: Principles and approaches. Instituto Nacional de Seguridad y Salud en el Trabajo (INSST). (2020). *Nanomateriales: clasificación y propiedades*. Recuperado de <https://www.insst.es/documents/94886/789635/sst+nanomateriales.pdf/bd21b71f-d5ec-4ee8-8129-a4fa58480968?t=1605802873517#:~:text=Los%20nanomateriales%20nanoestructurados%20pueden%20presentarse,material%20nanoporoso%20y%20nanodispersión%20fluida>
- [27] Cano-Rodríguez, C., Hernández-Rodríguez, M. E., & Ramírez-Jiménez, F. (2020). Estudio sobre la contaminación por microplásticos en cuerpos de agua dulce. *Revista Digital Universitaria*, 21(2), 45-60. <http://rd.buap.mx/ojs-dm/index.php/rdicuap/article/view/266/252>
- [28] Carrillo-González, R. (2018). David contra Goliat: La nanotecnología en la limpieza del ambiente. *Agro Productividad*, 6(4). Recuperado a partir de <https://www.revista-agroproductividad.org/index.php/agroproductividad/article/view/467> pp. 11-13
- [29] Noval, Virginia E., Ochoa Puentes, Cristian, & Carriazo, Jose G.. (2017). Magnetita (Fe₃O₄): Una estructura inorgánica con múltiples aplicaciones en catálisis heterogénea. *Revista Colombiana de Química*, 46(1), 42-59. Recuperado el 30 de mayo de 2024, desde

http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0120-28042017000100042&lng=en&tlng=es.

[30] Carriazo Baños, J. G., Noval Lara, V. E., & Ochoa Puentes, C. (2017). Magnetita (Fe₃O₄): Una estructura inorgánica con múltiples aplicaciones en catálisis heterogénea. *Revista Colombiana de Química*, 46(1), 42.

[31] José Gregorio Carriazo Baños, Virginia Esperanza Noval Lara, Cristian Ochoa Puentes (2017). Estructura de espinela inversa de Fe₃O₄. [Ilustración digital de la geometría del Fe₃O₄]. *Revista Colombiana de Química* Recuperado de https://revistas.unal.edu.co/index.php/rcolquim/article/download/62831/version/49684/63826/364836/309050434005_gf1.jpg

[32] Zuluaga, J. Mazo, A look at the study and the technological and biomedical applications of magnetite. (2011, December). In Scientific figure on ResearchGate (Figura). Recuperado el 11 de septiembre de 2024, desde https://www.researchgate.net/figure/Figura-1-Tipos-de-materiales-en-nanoescala-y-una-representacion-esquemática-a-nivel_fig1_260775335

[33] Gonçalves, Mateus & Pereira, Bruna & Tavares, Camila & Martins, Taináh & Cunha, Elaine. (2021). Value of contrast-enhanced Magnetic Resonance Imaging (MRI) in the diagnosis of breast cancer.

[34,35] Noval, Virginia E., Ochoa Puentes, Cristian, & Carriazo, José G. (2017). Magnetita (Fe₃O₄): Una estructura inorgánica con múltiples aplicaciones en catálisis heterogénea. *Revista Colombiana de Química*, 46(1), 42-59. Recuperado el 30 de mayo de 2024, desde http://www.scielo.org.co/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0120-28042017000100042&lng=en&tlng=es.

[36] Carriazo Baños, J. G., Noval Lara, V. E. y Ochoa Puentes, C. (2017). Magnetita (Fe₃O₄): Una estructura inorgánica con múltiples aplicaciones en catálisis heterogénea (Figura). *Revista Colombiana de Química*, 46(1), 42–59. <https://doi.org/10.15446/rev.colomb.quim.v46n1.62831>

[37] Fundación Aquae. (2023, 12 de septiembre). Imanes para limpiar la contaminación de microplásticos en mares y ríos. Fundación Aquae. <https://www.fundacionaquae.org/wiki/imanes-para-limpiar-la-contaminacion-de-microplasticos-en-mares-y-rios/>

- [38] ROJAS CERVANTES María Luisa, Diseño y síntesis de materiales "a medida" mediante el método SOL-GEL, Editorial UNED, 2012, ISBN 8436264967, 9788436264968, p. 11.
- [39] Berrones, María de los Ángeles. Síntesis de nanopartículas de hematita por el método de precipitación controlada. En: Revista Politécnica, Quito: EPN, (no. 30, (1)2009): pp. 91–99
- [40] Rodriguez-Lopez, A. (2012). Estudio de la síntesis y caracterización de nanopartículas de magnetita por métodos electroquímicos
- [41] Zanella, R. (2012). Metodologías para la síntesis de nanopartículas: controlando forma y tamaño. Mundo nano. Revista interdisciplinaria en nanociencias y nanotecnología, 5(1), 69-81.
- [42] Escuela Colombiana de Ingeniería Julio Garavito. (2021). Imagen de síntesis de una nanoplateforma basada en puntos de carbono funcionalizados con curcumina [Imagen]. En síntesis, de una nanoplateforma basada en puntos de carbono funcionalizados con curcumina. Recuperado de <https://repositorio.escuelaing.edu.co/bitstream/handle/001/1989/Síntesis%20de%20una%20nanoplateforma%20basada%20en%20puntos%20de%20carbono%20funcionalizados%20con%20curcumina.pdf?sequence=2&isAllowed=y>
- [43] Santiago, Barahona Beatriz, (s/a), Funcionalización de materiales nanocarbonosos con polietilenimina, <https://repositorio.unican.es/xmlui/bitstream/handle/10902/8213/382715.pdf>
- [44] López, A. (2025). Estructura esquemática de una nanopartícula magnética con recubrimiento funcionalizado [Imagen].
- [45] Gandon, A., Nguyen, C., Kaliaguine, S., & Do, T. (2020). Synthesis of single-phase and controlled monodisperse magnetite Fe₃O₄ nanoparticles. The Canadian Journal of Chemical Engineering, pp. 4-5, recuperado de: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/cjce.23889>
- [46] Evaluation of surface treatments on 5052-H32 aluminum alloy for enhancing the interfacial adhesion of thermoplastic-based fiber metal laminates - Scientific Figure on ResearchGate. Recuperado de: https://www.researchgate.net/figure/Infrared-spectrum-of-the-polypropylene-matrix_fig2_322259671

- [47] Instituto Nacional de Estadística y Geografía. (2000). Síntesis geográfica del estado de Puebla, 2000. Recuperado de https://www.inegi.org.mx/contenidos/productos/prod_serv/contenidos/espanol/bvini/egi/productos/historicos/2104/702825222949/702825222949_9.pdf
- [48] Skrabalak, S. E., Wiley, B. J., Kim, M., Formo, E. V., & Xia, Y. (2008). On the polyol synthesis of silver nanostructures: Glycolaldehyde as a reducing agent. *Nano Letters*, 8*(7), 2077–2081. <https://doi.org/10.1021/nl800910d>
- [49] Qayoom, M. (2021). Synthesis of sodium acetate oriented Ni(II)-doped iron oxide nanospheres for efficient acetone sensing. *Sensors International*, 2*, 100150. <https://doi.org/10.1016/j.sintl.2021.100150>
- [50] Han, C., Ma, J., Wu, H., Wei, Y., & Hu, K. (2015). A low-cost and high-yield production of magnetite nanorods with high saturation magnetization. *Journal of the Chilean Chemical Society*, 60*, 2799–2802. <https://doi.org/10.4067/S0717-97072015000100005>
- [51] Deshpande, A., Mohamed, M., Daftardar, S. B., Patel, M., Boddu, S. H. S., & Nesamony, J. (2017). Solid lipid nanoparticles in drug delivery: Opportunities and challenges. En A. K. Mitra, K. Cholkar, & A. Mandal (Eds.), *Emerging nanotechnologies for diagnostics, drug delivery and medical devices* (pp. 291–330). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-42978-8.00012-7>
- [52] Antarnusa, G., Esmawan, A., Jayanti, P. D., Fitriani, S. R., Suherman, A., Palupi, E. K., Umam, R., & Ardimas. (2022). Synthesis of Fe₃O₄ at different reaction temperatures and investigation of its magnetic properties on giant magnetoresistance (GMR) sensors for bio-detection applications. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 563*, 169903. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2022.169903>
- [53] Karade, V. C., Dongale, T. D., Sahoo, S. C., Kollu, P., Chougale, A. D., Patil, P. S., & Patil, P. B. (2018). Effect of reaction time on structural and magnetic properties of green-synthesized magnetic nanoparticles. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 120*, 161–166. <https://doi.org/10.1016/j.jpics.2018.04.040>
- [54] Yew, Y. P., Shameli, K., Miyake, M., Khairudin, N., Mohamad, S., Hara, H., Nordin, M., & Lee, K. X. (2017). An eco-friendly means of biosynthesis of superparamagnetic magnetite nanoparticles via marine polymer. *IEEE*

Transactions on Nanotechnology*, *16*(6), 1043–1050.
<https://doi.org/10.1109/TNANO.2017.2747088>

[55] Hanesch, M. (2009). Raman spectroscopy of iron oxides and (oxy)hydroxides at low laser power and possible applications in environmental magnetic studies. *Geophysical Journal International*, 177*(3), 941–948. <https://doi.org/10.1111/j.1365-246X.2009.04122.x>

[56] Chernova, E., Botvin, V., Galstenkova, M., Mukhortova, Y., Wagner, D., Gerasimov, E., Surmeneva, M., Kholkin, A., & Surmenev, R. (2022). A comprehensive study of synthesis and analysis of anisotropic iron oxide and oxyhydroxide nanoparticles. *Nanomaterials*, 12(23), 4321. <https://doi.org/10.3390/nano12234321>

[57] Slavov, L., Abrashev, M. V., Merodiiska, T., Gelev, Ch., Vandenberghe, R. E., Markova-Deneva, I., & Nedkov, I. (2010). Raman spectroscopy investigation of magnetite nanoparticles in ferrofluids. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322(14), 1904–1911. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2010.01.005>

[58] Jubb, A. M., & Allen, H. C. (2010). Vibrational spectroscopic characterization of hematite, maghemite, and magnetite thin films produced by vapor deposition. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2(10), 2804–2812. <https://doi.org/10.1021/am1004943>

[59] Shebanova, O. N., & Lazor, P. (2003). Raman study of magnetite (Fe_3O_4): Laser-induced thermal effects and oxidation. *Journal of Raman Spectroscopy*, 34(10), 845–852. <https://doi.org/10.1002/jrs.1056>

[60] Ruíz-Baltazar, Á. de J., Reyes-López, S. Y., & Pérez, R. (2017). Magnetic structures synthesized by controlled oxidative etching: Structural characterization and magnetic behavior. *Results in Physics*, 7, 1828–1832. <https://doi.org/10.1016/j.rinp.2017.05.001>

[61] Prabowo, I., Nur Pratama, J., & Chalid, M. (2017). The effect of modified ijuk fibers to crystallinity of polypropylene composite. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 223(1), 012020. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/223/1/012020>

- [62] Jiang, S., Eltoukhy, A. A., Love, K. T., Langer, R., & Anderson, D. G. (2013). Surface-functionalized nanoparticles for biosensing and imaging-guided therapeutics. *Nanoscale*, 5(8), 3127–3148. <https://doi.org/10.1039/C3NR34201K>
- [63] Morejón-Alonso, L., Wilson-Savón, L., Fernández-Masso, J. R., & Díaz-Águila, C. (2020). Nanopartículas magnéticas de óxido de hierro para el aislamiento de ADN plasmídico. *Revista Cubana de Química*, 32(2), 195–217. Recuperado de <https://www.redalyc.org/articulo.oa?id=443564573002>
- [64] Liu, S., Yu, B., Wang, S., Shen, Y., & Cong, H. (2020). Preparation, surface functionalization and application of Fe₃O₄ magnetic nanoparticles. *Advances in Colloid and Interface Science*, 281, 102165. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2020.102165>
- [65] Miguel Aleza, R. (2020). Degradación de Polietilentereftalato (PET) para la obtención de poliuretanos, pp. 24-25.
- [66] ARELA, M. C., MASCO, F. S., CHURAC, R. A. C., RIVERA, J. E. V., & CALLA, J. C. (2020). Biodegradación de polímeros de plástico por *Pseudomonas*. *Revista de Investigación Ciencia, Tecnología y Desarrollo*, 6(2), 46-59.
- [67] Pérez Monserrat, E. M. Técnicas de caracterización petrológicas (I): Microscopía Óptica de Polarización (MOP) y Difracción de Rayos X (DRX). En: La conservación de los geomateriales utilizados en el patrimonio. Madrid: Programa Geomateriales, 2012, pp. 27-29.
- [68] Skrabalak, S. E., Wiley, B. J., Kim, M., Formo, E. V., & Xia, Y. (2008). On the polyol synthesis of silver nanostructures: Glycolaldehyde as a reducing agent. *Nano Letters*, 8*(7), 2077–2081. <https://doi.org/10.1021/nl800910d>
- [69] Clavijo, Josué, Gómez, A. B. (2010). Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM). Dialnet, pp.123-145. Recuperado de <https://dialnet.unirioja.es/servlet/articulo?codigo=5085347>
- [70] Doe, J. (2020). Microscopio electrónico de barrido basado en SEM [Presentación de SlideShare]. SlideShare. <https://www.slideshare.net/slideshow/microscopio-electrnico-de-barrido-basado-en-sem/264809831>
- [71] Renau-Piqueras, J., & Faura, M. (1994). Principios básicos del microscopio electrónico de barrido. p. 79.

- [72] Nanoscience Instruments. (2021, diciembre 1). Which electron detector is right for your application? Nanoscience Instruments. <https://www.nanoscience.com/blogs/which-electron-detector-is-right-for-your-application/>
- [73] [74] Cortez, P. M. (2017). Espectroscopia de infrarrojo para todos. CIATEJ. Guadalajara.
- [75] M. del Egado, D. Juanes (Eds.), IPCE, MCU Técnicas de espectroscopía Raman aplicadas en conservación, C. Domingo “La Ciencia y el Arte III”, Madrid (2011) pp. 2-4. Recuperado de <https://digital.csic.es/handle/10261/37030?mode=full>
- [76] Pérez, J. L., Murillo, R., & Gómez, R. (2011). Espectroscopia infrarroja y Raman. línea. <http://sistemas.fciencias.unam.mx/~fam/EsRaman.pdf>. p4-6.
- [77] [78] Bruker. (s.f.). Guide to Raman Spectroscopy. Bruker. Recuperado de <https://www.bruker.com/en/products-and-solutions/infrared-and-raman/raman-spectrometers/what-is-raman-spectroscopy.html>
- [79] S. Buendia Aviles, M. Cunill Rodríguez, J. A. Delgado Atencio, et. Al., (2022). Efecto de la distancia sonda – muestra en la aplicación de la espectroscopia de reflectancia difusa, XL Congreso Anual de la Sociedad Española de Ingeniería Biomédica. p. 357. Recuperado de <https://repositorio.unican.es/xmlui/bitstream/handle/10902/28265/Efecto%20Distancia%20Sonda.pdf?sequence=3&isAllowed=y>
- [80] Camacho-Tamayo, J. (2013). Uso de la reflectancia difusa - NIR en la determinación de características físicas y químicas de un Oxisol. Carimagüa - Meta. <https://doi.org/10.13140/RG.2.1.2548.6886>

