

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) –
liofilización



DOI: <http://dx.doi.org/10.23857/dc.v6i3.1339>

Ciencias Técnicas y Aplicadas
Artículo de investigación

*Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro
(magnetita) – liofilización*

*Synthesis and physico-chemical characterization of hierarchical magnetic
nanoparticles (magnetite) - lyophilization*

*Síntese e caracterização físico-química de nanopartículas magnéticas
hierárquicas (magnetita) - liofilização*

Rosa Maricela Ormaza-Hugo^I

rormaza@epoch.edu.ec

<https://orcid.org/0000-0002-1917-5084>

Julio Rolando Coello-Cabezas^{II}

rolando.coello@unach.edu.ec

<https://orcid.org/0000-0002-4823-6763>

Vilma Nohemí Yanchapanta-Bastidas^{III}

vilma.yanchapanta@epoch.edu.ec

<https://orcid.org/0000-0001-9875-7607>

Dalinda Ileana Quingatuña-Cali^{IV}

dquingatuna@epoch.edu.ec

<https://orcid.org/0000-0003-0105-0555>

***Recibido:** 16 de mayo de 2020 ***Aceptado:** 14 de junio de 2020 * **Publicado:** 27 de julio de 2020

- I. Máster Universitario en Física, Biofísica, Grupo de Investigación de Materiales Especiales, Facultad de Ciencias, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Riobamba, Ecuador.
- II. Máster Universitario en Técnicas y Ciencias de la Calidad del Agua, Ingeniero Ambiental, Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Chimborazo, Riobamba, Ecuador.
- III. Magíster en Física Médica, Biofísica, Physics Research Group, Facultad de Ciencias, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Riobamba, Ecuador.
- IV. Máster Universitario en Física, Biofísica, Physics Research Group, Facultad de Ciencias, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Riobamba, Ecuador.

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

Resumen

El presente trabajo tuvo como objetivo realizar el estudio físico-químico de nanopartículas magnéticas de hierro (NPMs de Fe), sintetizadas mediante el método de coprecipitación química que genera NPMs líquidas conocidas como ferro-fluido. Se empleó la técnica de liofilización con lo cual se logró solidificar y estabilizar las muestras. Para caracterización de las NPMs de Fe (Magnetita (Fe_3O_4)); se emplearon diferentes técnicas ópticas. La espectroscopia FT-IR, permitió observar las bandas de absorción características de los grupos funcionales más comunes y de interés en la magnetita. La información sobre la morfología y topografía de las muestras se obtuvo con Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) y, finalmente el tamaño de las NPM's de Fe se pudo determinar a través de la Microscopia de Fuerza Atómica (AFM). En base a la caracterización se estableció que el menor y mayor tamaño corresponden a 60 y 100nm, respectivamente. Se tomó un valor arbitrario de la clase con mayor porcentaje de NPM's de Fe, con la finalidad de determinar detalladamente su estructura morfológica, estableciendo que las NPM's presentan una estructura irregular semiesférica, y, un promedio de tamaño que oscila entre los 95 y 100nm. Con los resultados obtenidos se puede concluir que está técnica debe ser estudiada con más profundidad, para lograr controlar la homogeneidad en el tamaño de las NPMs, y utilizarlas en otras investigaciones en las cuales sea útil su carácter magnético.

Palabras claves: Magnetita; nanopartículas; coprecipitación; liofilización; hierro.

Abstract

The objective of this work was to carry out the physical-chemical study of iron magnetic nanoparticles (Fe NPMs), synthesized by the chemical co-precipitation method that generates liquid NPMs known as ferro-fluid. The lyophilization technique was used with which the samples were solidified and stabilized. To characterize the NPMs of Fe (Magnetite (Fe_3O_4)); Different optical techniques were used. FT-IR spectroscopy allowed to observe the absorption bands characteristic of the most common functional groups of interest in magnetite. The information on the morphology and topography of the samples was obtained with Scanning Electron Microscopy (SEM) and, finally, the size of the Fe NPM's could be determined using Atomic Force Microscopy (AFM). Based on the characterization, it was established that the smallest and largest correspond to 60 and 100nm, respectively. An arbitrary value was taken from the class with the highest

Síntesis y caracterización físico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

percentage of Fe NPM's, in order to determine in detail its morphological structure, establishing that the NPM's have a hemispherical irregular structure, and an average size that ranges between 95 and 100nm. With the results obtained, it can be concluded that this technique must be studied in more depth, in order to control the homogeneity in the size of the NPMs, and use them in other investigations in which its magnetic character is useful.

Keywords: Magnetite; nanoparticles; coprecipitation; lyophilization; iron.

Resumo

O objetivo deste trabalho foi realizar o estudo físico-químico de nanopartículas magnéticas de ferro (NPMs de Fe), sintetizadas pelo método de co-precipitação química que gera NPMs líquidas conhecidas como ferro-fluidos. Foi utilizada a técnica de liofilização com a qual as amostras foram solidificadas e estabilizadas. Caracterizar os NPMs de Fe (Magnetita (Fe_3O_4)); Diferentes técnicas ópticas foram utilizadas. A espectroscopia FT-IR permitiu observar as bandas de absorção características dos grupos funcionais mais comuns de interesse na magnetita. As informações sobre a morfologia e topografia das amostras foram obtidas com Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e, finalmente, o tamanho das NPM de Fe pôde ser determinado através da Microscopia de Força Atômica (AFM). Com base na caracterização, estabeleceu-se que o menor e o maior correspondem a 60 e 100nm, respectivamente. Um valor arbitrário foi retirado da classe com a maior porcentagem de MPNs de Fe, a fim de determinar sua estrutura morfológica em detalhes, estabelecendo que os MPNs têm uma estrutura hemisférica irregular e um tamanho médio que varia entre 95 e 100nm. Com os resultados obtidos, pode-se concluir que essa técnica deve ser estudada com mais profundidade, a fim de controlar a homogeneidade no tamanho das MNPs e utilizá-las em outras investigações em que seu caráter magnético é útil.

Palavras-Chave: Magnetita; nanopartículas; co-precipitação; liofilização; ferro.

Introducción

Al hablar de la nanociencia tomamos en cuenta el análisis de ciertos fenómenos y la manipulación de materiales dentro de escala nanométrica, mientras que la nanotecnología es la encargada del diseño, producción, caracterización y aplicación de estos materiales, inferiores a 100 nanómetros (100 millonésimas de milímetro), además del control de tamaño, forma y sus propiedades

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

(Mendoza & Rodríguez, 2007), determinan la necesidad de una gran cantidad de herramientas y técnicas multidisciplinarias, entre las que se encuentran la química, física, biología, medicina y la ingeniería, entre otras, para desarrollar investigaciones en estas áreas de estudio («Nanoscience in Latin America», 2002).

A nivel del mundo se generan muchas investigaciones que buscan perfeccionar las técnicas experimentales de síntesis de nanopartículas, las cuales se resumen en dos enfoques o alternativas, como son las técnicas *Top-down*, denominadas técnicas de enfoque descendente, ya que los métodos de síntesis comparten la característica de producir estructuras muy pequeñas a partir de un material de tamaño considerable, por lo general involucran molienda mecánica y elevados costos de producción (Mendoza & Rodríguez, 2007), y las *Bottom-up*, conocidas también como enfoque ascendente, ya que la principal característica de los procesos que siguen este enfoque de síntesis es el “auto-ensamblaje”, con lo que se refiere al hecho de que los átomos o moléculas se organizan estructuralmente, debido a sus propiedades naturales, alcanzando así mayor tamaño, en este caso generalmente se utilizan sales precursoras que contienen el elemento del cual se desea sintetizar nanoestructuras, siendo el método más empleado en investigación por el acceso a instalaciones y coste de reactivos (Carriazo Baños et al., 2017; Uribe & Rodríguez-López, s. f.).

De manera específica las nanopartículas magnéticas (NPMs), son un tipo de material que poseen grandes propiedades, por lo cual tienen diversas aplicaciones, estas propiedades tanto físicas como químicas van a depender mucho del proceso de síntesis que se escoja para prepararlas, los métodos químicos como la co-precipitación presentan varias ventajas sobre otros métodos por su bajo costo y su rápida obtención de grandes poblaciones de NPMs (Carriazo Baños et al., 2017). Están compuestas por elementos de naturaleza magnética como níquel, hierro, cobalto y sus respectivos óxidos y, generalmente se les agrega otro tipo de elementos para que puedan tener propiedades dirigidas hacia la aplicación deseada (Carriazo Baños et al., 2017).

Uno de los elementos más estudiados dentro de este grupo, es la magnetita Fe_3O_4 , nanopartícula procedente del hierro. Este material ha sido ampliamente estudiado en los últimos años debido a la variedad de aplicaciones, como movilidad de fármacos en el área bio-médica, tratamiento de aguas, procesos de catálisis, entre otras (Andronescu et al., 2010; Celis, 2017; Kobayashi et al., 2008). La síntesis de este material se ha desarrollado por diferentes métodos, incluyendo técnicas tanto físicas como químicas, lo cual ha permitido determinar propiedades individuales, y también en procesos

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

de funcionalización con otros materiales (Lu et al., 2010; Zemtsova et al., 2018; Zhang et al., 2008).

Las NPMs se pueden presentar en forma de ferro-fluidos o en estructuras sólidas. Los primeros se los define como una suspensión de partículas ferromagnéticas o ferrimagnéticas, en un líquido portador que favorece a la no aglomeración de éstas (García-Cerda et al., 2003; Soto-Chilaca & López-Malo, 2011, p.); o también como NPMs sólidas, que generalmente son obtenidas con el uso de procesos como la liofilización, técnica que permite la congelación de las muestras y tras la aplicación de vacío, el agua es eliminada por sublimación, en presencia de calor circundante y bajas presiones, obteniendo una estructura seca que favorece la preservación en el tiempo (Rodríguez-Barona & Giraldo, 2016; Surco-Laos et al., 2017).

En este contexto el objetivo principal de este trabajo es aplicar el método de coprecipitación para sintetizar NPMs de hierro (Fe), específicamente magnetita, material que presenta una alta estabilidad oxidativa y actualmente es uno de los pocos que son bio-compatibles con el organismo humano, es decir no son tóxicos y son aptos para aplicaciones médicas (Ardila et al., 2019); además de incorporar la técnica de liofilización, la cual permitirá solidificar las NPMs y, posterior a ello, caracterizarlas física y químicamente. Esto con el propósito de poder utilizarlas a futuro en estudios a nivel ambiental y biológico, debido a su versatilidad y gran poder de bio-compatibilidad.

Metodología

Síntesis de nanopartículas magnéticas (NPMs)

La síntesis de NPM's de Fe se efectuó siguiendo el método de coprecipitación química en medio acuoso, empleado por (Lu et al., 2010; Poursheikhi et al., 2016). Considerando las molaridades requeridas para generar la reacción, se repitió cinco veces el proceso descrito a continuación, en el cual se utilizó 1.5g de sulfito de sodio (Na_2SO_3), 3g de cloruro férrico (FeCl_3), 32g de hidróxido de sodio (NaOH), 6ml de ácido oleico ($\text{C}_{18}\text{H}_{34}\text{O}_2$) y 1220ml de agua destilada.

Para este proceso, inicialmente se fijó en un matraz Erlenmeyer 120ml de agua destilada y, las cantidades establecidas de FeCl_3 y Na_2SO_3 , esta mezcla se colocó en el agitador-calentador magnético, Fisher Scientific a 2500rpm, por aproximadamente diez minutos, hasta lograr que se forme una mezcla homogénea de color rojizo. Luego, se llevó el sistema a 60°C y, manteniendo la

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

agitación magnética se adicionó lentamente el ácido oleico, esto se dejó reaccionar con la solución previa por diez minutos, opacando así la coloración de la solución, mientras se generaba agregados. Se preparó una solución con el NaOH y 1000ml de agua destilada, en un vaso de precipitación, ésta fue incorporada al matraz Erlenmeyer una vez que transcurrieron diez minutos posteriores a la adición del ácido oleico. La solución, adquirió una coloración negruzca, con formación de agregados blanquecinos en su interior. Después, se mantuvo la operación del agitador-calentador magnético en las condiciones previamente mencionadas durante una hora, logrando así la formación de nanopartículas. Finalmente, se retiró el matraz del y se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Purificación

Una vez sintetizadas las NPMs de Fe, éstas fueron purificadas. El proceso consistió en cambiar la fase acuosa de la solución a un medio de suspensión diferente; lo cual garantizó la estabilidad y el adecuado manejo de la muestra. Sobre esta base, se ejecutaron dos tipos de técnicas de purificación. La primera, una purificación física, realizada con un campo magnético de 4.68Tesla para lo cual se ubicó en la base del vaso; un arreglo formado con los imanes de neodimio. Transcurrida una hora, se pudo apreciar como la fase sólida (correspondiente a las NPM's de Fe) se separaba de la fase acuosa, atraída al fondo del recipiente como consecuencia de la acción del campo magnético. Luego, se descartó la mayor cantidad posible de medio acuoso, manteniendo los imanes adheridos al vaso para procurar no desechar nanopartículas.

La segunda técnica fue una purificación química, con la que se logró mejorar el grado de pureza del medio en el que se suspenden las NPMs. Para esto, se añadieron 250ml de agua destilada, y con la ayuda de un agitador orbital se separaron las NPM's adheridas al vaso de precipitación, de forma que no se genere aglomerados.

Los procesos de purificación (física y química), se repiten de manera consecutiva, buscando principalmente no perder la muestra y obtener un medio acuoso adecuado. Luego de esto, las NPM's, se almacenaron en dos suspensiones por separado, la una para efectuar técnicas de caracterización que necesitaron una muestra líquida y la segunda, para someterlas al proceso de liofilización.

Síntesis y caracterización físico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

Liofilización

La liofilización se realizó con el objetivo de conservar durante más tiempo las NPM's de Fe, y mantener estables sus propiedades magnéticas. Para ello, se redujo considerablemente el volumen del medio acuoso en el que se contenían. Luego, la muestra se congeló y una vez solidificada se insertó en el liofilizador, a una presión de -27 bars y temperatura de 55.5⁰C.

Caracterización de las NPMs

La identificación de los grupos funcionales se realizó mediante espectroscopia FT-IR (Jasco/Spectra Manager), determinando la emisión de señales características producidas por la excitación de los enlaces vibracionales y rotacionales, como consecuencia de la absorción de la radiación infrarroja.

Los tamaños de las NPMs se valoraron por un lado con el uso de microscopia electrónica de barrido (JEOL, JSM-IT100LA), este equipo logra visualizar la superficie de las estructuras, construyendo imágenes a partir de la emisión de electrones de la muestra, cuando sobre ésta incide un haz de electrones de alta energía; además, entrega información cuantitativa sobre la composición y distribución de especies químicas en la muestra, gracias a la espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (Hurtado & Huertas, s. f.). Además se usó Microscopía de Fuerza Atómica (AFM), para examinar la superficie de las NPMs e identificar una mejor proyección de tamaños (*Practica_1_OCW.pdf*, s. f.).

Resultados y Discusión

Se sintetizaron las NPMs y se obtuvo en primera instancia un ferro-fluido y posterior a esto, con el proceso de liofilización se logró solidificarlas y, luego a éstos se realizó la caracterización físico-química mediante las técnicas anteriormente descritas.

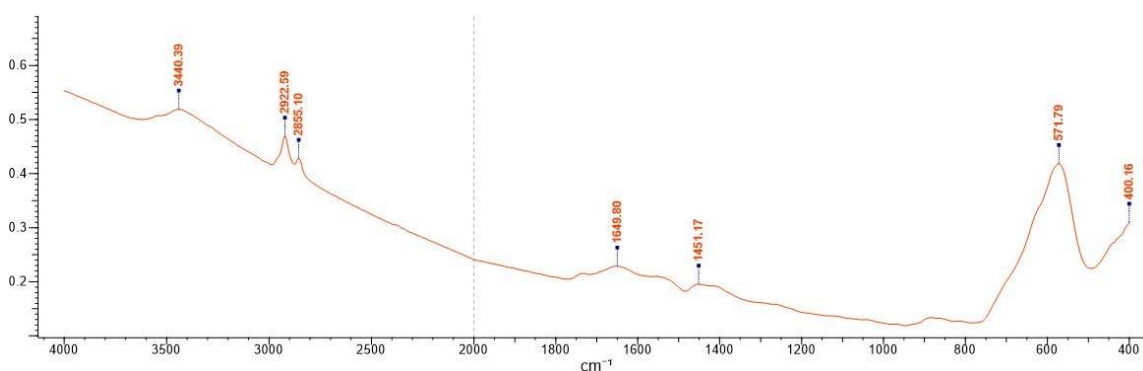
Espectroscopia FT-IR

Mediante la figura 1, se determina el espectro obtenido de la muestra NPMs. Se observan bandas de absorción características de los grupos funcionales más comunes, como una banda a 3440,39cm⁻¹, atribuible a la vibración del grupo hidroxilo (O-H); a 2922.59cm⁻¹ se identifica una banda que se puede asociar al estiramiento anti simétrico de los enlace carbono-hidrógeno (C-H); la banda a 1649.80cm⁻¹, se asocia al estiramiento producido por la ausencia de acoplamiento fuerte de los hidrocarburos alquilo (C=C); a 1451.17cm⁻¹, se tiene la banda característica de la vibración de los

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

enlaces isopropilo; finalmente las bandas asociadas a los valores de 571.79 y 400.16cm^{-1} , se atribuyen a la vibración generada por el estiramiento de la magnetita (enlace: Fe-O y Fe-O-Fe). Estos valores permiten determinar la presencia de NPMs de Fe, pues coinciden con los presentados por otros autores en investigaciones en las cuales determinaron los grupos funcionales de NPMs (Garcia & Vidal, 2000; Liu et al., 2004; Poursheikhi et al., 2016; Ruiz Estrada, 2004; Samiey & Ashoori, 2012)

Figura 1: Espectro FT-IR de las NPMs de Fe



Fuente: Elaboración propia

Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Se obtuvieron resultados de la morfología y topografía, los detalles se muestran en la figura 2. Se realizaron exploraciones a 30, 100, 750 y 10000 aumentos, con un voltaje de 10,0kV. La resolución alcanzada permite determinar la concentración de la muestra, así como, distribución en el tamaño de las NPM's observadas.

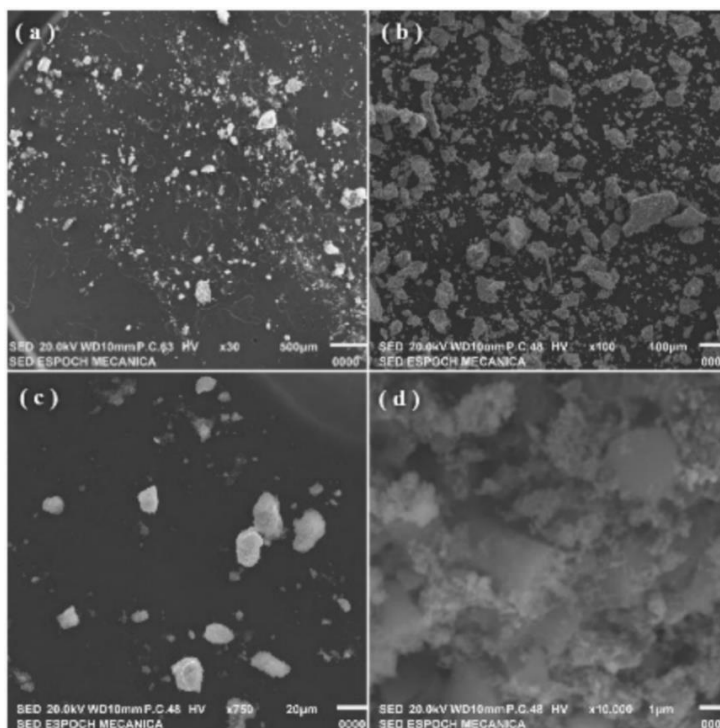
Para tener resultados más exactos y debido a la pérdida de estabilidad y resolución del equipo, se realizó un análisis químico, con el uso de un detector para espectroscopía de energía dispersa, incorporado en el SEM; se evaluó la composición elemental de un punto arbitrario de la muestra, y su respectiva relación. La figura 3 permite identificar el espectro obtenido.

En esta figura se puede evidenciar que, el área seleccionada para el análisis elemental es de apariencia uniforme, se destacan señales fuertes aproximadas a 1.0 y 6.4eV; las cuales corresponderían a la presencia de O y Fe, específicamente, su porcentaje en masa corresponde entre el 14 y el 39%, estableciendo una relación de 1:3 aproximadamente, lo cual permite corroborar la

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

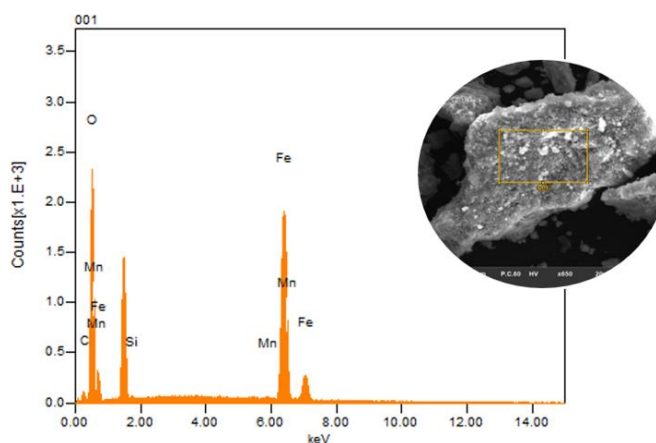
presencia de los elementos constituyentes del enlace propio de las NPM's Fe (magnetita)(Mayorga Mora, 2019; Mizutani et al., 2008).

Figura 2: Imágenes tomadas en el SEM a 30X, 100X, 750X y 10000X



Fuente: Elaboración propia

Figura 0: Análisis químico elemental (EDS) de la muestra NPMs



Fuente: Elaboración propia

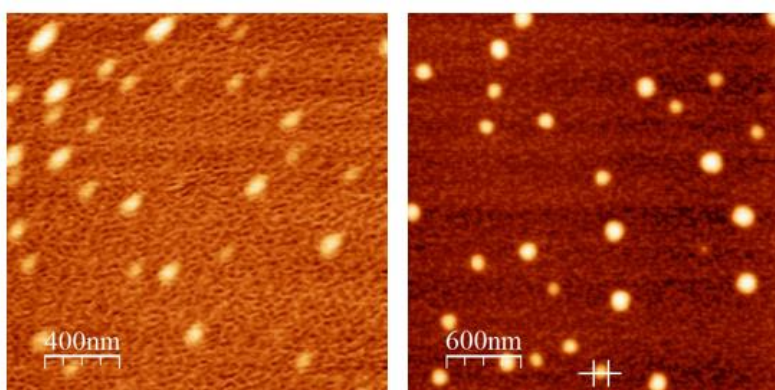
Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

En la figura 4, se presenta imágenes obtenidas con el AFM, mismas que sirvieron de base para determinar el tamaño de las NPM's. Se efectuaron 120 mediciones, los resultados muestran que el menor y mayor tamaño corresponden a 60nm y 100nm, respectivamente. Luego se agruparon el conjunto de medidas obtenidas empleando la distribución de frecuencias indicada en el

Gráfico 1

Figura 4. Imágenes de NPM's de Fe obtenidas con el AFM

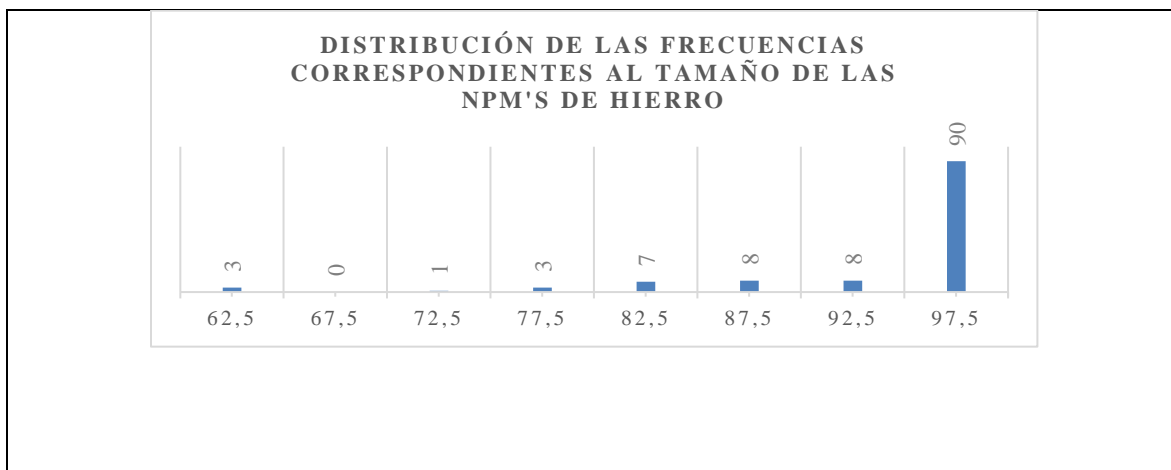


Fuente: Elaboración propia

El gráfico 1, muestra los valores de las 120 mediciones obtenidas de las NPM's de Fe. Estas medidas se realizaron mediante el software ImageJ, determinando rangos de medida desde los 60 a 100nm. Se puede observar que el 5,8% de la población tiene un tamaño entre 60-70nm, el 19,16% se ubica entre los 80-95nm, y un 75% de las NPM's de Fe medidas; presentó un tamaño que va desde los 95 hasta los 100nm, quedando dentro del rango determinado como límite para nanopartículas (Gómez Garzón, 2018; Lizarazo-Salcedo et al., 2018; Toala Cadena, 2019)

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

Gráfico 1: Distribución de frecuencias: Tamaño de las NPM's de Fe



Fuente: Elaboración propia

También se tomó una parte de la muestra, con presencia de un gran porcentaje de NPM's de Fe, esto, buscando determinar detalladamente su estructura morfológica. Luego de un análisis se puede decir que a manera general las NPMs presentan una estructura irregular semiesférica, con distribución de tamaños variable y una media de aproximadamente 95nm, sin embargo, estos valores son consistentes con los rangos establecidos por otros autores, en investigaciones afines a la valoración de nanopartículas (Mizutani et al., 2008; Soto-Chilaca & López-Malo, 2011).

Conclusiones

El método de coprecipitación química utilizado para la síntesis de NPMs de magnetita (Fe_3O_4), mostró que se pueden generar nanopartículas de tamaños variables, encontrándose dentro de los rangos establecidos para estas estructuras. La liofilización, permitió solidificar las muestras determinando que, éstas se pueden considerar más estables que las líquidas (ferro-fluido), las cuales han sido estudiadas en otras ocasiones.

Los resultados de la espectroscopia FT-IR permitieron identificar las bandas de absorción de los grupos funcionales característicos de la magnetita, además de las vibraciones dadas por su estiramiento. Los análisis con SEM y AFM, lograron identificar la morfología y topografía de las NPMs, determinando sus tamaños y su composición elemental, lo cual coincide con los parámetros establecidos en varios estudios.

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) – liofilización

Considerando la variedad de aplicaciones que se pueden dar a este tipo de materiales, se busca continuar desarrollando estudios en base a su naturaleza ferromagnética, inclinándonos principalmente por posibles usos en procesos de remediación ambiental, pues se han reportado excelentes resultados en absorción y remoción de metales pesados en cuerpos de agua.

Referencias

1. Andronescu, E., Fikai, M., Voicu, G., Fikai, D., Maganu, M., & Fikai, A. (2010). Synthesis and characterization of collagen/hydroxyapatite: Magnetite composite material for bone cancer treatment. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 21(7), 2237-2242. <https://doi.org/10.1007/s10856-010-4076-7>
2. Ardila, D. P. R., Pardo, N. R., & Pataquiva-Mateus, A. (2019). Síntesis de nanopartículas de magnetita a partir del extracto de cáscara de papaya para la degradación de colorantes azoicos en soluciones acuosas. *Ingeniare. Revista chilena de ingeniería*, 27, 12.
3. 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. <https://doi.org/10.15446/rev.colomb.quim.v46n1.62831>
4. Celis, J. A. (2017). Synthesis and characterization of nanometric magnetite coated by oleic acid and the surfactant CTAB. *Hyperfine Interact*, 15.
5. Garcia, R. B., & Vidal, R. R. L. (2000). Preparation and Structural Characterization of O-Acetyl Agarose with Low Degree of Substitution. *Polímeros: Ciência e Tecnologia*, 10(3), 155-161.
6. García-Cerda, L. A., Rodríguez-Fernández, O. S., Betancourt-Galindo, R., Saldívar-Guerrero, R., & Torres-Torres, M. A. (2003). Síntesis y propiedades de ferrofluidos de magnetita. 4.
7. Gómez Garzón, M. (2018). Nanomateriales, nanopartículas y síntesis verde. *Repertorio de Medicina y Cirugía*, 27(2), 75-80.
8. Hurtado, T. L. T., & Huertas, C. E. M. (s. f.). Aplicación de la microscopía electrónica de barrido en la evaluación de dos materias primas cosméticas como restauradoras de la cutícula capilar. 16.

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) –
liofilización

9. Kobayashi, Y., Saeki, S., Yoshida, M., Nagao, D., & Konno, M. (2008). Synthesis of spherical submicron-sized magnetite/silica nanocomposite particles. *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, 45(1), 35-41. <https://doi.org/10.1007/s10971-007-1648-1>
10. Liu, Z. L., Wang, X., Yao, K. L., Du, G. H., Lu, Q. H., Ding, Z. H., Tao, J., Ning, Q., Luo, X. P., Tian, D. Y., & Xi, D. (2004). Synthesis of magnetite nanoparticles in W/O microemulsion. *Journal of Materials Science*, 39(7), 2633-2636. <https://doi.org/10.1023/B:JMISC.0000020046.68106.22>
11. Lizarazo-Salcedo, C. G., González-Jiménez, E. E., Arias-Portela, C. Y., & Guarguati - Ariza, J. (2018). Nanomateriales: Un acercamiento a lo básico. *Med Segur Trab*, 64(251), 109-118.
12. Lu, R., Tao, K., Sun, K., Dou, H., & Xu, B. (2010). Facile synthesis of magnetic microcapsules by synchronous formation of magnetite nanoparticles. *Colloid and Polymer Science*, 288(3), 353-357. <https://doi.org/10.1007/s00396-009-2165-2>
13. Mayorga Mora, Y. A. (2019). SÍNTESIS DE HIDROGELES POLIMÉRICOS CON INCLUSIONES DE NANOPARTÍCULAS MAGNÉTICAS POR EL MÉTODO DE MICROEMULSIÓN INVERSA. *Escuela Superior Politécnica de Chimborazo*, 85.
14. Mendoza, G., & Rodríguez, J. L. (2007). La nanociencia y la nanotecnología: Una revolución en curso. *Facultad Latinoamericana de Ciencias Sociales*, 29(1), 161-186.
15. Mizutani, N., Iwasaki, T., Watano, S., Yanagida, T., Tanaka, H., & Kawai, T. (2008). Effect of ferrous/ferric ions molar ratio on reaction mechanism for hydrothermal synthesis of magnetite nanoparticles. *Bulletin of Materials Science*, 31(5), 713-717. <https://doi.org/10.1007/s12034-008-0112-3>
16. Nanoscience in Latin America. (2002). *Journal of Nanoparticle Research*, 4(1), 175-177. <https://doi.org/10.1023/A:1020122110225>
17. Poursheikhi, N., Hashemi, P., Safdarian, M., Nazari Serenjah, F., & Hesami, F. (2016). Agarose Based Magnetic Solid-Phase Extraction-Magnetic Field Agitation for Determination of Trace Amounts of Molybdenum in Beans. *Article J. Braz. Chem. Soc.*, 27(4), 670-676.
18. Practica_1_OCW.pdf. (s. f.). Recuperado 20 de junio de 2020, de http://ocw.uc3m.es/ciencia-e-oin/microscopia-de-fuerza-atmica/ejercicios-y-proyectos/Practica_1_OCW.pdf
19. Rodríguez-Barona, S., & Giraldo, G. I. (2016). Encapsulación de Alimentos Probióticos mediante Liofilización en Presencia de Prebióticos. *Información Tecnológica*, 27, 10.

Síntesis y caracterización fisico-química de nanopartículas magnéticas de hierro (magnetita) –
liofilización

20. Ruiz Estrada, G. A. (2004). Desarrollo de un sistema de liberación de fármacos basado en nanopartículas magnéticas recubiertas con polietilenglicol para el tratamiento de diferentes enfermedades [Tesis Doctoral]. Universidad Autónoma de Madrid.
21. Samiey, B., & Ashoori, F. (2012). Adsorptive removal of methylene blue by agar: Effects of NaCl and ethanol. *Chemistry Central Journal*, 6(1), 14. <https://doi.org/10.1186/1752-153X-6-14>
22. Soto-Chilaca, G., & López-Malo, A. (2011). Nanotecnología en alimentos. 11-21.
23. Surco-Laos, F., Tipiana, R., Torres, Y., Valle, M., & Panay, J. (2017). EFECTOS DE LIOFILIZACIÓN SOBRE COMPOSICIÓN QUÍMICA Y CAPACIDAD ANTIOXIDANTE EN PULPA DE CUATRO VARIEDADES DE *Mangifera indica*. *Rev Soc Quím*, 83(4), 412-419.
24. Toala Cadena, P. I. (2019). Inactivación de Fósforo en aguas eutróficas mediante la aplicación de nanopartículas magnéticas de Hierro (magnetita). *Escuela Superior Politécnica de Chimborazo*, 79.
25. Uribe, G. M., & Rodríguez-López, J. L. (s. f.). La nanociencia y la nanotecnología: Una revolución en curso. *Perfiles Latinoamericanos*, 26.
26. Zemtsova, E. G., Arbenin, A. Yu., Ponomareva, A. N., & Smirnov, V. M. (2018). Synthesis of Magnetite Nanoparticles in Pores of Mesoporous Silica MSM-41 and Study of Their Magnetic Properties. *Russian Journal of General Chemistry*, 88(10), 2216-2218. <https://doi.org/10.1134/S1070363218100328>
27. Zhang, F., Su, Z., Wen, F., & Li, F. (2008). Synthesis and characterization of polystyrene-grafted magnetite nanoparticles. *Colloid and Polymer Science*, 286(6), 837-841. <https://doi.org/10.1007/s00396-008-1854-6>

©2020 por los autores. Este artículo es de acceso abierto y distribuido según los términos y condiciones de la licencia Creative Commons Atribución-NoComercial-CompartirIgual 4.0 Internacional (CC BY-NC-SA 4.0) (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/>).