

UNIVERSIDAD CENTRAL DE VENEZUELA
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE QUIMICA
CENTRO DE EQUILIBRIOS EN SOLUCIÓN



**EFFECTO DE LA FRECUENCIA, AMPLITUD Y TIEMPO DE UNA SEÑAL DE
CORRIENTE ALTERNA SOBRE EL TAMAÑO PROMEDIO Y DISTRIBUCION DE
TAMAÑO DE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO SINTETIZADAS EN MEDIO
ACUOSO A 25° C**

Trabajo Especial de Grado
presentado ante la Ilustre
Universidad Central de
Venezuela, por la T.S.U. Yolyan
Pantoja Yépez para optar al
título de Licenciado en Química.

Tutores: Dr. José Daniel Martínez

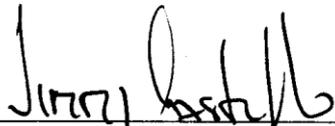
Dr. Jimmy Castillo

Caracas, mayo 2019

Los abajo firmantes designados por la Universidad Central de Venezuela, como integrantes del jurado examinador del Trabajo Especial de Grado titulado:

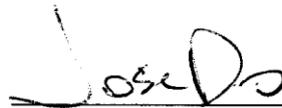
**EFFECTO DE LA FRECUENCIA, AMPLITUD Y TIEMPO DE UNA SEÑAL DE
CORRIENTE ALTERNA SOBRE EL TAMAÑO PROMEDIO Y DISTRIBUCION DE
TAMAÑO DE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO SINTETIZADAS EN MEDIO
ACUOSO A 25° C**

Presentado por el T.S.U Yolyan Pantoja Yépez, certificamos que este trabajo cumple con los requisitos exigidos por nuestra Magna Casa de Estudios para optar por el título de Licenciado en Química.



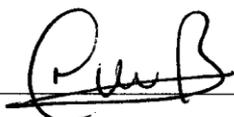
Dr. Jimmy Castillo

(Tutor)



Dr. José Daniel Martínez

(Tutor)



Dra. Mary Bullon

(Jurado)



Dr. Vincent Piscitelli

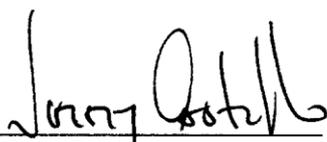
(Jurado)

Yo Dr. Jimmy castillo profesor titular y Dr. José Martínez, Profesores Asistente del Laboratorio de Laser y el Centro de Equilibrios en Solución de la Universidad Central de Venezuela (UCV).

Certificamos que, el presente seminario de Investigación, titulado:

**EFECTO DE LA FRECUENCIA, AMPLITUD Y TIEMPO DE UNA SEÑAL DE
CORRIENTE ALTERNA SOBRE EL TAMAÑO PROMEDIO Y DISTRIBUCION DE
TAMAÑO DE NANOPARTÍCULAS DE HIERRO SINTETIZADAS EN MEDIO
ACUOSO A 25° C**

Que presenta el T.S.U. Yolyan Pantoja Yépez, C.I. 15.604.144, ha sido revisado por nosotros y el mismo cumple con los requisitos establecidos en las normativas internas de la CTEG de la Escuela de Química y por ello autorizamos su presentación.



Dr. Jimmy Castillo

(Tutor)



Dr. José Daniel Martínez

(Tutor)

RESUMEN

En esta investigación se planteo un nuevo método electroquímico aplicando corriente alterna, estudiando el efecto de la frecuencia amplitud y tiempo de la señal, sobre el tamaño promedio y la distribución de tamaño de nanopartículas de hierro sintetizadas en medio acuoso a 25 °C, empleando como estabilizantes oleato de sodio 0,1M y cloruro de tetraetilamonio 0,1M. La electrosíntesis se llevo a cabo en una celda electroquímica constituida por el estabilizante, el electrodo de trabajo era alambre de hierro 99% de pureza. Se caracterizaron las nanopartículas obtenidas empleando DLS y UV-visible. Al variar la frecuencia desde 30 a 960Hz, se observo para el estabilizante oleato de sodio un intervalo de tamaño de 5nm a 18nm, mientras que para el cloruro de tetraetilamonio el tamaño de las Nps fueron de 8nm a 14nm. La distribución de tamaño de las nanopartículas sintetizadas para ambos estabilizantes abarco un intervalo de 1 a 27 nanómetros. Al variar la amplitud de la señal de corriente alterna se observo para el estabilizante oleato de sodio que la electrólisis generó nanopartículas de tamaño entre 2,5nm para 20v y 13nm para 40v, para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio las nanopartículas obtenidas fueron de 5nm para 30v y 14nm para 50v. La variación del tiempo de electrólisis de las nanopartículas al emplear el cloruro de tetraetilamonio, demostró que no existía un cambio significativo en el tamaño de las Nps Fe. Mientras que para las síntesis con el oleato de sodio como estabilizante presento un aumento de tamaño de manera progresiva. La espectroscopía Uv-visible permitió constatar la presencia de las Nps Fe, al generar señales entre 334-362 nm aproximadamente, coincidiendo con lo reportado en la literatura. Las Nps Fe obtenidas para el estabilizante oleato de sodio presentan un contenido de hierro de $20 \pm 2\%$, Se obtuvo un rendimiento de electrólisis de las nanopartículas obtenidas con oleato de sodio como estabilizante a 120Hz y 20v de $0,074\text{g}/\text{cm}^2\text{hL}$.

Palabras Claves:

Nanopartículas de hierro, corriente alterna, oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio.

DEDICATORIA

A los que ya no están físicamente, mi madre que de igual forma siempre estuvo a mi lado apoyándome en este arduo camino, a mi hermano Alexander por siempre creer en mí.

A mi padre por facilitarme el camino con su importante ejemplo de constancia y compromiso.

A mi hijo Dylan, espero ser modelo de perseverancia para ti mi amor, gracias por ser mi motor y mis fuerzas.

A mi esposo por alentarme siempre a terminar esta meta.

AGRADECIMIENTO

A dios y los santos por permitirme cumplir con esta meta de vida.

A mis familiares por su apoyo, especialmente a mi hermano Romer por brindarme su ayuda cuando se la solicite, a mi tía Mercedes, sin ti esto no hubiese sido posible, eternamente agradecida. A mi esposo por comprender esas noches de desvelo y por consentirme siempre, pero especialmente a mi hijo Dylan por tantas horas que te reste de atención.

A la UCV, por permitirme formarme profesionalmente dentro de tan prestigiosa casa de estudios.

A los miembros del Centro de equilibrio en solución, por permitirme trabajar en sus espacios y por su acertada colaboración.

A mis tutores, por guiarme y aportar sus conocimientos a esta investigación. Al profesor José Daniel por tenerme tanta paciencia y motivarme siempre a seguir adelante a pesar de las vicisitudes, gracias por tenderme la mano cuando más lo necesite.

A los profesores Julio Osuna, Mary Lorena Araujo, Marisol Ortega y de nuevo José Daniel Martínez por inspirarme a lo largo de la carrera, gracias a su profesionalismo y a todo lo que inspiran, me enamore de la química.

Por último pero no menos importante, a todas esos colegas de radiología, que en su momento me facilitaron las cosas para cumplir mis compromisos para lograr culminar la carrera. Eternamente agradecida.

INDICE

	Pág.
1.Introducción	12
2. Marco teórico	14
2.1.La nanotecnología	14
2.1.1. Historia de la nanotecnología.....	15
2.2.Nanopartículas magnéticas	17
2.3.Generalidades del hierro	18
2.3.1.La hematita	20
2.3.2.La magnetita	21
2.3.3. La maghemita.....	23
2.4. Estabilización de nanopartículas metálicas	25
2.4.1. Cloruro de tetraetilamina	26
2.4.2.Oleato de sodio	27
2.5.Fundamentos electroquímicos	28
2.5.1.tipos de electrodos	29
2.5.2.Celdas electroquímicas	30
2.6. Corriente alterna	31
2.6.1.Frecuencia de corriente alterna	31
2.6.2.Amplitud de onda	33
2.7.Síntesis de nanopartículas metálicas por vía electroquímica	34
2.7.1.Electrólisis a corriente constante y a potencial controlado	34
2.7.2.Obtención de nanopartículas mediante el uso de técnicas electroquímicas.....	35
2.8. Caracterización de nanopartículas metálicas	39
2.8.1. Dispersión de luz dinámica.....	40
2.8.2.Microscopía de fuerza atómica	41

2.8.3. Espectroscopía Uv-Visible.....	42
3. Objetivo general	43
3.1. Objetivos específicos	43
4. Metodología	44
4.1. Materiales e instrumentos utilizados.....	44
4.2. Reactivos	44
4.3. Soluciones	45
4.4. Electrosíntesis de nanopartículas de hierro	45
4.5. Caracterización de las nanopartículas.....	47
5. Resultados y discusión	49
5.1. Fundamentos de la síntesis.....	49
5.2. Variación de la frecuencia.....	50
5.3. Variación de la amplitud de la corriente.....	52
5.4. Optimización de parámetros.....	53
5.5. Variación del tiempo de electrólisis.....	54
5.6. Análisis UV-visible de las nanopartículas sintetizadas.....	56
5.7. Composición de las nanopartículas sintetizadas.....	57
5.8. Integridad de las nanopartículas Fe redispersadas.....	59
5.9. Rendimiento de la electrólisis de nanopartículas sintetizadas.....	59
6. Conclusiones	60
7. Revisión bibliográfica	62
8. Anexos	67

INDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.- Comparación de escala nanométrica.....	15
Figura 2.- Retrato de Richard Feynman.....	15
Figura 3.- Retrato de Eric Dexler.....	16
Figura 4.- Estructura de la Hematita.....	21
Figura 5.- Estructura de la Magnetita y la Manghemita.....	24
Figura 6.- Estructura de oleato de sodio.....	28
Figura 7.- Celda galvánica.....	30
Figura 8.- Parámetros característicos de una oscilación sinusoidal.....	31
Figura 9.- Representación de la frecuencia de corriente alterna.....	32
Figura 10.- Representación de la amplitud de onda.....	33
Figura 11.-Proceso electroquímico para la formación clústers metálicos Estabilizados.....	36
Figura 12.-Síntesis electroquímica de nanopartículas metálicas estabilizadas.....	36
Figura 13.-Representación esquemática del sistema electroquímico empleada para la síntesis.....	46
Figura 14.- A) gráfica de corriente vs tiempo B) Esquema del proceso Sobre electrodos.....	49
Figura 15.- Gráfico A Tamaño de nanopartículas sintetizadas en función de la frecuencia para los estabilizantes oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio. Gráfico B inverso del tamaño de nanopartículas de Fe sintetizadas en función de la variación de la frecuencia.....	50
Figura 16.- Gráfico de Distribución de tamaño de nanopartículas sintetizadas en función de la frecuencia para el estabilizante oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio.....	51
Figura 17.- Gráfico A Inverso del Tamaño de nanopartículas sintetizadas en función de la diferencia de potencial para los estabilizantes oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio. Gráfico B tamaño de nanopartículas de Fe sintetizadas en función de la variación de la frecuencia.....	52
Figura 18.- Gráfico A) Tamaño de Nps sintetizadas para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio en función de la variación del tiempo. Gráfico B) Inverso del tamaño de Nps sintetizadas para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio.en función de la variación del tiempo.....	54
Figura 19.- Gráfico A) Tamaño de Nps sintetizadas para el estabilizante oleato de sodio en función de la variación del tiempo. Gráfico B) Inverso del tamaño de Nps sintetizadas para el estabilizante oleato de sodio en función de la variación del tiempo.....	55
Figura 20.- Gráfico del Espectro de absorción de UV-visible de nanopartículas sintetizadas en cloruro de tetraetilamonio y oleato de sodio.....	56
Figura 21.- Curva de calibración del método de espectrocolorimetría para determinar la cantidad de hierro en las nanopartículas sintetizadas.....	72

INDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1.- Propiedades del Hierro.....	19
Tabla 2.- Propiedades físicas de la Magnetita y la Maghemita.....	24
Tabla 3.- Características de los estabilizantes empleados en la electrólisis.....	45
Tabla 4 .- Optimización de parámetros de la electrólisis.....	53
Tabla 5.-Comparación de tamaño de nanopartículas sintetizadas empleando agitación magnética.....	53
Tabla 6.- Resumen de la composición de las nanopartículas redispersadas en el estabilizante oleato de sodio.....	58
Tabla 7.- Integridad de nanopartículas redispersadas en la electrólisis a 5 horas para el estabilizante oleato de sodio.....	58
Tabla 8.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de la frecuencia a 10V para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio.....	67
Tabla 9.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de la frecuencia a 10V para el estabilizante oleato de sodio.....	67
Tabla 10.-Distribución de tamaño de nanopartículas sintetizadas para los estabilizantes oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio en función de la frecuencia.....	68
Tabla 11.-Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de la diferencia del potencial a 60Hz para el estabilizante oleato de sodio.....	68
Tabla 12.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de la diferencia del potencial a 60Hz para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio.....	69
Tabla 13.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas con y sin agitación magnética para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio y el estabilizante oleato de sodio.....	69
Tabla 14.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de tiempo a una diferencia de potencial de 30V y una frecuencia de amplitud de 60 Hz para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio.....	70
Tabla 15.-Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de tiempo a una diferencia de potencial de 20V y una frecuencia de amplitud de 120 Hz para el estabilizante oleato de sodio.....	70
Tabla 16.- Descripción de las disoluciones patrones empleadas para el método de tiocianato por espectrocolorimetría.....	71
Tabla 17.- Datos para la curva de calibración del método de espectrocolorimetría para determinar la cantidad de hierro en las nanopartículas sintetizadas.....	71

INDICE DE ECUACIONES

	Pág.
Ec. 1.- Ley de Beer.....	42
Ec.2.- reducción del agua.....	55
Ec.3.- Electrólisis del agua.....	55
Ec.4.- Oxidación del hierro.....	57
Ec.5.- Reducción del permanganato.....	57
Ec. 6.- Reacción de oxido-reducción.....	57
Ec. 7.- Reacción de complejo de tiocianato.....	57
Ec. 8.- Rendimiento de la electrólisis de nanopartículas.....	59

1. INTRODUCCION

La nanotecnología al definirse en base a la escala (nanoescala) y no al tipo de sistema en estudio, es de carácter transversal y tiene aplicaciones en todas las actividades del quehacer humano, como medioambiente, sector energético, medicina, electrónica, exploración espacial, construcción, agricultura, cosmética, etc., es por ello que el impacto de la nanotecnología en nuestra sociedad es muy grande, y existe el consenso de que la nanotecnología dará origen a la revolución industrial del siglo XXI, tal como lo dijo Charles M. Vest's (ex-Presidente del MIT (Massachusetts Institute of Technology) en un discurso el año 2001¹.

La nanotecnología es el estudio, diseño, creación, manipulación y aplicación de materiales, aparatos y sistemas funcionales a través del control de la materia a escala nanométrica, así como la explotación de determinados fenómenos y propiedades de la materia a esta escala (1-100 nm). Mientras que la nanociencia es parte de una ciencia, especialmente de la física, la química y la biología, que estudia los fenómenos observados en estructuras y sistemas extremadamente pequeños, medibles en nanómetros².

Los materiales nanoestructurados pueden prepararse casi de cualquier material (metales, óxidos metálicos, semiconductores y polímeros). Según el método de síntesis se pueden obtener nanomateriales de diversa composición, forma, tamaño y distribución de tamaño. Estos aspectos influyen en las propiedades ópticas, catalíticas, electrónicas o magnéticas de estos materiales, siendo distintas a las que poseen sus homólogos a escala macroscópica¹.

Entre los diversos nanomateriales reportados en la literatura, se encuentran las nanopartículas de hierro y de óxidos de hierro, las cuales son de gran interés debido a su elevada reactividad, magnetismo, bajo costo y toxicidad². Estas poseen importantes aplicaciones biomédicas: se pueden utilizar como sistemas de liberación controlada, agente de contraste para imágenes de resonancia magnética en

bioseparación y en diagnóstico de cáncer, además de vehículo para el suministro de drogas farmacéuticas³; también en remediación ambiental para la separación de contaminantes orgánicos: compuestos clorados, y contaminantes inorgánicos: arsénico y metales pesados, entre otros⁴. Aplicaciones en nano-campos como los ferrofluidos, refrigeración magnetocalórica, biotecnología, ha sido ampliamente estudiado en diversos campos, incluida la catálisis, protección del medio ambiente, medios de almacenamiento magnético, etc.

Las nanopartículas de óxido de hierro, pueden ser superparamagnéticas, bien tengan el núcleo compuesto de magnetita (Fe_3O_4) o maghemita ($\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$). Todavía es un gran desafío desarrollar una forma de síntesis simple y confiable que genere partículas de tamaño manométrico con poca dispersión, lo que genera la mejora del desempeño de las aplicaciones. Entre los métodos químicos para la obtención de nanopartículas de óxido de hierro se encuentran la coprecipitación⁵, la descomposición térmica a alta temperatura⁵, sol-gel⁵, sonólisis⁵ y los métodos electroquímicos, los cuales requieren generalmente de sales de iones de Fe(II), Fe(III)⁶ o precursores orgánicos de hierro⁷ y de agentes estabilizadores que controlen el tamaño de partícula y eviten la aglomeración.

Se planteó entonces con este trabajo de investigación, el estudio de la síntesis de nanopartículas de hierro mediante un método electroquímico, evaluando el efecto de la frecuencia, amplitud y tiempo de una señal de corriente sobre el tamaño y la distribución de tamaño de nanopartículas de hierro, caracterizadas por DLS y UV-visible.

2. MARCO TEORÍCO

2.1. La Nanotecnología

La nanotecnología se reconoce actualmente como uno de los mayores avances del siglo XXI. Múltiples campos de la ciencia y la industria buscan su desarrollo con el fin de poder aplicarla en el día a día.

Se define como, el estudio y desarrollo de sistemas en escala nanométrica, “nano” es un prefijo del Sistema Internacional de Unidades que viene del griego *vávoç* que significa enano, y corresponde a un factor 10^{-9} , que aplicado a las unidades de longitud, corresponde a una mil millonésima parte de un metro (10^{-9} Metros), la nanotecnología estudia la materia desde un nivel de resolución nanométrico, entre 1 y 100 nanómetros aproximadamente, hay que saber que un átomo mide menos de 1 nanómetro pero una molécula puede ser mayor, en esta escala se observan propiedades y fenómenos totalmente nuevos, que se rigen bajo las leyes de la mecánica cuántica, estas nuevas propiedades son las que los científicos aprovechan para crear nuevos materiales (nanomateriales) o dispositivos nanotecnológicos, que prometen soluciones a múltiples problemas que enfrenta actualmente la humanidad, como los ambientales, energéticos, de salud y muchos otros, sin embargo estas nuevas tecnologías pueden conllevar a riesgos y peligros si son mal utilizadas.

La siguiente imagen muestra la unidad de medida de diversos sistemas, y la escala a la que pertenecen (Nano o Micro).

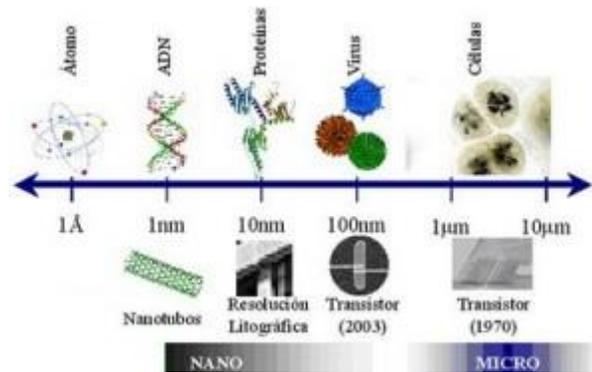


Figura 1.- Comparación de escala nanométrica

2.1.1. Historia de la Nanotecnología



Figura 2.- Retrato de Richard Feynman

Uno de los pioneros en el campo de la Nanotecnología es el Físico estadounidense Richard Feynman (figura 2), que en el año 1959 en un congreso de la sociedad americana de Física en Caltech, pronunció el discurso “There’s Plenty of Room at the Bottom” (Hay mucho espacio ahí abajo) en el que describe un proceso que permitiría manipular átomos y moléculas en forma individual, a través de instrumentos de gran precisión, de esta forma se podrían diseñar y construir sistemas en la nanoescala átomo por átomo, en este discurso Feynman también advierte que las propiedades de estos sistemas nanométricos, serían distintas a las presentes en la macroescala.



Figura 3.- Retrato de Eric Drexler

En 1981 el Ingeniero estadounidense Eric Drexler (figura 3), inspirado en el discurso de Feynman, publica en la revista *Proceedings of the National Academy of Sciences*, el artículo “Molecular engineering: An approach to the development of general capabilities for molecular manipulation” en donde describe más en detalle lo descrito años anteriores por Feynman. El término “Nanotecnología” fue aplicado por primera vez por Drexler en el año 1986, en su libro “Motores de la creación: la próxima era de la Nanotecnología” en la que describe una máquina nanotecnológica con capacidad de autoreplicarse, en este contexto propuso el término de “plaga gris” para referirse a lo que sucedería si un nanobot autoreplicante fuera liberado al ambiente.

Además de Drexler, el científico Japonés Norio Taniguchi, utilizó por primera vez el término nanotecnología en el año 1974, en la que define a la nanotecnología como el procesamiento, separación y manipulación de materiales átomo por átomo¹.

El Premio Nobel de Química 2016 fue concedido a tres químicos: el francés Jean-Pierre Sauvage, de la Universidad de Estrasburgo (Francia); el escocés Sir James Fraser Stoddart, de la Universidad Northwestern de Evanston (Estados Unidos); y el holandés Bernard Lucas Feringa, de la Universidad de Groninga (Países Bajos). Por el diseño y la síntesis de máquinas moleculares. El primer paso

hacia una máquina molecular fue realizado por Sauvage en 1983, cuando logró la vinculación de dos moléculas en forma de anillo entre sí para formar una cadena, llamada catenane. Normalmente, las moléculas se unen mediante enlaces covalentes fuertes en los que los átomos comparten electrones, pero en la cadena estaban vinculados por una unión mecánica más libre. Para que una máquina pueda ejecutar una tarea debe constar de partes que se puedan mover una respecto a la otra. Los dos anillos entrelazados cumplen exactamente con este requisito. Años más tarde, su grupo de investigación consiguió que uno de los anillos pudiera girar cuando se añadía energía. Fue el primer embrión de las máquinas moleculares no biológicas. Un nuevo avance lo consiguió Stoddart en 1991, cuando desarrolló un rotaxano. Enroscó un anillo molecular sobre un eje delgado y demostró que el anillo era capaz de moverse a lo largo del eje. Entre sus desarrollos basados en rotaxanos hay un ascensor molecular que se eleva 0,7 nanómetros, un músculo molecular y un chip de computadora basado en una molécula con 20kB de memoria. Por último, Bernard Feringa fue la primera persona que desarrolló un motor molecular; en 1999 logró una pala de rotor que daba vueltas continuamente en la misma dirección. Gracias a estos motores moleculares, giró un cilindro de vidrio de 28 micrómetros, 10.000 veces más grande que el motor. Además, en 2011 diseñó un nanocoche con tracción en las cuatro ruedas, gracias a un chasis molecular con cuatro motores⁸.

2.2. Nanopartículas Magnéticas

En general, el magnetismo de un material es la propiedad de los materiales de responder con fuerzas de atracción o repulsión a nivel atómico o subatómico cuando son sujetas a un campo magnético, generado por otros materiales magnéticos; como consecuencia de la superposición de momentos magnéticos atómicos más el magnetismo itinerante de la conducción de electrones⁹.

Un tipo de nanopartículas que han suscitado elevado interés son las nanopartículas magnéticas (NPMs), las cuales pueden ser manipuladas bajo la influencia de un campo magnético externo. Las NPMs están formadas

generalmente por elementos magnéticos, tales como el hierro, níquel, cobalto y sus óxidos. Presentan numerosas aplicaciones en biotecnología, biomedicina, ciencia de los materiales, ingeniería y protección al medio ambiente. Sin embargo, un problema inevitable asociado con las partículas de este tamaño es su inestabilidad intrínseca que se manifiesta a lo largo del tiempo. Las partículas tienden a formar aglomerados a fin de reducir la energía asociada con la elevada relación área superficial/volumen propio de las partículas a escala nano. Además las partículas sin recubrimiento son muy activas químicamente, y se oxidan fácilmente en el aire, produciendo una pérdida de magnetismo y de su capacidad de dispersarse.

En la mayoría de las aplicaciones es, por lo tanto, crucial desarrollar estrategias de protección durante o después de la síntesis, para estabilizar químicamente las partículas magnéticas contra la degradación. Estas estrategias comprenden la inserción o el recubrimiento con especies orgánicas, tales como tensoactivos, polímeros, o recubriendo con capas inorgánicas, como el sílice o el carbón. Cuando las partículas magnéticas estabilizadas se pueden dispersar fácilmente en un fluido, se ha formado un ferrofluido.^{10,11}

2.3. Generalidades del Hierro

El hierro fue descubierto en la prehistoria y era utilizado como adorno y para fabricar armas. Se conoce con el nombre de edad del hierro al periodo en el que se comenzaron a utilizar utensilios y armas de este metal. El símbolo Fe viene del latín ferrum. Es un elemento metálico, magnético, maleable y de color blanco plateado. Aunque el hierro no se encuentra habitualmente libre en la Naturaleza, sólo en los meteoritos. Se utiliza en la fabricación de acero y otras aleaciones. Es esencial para los humanos, ya que es la parte principal de la hemoglobina, la cual transporta el oxígeno en la sangre. Sus óxidos se utilizan en cintas magnéticas. El metal puro se produce en altos hornos poniendo una capa de piedra caliza.¹²

Este metal de transición es el cuarto elemento más abundante en la corteza terrestre, representando un 5 % y, entre los metales, solo el aluminio es más abundante; y es el primero más abundante en masa planetaria, debido a que el planeta en su núcleo, se concentra la mayor masa de hierro nativo equivalente a un 70 %. El núcleo de la Tierra está formado principalmente por hierro y níquel en forma metálica, generando al moverse un campo magnético. En cosmología, es un metal muy especial, pues es el metal más pesado que puede producir la fusión en el núcleo de estrellas masivas; los elementos más pesados que el hierro solo pueden crearse en supernovas.

El hierro es un elemento químico de número atómico 26 situado en el grupo 8, periodo 4 de la tabla periódica de los elementos. Su configuración electrónica es $[\text{Ar}]3d^64s^2$. El radio medio del hierro es de 140 pm, su radio atómico o radio de Bohr es de 156 pm y su radio covalente es de 126 pm. Entre las características que tiene el hierro, así como las del resto de metales de transición se encuentra la de incluir en su configuración electrónica el orbital d, parcialmente lleno de electrones. Propiedades de este tipo de metales, entre los que se encuentra el hierro son su elevada dureza, el tener puntos de ebullición y fusión elevados y ser buenos conductores de la electricidad y el calor¹³, como se resume en la tabla 1.

Tabla 1.- Propiedades del Hierro

Símbolo químico	Fe
Número atómico	26
Grupo	8
Periodo	4
Aspecto	metálico brillante con un tono grisáceo
Bloque	d
Densidad	7874 kg/m ³
Masa atómica	55.845 u
Radio medio	140 pm
Radio atómico	156
Radio covalente	126 pm
Configuración electrónica	$[\text{Ar}]3d^64s^2$
Electrones por capa	2, 8, 14, 2

Estados de oxidación	2, 3
Óxido	anfótero
Estructura cristalina	cúbica centrada en el cuerpo
Estado	sólido
Punto de fusión	1808 K
Punto de ebullición	3023 K
Calor de fusión	13.8 kJ/mol
Presión de vapor	7,05 Pa a 1808 K
Electronegatividad	1,83
Calor específico	440 J/(K·kg)
Conductividad eléctrica	9,93·10 ⁶ S/m
Conductividad térmica	80,2 W/(K·m)
Energía de ionización	762.47 (1) ^a 1561.90(2) ^a 2957.49 (3) ^a kJ mol ⁻¹ .

Los óxidos de hierro son compuestos químicos compuestos de hierro y oxígeno. En total, hay Dieciséis óxidos de hierro y oxihidróxidos conocidos.¹⁴

Entre los óxidos más comunes o relevantes se encuentran, la hematita (α -Fe₂O₃), llamada óxido rojo, y la magnetita (Fe₃O₄), llamada óxido negro. Los óxidos existen en la naturaleza en abundancia; como tienen un bajo impacto en el cuerpo humano y los ecosistemas, y son baratos, son usados para muchas aplicaciones, como inhibidores de corrosión, agentes abrasivos, colorantes, y catalizadores. Estos óxidos de hierro tienen similares estructuras cristalinas y propiedades físicas¹⁵. A continuación se detallan de manera más específica:

2.3.1. La hematita

Conocida también como óxido de hierro(III), specularita u oligisto, cuya fórmula química es α -Fe₂O₃, tiene una masa de 70 % Fe y 30 % O; es trigonal, del tipo del Al₂O₃, con parámetros de red $a_0 = 5,038 \text{ \AA}$ y $c_0 = 12,272 \text{ \AA}$. Es paramagnética y aislante eléctrica, y las partículas tienen forma de plaquetas hexagonales u octogonales (figura 4), variando su color de marrón rojizo (rojo sangre) a negra. Se halla en depósitos independientes a veces de gran espesor y

extensión, como mineral asociado en rocas ígneas, como inclusión en muchos minerales, en forma de producto de sublimación de lavas o como resultado de metamorfismo de contacto, y por alteración de siderita o magnetita. Por hidratación se transforma en limonita.

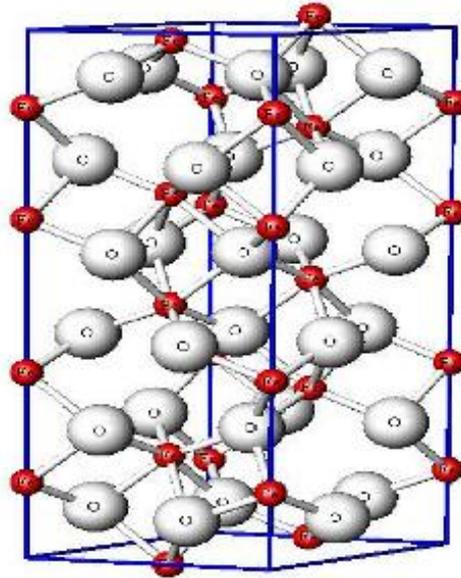


Figura 4.- Estructura de la hematita
(las rojas son Fe^{3+} y las blancas los O^{2-})

2.3.2. La magnetita

De fórmula Fe_3O_4 , $\text{Fe}^{\text{II}}\text{O} \cdot \text{Fe}_2^{\text{III}}\text{O}_3$ ó $\text{Fe}^{\text{II}}\text{Fe}_2^{\text{III}}\text{O}_4$, se conoce como tetróxido de trihierro u óxido ferroso férrico y su color es negro. De fórmula general AB_2O_4 del grupo de la espinela (MgOAl_2O_3). Es cúbica, con parámetro $a_0 = 8,3963 \text{ \AA}$, ferrimagnética y semiconductor. El oxígeno forma la red cúbica de caras centradas (figura 7), deja 32 espacios octaédricos y 64 tetraédricos; los octaédricos están ocupados por Fe^{2+} y Fe^{3+} , y los tetraédricos por Fe^{3+} . El hierro supone el 72,4 % y el oxígeno el 27,6 % en masa. A temperatura elevada puede cambiar ligeramente debido a que la red puede aceptar un exceso de iones trivalentes. Los iones ferrosos

y férricos de las posiciones octaédricas comparten los electrones de valencia, lo que permite que sea un compuesto frecuentemente no estequiométrico y de elevada conductividad eléctrica¹⁶.

Se encuentra diseminada como mineral asociado a la mayoría de las rocas ígneas. Comúnmente está asociada a rocas metamórficas cristalinas formadas al abrigo del aire. Se encuentra como una placa fina o dendrita entre placas de mica, y es uno de los constituyentes de las arenas de los ríos, lagos y mares. Se altera pasando a limonita o hematita, teniendo como intermediaria a la maghemita, debido a la semejanza en la estructura cristalina. Este óxido es ampliamente utilizado como pigmento para pinturas, linóleo y en la industria textil. La magnetita, junto con la hematita, son los óxidos de hierro más utilizados como catalizadores, siendo considerada como un excelente catalizador en la descomposición del peróxido de hidrogeno. Igualmente, se ha estudiado su comportamiento en la adsorción de agua con resultados aceptables, por lo que se ha buscado su aplicación en sensores de gases¹⁶.

En el campo de la biotecnología, se han preparado sintéticamente partículas de magnetita con un diámetro promedio comprendido entre 10 y 15 nm, que se utilizan como ayuda para la inmovilización enzimática. Además, se ha utilizado para la inmovilización de tirosinasa, un compuesto que se emplea en el tratamiento de aguas residuales. También en el campo de la medicina existen algunos trabajos sobre la utilización de óxidos de hierro como agentes que mejoran el contraste en las imágenes de órganos humanos obtenidas por resonancia magnética nuclear (NMR). La sustancia que contienen los agentes contrastantes se inyecta a los pacientes antes del examen, sin ningún efecto aparente para el organismo. Al parecer, por recelo de los laboratorios fabricantes, generalmente no se especifica qué óxidos de hierro se incluyen en la formulación. Sin embargo, se han realizado estudios con óxidos (magnetita) y oxihidróxidos (ferrihidrita, akaganeíta), con el propósito de comprender mejor su efecto en las imágenes obtenidas por este método. Por otro lado, se elaboraron ensayos en animales con un suplemento de

hierro que contenía magnetita, concluyéndose que no tenía efectos cancerígenos sobre los mismos¹⁶.

2.3.3. La maghemita

Es $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, de color marrón, formada por partículas octogonales, de carácter semiconductor a aislante y ferromagnética, por lo que también se la conoce como hematita magnética. Es cúbica, de parámetro $a_0 = 8,322 \text{ \AA}$, con estructura de espinela (figura 5). Poco abundante en la naturaleza, se puede obtener por oxidación de la magnetita o por deshidratación de la lepidocrocita.

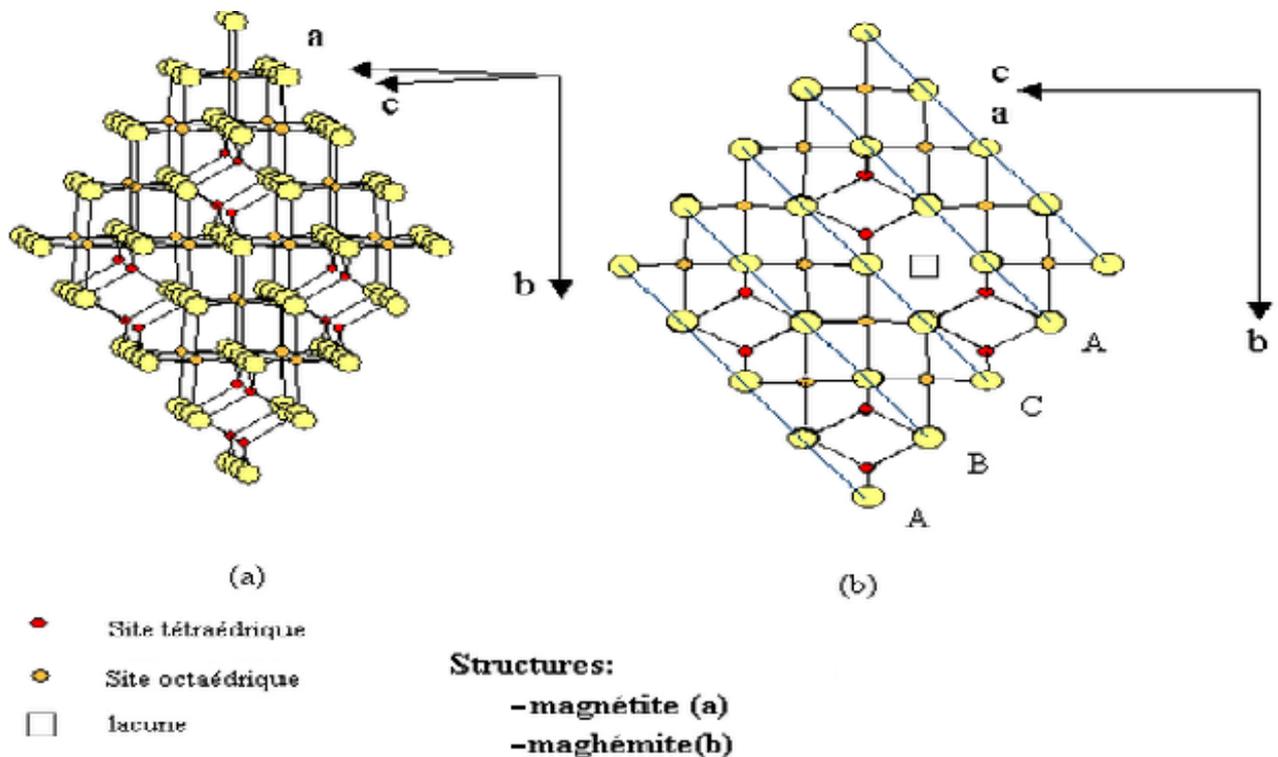
Es posible la utilización de placas delgadas de maghemita y Fe_2CoO_4 , como fluidos magnéticos, en imágenes activas que se producen por medio de rayos láser. La maghemita exhibe un buen comportamiento en la adsorción de vapor de agua. Por este motivo, también se busca su aplicación en la fabricación de sensores de gases.

Recientemente, obtuvieron un compuesto polimérico magnético que contiene nanopartículas de maghemita, que se puede utilizar en dispositivos para interferencia electromagnética y absorción de microondas¹⁶.

En la tabla 2 se resumen algunas de las propiedades físicas más importantes de la Magnetita y la Maghemita.

Tabla 2.- Propiedades físicas de la Magnetita y la Maghemita

Óxidos	Sistema cristalino	Dimensiones de la célula (nm)	Densidad (kg/m ³)	Color	Susceptibilidad Magnética (emu/g)
Magnetita	Cúbico	$\alpha_0 = 0.8396$	5260	Negro	84 (a 273K)
Maghemita	Cúbico o tetragonal	$\alpha_0 = 0.8322$	4870	Marrón rojizo	74 (a 273K)

**Figura 5.-** Estructura de la Magnetita y la Manghemita²⁴

Esta es la estructura de la Maghémite (figura 5, derecha), la forma estructural del $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$, es una estructura cubica, cuyo color es pardo oscuro, opaco. Esta estructura es como una espinela sin cationes bivalentes, es similar a la estructura de

Fe_3O_4 , pero sin los átomos de Fe^{2+} que ocupan 1/3 de las posiciones octaédricas y quedasen vacantes en dichas posiciones, habiendo entonces solo Fe^{3+} en posiciones tetraédricas y 2/3 de las octaédricas.

2.4. Estabilización de nanopartículas metálicas

A una distancia interpartícula corta, las fuerzas de Van der Waals hacen que dos partículas se atraigan una a la otra; éstas fuerzas varían inversamente a la sexta potencia con la distancia entre las superficies. En ausencia de una fuerza repulsiva opuesta a la fuerza de Van der Waals, los coloides metálicos se aglomerarán; por lo tanto, es necesario el uso de un agente estabilizante capaz de inducir esta fuerza repulsiva para estabilizar los coloides. El mecanismo general para la estabilización de un coloide metálico está descrito por la teoría de Derjaguin-Landau-Verwey-Overbeek (DLVO)¹⁷. Existen tres efectos por los cuales puede funcionar un estabilizante, 1) por efectos electrostáticos; 2) por efectos estéricos; y 3) una combinación de ambos¹.

La estabilización por efecto electrostático, generalmente se logra utilizando compuestos iónicos como halogenuros, carboxilatos o polioxoaniones, disueltos en solución. La adsorción de estos iones y de sus respectivos contraiones sobre una superficie metálica, genera una doble capa eléctrica alrededor de cada partícula, que conduce a una repulsión coulombica entre partículas, evitando que se aglomeren.

La estabilización por efectos estéricos, se logra utilizando macromoléculas como polímeros y oligómeros capaces de adsorberse sobre la superficie de las partículas, creando una capa protectora que evita el aglomeramiento¹⁸. La manera en que ocurre esta estabilización se puede explicar fácilmente visualizando el acercamiento entre dos partículas coloidales; estas macromoléculas adsorbidas restringen el movimiento disminuyendo la entropía y aumentando la energía libre. Otra manera de explicarlo, es considerando el aumento de la concentración de la macromolécula adsorbida cuando se acercan dos coloides. Esto crea una región local de alta concentración, que genera una repulsión osmótica cuando ocurre la

dilución de la macromolécula en el solvente, trayendo como consecuencia la separación de los coloides.^{17,18,19}

La estabilización por ambos efectos, electrostático y estérico, o estabilización electroestérica, se logra utilizando surfactantes iónicos, como por ejemplo el bromuro de tetraoctilamonio ((C₈H₁₇)₄NBr), con el cual se logra generar la doble capa eléctrica por las cargas del ión bromuro y del ión amonio cuaternario, para así tener la estabilización por efecto electrostático, y a su vez las cadenas alquílicas voluminosas del amonio cuaternario generan una barrera física que conlleva a una estabilización por efecto estérico¹⁹, el uso de un estabilizante que tengan ambos efectos genera una mejor estabilización.

Los estabilizantes que se emplearán para ejecutar esta investigación, serán los siguientes: el cloruro de tetraetilamonio y oleato de sodio. Los cuales se describirán brevemente a continuación.

2.4.1 Cloruro de tetraetilamonio

Es una sal amoniacal que se usa como tensoactivo catiónico, se puede utilizar para una gran variedad de aplicaciones.

Principales cualidades y características:

- · Solubilidad en solventes orgánicos polares.
- · Activador de reacciones.
- · Alta solubilidad en agua.
- · Provee menor contaminación metálica en relación al Cloruro de Sodio o Potasio.
- · Bajo peso molecular.

Su aplicación más relevante es que es un inhibidor de los canales de Potasio, siendo un compuesto que, al igual que otras neurotoxinas, fue identificado por primera vez a través de sus efectos perjudiciales para el sistema nervioso y se ha demostrado que tiene la capacidad de inhibir la función de los nervios motores y en consecuencia la contracción de la musculatura.²⁰

2.4.2. Oleato de sodio

El oleato de sodio tiene un punto de fusión de 220 grados Celsius. En condiciones normales, es un polvo blanco o ligeramente amarillento, que es altamente soluble en agua, así como en alcohol etílico caliente. El oleato de sodio es insoluble en éter y acetona. Este compuesto está incluido en detergentes y jabones modernos.

El compuesto inorgánico, que es la base de su formación, es el hidróxido de sodio. La sal se forma por la interacción química del álcali con el ácido oleico (orgánico). Esta reacción es reversible. Atrae moléculas de agua, porque es una sustancia higroscópica.

El oleato de sodio consiste en dieciocho átomos de carbono, que forman un sistema disperso estable de tipo heterogéneo. Este compuesto químico, clasificado por estructura química, es un surfactante aniónico. Esta sustancia tiene un efecto detergente. El efecto detergente se debe al contacto entre la solución acuosa de esta sal y las superficies de los sólidos. La solubilización, característica del oleato de sodio, es el término principal en el complejo de su acción detergente.

La aplicación de esta sal orgánica debe señalarse la introducción a la composición de jabón. Las propiedades hidrofóbicas del oleato de sodio lo convierten en un componente codiciado en la industria cosmética. La química coloidal, en la que se reivindica este compuesto, explica las características físicas y

químicas de las soluciones inorgánicas y orgánicas, la especificidad de su aplicación práctica.²¹

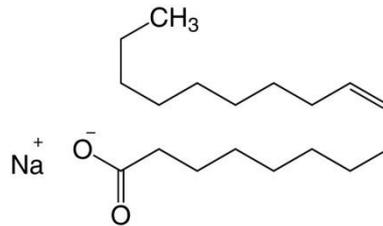


Figura N°6.- Estructura de oleato de sodio.

2.5. Fundamentos electroquímicos

La electroquímica es una rama de la química que estudia la transformación entre la energía eléctrica y la energía química. Las reacciones químicas que se dan en la interfase de un conductor eléctrico (llamado electrodo, que puede ser un metal o un semiconductor) y un conductor iónico (el electrolito) pudiendo ser una disolución y en algunos casos especiales, un sólido.

Es por ello, que el campo de la electroquímica ha sido dividido en dos grandes secciones. La primera de ellas es la electrólisis, la cual se refiere a las reacciones químicas que se producen por acción de una corriente eléctrica. La otra sección se refiere a aquellas reacciones químicas que generan una corriente eléctrica, éste proceso se lleva a cabo en una celda o pila galvánica.

Si una reacción química es conducida mediante una diferencia de potencial aplicada externamente, se hace referencia a una electrólisis. En cambio, si la caída de potencial eléctrico, es creada como consecuencia de la reacción química, se conoce como un "acumulador de energía eléctrica", también llamado batería o celda galvánica²².

2.5.1. Tipos de electrodos

Los electrodos son superficies sobre las que tienen lugar las semi-reacciones de reducción y oxidación. Pueden o no participar en las reacciones. Aquellos que no reaccionan se llaman electrodos inertes. Hay electrodos sólidos como el Zn, Cu, Pt, Ag, líquidos como el Hg, y gaseosos como el H₂.

Independientemente del tipo de celda, los electrodos se clasifican de la siguiente manera:

El cátodo es el electrodo en el que tiene lugar la reducción. El ánodo es el electrodo en el que se da lugar la oxidación.

- Electrodos activos: Participa en la reacción química de la pila, se consumen o forman a medida que se produce la reacción.
- Electrodos inertes: No participan en la reacción química de la pila, solo proporcionan el soporte donde ocurre la transferencia de electrones.
- Electrodo de gases: Formado por un metal inerte sumergido en una solución donde emerge un gas.
- Electrodo de óxido-reducción: Formado por un metal inerte sumergido en una solución, que contiene dos estados diferentes de oxidación de un elemento ó de una determinada agrupación molecular.
- Electrodo metal-ión metal: El electrodo metálico está sumergido en una disolución que contiene iones de este metal.
- Electrodo metal- sal insoluble: Consiste en un metal en contacto con una sal insoluble del mismo, que a su vez está en contacto con una disolución, que contiene el anión de la sal. Generalmente se utiliza como electrodo de referencia²³.

2.5.2. Celda Electroquímica

Las celdas electroquímicas pueden ser de dos tipos: galvánicas o electrolíticas. Las celdas galvánicas almacenan energía eléctrica. En éstas, las reacciones en los electrodos ocurren espontáneamente y producen un flujo de electrones desde el cátodo al ánodo (a través de un circuito externo conductor). Dicho flujo de electrones genera un potencial eléctrico que puede ser medido experimentalmente. También se conoce como celda galvánica o voltaica, en honor de los científicos Luigi Galvani y Alessandro Volta, quienes fabricaron las primeras de este tipo a fines del S. XVIII.

Un ejemplo de celda galvánica puede verse en la figura 7, un electrodo de cobre está sumergido en un recipiente que contiene sulfato de cobre II y otro electrodo (zinc) está sumergido en otro recipiente en una solución de sulfato de zinc. En cada electrodo ocurre una de las semi-reacciones: oxidación o reducción. Ambos recipientes se comunican con un puente salino que permite mantener un flujo de iones de un recipiente a otro. La conexión a un voltímetro evidencia la generación de un potencial eléctrico.

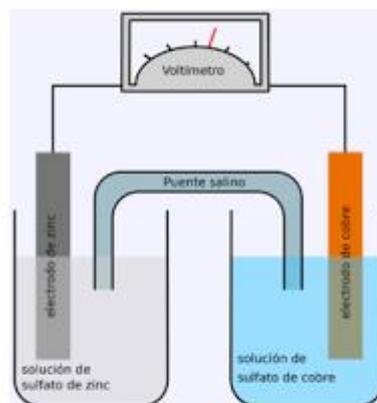


Figura 7.- Celda galvánica

Las celdas electrolíticas por el contrario no son espontáneas y debe suministrarse energía para que funcionen. Al suministrar energía se fuerza una corriente eléctrica a pasar por la celda y se fuerza a que la reacción redox ocurra²⁴.

2.6. Corriente alterna.

La corriente eléctrica es el flujo de carga eléctrica por unidad de tiempo que recorre un material. Se debe al movimiento de las cargas en el interior del material. Se denomina corriente alterna a la corriente eléctrica en la que la magnitud y el sentido varían cíclicamente. La forma de oscilación de la corriente alterna más común es la oscilación sinusoidal (figura 8) con la que se consigue una transmisión más eficiente de la energía.

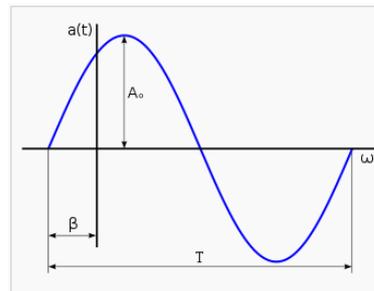


Figura 8.- Parámetros característicos de una oscilación sinusoidal.

A_0 , es la amplitud en voltios, también llamado en valor máximo o de pico, ω es la pulsación en radianes/segundos, β es el ángulo de fase inicial en radianes, t es el tiempo en segundos²⁵.

2.6.1. Frecuencia de corriente alterna

La frecuencia de la corriente alterna (C.A.), constituye un fenómeno físico que se repite cíclicamente un número determinado de veces durante un segundo de tiempo y puede abarcar desde uno hasta millones de ciclos por segundo o hertz (Hz).

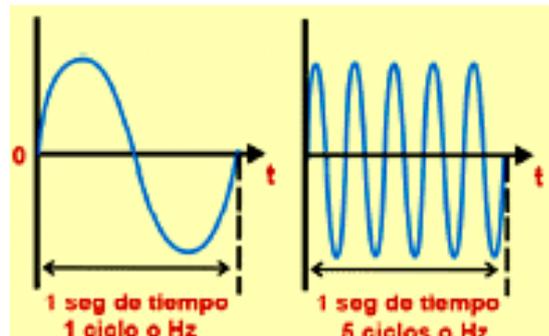


Figura 9.- Representación de la frecuencia de corriente alterna.

En esta ilustración se puede observar a la izquierda, la representación gráfica de una onda sinusoidal de corriente alterna con una frecuencia de un ciclo por segundo o hertz, mientras que a la derecha aparece la misma onda, pero ahora con cinco ciclos por segundo de frecuencia o hertz.

La frecuencia se representa con la letra (f) y su unidad de medida es el ciclo por segundo o hertz (Hz). Sus múltiplos más generalmente empleados son los siguientes:

- kilohertz (kHz) = 10^3 hertz = mil hertz
- megahertz (MHz) = 10^6 hertz = un millón de hertz
- gigahertz (GHz) = 10^9 hertz = mil millones de hertz

La unidad de medida de la corriente alterna se denomina hertz (Hz), en honor físico alemán Heindrich Rudolf Hertz (1857 – 1894), quien descubrió el principio que rige la propagación de las ondas electromagnéticas, conocidas también como “ondas hertzianas”. Años más tarde el físico e inventor italiano Guglielmo Marconi, basándose en ese principio descubierto por Hertz, logró construir el primer transmisor de ondas de radio.

La frecuencia de la corriente alterna para uso industrial y doméstico ocupa sólo una pequeña porción del espectro de ondas electromagnéticas, correspondiente a las frecuencias extremadamente bajas, mientras que las de radio, televisión, microondas, rayos infrarrojos, etc., alcanzan valores de frecuencias mucho más altos²⁶.

2.6.2 Amplitud de onda.

La amplitud de onda es el valor máximo, tanto positivo como negativo, que puede llegar a adquirir la senoide de una señal de corriente alterna. El valor máximo positivo que toma la amplitud de una onda sinusoidal recibe el nombre de "pico o cresta", mientras que el valor máximo negativo de la propia onda se denomina "vientre o valle". El punto donde el valor de la onda se anula al pasar del valor positivo al negativo, o viceversa, se conoce como "nodo" o "cero", figura 10³⁵.

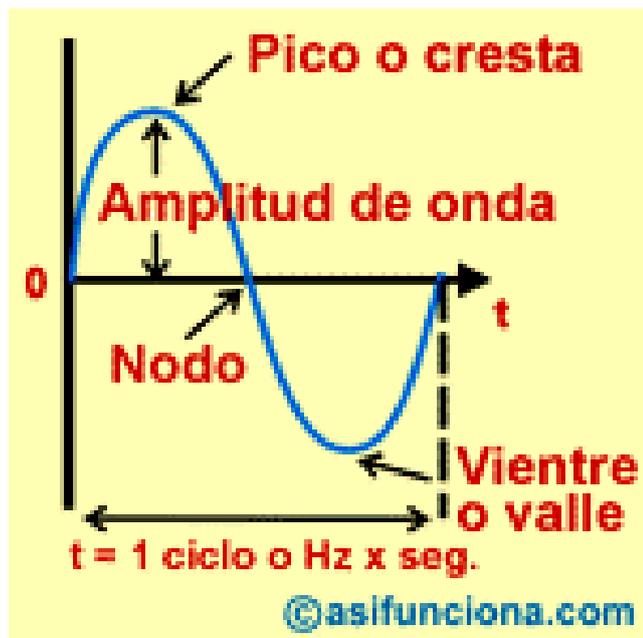


Figura 10.- Representación de la amplitud de onda.

2.7. Síntesis de nanopartículas metálicas por vía electroquímica

Existen técnicas electroquímicas fundamentales para la obtención y caracterización de nanopartículas por vía electroquímica. Las síntesis generalmente se realizan mediante electrólisis bien a corriente constante o a potencial controlado. Mientras que la caracterización se realiza mediante voltamperometría cíclica.

2.7.1. Electrólisis: a corriente constante y a potencial controlado.

La cronopotenciometría es una electrólisis en la cual se mantiene constante la densidad de corriente aplicada y el potencial varía con el tiempo. El montaje necesario para realizar una electrólisis a densidad de corriente controlada consta de dos electrodos: uno de trabajo y un contraelectrodo, entre los cuales se deja pasar una corriente que se mantiene constante en el tiempo con ayuda de un galvanostato, ocurriendo así el proceso faradaico en el medio sin ningún control del potencial. Esto hace que esta técnica sea poco específica, ya que la corriente es obligada a circular a un valor fijo y para cumplir este requerimiento debería ocurrir que una o varias especies se oxidaran en el ánodo y que una o varias especies se redujeran en el cátodo, ya que el potencial de la celda tiende a variar a expensas de mantener una corriente constante. Con este método pudieran ocurrir reacciones indeseables que disminuyeran la eficiencia de la corriente aplicada, es decir, ocurren reacciones en el medio sin ningún control del potencial^{27,28}.

Por su parte la cronoamperometría es una electrólisis a potencial constante en la que la corriente varía con el tiempo. Para la electrólisis con control de potencial, se utiliza una celda de tres electrodos: el de trabajo, el contraelectrodo y uno de referencia conectados a un potenciaostato, el potencial entre el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia es constante a expensas de la diferencia de potencial aplicada entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo. La corriente en el sistema pasa entre el electrodo de trabajo y el contraelectrodo, dicha corriente varía con el tiempo. Químicamente, este flujo de electrones necesita un proceso

electroquímico activo al potencial aplicado, experimentalmente se observa en el potenciostato la corriente que pasa por el sistema^{22,24}.

2.7.2. Obtención de nanopartículas mediante el uso de técnicas electroquímicas.

Este método fue propuesto por Reetz²⁹. El proceso consiste en oxidar el ánodo para generar los cationes del metal, estos cationes migran al cátodo donde son reducidos nuevamente a su estado de oxidación cero, generándose los adátomos, es decir, átomos metálicos adsorbidos sobre la superficie. Luego se forman los agregados metálicos fuera de la capa interna de Helmholtz donde son estabilizados¹⁷. (Figura 11). En general en las síntesis reportadas por Reetz se utiliza un sistema con dos electrodos sumergidos en una solución de electrolito (figura 12), teniendo un ánodo de sacrificio constituido por el metal, a partir del cual se van a generar las nanopartículas, y un cátodo de platino.

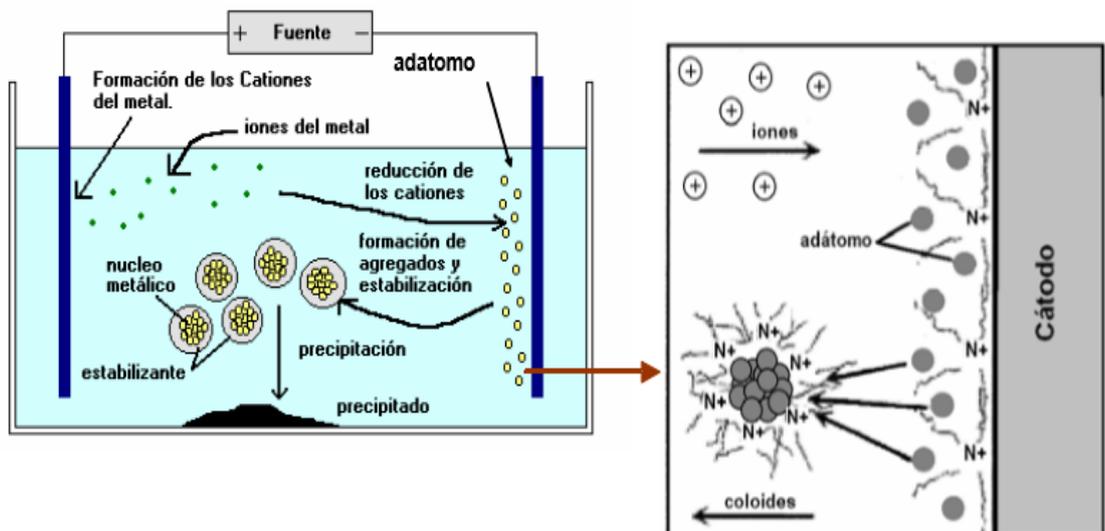


Figura 11.- Proceso electroquímico para la formación clústers metálicos estabilizados.

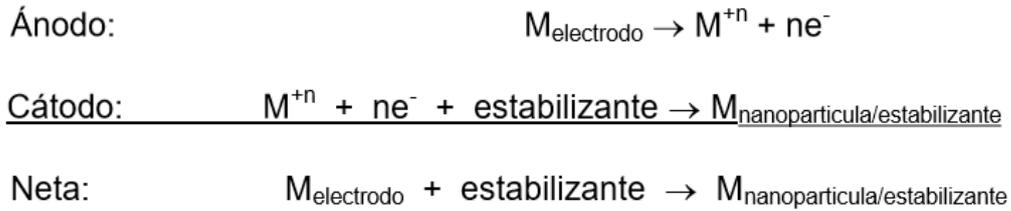


Figura 12.- Síntesis electroquímica de nanopartículas metálicas estabilizadas.

Martínez (2006) Sintetizó por vía electroquímica nanopartículas de cobalto, níquel, hierro y rutenio. Utilizando como método la electrólisis a densidad de corriente constante, se empleó un electrodo de sacrificio compuesto por el metal del que se requerían las nanopartículas, o sales disueltas del metal, utilizando como electrolito soporte bromuro de tetraoctilamonio y bromuro de tetrapropilamonio, que además permitió estabilizar las nanopartículas. El análisis para la determinación del tamaño de las nanopartículas se realizó mediante microscopía electrónica de transmisión (MET), mostrando micrografías en las cuales se observaron partículas con tamaños menores de 10nm, con intervalos de tamaño estrechos. Por último, se consiguió que todas las nanopartículas sintetizadas son fácilmente oxidadas por el oxígeno del aire, pues todos los análisis revelan la formación de fases oxidadas en los precipitados obtenidos³⁰.

Bullon (2013), realizó electrosíntesis de nanopartículas bimetalicas, utilizando las técnicas de cronoamperometría y cronopotenciometría. Confirmó que la técnica electroquímica es una alternativa para la obtención de nanopartículas monometálicas y bimetalicas, partiendo de sales de los metales de interés en presencia de sales de bromuro de tetraalquilamonio como agente estabilizante. Además, corroboró que la distribución de tamaño de las nanopartículas obtenidas depende del potencial o la corriente aplicada durante la síntesis, es decir, que al aumentar el potencial y/o la corriente, disminuye el tamaño de la partícula. Obtuvo partículas de 1- 30nm y aglomerados de hasta 200nm³¹.

En cuanto a la síntesis de nanopartículas de óxidos de hierro empleando electroquímica, se encontraron numerosos trabajos que se describen a continuación:

Tsouris (2001) Describen en una patente un método y un aparato para producir electrolíticamente partículas magnéticas de alta pureza. De manera general, el proceso consiste en sumergir un par de electrodos metálicos en una disolución electrolítica y aplicar un voltaje entre los 2 electrodos por un período de tiempo suficiente para producir partículas de óxido del metal de los electrodos. Aunque la patente abarca una gran posibilidad de variables, provee un ejemplo para la producción de magnetita en donde los electrodos empleados son de acero al carbón separados en la celda electrolítica aproximadamente 5 cm (habilidad del arte). La disolución electrolítica es cloruro de sodio 0.04 M, y la temperatura de operación de 30 – 90 °C. Se propone la aplicación de un voltaje de entre 5 y 30 Volts, manteniendo durante el proceso una agitación continua, aunque sin agitación también se forma la magnetita³².

Vulicevic (2007) Publicaron la síntesis de polvos de óxido de hierro en nanopartículas de manera electroquímica a temperaturas de 295-361 K y densidades de corriente de 200 – 1 000 mA/dm². En la celda electroquímica con disolución de cloruro de sodio colocaron 2 electrodos de acero al carbón con una separación de aproximadamente 3 cm. Concluyen que la temperatura de síntesis afecta el tamaño, además de que tanto la temperatura como la corriente reducen la aglomeración, sin embargo, no se observa una tendencia sencilla, ya que hay intervalos en donde esto no se cumple³³.

Cabrera (2008). En su trabajo de investigación sintetizó nanopartículas de Fe₃O₄ con tamaños entre 20 y 30 nm por electrooxidación con Fe en presencia de un agente tensioactivo de amina. Observaron que el aumento de la densidad de corriente aumenta la homogeneidad de las nanopartículas, pero el Fe metálico se forma como una impureza. Además, señalaron que la distancia entre el ánodo y el

cátodo (<5 cm) es un parámetro clave para obtener Fe₃O₄ mediante electrooxidación³⁴.

Rodríguez-López (2012) prepararon nanopartículas de Fe₃O₄ y γ -Fe₂O₃ con distribución de tamaño controlada aplicando un patrón asimétrico de pulsos potenciales a electrodos a base de hierro en medio acuoso. Encontraron que las nanopartículas de Fe₃O₄ sin impurezas se pueden formar en las condiciones de grandes potenciales anódicos y el tiempo más largo. Las nanopartículas preparadas en ese trabajo tenían una forma casi esférica y el tamaño varió de 10 a 50 nm³⁵.

Fajaroh (2012) formaron nanopartículas de magnetita preparadas por deposición anódica libre de surfactante. Encontraron que los iones OH juegan un papel importante en la formación de nanopartículas de Fe₃O₄, y que el tamaño de las partículas también se puede controlar ajustando la densidad de corriente y la distancia entre los electrodos. Obtuvieron Nps con tamaños promedios entre 10 y 30nm³⁶

Starowicz (2011) informaron sobre la preparación de γ -Fe₂O₃ por polarización anódica del hierro de la solución de LiCl 0,1 M en un electrolito de agua y etanol mezclado, y encontraron que el tamaño de las nanopartículas obtenidas se puede controlar a través de la regulación del contenido de agua. De hecho, encontraron que las partículas más pequeñas de Fe₃O₄ se forman en electrolitos mixtos de etanol / agua debido a la reducción de la velocidad de reacción anódica³⁷.

En este trabajo se propuso como método de obtención de las nanopartículas de hierro, la electrólisis mediante el uso de la corriente alterna, al aplicar una corriente alterna sobre una celda con dos electrodos de hierro sumergidos en una solución electrolítica, las reacciones que ocurren sobre cada electrodo se alternan a la misma frecuencia de la corriente aplicada, a continuación se presenta una de las pocas referencias de síntesis de nanopartículas mediante esta técnica.

Blandon Lucas (2014), en su investigación para la Universidad de Antioquia Colombia, referente a la síntesis electroquímica de nanopartículas de plata en presencia de un surfactante neutro, empleó el siguiente método electroquímico: aplicaron una diferencia de potencial alterna de 20V entre dos alambres de plata sumergidos en agua deionizada, separados 1 cm entre sí. El tiempo de inversión de potencial fue de 0,5; y 5 minutos, para un tiempo total de síntesis de 50 minutos. La temperatura se mantuvo a 60°C. Con un amperímetro colocado en serie con la fuente de potencial constante, se obtuvo la corriente que circulaba por el sistema. Este método demostró ser eficiente para la síntesis de Np-Ag, se logró sintetizar nanopartículas, incluso en ausencia de estabilizantes, de tamaños menores de 50 nm, y con índice de polidispersidad aceptables. El tiempo de inversión de polaridad afecta significativamente las características morfológicas del material obtenido. Los resultados mostraron que a menores tiempos se promueve un aumento en el tamaño de las partículas. Al emplear el surfactante a menor tiempo de inversión de polaridad, mejoró la polidispersidad y el diámetro promedio del material obtenido⁴¹. Demostrándose de esta manera la importancia del surfactante para la síntesis de las nanopartículas, su función fue en este caso estabilizar estéricamente las Nanopartículas de plata, evitando que estas sufrieran procesos de coalescencia, que implica un aumento en el tamaño promedio de partícula y cambios en la morfología³⁸.

2.8. Caracterización de nanopartículas metálicas.

Una vez obtenidas las nanopartículas es necesario caracterizarlas, para determinar tanto su tamaño como su composición. Existen diferentes técnicas con las cuales se puede caracterizar nanopartículas metálicas:

- Microscopía electrónica de transmisión (MET): Con esta técnica se determina el tamaño de partícula, y con el patrón de difracción de electrones se puede determinar la fase o fases cristalinas que constituyen la muestra³⁹.

- Microscopía electrónica de barrido (MEB): Con esta técnica podemos determinar el tamaño de partícula, para partículas más grandes que para MET, y si el microscopio tiene incluido un analizador podemos determinar la composición⁴⁰.
- Espectroscopía fotoelectrónica de rayos X (XPS), con esta técnica se puede determinar la fase cristalina y el estado de oxidación de las nanopartículas⁴¹.
- Espectroscopía IR: mediante la cual se puede determinar la presencia del estabilizante alrededor de las nanopartículas⁴²
- Espectroscopía de absorción atómica (EAA): se utiliza para la determinación de la relación porcentual metal estabilizante⁴³.
- Espectroscopía UV-Visible: mediante esta técnica se puede determinar, la relación porcentual entre el metal y el estabilizante⁴³.
- Espectroscopía de resonancia paramagnética electrónica (EPR), espectroscopía diamagnética nuclear (EDN) y espectroscopia Mossbaüer: para la determinación de propiedades magnéticas⁴⁴.
- Técnicas electroquímicas, como voltamperometría cíclica (VC): para determinar las propiedades redox de las nanopartículas⁴⁵.

A continuación se detallará las técnicas de caracterización a emplear en esta investigación.

2.8.1. Dispersión de luz dinámica

La dispersión de luz dinámica (DLS), a la que a veces se hace referencia como dispersión de luz cuasi elástica (QELS), es una técnica no invasiva y bien establecida para medir el tamaño y distribución de tamaño de moléculas y partículas típicamente en la región submicrométrica, y con la última tecnología, inferiores a 1 nm.

Las aplicaciones típicas de la dispersión de luz dinámica son la caracterización de partículas, emulsiones o moléculas que se han dispersado o disuelto en un líquido. El movimiento Browniano de las partículas o moléculas en suspensión hace que la luz láser se disperse en diferentes intensidades. Con el análisis de estas fluctuaciones en la intensidad se obtiene la velocidad del movimiento Browniano, y por lo tanto del tamaño de partícula mediante la relación de Stokes-Einstein⁴⁶.

2.8.2. Microscopía de fuerza atómica

(AFM) se ha convertido en la técnica líder dentro de las técnicas de barrido con sonda. Sus posibilidades únicas como técnica de caracterización en la escala nanométrica y micrométrica han sido ampliamente reconocidas en la industria de los semiconductores y del almacenamiento electrónico. Recientemente las capacidades del AFM en el campo de los polímeros han hecho que la microscopía de fuerza atómica se revele como una técnica complementaria de otras técnicas de caracterización microscópicas y difractométricas en la caracterización morfológica, micro- y nanoestructural, así como en un gran número de aplicaciones en las que es la única técnica disponible.

El microscopio de fuerza atómica, es un instrumento mecano-óptico capaz de detectar fuerzas del orden de los nanonewtons. Al rastrear una muestra, es capaz de registrar continuamente su topografía mediante una sonda o punta afilada de forma piramidal o cónica. La sonda va acoplada a un listón o palanca microscópica muy flexible de sólo unos 200 μm ⁴⁷.

2.8.3. Espectroscopia UV-Visible.

La técnica se basa en la propiedad que presentan muchos compuestos de absorber luz ultravioleta o visible de una determinada longitud de onda. De esta forma y mediante la ley de Lambert-Beer (ec.1), es posible realizar análisis cuantitativos de las muestras⁴³.

$$A = -\log T = \log P_0/P = \epsilon bc \quad \text{ec. 1}$$

Donde P representa la intensidad de la luz incidente e P_0 la intensidad de la luz que atraviesa la celda. Donde b es la longitud de la cubeta en cm, c representa la concentración de soluto en mol/l y ϵ es la absortividad molar (coeficiente de extinción molar) medido en l/mol.cm.

Ya que las propiedades ópticas son sensibles a la composición química y al grado de ordenamiento de las nanopartículas bimetálicas, especialmente las de los metales nobles, su estudio por espectroscopía UV-visible es muy interesante para el seguimiento de la síntesis de nanopartículas, porque los cambios en los espectros se pueden utilizar para estudiar la reducción de los iones metálicos y su agregación durante proceso de formación de la partícula. Además mediante la espectroscopía de UV-visible podemos realizar el estudio de los plasmones de superficie de manera cualitativa⁴⁸.

3. OBJETIVO GENERAL

Estudiar el efecto de la frecuencia, amplitud y tiempo de una señal de corriente alterna sobre el tamaño promedio y distribución del tamaño de nanopartículas de hierro sintetizadas en medio acuoso a 25°C.

3.1. OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Estudiar el efecto de la frecuencia de una señal de corriente alterna en la síntesis de nanopartículas de hierro utilizando como estabilizantes oleato de sodio 0,1M y cloruro de tetraetilamonio 0,1M, en medio acuoso.
- Estudiar el efecto de la amplitud de una señal de corriente alterna en la síntesis de nanopartículas de hierro utilizando como estabilizantes oleato de sodio 0,1M y cloruro de tetraetilamonio 0,1M en medio acuoso.
- Estudiar el efecto del tiempo de electrólisis en la síntesis de nanopartículas de hierro utilizando como estabilizantes oleato de sodio 0,1M y cloruro de tetraetilamonio 0,1M en medio acuoso.

4. METODOLOGIA

4.1. Materiales e Instrumentos utilizados.

Alambre de hierro metálico 0,57mm 99,9% Mereks.

Amplificador Bose 1800 Series.

Voltímetro HP Multimeter 34401A.

Computadora de control y aplicación.

pH-metro marca Orion 4 Star thermo Scientific.

UV-visible marca Agilent 8453.

DLS reconstruido en el laboratorio de laser-UCV

4.2. Reactivos

Ácido clorhídrico concentrado

Acetona

Agua tridestilada

Hidróxido de sodio

Cloruro de tetraetilamonio

Acido oleico

Permanganato de potasio

Tiocianato de sodio

A continuación se detallará la composición de las soluciones utilizadas para la síntesis.

4.3. Soluciones

Tabla 3.- Características de los estabilizantes empleados en la electrólisis.

Solución	Característica	Composición	Concentración
A	estabilizante	Oleato de sodio (8,0250+/- 0,0001)g pH 9.7 NaOH (1,0204+/-0,0001)g Agua tridestilada 250mL	Oleato de sodio 0,1M NaOH 0,1M
B	estabilizante	Cloruro de tetraetilamonio (8,4489+/-0,0001)g pH 12.1 NaOH (2,0410+/-0,0001)g Agua destilada 500 mL	Cloruro de tetraetilamonio 0,1M NaOH 0,1M

4.4. Electrosíntesis de nanopartículas de hierro.

La electrosíntesis (figura 13) se llevó a cabo en una celda electroquímica con una capacidad de 60mL, en la cual se agregaron entre 5 y 50mL de solución estabilizante, como electrodo de trabajo se empleo un alambre de hierro 0,57mm de espesor y 3 - 10cm de largo, se lavó con agua tridestilada y posteriormente limpio con acetona.

Mediante un computador se genero una señal alterna la cual alimentaba la entrada de un amplificar de sonido (la ventaja de utilizar este amplificador como fuente, está asociado a su buena respuesta a distintas frecuencias) el cual cumple la función de fuente, tanto el potencial de celda como la frecuencia se controló con el multímetro conectado al sistema, la salida de potencia del amplificador estaba conectada a los electrodos de hierro en la celda.

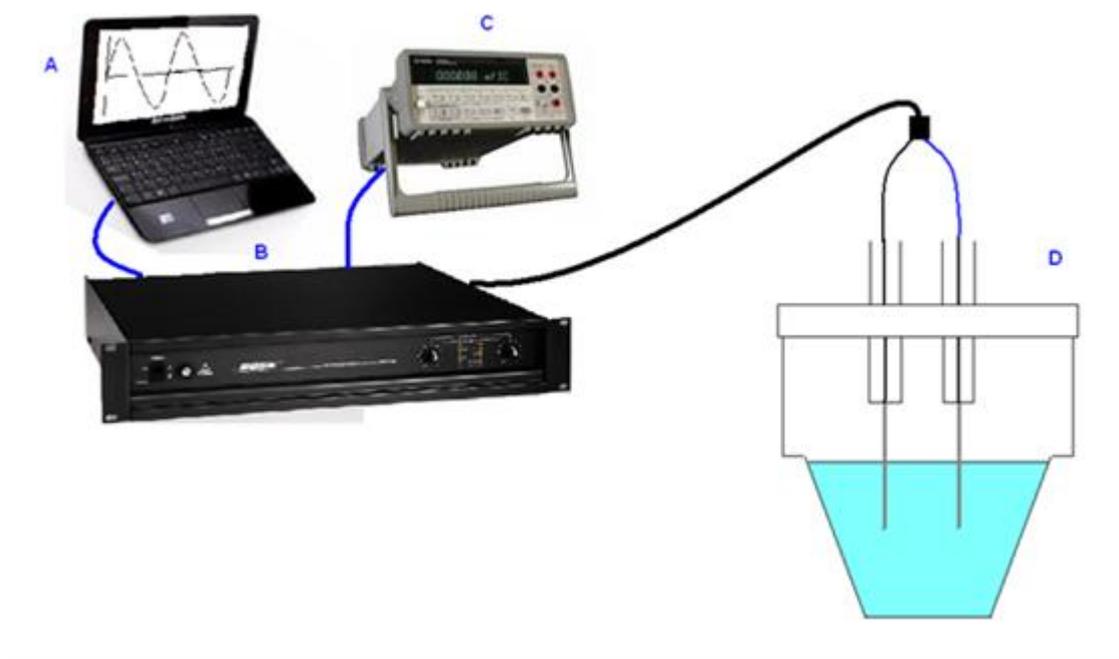


Figura 13.-Representación esquemática del sistema electroquímico empleada para la síntesis; A es el computador que genera la señal sinusoidal, B es el amplificador, C es el multímetro para control y D es la celda de reacción.

Se empleó un intervalo de frecuencia de 30 hasta 960 Hz haciendo uso de una diferencia de potencial constante (10V), luego se evaluó una diferencia de potencial de 10 hasta 50 voltios a una frecuencia de 60Hz. Para ambos estabilizantes, posteriormente se determinó una condición ideal de electrólisis para un potencial y una frecuencia donde el tamaño de las nanopartículas eran el más pequeño, y bajo estas condiciones se varió el tiempo de electrólisis entre 10 a 410 segundos para el cloruro de tetraetilamonio y de 600 a 3000 segundos para el oleato de sodio. Es importante mencionar que cada muestra sintetizada se hizo por duplicado.

Se realizaron experiencias empleando un agitador magnético y se compararon los resultados del tamaño de las nanopartículas, con el fin de realizar la síntesis bajo las condiciones óptimas que permitieran generar las nanopartículas de hierro de menor tamaño. Cabe resaltar que cada muestra sintetizada se hizo por duplicado.

Se realizó una electrólisis a tiempo extendido, haciendo uso del estabilizante oleato durante 5 horas, bajo las condiciones optimas (20V y 120Hz), estas nanopartículas obtenidas se lavaron haciendo uso de la centrifuga, luego se secaron en la estufa por 24 horas. Se pesó la cantidad de nanopartículas obtenidas. Es importante resaltar que no se empleó el estabilizante cloruro de tetraetilamonio para este tipo de electrólisis, porque la celda de reacción se calentaba demasiado al emplear tiempos de electrólisis superiores a 360 segundos, siendo entonces para un modo practico inviable realizar la síntesis a tiempos extensos.

4.5 Caracterización de las nanopartículas.

Una vez obtenida las dispersiones de las nanopartículas de la celda de reacción, las mismas fueron analizadas mediante la técnica de dispersión de luz dinámica, las medidas se hicieron por triplicado. Posteriormente se separaron las nanopartículas mediante centrifuga, y se lavaron. Luego dichas partículas se analizaron por espectrometría UV-Visible.

Las nanopartículas que se obtuvieron de la electrolisis de 5 horas se, lavaron haciendo uso de la centrifuga, , luego se pesaron, pesando previamente un beacker seco, se colocaron las Nps de Fe y se secaron en la estufa por 24 horas y por último se redispersaron, corroborando su integridad por UV-visible, DLS y haciendo espectrocolorimetría a través de la formación de un complejo con Tiocianato de potasio y hierro +3, para determinar verdaderamente la masa de hierro en las nanopartículas sintetizadas. Para ello toda la masa obtenida se redisperso con 2 ml de HCl concentrado y se llevo a un volumen de 25 ml.

A continuación se detalla el procedimiento seguido para la espectrocolorimetria:

Se peso 0,502 g (+/- 0,001) de alambre puro, se disolvió en una mezcla de 20 ml de ácido clorhídrico concentrado y 20 mL de agua, se llevó a un volumen de 250ml. Luego se hizo una sub-madre tomando 5 ml de la solución anterior y llevándola a 50ml. Posteriormente se realizaron cinco patrones de diferentes

concentraciones, a cada uno se le agregó de una a tres gotas de permanganato de potasio (hasta que la solución estuviera rosada), 5ml de una solución al 15% de tiocianato de potasio y 1 ml de ácido clorhídrico concentrado, luego se completo su volumen correspondiente con agua destilada. Se midieron los patrones en el espectrómetro y se realizó la curva de calibración correspondiente⁴⁹. Finalmente se midió la muestra de las nanopartículas de hierro, obteniéndose su masa de hierro. Se calculó el porcentaje de hierro que contenían las nanopartículas.

5.- RESULTADOS Y DISCUSIÓN

5.1.-Fundamentos de la síntesis

La electrólisis de nanopartículas de hierro mediante el uso de la corriente alterna, sobre una celda con dos electrodos de hierro sumergidos en una disolución electrolítica, generan reacciones que ocurren sobre cada electrodo alternándose a la misma frecuencia de la corriente aplicada, en la onda anódica el electrodo funge como ánodo, por lo que el hierro se oxida suministrando Fe^{2+} a la disolución, al cambiar a la onda catódica el electrodo funge como cátodo y el Fe^{2+} (generado en la onda anódica) es reducido a Fe^0 , estas reacciones ocurren de manera alternativa sobre ambos electrodos, por tal razón no existe una contribución importante de los parámetros de transporte en esta técnica.. Gráficamente ocurre lo siguiente, según la figura 14.

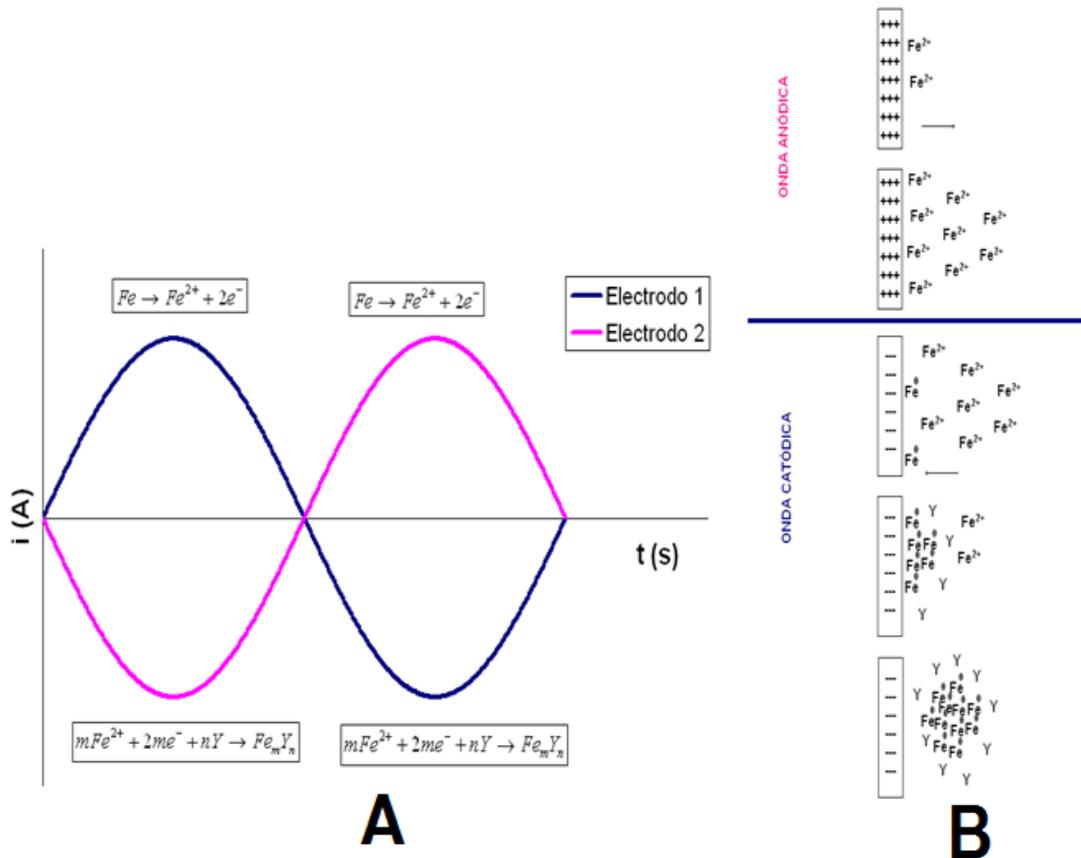


Figura 14.- A) gráfica de corriente vs tiempo B) Esquema del proceso sobre electrodos.

5.2.- Variación de la frecuencia

Al estudiar la variación de la frecuencia de una señal de corriente alterna desde 30 hasta 960 Hz para una diferencia de potencial de 10v y un tiempo máximo de síntesis para el oleato de sodio de máximo 600 segundos, y para el cloruro de tetraetilamonio un tiempo máximo de 90 segundos, se observaron los siguientes resultados.

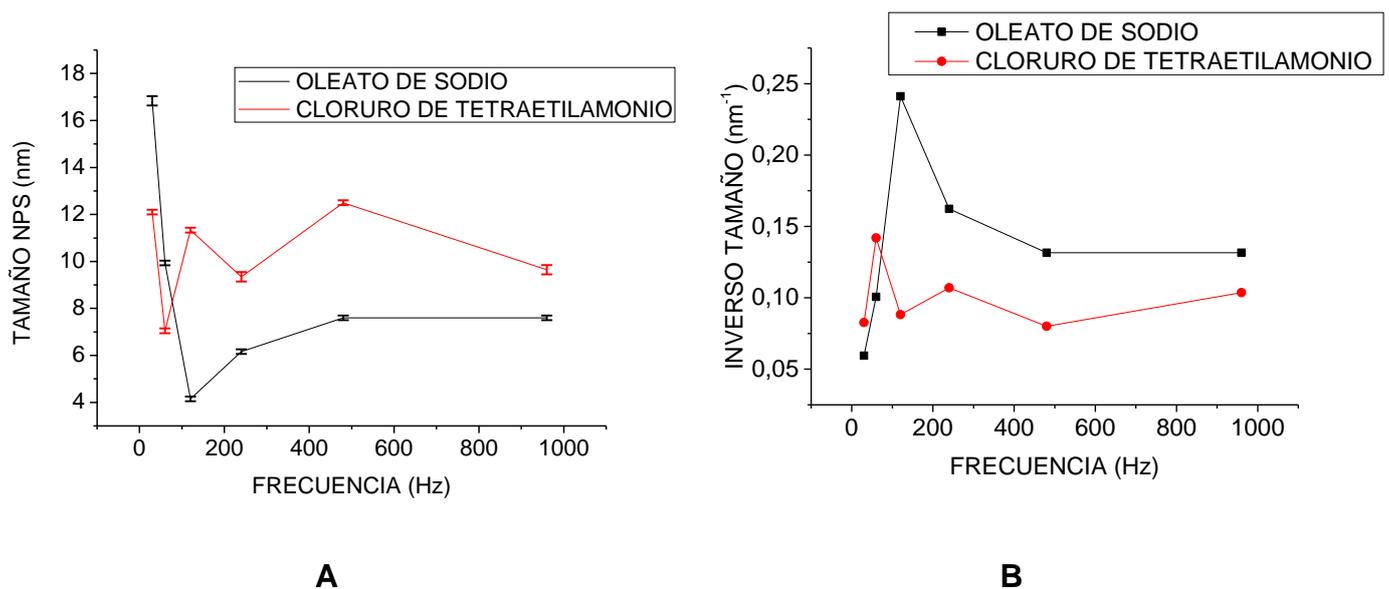


Figura 15.- Gráfico A Tamaño de nanopartículas sintetizadas en función de la frecuencia para los estabilizantes oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio. **Gráfico B** inverso del tamaño de nanopartículas de Fe sintetizadas en función de la variación de la frecuencia.

Como se puede observar el gráfico A y B de la figura 15 demuestra que para el estabilizante oleato de sodio las Nps más pequeñas obtenidas (menor a 4nm) son a 120 Hz y las de mayor tamaño (17nm) a 60Hz, mientras que para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio las Nps de menor tamaño se obtuvieron a 60 Hz(menor a 7nm) y a 480Hz las de mayor tamaño (12nm). Para ambos casos existe un intervalo de tamaño estrecho. Se gráfica el inverso del tamaño en función de la frecuencia, porque es más atrayente observar un valor en un pico que en un valle.

Se evaluó la distribución del tamaño de las nanopartículas sintetizadas para cada frecuencia estudiada y se representó en la siguiente imagen.

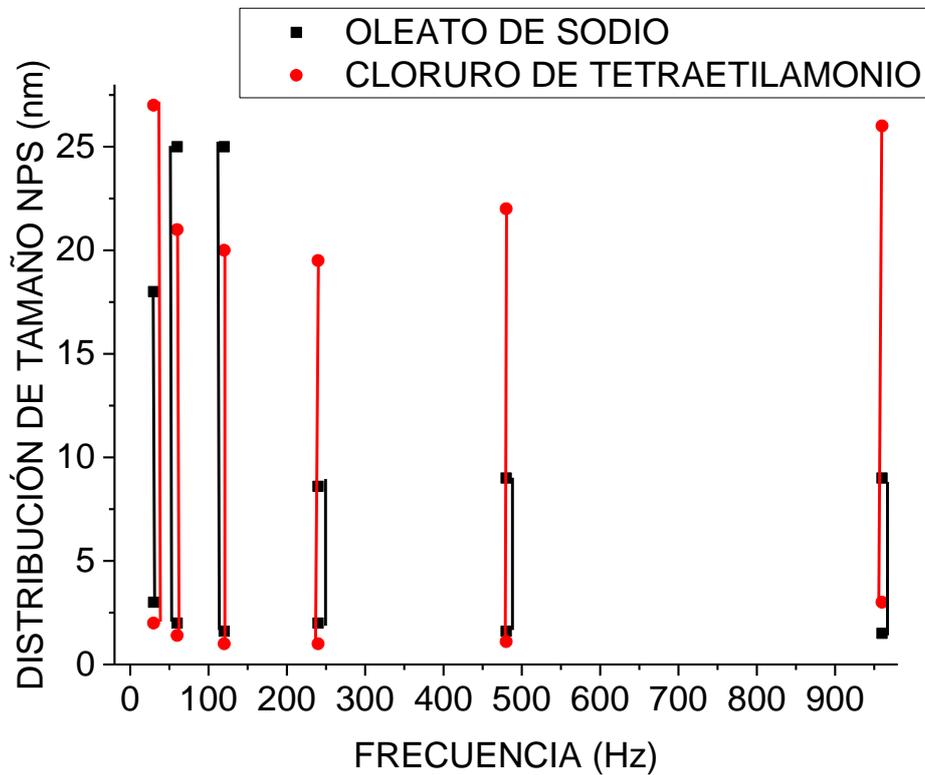


Figura 16.- Gráfico de Distribución de tamaño de nanopartículas sintetizadas en función de la frecuencia para el estabilizante oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio.

En la figura anterior se demuestra que para el estabilizante oleato de sodio a 30,60 y 120 Hz, existe una distribución de tamaño de las nanopartículas sintetizadas que va desde 1 hasta 25 nanómetros, y para las frecuencias más elevadas la distribución de tamaños se hace estrecha, mientras que para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio la distribución de tamaño para todas las frecuencias está comprendida en un intervalo que va desde 1 a 27 nanómetros

5.3.- Variación de la Amplitud de la corriente alterna.

Se evaluó como afectó en el tamaño de las nanopartículas sintetizadas la variación de la amplitud a una frecuencia de 60Hz de la señal de corriente alterna. Tomando en cuenta un tiempo de electrólisis para el oleato de sodio de máximo 600 segundos, y para el cloruro de tetraetilamonio un tiempo máximo de 90 segundos.

A continuación se presentan los gráficos con los resultados obtenidos para este caso.

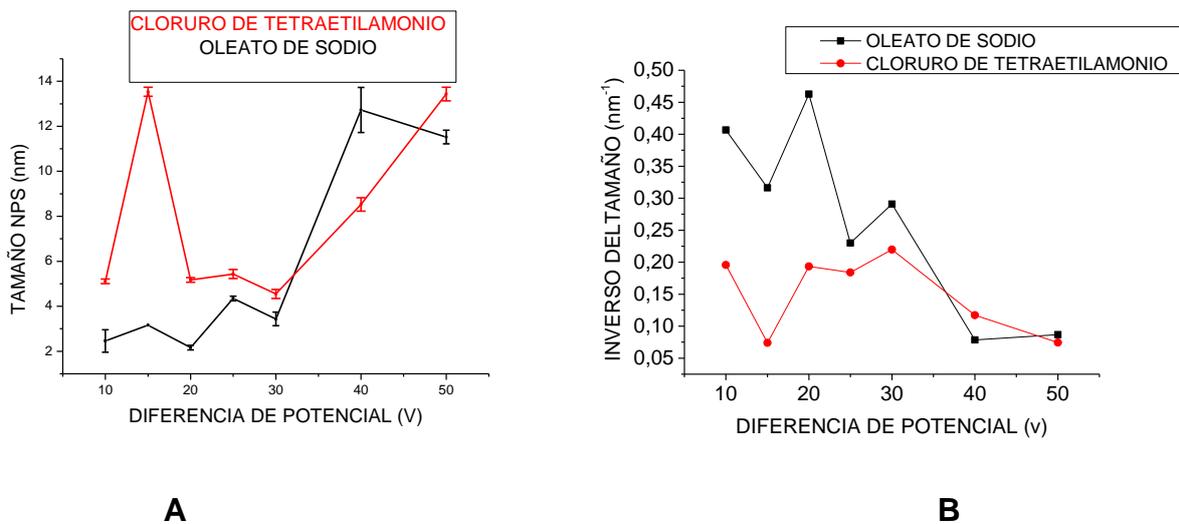


Figura 17.- Gráfico A tamaño de nanopartículas de Fe sintetizadas en función de la variación de la diferencia de potencial. **Gráfico B** Inverso del Tamaño de nanopartículas sintetizadas en función de la diferencia de potencial para los estabilizantes oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio.

La síntesis de nanopartículas a una diferencia de potencial variable demostró, según el gráfico A y B, que para el estabilizante oleato de sodio las nanopartículas de menor tamaño se obtuvieron para 20V (menor a 2,5nm) y las de mayor tamaño a 40V (13nm), y para el cloruro de tetraetilamonio a 30V (menor a 5nm) y las de mayor tamaño a 15 y 50V(14nm) . En ambos casos presentan un intervalo de tamaño estrecho.

5.4.- Optimización de parámetros

Una vez variados los parámetros de frecuencia y amplitud de la señal de corriente alterna, se escogieron los valores que generaban las nanopartículas de menor tamaño.

Tabla 4 .- Optimización de parámetros de la electrólisis.

Estabilizante	Amplitud (V)	Frecuencia (Hz)
Oleato de sodio	20	120
Cloruro de tetraetilamonio	30	60

Ahora bien, luego de tener la optimización de los parámetros de frecuencia y amplitud, se evaluó bajo esas condiciones para cada estabilizante, como afectaba el tamaño de las nanopartículas el empleo de agitación magnética.

Tabla 5 .- Comparación de tamaño de nanopartículas sintetizadas empleando agitación magnética.

Estabilizante	Sin agitación	Con agitación
Oleato de sodio (nm)	5,3 ± 0,1	13,7±0,6
Cloruro de tetraetilamonio (nm)	10,8±0,6	15,2±0,5

El empleo de agitación magnética para la síntesis de nanopartículas de Fe demostró que aumenta el tamaño de las mismas, para ambos estabilizantes. Por lo que no se ocupó el mismo al continuar con las electrólisis. Esto debido al carácter magnético propio de las nanopartículas que se aglomeran frente a un campo magnético inducido.

5.5.- Variación del tiempo de electrólisis.

Haciendo uso de los parámetros optimizados de la tabla 4, se evaluó la variación del tiempo de electrólisis de las nanopartículas sintetizadas para cada estabilizante.

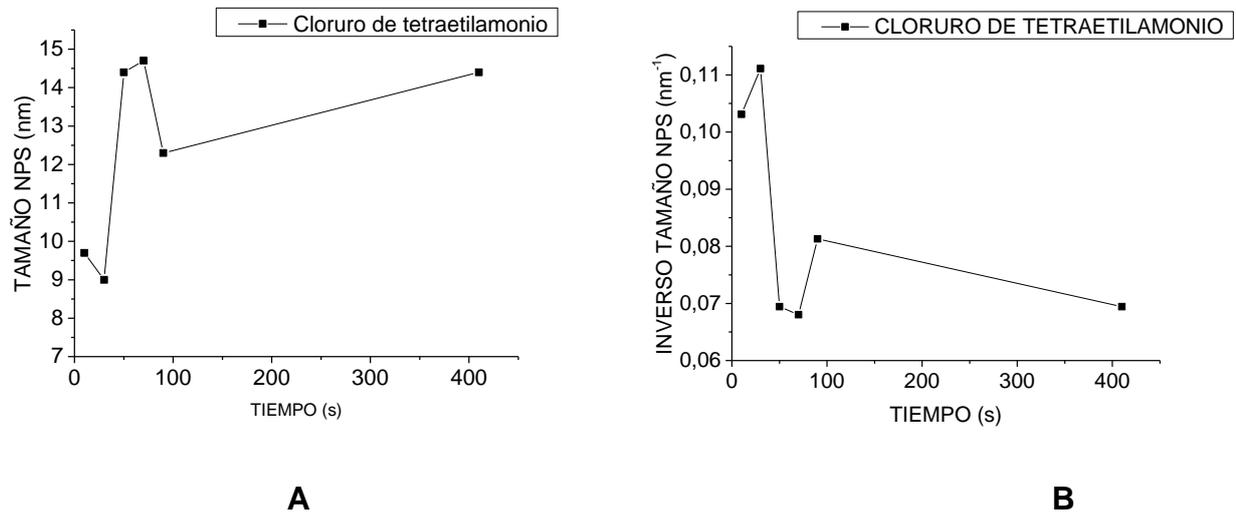


Figura 18.- Gráfico A) Tamaño de Nps sintetizadas para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio en función de la variación del tiempo. **Gráfico B)** Inverso del tamaño de Nps sintetizadas para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio en función de la variación del tiempo.

Como se puede observar en los gráficos anteriores no hay una gran variación del tamaño de las nanopartículas sintetizadas con el cloruro de tetraetilamonio, el menor tamaño obtenido fue de 9nm y el mayor tamaño fue de 13,75nm, es decir, un intervalo de tamaño de nanopartículas sintetizadas pequeño. Vale destacar que al pasar de 360 segundos de síntesis, la electrólisis se hace muy exotérmica y se genera mucha efervescencia. Este cambio abrupto de temperatura se puede deber a un flujo alto de corriente.

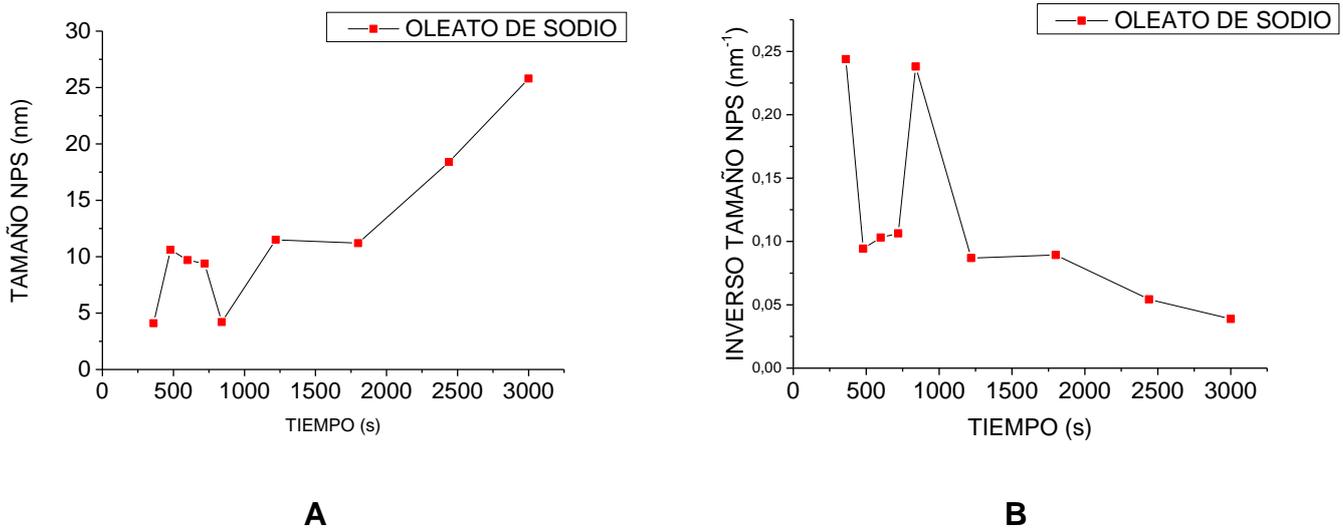
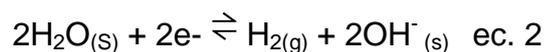


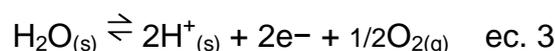
Figura 19.- Gráfico A) Tamaño de Nps sintetizadas para el estabilizante oleato de sodio en función de la variación del tiempo. **Gráfico B)** Inverso del tamaño de Nps sintetizadas para el estabilizante oleato de sodio en función de la variación del tiempo.

Se puede observar en la figura 19 en el gráfico A que existe un aumento progresivo del tamaño de las nanopartículas luego de 1800 segundos de electrólisis. Mientras que el gráfico B nos demuestra que a 300 segundos se obtuvieron las nanopartículas de menor tamaño (4nm) y las de mayor tamaño a 3000 segundos (25.8nm). En este caso el intervalo de tamaño de las nanopartículas sintetizadas es más amplio comparado con el estabilizante anterior.

Para ambos estabilizantes se observó el desprendimiento de burbujas, esto está asociado a que en el cátodo se genera la reducción de agua, se produce de acuerdo con la siguiente reacción⁵⁰:



Mientras que en el ánodo se da la electrólisis del agua, según la siguiente reacción, aportando oxígeno a la celda de reacción³⁴.



Lo que justifica entonces la formación de burbujas que se presenta en las electrólisis realizadas. En la electrólisis con el cloruro de tetraetilamonio se observó

que era exotérmica, esto puede asociarse a que este medio presenta menos resistencia ($10,012 \pm 0,001$ KOHM) y el flujo de corriente es mayor que con el estabilizante oleato de sodio, donde la resistencia es mucho mayor ($34,514 \pm 0,001$ KOHM).

5.6.- Análisis mediante UV-visible de las nanopartículas sintetizadas.

Consecutivamente, las nanopartículas obtenidas a mayor tiempo de electrólisis para ambos estabilizantes, se lavaron haciendo uso de la centrifuga, y se midieron sus espectros de absorción en el UV-visible, también se compara el resultado del análisis del UV-visible de las nanopartículas redispersadas, generándose la siguiente información contenida en la figura 20.

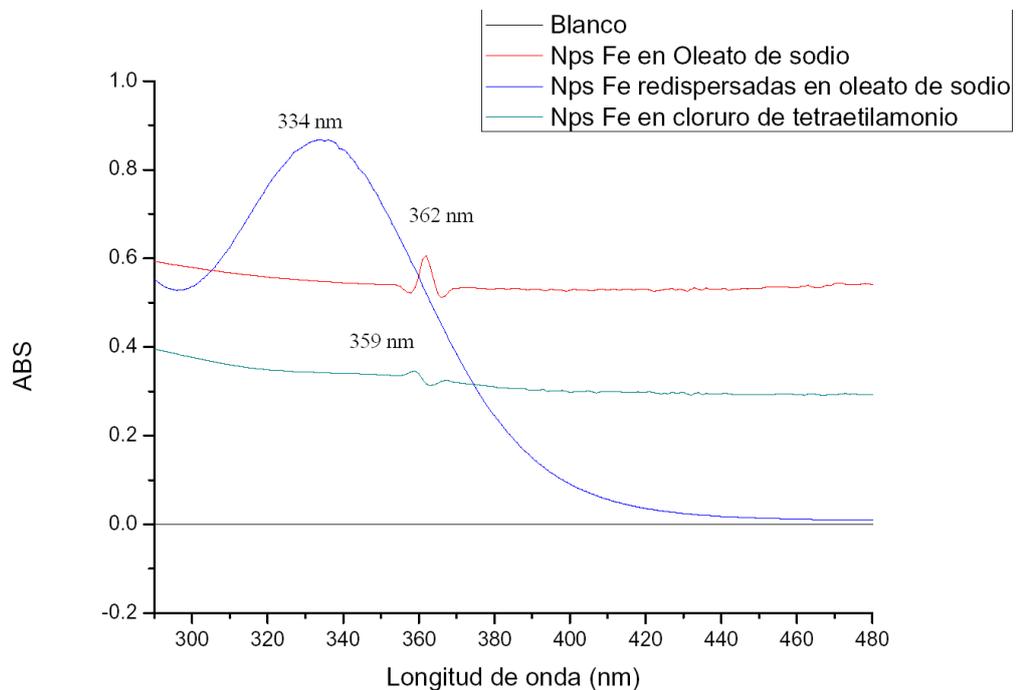


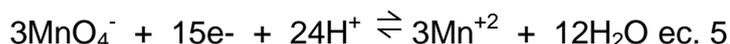
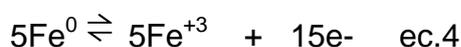
Figura 20.- Gráfico del Espectro de absorción de UV-visible de nanopartículas sintetizadas en cloruro de tetraetilamonio y oleato de sodio.

Como se puede observar en la figura 20 existen dos señales de absorción a aproximadamente 359 y otra a 362 nm pertenecientes a las nanopartículas sintetizadas para cada estabilizante estudiado, mientras que la 334 nm corresponde a las nanopartículas resultantes de la redispersión. Según Lin Guo un pico entre 325-357 nm indica la presencia de nanopartículas de Fe^0 y de nanopartículas de óxido de Fe respectivamente⁵¹. Demostrándose entonces de esta manera la presencia de nanopartículas de hierro y de óxido de hierro presentes en los resultados de las electrólisis realizadas.

5.7.- Composición de las nanopartículas sintetizadas.

Haciendo uso del método de espectrocolorimetría⁵¹ se logro determinar el contenido de Fe en las Nps Fe sintetizadas para el estabilizante oleato en 5 horas (no se realizo para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio porque este no permite hacer la síntesis a tiempos muy largo, ya que la electrólisis es muy violenta), se empelo el permanganato de potasio como agente oxidante para los patrones y la muestra, asegurándose de esta manera que todo el hierro presente estuviese como Fe^{+3} , como se puede observar en las siguientes ecuaciones:

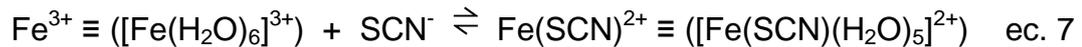
Semi-reacciones



Reacción general



Posteriormente al agregar el tiocianato de potasio a cada patrón y muestra, se formaba un complejo coloreado de color rojo intenso que sigue la siguiente reacción:



Este complejo de hierro se descompone con el tiempo por lo que hay que hacer las medidas en el UV-visible al momento de preparar las disoluciones. En la tabla 16 en los anexos se detalla la preparación de los patrones y en la imagen 21 se muestra la curva de calibración.

Con los datos obtenidos de la curva de calibración se obtuvo el porcentaje de hierro de las nanopartículas, si se supone que dichas nanopartículas son de óxido de magnetita (Fe_3O_4) se puede establecer la composición de los componentes que la constituyen los cuales se presentan en la siguiente tabla.

Tabla 6.- Resumen de la composición de las nanopartículas redispersadas en el estabilizante oleato de sodio.

Gramos obtenidos Nps (g) (+/-0,01)	0,08
Contenido de hierro (+/-2)	20%
Contenido de oxígeno	27%
Contenido de estabilizante	53%

Se obtuvo un contenido de hierro de $20 \pm 2\%$ en las nanopartículas redispersadas con el estabilizante oleato de sodio, al suponer que esta nanopartículas sintetizadas son de magnetita se puede deducir el contenido de oxígeno que posee, siendo del 27%, lo que indica que el resto de la masa está constituida por el estabilizante empleado para la electrólisis, oleato de sodio, siendo de 53%.

5.8.- Integridad de las nanopartículas Fe redispersadas.

Se midió el tamaño de las nanopartículas redispersadas por DLS, y se compararon con las nanopartículas sintetizadas sin tratar, sintetizadas bajo las mismas condiciones, obteniéndose lo siguiente:

Tabla 7.- Integridad de nanopartículas redispersadas en la electrólisis a 5 horas para el estabilizante oleato de sodio.

Condiciones Nps Fe	Tamaño(nm)
Redispersadas	9 ± 1
Sin tratar	14 ± 1

Se evidencia que las nanopartículas redispersadas presentan un menor tamaño con respecto a las nanopartículas que no fueron tratadas, es decir, no se lavaron haciendo uso de la centrifuga, ni se secaron en la estufa por un largo periodo de tiempo. Lo que permite suponer que las nanopartículas en reposo tienden a agregarse.

5.9.- Rendimiento de la electrólisis de nanopartículas sintetizadas.

Para obtener un rendimiento de la electrólisis se tomó en cuenta el área del alambre de hierro utilizado como electrodo ($4,3\text{cm}^2$), la longitud del mismo (10cm) y la cantidad de estabilizante empleado en la celda de reacción (50ml). Obteniéndose un valor de $0,074\text{g}/\text{cm}^2\text{hL}$.

$$\text{Rendimiento} = 0,08\text{g}/\text{área} \times \text{h} \times \text{L} \quad \text{ec. 8}$$

6.- CONCLUSIONES

La síntesis electroquímica de nanopartículas de hierro variando la frecuencia de una corriente alterna demostró que se obtuvo para todas las frecuencias empleadas un intervalo de tamaño estrecho para el estabilizante oleato de sodio y el cloruro de tetraetilamonio. El tamaño de Las nanopartículas para oleato de sodio abarco un intervalo de 5nm a 18nm, mientras que para el cloruro de tetraetilamonio fue de 8nm a 14nm

Se obtuvo una distribución de tamaño de nanopartículas sintetizadas para ambos estabilizantes que comprende un intervalo desde 1 a 27 nanómetros.

Al variar la amplitud de la señal de corriente alterna se observo que para el estabilizante oleato de sodio la electrólisis generó nanopartículas de tamaño entre 2,5nm para 20v y 13nm para 40v mientras que para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio las nanopartículas obtenidas fueron de 5nm para 30v y 14nm para 50v, demostrándose un intervalo de tamaño estrecho para ambos estabilizantes.

La aplicación de agitación magnética durante la electrólisis genera un aumento en el tamaño de las nanopartículas obtenidas, ya que se aglomeran por efecto magnético.

En cuanto a la variación del tiempo de electrólisis de las nanopartículas al emplear el cloruro de tetraetilamonio, se observó que no existía un cambio significativo en el tamaño de las Nps Fe. Mientras que para las síntesis con el oleato de sodio presento un aumento de tamaño de manera progresiva.

La caracterización de las nanopartículas sintetizadas empleando espectroscopía Uv-visible permitió constatar la presencia de las mismas, al generar señales entre 334-362 nm aproximadamente, coincidiendo con lo reportado en la literatura.

Las nanopartículas obtenidas con oleato de sodio como estabilizante a 120Hz y 30v presentaron una composición de hierro de $20\pm 2\%$, sí se supone que las

mismas pertenecen a el óxido magnetita se puede decir que está compuesta de 27% de oxígeno y el restante 53% es de estabilizante que rodea a las nanopartículas.

Las nanopartículas redispersadas presentan un menor tamaño que las nanopartículas que no sé secaron en la estufa y se dejaron en reposo.

Se obtuvo un rendimiento de electrólisis de las nanopartículas obtenidas con oleato de sodio como estabilizante a 120Hz, 20v y por 5 horas de $0,074\text{g}/\text{cm}^2\text{hL}$.

7.- REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

- 1.- Blog de nanotecnología [Internet]. Chile.2014[Citado 28 Ago 2016].Disponible en:<http://www.nanotecnología.cl/aplicaciones-de-la-nanotecnología/>.
- 2.- Nurmi, J. T., Thatneyer, P. G., Sarathy, V. Baer, D.R., Amonette, J. E., et al (2005). Characterization and properties of metallic iron nanoparticles: spectroscopy, electrochemistry, and kinetics. *Environ Sci Technol.* Mar 1,, 39(5):1221-30.
- 3.- Schweiger, C., Pietzonka, C., Heverhagen, J., Kissel, T. (2011). Novel magnetic iron oxide nanoparticles coated with poly(ethylene imine)-g-poly(ethylene glycol) for potential biomedical application: synthesis, stability, cytotoxicity and MRI imaging. *International journal of pharmaceutics*, 408, (1-2),15 p.130-137.
- 4.- Tang, Y., Chu, L., Sun, N., Liy, R., Ge, G. (2013). Research progress in magnetoc separation with iron oxide magnetic nanoparticles. *Chinese Science Bulletin.* 58(24)pp2377-2384.
- 5.- Laurent, S. y colaboradores. *Chem. Rev.* (2008) 108, p. (2064-2110).
- 6.- Saha, B., *Phys. Chem. C.* (2011), 115 p. (8024-8033).
- 7.- Qu, H. y colaboradores. *Langmuir* (2011). 27. P. 2271-2278.
- 8.- Calbo, Carmen. Los laureados con el nobel de la química. ABC.es [internet] 2016. [Citado 01 nov 2016 Disponible:]http://www.abc.es/ciencia/abci-jean-pierre-sauvage-fraser-stoddart-y-bernard-feringa-ganan-nobel-quimica-2016-201610051154_noticia.html.
- 9.- Gutierrez, Enrique. *Química inorgánica.* Ed. Reverté. Barcelona.1984.
- 10.- Hilber, D.,2005. Synthesis, properties and applications of iron nanoparticles.*Small.* (1) p. 482-501.
- 11.- Arruebo, M., Fernandez, R., Ibarra, M., Santamaría, J., 2007. Magnetic nanoparticles for drug. Delivery. *Nanotoday.* (2) p. 22-23.

- 12.- Generalic, Eni. "Hierro." *EniG. Tabla periódica de los elementos*. KTF-Split, 13 Jan. 2019. Web. 30 Apr. 2019. <https://www.periodni.com/es/fe.html>
- 13.- Elementos de la tabla periódica y sus propiedades [Internet] España [Citado 28 Ago 2016] disponible: <http://elementos.org.es/hierro>. , *Properties, Reactions, Occurrences and Uses*. Darmstadt: Wiley–V CH GmbH & Co. KGaA.
- 15.- Rigaku. Identificación y cuantificación de alta velocidad de hematita y magnetita. [internet] 2016 [citado 30 sep 2016] disponible: <http://www.rigaku.com/es/products/xrd/smartlab/app028>.
- 16.- Castaño, J., Funcionalidad de los óxidos de hierro. *Revista metal*, Madrid, 34 (3). [Internet] 1998 [Consultado 28 may 2016] Disponible en: <http://Revistademetalurgia.revistas.CSIC.es>
- 17.- Schimid, G., *Chem. Rev.* 1992. P. 1709-1727.
- 18.- Roucoux, A., Schulz, J., Patin, H., *Chem. Rev.* 2002. (102) p. 3757-3778.
- 19.- Schmid, G., Ed. *Clusters and colloids from the theory of applications*; VCH Press New York. 1994p. 458-536.
- 20.- Servidor Alicante. *Glosario Fundamentos Biológicos de la Conducta / Término*. Fecha de creación: 2012-02-13 [Consultado 30 abril 2019] Disponible en: <https://glosarios.servidor-alicante.com/fundamentos-biologicos-conducta/tetraetilamonio-tea>.
- 21.- [Consultado 30 abril 2019] disponible: <https://es.erch2014.com/obrazovanie/81260-kak-ispolzuetsya-oleat-natriya.html>
- 22.- 31.- Ecured. [Internet] Ecuador. [citado 03 sep 2016] disponible en: <https://www.ecured.cu/Electroqu%C3%ADmica>.
- 23.- Rodas5.us.es [internet] citado el 01 sep 2016. Disponible en : http://www.rodas5.us.es/file/106e4f11-34ba-7c086322853c5643871f/1/tema5_word_scorm.zip/page_03.htm.

- 24.-Tipos de celdas electrolíticas.[Internet].2011. Citado el 15 oct 2016. Dponible en: Clasesdequimica.blogspot.com.
- 25.- Alvarez, Manuela. [Internet] (elaborado 30/09/2014) [citado 04 sep 2016] Tecnología e informática. Disponible en: <http://manu1502.blogspot.com/2014/09/lineas-de-tiempo-una-linea-del-tiempo.html>.
- 26.- Asifunciona.com [internet]2004.[Actualizado sep 2015, citado septiembre 2016]. Disponible en: http://www.asifunciona.com/electrotecnia/ke_frec_ca/ke_fre_ca1.htm.
- 27.-Bard, A., Faulkner, L., Electrochemical Methods, fundamentals and applications. John Wiley & Sons. 1980.
- 28.- Hamann, C., Hamnett, A., Vielstich, W., Electrochemistry, New York, Wiley-VCH. 1998.
- 29.- Reetz, m., Helbig, W., J. Am. Chem. Soc. (116). 1994. P. 7401-7402.
- 30.-Martínez, José. UCV. Tesis Doctoral. Estudio de varios sistemas electroquímicos. 2006.
- 31.- Bullon, Mary. Estudio electroquímico y propiedades electrocatalíticas de nanopartículas de materiales de nanopartículas de metales de transición. Tesis doctoral.ucv.2013.
- 32.- Tsouris C., D.W. DePaoli, J.T. Shor, Method and apparatus to electrolytically produce high-purity magnetite particles, in, UT Battelle, LLC, US, 2001, pp. 9.
- 33.- Vulicevic L.J., N. Ivanovic, N. Popovic, M. Novakovic, M. Popovic, M. Mitric, V. Andric, D. Babic, Journal of Microscopy, 232 (2007) 5.
- 34.- Cabrera S. Gutiérrez, N. Menéndez, M.P. Morales, P. Herrasti, Electrochim.Acta,2008, 53,3436).
- 35.- Rodríguez A. -López, A. Paredes-Arroyo, J. Mojica-Gómez, C. Estrada-Arteaga, J. J. Cruz-Rivera, C. G. Elías AlfaroandR. Antano-Lopez, J. Nanopart. Res.,2012, 14, 993.

- 36.- Fajaroh F., H. Setyawan, W. Widiyastuti and S. Winardi, Adv. Powder Technol., 2012, 23, 328.
- 37.- Starowicz M., P. Starowicz, J. Zukrowski, J. Przewoznik, A. Lemanski, C. Kapusta and J. Banas, J. Nanopart. Res., 2011, 13, 7167
- 38.- Blandón, Lucas y col. Síntesis electroquímica de nanopartículas de platas en presencia de surfactante neutro. Universidad de Antioquia. Colombia. 2014.
- 39.- Wang, J. Analytical Electrochemistry, Ed, 2^{da}. Wiley-VCH. New York. 2000, 28, 60-62.
- 40.- Uniades.edu. [internet] Colombia. [citado 25 agosto 2016] Disponible en : <http://investigaciones.uniades.edu.co./index.php/en/centro-de-microscopia/microscopio-electronico-de-barrido-neb/descripción-de-la-tecnica-meb>.
- 41.- Feliu, S. Introducción a la espectroscopía fotoelectrónica de rayos x (XPS). Centro nacional de investigación metalúrgica. [Internet] [citado 25 ago 2016] Disponible en: http://www.aecientificos.es/empresas/aecientificos/articulo_feliu.pdf.
- 42.- Farner, v. The infrared spectra of minerals, mineralogical society, 4, 1974.
- 43.- Skoog, D. Principios de análisis instrumental. Ed. 5ta. Mc Graw Hill. 1992. 322-353.
- 44.- . Wetheim, G. The Mossbauer effect. New York. 1962.
- 45.- Cudero, A., PhD. Universidad Autónoma de Madrid. 2005.
- 46.- Malvern [Internet]: [Http://www.malvern.com/es/products/technology/dynamic-light-scattering/](http://www.malvern.com/es/products/technology/dynamic-light-scattering/) (Citado 01 oct 2016).
- 47.- Olmos, Dania., González, B., universidad Carlos III. Madrid. Microscopia de fuerza atómica. 2008.
- 48.- Francisco, J. Plasmones superficiales. Investigación y ciencia. 2008. 66-76.
- 49.- Gastón Charlot. Les méthodes de la chimie analytique. 4ta ed. 1961. Masson et Cie, editeurs. (736-789) pág.

50.- *Fajaroh Fauziatul, Heru Setyawan,* Widiyastuti, Sugeng Winardi.* Synthesis of Magnetite Nanoparticles by Surfactant-Free Electrochemical Method in an Aqueous System. Department of Chemical Engineering, Faculty of Industrial Technology, Sepuluh Nopember Institute of Technology, Kampus ITS Sukolilo, Surabaya 60111, Indonesia

51.- Lin Guo, Qunjian Huang, Xiao-yuan Li* and Shihe Yang* Iron nanoparticles : Synthesis and applications in surface enhanced Raman scattering and electrocatalysis. Department of Chemistry, The Hong Kong University of Science and Technology, Clear Water Bay, Kowloon, Hong Kong.2001.

8.- ANEXOS

Tabla 8.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de la frecuencia a 10V para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio.

Frecuencia (Hz)	30	60	120	240	480	960
medida 1	12.0	7.1	12.0	9.5	12.6	9.5
medida 2	12.3	7.1	12.0	9.0	12.6	9.9
medida 3	12.0	6.9	10.0	9.5	12.3	9.5
Promedio NpsFe (nm)	12.1	7.0	11.3	9.3	12.5	9.6
s	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2
1/tamaño	0.08	0.14	0.89	0.10	0.08	0.10

Tabla 9.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de la frecuencia a 10V para el estabilizante oleato de sodio.

Frecuencia (Hz)	30	60	120	240	480	960
medida 1	17.0	10.0	4.1	6.1	7.5	7.5
medida 2	16.5	9.8	4.2	6.1	7.8	7.5
medida 3	17.0	10.0	4.1	6.3	7.5	7.8
Promedio NpsFe (nm)	16.8	9.9	4.1	6.2	7.6	7.6
s	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
1/tamaño	0.15	0.10	0.24	0.16	0.13	0.13

Tabla 10.-Distribución de tamaño de nanopartículas sintetizadas para los estabilizantes oleato de sodio y cloruro de tetraetilamonio en función de la frecuencia.

Estabilizante	Oleato	Tetra
Frecuencia (Hz)	intervalo (nm)	intervalo (nm)
30	3 - 18	2 - 27
60	2 - 25	1.4 - 21
120	1.6 - 25	1 - 20
240	2 - 8.6	1 - 19.5
480	1.6 - 9	1.1 - 22
980	1.5 - 9	3 - 26

Tabla 11.-Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de la diferencia del potencial a 60Hz para el estabilizante oleato de sodio.

Diferencia de potencial (V)	10	15	20	25	30	40	50
medida 1	2.1	3.2	2.2	4.3	3.2	12	11.3
medida 2	3.1	3.2	2.1	4.4	3.2	14	11.3
medida 3	2.1	3.2	2.1	4.4	3.9	12	11.9
Promedio NpsFe (nm)	2.5	3	2.2	4.30	3.4	13	11.5
s	0.5	0	0.1	0.1	0.3	1	0.3
1/tamaño	0.4	0.3	0.45	0.23	0.30	0.08	0.09

Tabla 12.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de la diferencia del potencial a 60Hz para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio.

Diferencia de potencial (V)	10	15	20	25	30	40	50
medida 1	5.1	13.7	5.1	5.3	4.8	8.3	13.3
medida 2	5.1	13.2	5.3	5.1	4.6	9.0	13.3
medida 3	5.1	13.7	5.1	5.9	4.3	8.3	13.7
Promedio NpsFe (nm)	5.1	13.5	5.2	5.4	4.6	8.5	13.4
s	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.3	0.3
1/tamaño	0.19	0.07	0.19	0.18	0.21	0.11	0.07

Tabla 13.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas con y sin agitación magnética. a una diferencia de potencial de 30V y una frecuencia de amplitud de 60 Hz y un tiempo de 90 segundos para el estabilizante cloruro de tetraetilamonio. Y una diferencia de potencial de 20V y una frecuencia de amplitud de 120 Hz y un tiempo de 600 segundos para el estabilizante oleato de sodio.

Oleato de sodio	Tamaño SA	Tamaño CA	Cloruro tetra	Tamaño SA	Tamaño CA
medida 1	5.5	14.5	medida 1	10.2	14.5
medida 2	5.3	13.6	medida 2	10.5	15.6
medida 3	5.2	13	medida 3	11.7	15.5
promedio	5.3	13.7	promedio	10.8	15.2
s	0.1	0.6	s	0.6	0.5

Tabla 14.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de tiempo a una diferencia de potencial de 30V y una frecuencia de amplitud de 60 Hz para el estabilizante cloruro de tetretilamonio.

Variando tiempo (s)	10	30	50	70	90	410
medida 1	8	8	13	17	10	13.
medida 2	10	10	17	17	13	17
medida 3	10	8	13	10	13	14
Promedio NpsFe (nm)	10	9	14	15	12	14
s	1	1	1	1	1	1
Inverso tamaño	0.1031	0.1111	0.0694	0.0680	0.0813	0.0694

Tabla 15.- Promedio del tamaño de las nanopartículas de hierro sintetizadas para una variación de tiempo a una diferencia de potencial de 20V y una frecuencia de amplitud de 120 Hz para el estabilizante oleato de sodio.

Variando tiempo (s)	360	480	600	720	840	1220	1800	2440	3000
medida 1	4.1	12.6	10	9.5	4.1	10.9	12.1	16	30.2
medida 2	4.1	9.5	8	8.3	4.1	11.7	9.4	20	23.6
medida 3	4.1	9.5	10	10.5	4.3	11.9	12.1	20	23.6
Promedio NpsFe (nm)	4.1	10.6	10	9.4	4.2	11.5	11.2	18.	25.8
s	0.1	1.5	1	0.9	0.1	0.1	1.2	2	3.1
Inverso tamaño	0.2439	0.0943	0.1031	0.1064	0.2381	0.0870	0.0893	0.0543	0.0388

Tabla 16.- Descripción de las disoluciones patrones empleadas para el método de tiocianato por espectrocolorimetría.

Patrón	KSCN (ml) 15%	HCl_c(ml)	KMnO₄	Fe(M)
1	5	1	1 gota	5.74x10 ⁻⁵
2	5	1	2 gotas	8.61x10 ⁻⁵
3	5	1	3 gotas	1.00x10 ⁻⁴
4	5	1	2 gotas	2.87x10 ⁻⁵
5	5	1	1 gota	1.43x10 ⁻⁵

Tabla 17.- Datos para la curva de calibración del método de espectrocolorimetría para determinar la cantidad de hierro en las nanopartículas sintetizadas.

Concentración Fe (M)	Abs
5.74E-05	0.415
8.62E-05	0.735
1.01E-04	0.755
2.87E-05	0.1847
1.44E-05	9.63E-02
MUESTRA*	0.338

*Factor de dilución de la muestra 250

Figura 21.- Curva de calibración del método de espectrocolorimetría para determinar la cantidad de hierro en las nanopartículas sintetizadas.

